



**SINTESIS ZEOLIT Y DARI LUMPUR LAPINDO
DENGAN VARIASI KETERISIAN AUTOKLAF DAN
VARIASI RASIO MOLAR Si/Al**

SKRIPSI

Oleh

**Deys Sya'fatul Maziyyah
NIM 131810301003**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**SINTESIS ZEOLIT Y DARI LUMPUR LAPINDO
DENGAN VARIASI KETERISIAN AUTOKLAF DAN
VARIASI RASIO MOLAR Si/Al**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

**Deys Sya'fatul Maziyyah
NIM 131810301003**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Almamater tercinta, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Ibunda Liatin serta Ayahanda Abdul Gofur Latif yang senantiasa sabar dan ikhlas memberikan doa, cinta, kasih sayang, nasehat, teladan serta pengorbanan yang tiada henti selama ini;
3. segenap keluarga besar dan saudara-saudara, Kakek Abdul Latif (Alm) dan Saimin (Alm), Nenek Siti Rohmah (Alm) dan Pasri (Alm), Pakdhe Jahid, Budhe Chulifah atas doa, dukungan, nasehat dan motivasi selama ini;
4. Bapak/Ibu guru TK RA Budi Luhur, SDN Wonoplintahan II, SMPN 1 Krian, SMAN 1 Wonoayu, Bapak/Ibu dosen jurusan Kimia, teknisi jurusan Kimia, dan segenap karyawan FMIPA Universitas Jember yang telah membimbing dan memberikan ilmu, serta pengalamannya;
5. kawan-kawan Kimia 2013 (TITANIUM), keluarga besar jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember, kawan-kawan kos putri Sahida terimakasih atas semangat, bantuan, saran dan kenangan indah yang telah diberikan;
6. sahabat seperjuangan Ida Mahmida., Lilis Indah R., Dyah Vira P., Arum Meta M.S., Diah Ayu N.S., Inayatul Mukarromah, Berta Yudha S., Pricilia Citra., Maya Esti A. terima kasih atas doa, motivasi, keceriaan dan kebersamaan selama ini;
7. semua pihak yang telah berkontribusi namun tidak dapat disebutkan satu persatu.

MOTO

“Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu Telah selesai (dari suatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain. Dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya Kamu berharap” (terjemahan Surat *Al-Insyirah*: 6-8 *)

“Allah menghendaki kemudahan bagimu, dan tidak menghendaki kesulitan bagimu” (terjemahan Surat *Al-Baqarah*: 185 *)

“Allah akan mengangkat (derajat) orang-orang yang beriman di antaramu Dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa Derajat” (terjemahan Surat *Al-Mujadalah*: 11 *)

*) Departemen Agama Republik Indonesia. 2008. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Bandung: Cv. Diponegoro.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Deys Sya'fatul Maziyyah

NIM : 131810301003

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis Zeolit Y dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Keterisian Autoklaf dan Variasi Rasio Molar Si/Al” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali apabila dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan merupakan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik yang berlaku jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Januari 2019

Yang menyatakan,

Deys Sya'fatul Maziyyah
NIM 131810301003

SKRIPSI

**SINTESIS ZEOLIT Y DARI LUMPUR LAPINDO
DENGAN VARIASI KETERISIAN AUTOKLAF DAN
VARIASI RASIO MOLAR Si/Al**

Oleh

Deys Sya'fatul Maziyyah
NIM 131810301003

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Novita Andarini, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Tanti Haryati, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis Zeolit Y dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Keterisian Autoklaf dan Variasi Rasio Molar Si/Al” karya Deys Sya’fatul Maziyyah telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji

Ketua,

Anggota I,

Novita Andarini, S.Si., M.Si.
NIP.197211122000032001

Tanti Haryati, S.Si., M.Si.
NIP.198010292005012002

Anggota II,

Anggota III,

Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP.197501191998021001

Tri Mulyono, S.Si., M.Si.
NIP.196810021998021001

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs.Sujito, Ph.D
NIP.196102041987111001

RINGKASAN

Sintesis Zeolit Y dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Keterisian Autoklaf dan Variasi Rasio Molar Si/Al; Deys Sya'fatul Maziyyah, 131810301003; 2019: 57 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Lumpur lapindo merupakan suatu limbah yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembentukan zeolit. Zeolit merupakan suatu mineral dengan komponen utama yaitu silika dan alumina. Zeolit yang disintesis pada penelitian ini adalah zeolit Y. Zeolit Y merupakan mineral aluminosilikat yang tinggi kandungan silikanya sehingga dapat dimanfaatkan sebagai katalisator, penukar ion dan adsorben. Sintesis zeolit Y dilakukan dengan cara metode peleburan yang diikuti dengan proses hidrotermal. Perbandingan komposisi yang digunakan adalah $10\text{Na}_2\text{O}:1\text{Al}_2\text{O}_3:15\text{SiO}_2:300\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi keterisian volume autoklaf yang dimaksudkan untuk variasi tekanan dan variasi rasio Si/Al.

Lumpur dalam penelitian ini sebelumnya dilakukan *pretreatment* menggunakan HCl pada proses *leaching* dan NaOH untuk peleburan. Lumpur hasil peleburan dikarakterisasi menggunakan XRF. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa lumpur mengandung SiO_2 27,53%, Al_2O_3 6,36%, dan Na_2O 34,17%. Hasil tersebut sebagai dasar untuk menentukan massa SiO_2 dan NaOH yang perlu ditambahkan dalam sintesis. Lumpur hasil peleburan ditambahkan dengan air, SiO_2 , dan NaOH serta diperam selama 48 jam pada suhu kamar. Campuran yang telah diperam selanjutnya disaring, hasil dari penyaringan adalah filtrat larutan natrium silikat dan natrium aluminat. Filtrat dihidrotermal menggunakan autoklaf dan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 100-105°C selama 24 jam. Kristal yang dihasilkan disaring dan dinetralkan menggunakan akuademin. Hasil zeolit sintesis yang dihasilkan berwarna putih, kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR dan GSA.

Hasil karakterisasi pada variasi keterisian autoklaf komposisi zeolit Y dapat diketahui dari data analisis XRF. Berdasarkan data analisis XRF rasio Si/Al akan meningkat dengan semakin kecilnya nilai keterisian autoklaf yang digunakan. Meningkatnya rasio Si/Al pada keterisian autoklaf juga diikuti

berkurangnya kation, karena semakin tinggi kandungan Si maka pembawa muatan negatif Al kecil sehingga perlu sedikit kation untuk menetralkan. Difraktogram hasil analisis XRD menunjukkan pada keterisian autoklaf 70% dan 50% memiliki pola yang sama sedangkan keterisian autoklaf 90% memiliki pola berbeda. Perbedaan pola yang terjadi pada sudut 2θ $6,13^\circ$, $9,97^\circ$, $26,25^\circ$. Ukuran kristal pada variasi keterisian autoklaf berada pada kisaran 39,38 nm-79,79 nm. Data interpretasi IR menunjukkan telah terbentuknya kerangka zeolit yang dapat dilihat pada panjang gelombang $400-1600\text{ cm}^{-1}$.

Komposisi pada variasi rasio Si/Al meningkat dengan semakin banyaknya SiO_2 yang ditambahkan. Hal ini terjadi karena perbedaan kemampuan Si dan Al untuk bereaksi dengan basa. Pola difraktogram yang dihasilkan variasi rasio Si/Al berbeda, perbedaannya adalah pada rasio Si/Al 2,65 muncul puncak di sudut 2θ $6,31^\circ$ dan $23,26^\circ$. Puncak tersebut tidak dihasilkan zeolit hasil sintesis pada rasio Si/Al 2,53 dan 3,1. Sudut 2θ $6,31^\circ$ dan $23,26^\circ$ merupakan ciri dari standar zeolit Y, dengan ciri khas puncak utama pada sudut 2θ $6,31^\circ$. Ukuran kristal zeolit Y hasil sintesis berada pada kisaran 30,37 nm-159,78 nm. Interpretasi IR pada variasi rasio Si/Al menghasilkan kerangka zeolit, salah satunya terbentuk cincin ganda pada daerah sekitar 600 cm^{-1} . Berdasarkan grafik isoterm adsorpsi dari data GSA rasio Si/Al 2,53 dan 2,65 memiliki pola adsorpsi tipe empat sedangkan rasio Si/Al 3,1 tipe dua. Rasio Si/Al 3,1 memiliki luas permukaan sebesar $33,7874\text{ m}^2/\text{g}$, paling besar jika dibandingkan dua sampel lainnya. Distribusi ukuran pori adsorpsi dan desorpsi menunjukkan bahwa zeolit Y hasil sintesis kebanyakan memiliki ukuran pori pada daerah mikropori dan mesepori.

Secara umum zeolit Y yang dihasilkan dalam penelitian ini tidak murni, karena sintesis dari bahan alam cenderung menghasilkan campuran zeolit Y dan zeolit P. Kandungan pengotor yang terdapat dalam lumpur dapat mengganggu terbentuknya kerangka zeolit Y. Selain itu adanya pengotor berupa kation dan anion yang masih terdapat dalam lumpur dapat menyebabkan terjadinya penyumbatan pori sehingga luas permukaan yang dihasilkan kecil.

PRAKATA

Puji syukur atas segala rahmat dan hidayah yang dilimpahkan Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Zeolit Y dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Keterisian Autoklaf dan Variasi Rasio Molar Si/Al”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan dan pengarahan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Novita Andarini, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Utama dan Tanti Haryati, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah membimbing, meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam penulisan skripsi ini;
4. Suwardiyanto, S.Si., M.Si, Ph.D selaku Dosen Penguji I dan Tri Mulyono, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktu untuk menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Dr. Anak Agung Istri Ratnadewi, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik;
6. segenap dosen pengajar Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember.

Penulis berharap semoga setiap kalimat yang telah tertulis dalam skripsi ini dapat bermanfaat sebagai ilmu pengetahuan bagi pembaca.

Jember, Januari 2019

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Lumpur Lapindo	5
2.1.1 Silika	6
2.1.2 Alumina	7
2.2 Zeolit	8
2.2.1 <i>Primary Building Units</i>	9
2.2.2 <i>Secondary Building Units</i>	10
2.2.3 <i>Cage Building Units</i>	11
2.2.4 Struktur Zeolit	12
2.3 Klasifikasi Zeolit	13
2.4 Faktor-faktor Yang Berpengaruh Terhadap Sintesis Zeolit	14
2.5 Zeolit Y	16
2.6 Metode Hidrotermal	18
2.7 X-Ray Diffraction	20
2.8 X-Ray Fluorescence	21
2.9 Branauer Emmert Teller	23
2.10 Spektrofotometri Fourier Transform-Infra Red	24
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	26
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.2.1 Alat	26
3.2.2 Bahan	26

3.3 Diagram Alir Penelitian	27
3.4 Prosedur Penelitian	28
3.4.1 Preparasi Pembuatan Larutan	28
a. Pembuatan Larutan HCl 2 M	28
3.4.2 <i>Pretreatment</i>	24
a. Preparasi Sampel	28
b. <i>Leaching</i>	28
c. Peleburan Alkali	28
3.4.3 Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y	29
a. Pembuatan Larutan	29
b. Proses Hidrotermal	29
c. Karakterisasi Zeolit	29
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1 Karakter Zeolit Y Variasi Keterisian Autoklaf	30
4.1.1 Komposisi Zeolit Y	30
4.1.2 Struktur Kristal Zeolit Y	34
4.1.3 Interpretasi IR Zeolit Y	37
4.2 Karakter Zeolit Y Variasi Molar Si/Al	38
4.2.1 Komposisi Zeolit Y	38
4.2.2 Struktur Kristal Zeolit Y	40
4.2.3 Interpretasi IR Zeolit Y	44
4.2.4 Luas Permukaan dan Ukuran Pori Zeolit Y	45
BAB 5. PENUTUP	50
5.1 Kesimpulan	50
5.2 Saran	50
DAFTAR PUSTAKA	51
LAMPIRAN	57

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi lumpur lapindo	5
2.2 Karakteristik silika amorf	6
4.1 Komposisi lumpur hasil analisa XRF sebelum dan setelah <i>leaching</i>	30
4.2 Komposisi unsur-unsur dalam zeolit Y pada berbagai variasi keterisian autoklaf hasil analisa XRF	33
4.3 Hasil analisis kualitatif produk zeolit Y variasi keterisian autoklaf dengan standar dalam <i>Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolit</i>	36
4.4 Mode vibrasi dari gugus fungsi zeolit variasi keterisian autoklaf	38
4.5 Komposisi unsur-unsur dalam zeolit Y pada berbagai variasi rasio molar Si/Al hasil analisa XRF	39
4.6 Hasil analisis kualitatif produk zeolit Y variasi rasio molar Si/Al dalam <i>Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolit</i>	42
4.7 Ukuran kristal zeolit Y hasil sintesis	43
4.8 Mode vibrasi dari gugus fungsi zeolit variasi rasio molar Si/Al	45
4.9 Luas permukaan zeolit hasil sintesis	49

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Perkembangan struktur zeolit	9
2.2 <i>Primary Building Units</i>	9
2.3 <i>Secondary Building Units</i>	10
2.4 <i>Cage Building Units</i>	11
2.5 Perbedaan struktur tiga jenis zeolit	12
2.6 Struktur kerangka zeolite faujasite	17
2.7 Struktur zeolit Y dengan pembukaan cincin-12	17
2.8 Mekanisme kristalisasi sintesis zeolit	20
2.9 Proses terjadinya sinar-x	22
3.1 Diagram alir penelitian	27
4.1 Zeolit Y hasil sintesis dari lumpur	32
4.2 Difraktogram zeolit Y standar dan difraktogram zeolit Y variasi keterisian autoklaf	35
4.3 Spektra inframerah variasi keterisian autoklaf	38
4.4 Difraktogram zeolit Y standar dan difraktogram zeolit Y variasi keterisian autoklaf	41
4.5 Spektra inframerah variasi rasio Si/Al	44
4.6 Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi	46
4.7 Grafik distribusi ukuran pori adsorpsi dan desorpsi	48

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Pembuatan larutan HCl 2M	57
3.2 <i>Pretreatment</i>	58
3.3 Penentuan massa dan mol masing-masing senyawa berdasarkan data hasil peleburan karakterisasi XRF	58
3.4 Massa hasil peleburan yang digunakan dalam variasi keterisian autoklaf dan variasi rasio molar Si/Al	59
3.5 Penentuan massa SiO ₂ dan NaOH yang perlu ditambahkan pada variasi keterisian autoklaf dan variasi rasio molar Si/Al	59
3.6 Penentuan rasio molar Si/Al analisa XRF zeolit hasil peleburan	60
4.1 Penentuan rasio molar Si/Al analisa XRF zeolit hasil sintesis	61
4.2 Penentuan kristalinitas zeolit Y variasi keterisian autoklaf dan variasi rasio molar Si/Al	62
4.3 Penentuan ukuran kristal menurut persamaan <i>Debye Scherrer</i>	63
4.4 Perhitungan muatan zeolit hasil sintesis	65
4.5 Hasil analisa XRF komposisi awal lumpur	68
4.6 Hasil analisa XRF lumpur hasil leaching	69
4.7 Hasil analisa XRF hasil peleburan	70
4.8 Hasil analisa XRF zeolit Y keterisian 50%	72
4.9 Hasil analisa XRF zeolit Y keterisian 70%	74
4.10 Hasil analisa XRF zeolit Y rasio molar Si/Al 2,65.....	75
4.11 Hasil analisa XRF zeolit Y rasio molar Si/Al 3,1.....	76
4.12 Hasil analisa XRF zeolit Y rasio molar 2,53.....	77
4.13 Hasil analisa XRD zeolit Y keterisian 50%	78
4.14 Hasil analisa XRD zeolit Y keterisian 70%	80
4.15 Hasil analisa XRD zeolit Y rasio molar Si/Al 2,65	82

4.16 Hasil analisa XRD zeolit Y rasio molar Si/Al 3,1	84
4.17 Hasil analisa XRD zeolit Y rasio molar Si/Al 2,53	86
4.18 Hasil analisa FTIR zeolit Y keterisian 50%	88
4.19 Hasil analisa FTIR zeolit Y keterisian 70%	89
4.20 Hasil analisa FTIR zeolit Y rasio molar Si/Al 2,65	90
4.21 Hasil analisa FTIR zeolit Y rasio molar Si/Al 3,1.....	91
4.22 Hasil analisa FTIR zeolit Y rasio molar Si/Al 2,53.....	92
4.23 Data GSA isoterm zeolit Y rasio molar 2,53	93
4.24 Data GSA isoterm zeolit Y rasio molar 2,65	94
4.25 Data GSA isoterm zeolit Y rasio molar 3,1	95

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Lumpur lapindo merupakan suatu bencana nasional yang diakibatkan kebocoran pengeboran pada kegiatan eksplorasi minyak dan gas bumi oleh PT. Lapindo Brantas. Mineral yang seharusnya berada di dalam tanah terangkat ke atas dalam bentuk lumpur panas Sidoarjo. Bencana ini mengakibatkan luapan lumpur dengan volume mencapai jutaan meter kubik. Lumpur terus menyembur dan sangat sulit diatasi sampai sekarang. Semburan lumpur lapindo merupakan suatu limbah melimpah yang dapat mengganggu masyarakat dan merusak kondisi lingkungan sekitar. Tetapi berdasarkan hasil karakterisasi pada uji EDX menunjukkan bahwa lumpur lapindo mengandung senyawa silika dan alumina yang tinggi (Mustopa dan Risanti, 2013) dan dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembentukan zeolit (Toto, 2016). Kandungan senyawa yang terdapat pada lumpur lapindo adalah SiO_2 53,40%; Al_2O_3 23,80%; Na_2O 5,59%; Fe_2O_3 5,47%; Cl 2,89%; MgO 2,62%; CaO 2,40%; K_2O 1,63%; SO_3 1,24% (Jalil *et al.*, 2010).

Zeolit merupakan suatu mineral dengan komponen utama yaitu silika dan alumina. Kristal zeolit terdiri dari SiO_2 dan $[\text{AlO}_4]^-$ masing-masing membentuk struktur tetrahedral yang nantinya bergabung membentuk kerangka dengan cara keduanya akan saling terhubung pada atom O sebagai pengikat. Zeolit dibedakan menjadi dua jenis yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit sintesis telah banyak dikembangkan untuk mengatasi kelemahan zeolit alam yang memiliki kristalinitas rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai adsorben dan katalis (Breck, 1974). Zeolit yang akan disintesis pada penelitian ini yaitu zeolit Y. Zeolit Y merupakan mineral aluminosilikat yang kaya akan silika sehingga dapat dimanfaatkan sebagai katalisator, penukar ion, adsorben (Lechert *et al.*, 1996).

Sintesis zeolit dapat dilakukan dengan beberapa metode, salah satunya adalah metode peleburan yang diikuti dengan proses hidrotermal. Kelebihan metode ini menghasilkan kemurnian yang tinggi dan dapat dilakukan pada suhu rendah. Sintesis zeolit Y dengan menggunakan metode hidrotermal perlu

memperhatikan waktu peleburan, rasio molar Si/Al, waktu, suhu dan tekanan hidrotermal. Tekanan dan suhu dalam reaktor hidrotermal berkaitan dengan kesetimbangan fase spesies yang stabil pada kondisi tertentu. Tekanan berhubungan dengan energi bebas Gibbs dimana selama proses kristalisasi dari larutan jenuh mol jumlah senyawa terlarut berubah, sehingga energi bebas Gibbs direpresentasikan sebagai fungsi tekanan, suhu, dan mol. Tekanan dapat dipengaruhi oleh tingkat keterisian autoklaf dan suhu, diagram PVT Kennedy (1950) menggambarkan bahwa semakin besar keterisian atau volume yang digunakan pada saat proses hidrotermal maka tekanannya semakin besar. Oleh sebab itu dilakukan variasi keterisian autoklaf pada penelitian ini untuk melihat pengaruhnya terhadap zeolit sintesis yang dihasilkan.

Penelitian tentang sintesis zeolit Y telah banyak dilakukan dari berbagai sumber seperti *fly ash*, abu sekam padi, ampas tebu atau dengan bahan silika dan alumina murni. Anggoro dan Purbasari (2013) mensintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan metode hidrotermal dan melakukan variasi waktu 24 jam; 48 jam; 72 jam pada variasi suhu 100 dan 150°C. Hasil terbaik didapatkan pada suhu 100°C selama 48 jam dengan tingkat kristalinitas sebesar 74%. Sang et al. (2005) juga berhasil melakukan sintesis zeolit Y dari bahan kimia murni dengan perbandingan komposisi $10\text{Na}_2\text{O}:1\text{Al}_2\text{O}_3:15\text{SiO}_2:300\text{H}_2\text{O}$ pada suhu 100°C dengan ukuran kristal yang dihasilkan sebesar $<0,4 \mu\text{m}$. Sintesis zeolit Y dengan sumber silika dari lumpur lapindo telah dilakukan oleh Toto (2016) perbandingan komposisi yang digunakan $10 \text{Na}_2\text{O}: 1 \text{Al}_2\text{O}_3: 15 \text{SiO}_2: 300 \text{H}_2\text{O}$ menghasilkan rasio Si/Al sebesar 2,43. Metode yang digunakan adalah sol gel dengan variasi suhu hidrotermal 60°C, 80°C dan 100°C. Hasil terbaik didapatkan pada suhu 80°C dengan tingkat kemiripan zeolit faujasite sebesar 28,2%.

Sintesis zeolit dengan metode hidrotermal selain dipengaruhi oleh suhu, juga dipengaruhi oleh waktu *aging*. *Aging* dapat mempercepat proses kristalinitas pada suhu rendah (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Penelitian Kondru et al. (2011) mensintesis zeolit Y dengan memvariasikan waktu *aging*, suhu dan waktu hidrotermal. Kristalinitas yang dihasilkan sebesar 65,79% waktu *aging* 10 jam suhu hidrotemal 100°C selama 17 jam dengan luas permukaan maksimum 160

m²/g. Ahmedzeki et al. (2016) telah melakukan sintesis nanokristalin zeolit Y dengan waktu *aging* selama 48 jam, luas permukaan yang dihasilkan sebesar 499,43 m²/g. Zahro et al. (2014) telah melakukan sintesis zeolit Y dari ampas tebu sebagai sumber silika dengan memvariasikan rasio molar Si/Al. Rasio Si/Al dilakukan sebanyak 3 variasi yaitu 2, 2,5, dan 3. Hasil sintesis zeolit Y terbaik didapatkan pada rasio Si/Al 2,5 dengan sedikit campuran zeolit P.

Berdasarkan penelitian sebelumnya sintesis zeolit Y telah berhasil dilakukan dengan perbandingan komposisi 10Na₂O:1Al₂O₃:15SiO₂:300H₂O. Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit Y dengan variasi keterisian volume autoklaf yang dimaksudkan untuk variasi tekanan dan variasi rasio Si/Al. Variasi keterisian volume autoklaf akan dilakukan dengan membedakan volume yang digunakan pada saat sintesis yaitu 90%, 70% dan 50% dengan kapasitas autoklaf sebesar 100 ml. Variasi rasio Si/Al dilakukan dengan memvariasikan komposisi SiO₂ perbandingan yang digunakan 10, 15 dan 20 mol. *Aging* dilakukan selama 48 jam, selanjutnya di hidrotermal pada suhu 100⁰C sampai 105⁰C selama 24 jam. Lumpur dalam penelitian ini sebelumnya dilakukan *pretreatment* menggunakan HCl dan NaOH. Hasil sintesis zeolit Y dari lumpur lapindo akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan yang ada dalam lumpur. *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi kemurnian zeolit hasil sintesis. *Gas Sorption Analyzer* (GSA) untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran pori, serta spektrofotometri *Fourier Transform-Infra Red* (FT-IR) untuk mengetahui gugus fungsi dari zeolit hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh keterisian volume autoklaf terhadap karakter zeolit Y?
2. Bagaimana pengaruh rasio Si/Al terhadap karakter zeolit Y?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh keterisian volume autoklaf terhadap karakter zeolit Y
2. Mengetahui pengaruh rasio Si/Al terhadap karakter zeolit Y

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini yaitu dapat memberikan informasi tentang pengaruh keterisian volume autoklaf dan rasio molar Si/Al untuk menghasilkan zeolit Y berbahan dasar lumpur lapindo dengan berbagai analisis sehingga dapat diketahui hasil yang terbaik dari sintesis yang telah dilakukan.

1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Lumpur lapindo yang digunakan pada penelitian ini diambil tanpa memperhitungkan cuaca
2. Sampel yang diambil berasal dari daerah Porong – Sidoarjo secara acak
3. Lumpur diayak menggunakan ayakan 100 mesh

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lumpur Lapindo

Lumpur lapindo merupakan lumpur panas yang menyembur pada saat kegiatan eksplorasi pengeboran minyak dan gas bumi. Lumpur lapindo pada awalnya terjadi di Dusun Balongnongo Desa Renokenongo Kecamatan Porong Kabupaten Sidoarjo Jawa Timur sejak 29 Mei 2006. Volume rata-rata semburan awalnya mencapai $\pm 100.000 \text{ m}^3/\text{hari}$. Pada tahun 2012 volume lumpur yang keluar berkurang menjadi sebesar $25.000\text{-}50.000 \text{ m}^3/\text{hari}$ menurut data BPLS (Badan Penanggulangan Lumpur Sidoarjo, 2012). Semburan lumpur lapindo Sidoarjo menyebabkan beberapa pemukiman warga di daerah Porong terendam oleh lumpur.

Luapan lumpur lapindo banyak mengandung material vulkanis yang disertai gas, sehingga semburan tersebut dinamakan *mud volcano*. Lumpur lapindo tersusun atas 70% air dan 30% padatan (Usman *et al.*, 2006). Lumpur yang menyembur mengandung banyak mineral terutama silika dan alumina sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk sintesis zeolit. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Jalil *et al.* (2010) kandungan lumpur lapindo dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi lumpur lapindo

Komponen	Komposisi (%)
SiO ₂	53,40
Al ₂ O ₃	23,80
Fe ₂ O ₃	5,47
NaO ₂	5,59
Cl	2,89
MgO	2,62
CaO	2,40
K ₂ O	1,63
SO ₃	1,24

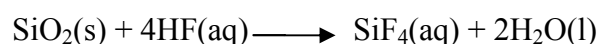
2.1.1 Silika

Silika (*silicon dioxide*) merupakan senyawa kimia dengan rumus molekul SiO_2 yang dapat diperoleh dari silika mineral dan sintesis kristal. Silika terikat secara tetrahedral dengan empat atom oksigen. Silika mineral adalah senyawa yang sebagian besar mengandung SiO_2 , banyak ditemukan dalam bahan tambang dan galian berupa pasir kuarsa dan granit (Kotz *et al.*, 2003). Bentuk kristal silika yang umum yakni kuarsa, tridimit, kristobalit sedangkan silika amorf berupa endapan silika, silika gel, koloidal sol silika dan silika pyrogenik. Silika struktur kristal tridimit dapat diperoleh dengan cara memanaskan pasir kuarsa pada suhu 870°C , bila pemanasan dilakukan pada suhu 1470°C akan dihasilkan silika dengan struktur kristobalit (Cotton dan Wilkinson, 1989). Silika memiliki beberapa sifat fisik, karakteristik silika amorf menurut Surdia dan Saito (2000) dapat dilihat dalam Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Karakteristik silika amorf

Nama Lain	Silikon Dioksida
Rumus molekul	SiO_2
Berat Jenis (g/cm^3)	2,6
Bentuk	Padat
Daya larut dalam air	Tidak larut
Titik cair ($^\circ\text{C}$)	1610
Titik didih ($^\circ\text{C}$)	2230
Kekerasan (Kg/mm^2)	650
Kekuatan tekuk (Mpa)	70
Kekuatan tarik (Mpa)	110
Modulus elastisitas (Gpa)	73 – 75
Resistivitas (m)	>1014
Koordinasi geometri	Tetrahedral
Struktur kristal	Kristobalit, tridimit, kuarsa

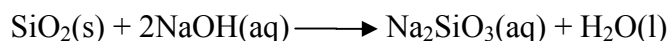
Sifat kimia silika adalah tidak larut dalam air panas atau dingin, selain itu silika tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidrofluorida dan fosfat. Silika larut terhadap asam hidrofluorida pekat :



Reaksi silika terhadap asam hidrofluorida berlebih yaitu :



Silika juga dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat seperti alkali hidroksida. Silika dalam reaksinya bertindak sebagai asam, dan larut dengan natrium hidroksida dalam kondisi panas:



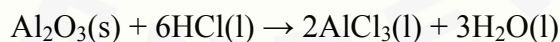
(Vogel, 1985).

2.1.2 Alumina (Al_2O_3)

Aluminium oksida (alumina) adalah senyawa kimia dari aluminium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 . Alumina merupakan material yang sangat keras dan sering digunakan sebagai abrasif atau ampelas. Alumina juga tahan terhadap panas dengan titik leleh sebesar 2020°C , sehingga dapat digunakan sebagai pendukung katalis pada proses industri kimia. Oksida aluminium relatif tidak reaktif kecuali pada suhu yang sangat tinggi (Petrucci *et al.*, 2014). Alumina dapat diperoleh dari pengolahan biji bauksit yang mengandung 50-60% Al_2O_3 ; 1-20% Fe_2O_3 ; 1-10% silika; sedikit sekali titanium, zirkonium dan oksida logam transisi lain; dan sisanya (20-30%) adalah air (Oxtoby, 2003). Sifat kimia alumina antara lain :

a. Reaksi dengan asam

Alumina dapat bereaksi dengan asam seperti asam klorida encer yang panas menghasilkan larutan aluminium klorida. Alumina dalam hal ini bertindak sebagai basa dan asam klorida sebagai asam.



b. Reaksi dengan basa

Alumina juga dapat bereaksi dengan basa seperti natrium hidroksida. Pada reaksi ini alumina bertindak sebagai asam. Larutan natrium hidroksida pekat yang panas dapat mereaksikan aluminium oksida menghasilkan larutan natrium tetrahidroksoaluminat yang tidak berwarna.



(Petrucci *et al.*, 2014).

2.2 Zeolit

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Szostak, 1989). Zeolit pertama *stilbite* ditemukan pada tahun 1756 oleh Baron Cronstedt, seorang mineralog Swedia. Baron menamakannya dengan nama mineral zeolit dari bahasa Yunani *zeo* (mendidih) dan *lithos* (batu), karena ketika dipanaskan perlahan batu itu menghasilkan uap air (Ocelli dan Robson, 1988). Zeolit memiliki struktur kerangka tiga dimensi yang tersusun dari unit-unit tetrahedral silika dan alumina. Zeolit terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka aluminosilikat dan fasa air. Ikatan ion Al-O-Si-O membentuk struktur kristal aluminosilikat, sedangkan logam alkali merupakan sumber kation mudah dipertukarkan dan fasa air merupakan air hidrat yang mengisi rongga kristal. Zeolit memiliki rumus empiris :



dimana :

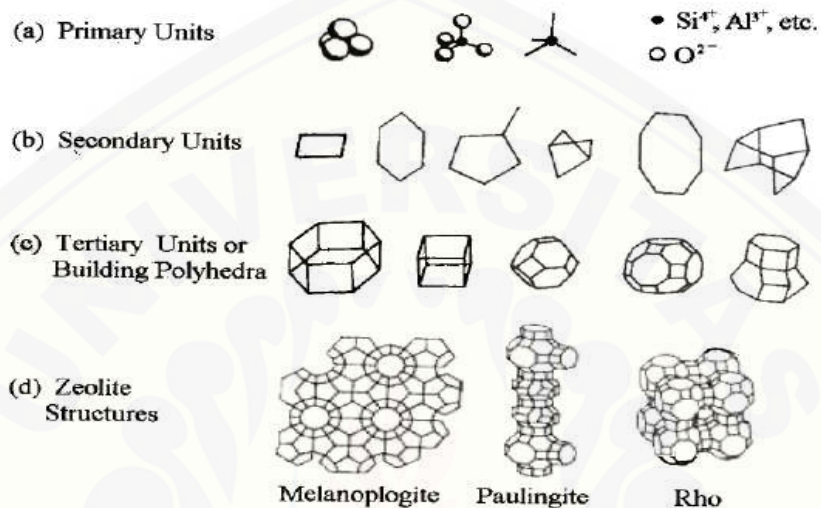
- M = unsur logam alkali atau alkali tanah
- n = valensi dari unsur logam alkali atau alkali tanah
- x,y = total jumlah tetrahedral per satu unit sel
- w = jumlah molekul air yang terkandung dalam rongga zeolit
- [] = struktur kerangka alumina silikat

(Bekkum *et al.*, 1991).

Unit tetrahedral silika dan alumina terbentuk dari empat atom oksigen yang mengelilingi satu atom Si atau Al. Atom oksigen bermuatan -2 sedangkan silikon bermuatan +4. Atom Al yang bervalensi 3 menyebabkan tetrahedron alumina bermuatan negatif, sehingga memerlukan kation untuk memenuhi sistem kenetralan. Struktur kerangka zeolit dapat diisi dengan kation yang bersifat dapat dipertukarkan seperti Na^+ , K^+ atau Ca^{2+} (Hamdan, 1992). Dalam struktur kristalnya Si yang bervalensi 4 dapat digantikan dengan Al yang bervalensi 3 sampai 50%, sehingga dengan mengatur bahan dasar maka rasio Si/Al dapat dibuat bervariasi (Schweitzer, 1979).

Struktur tetrahedral yang digabungkan dengan tetrahedral yang lain dapat membentuk suatu cincin yang disebut dengan tetrahedral *n-ring* dengan n

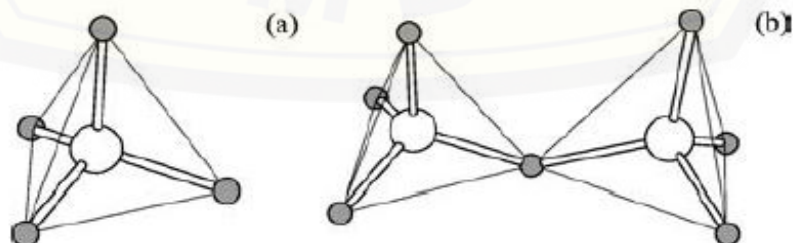
merupakan jumlah dari tetrahedral dalam satu cincin. Perkembangan struktur zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.1. Cincin yang paling umum ditemukan mengandung 4, 5, 6, 8, 10 atau 12 tetrahedral. *N-ring* yang saling berikatan satu sama lain akan menghasilkan unit polihedral dan unit inilah yang akan berkembang menghasilkan struktur zeolit (Lobo, 2003).



Gambar 2.1 Perkembangan stuktur zeolit

2.2.1 Primary Building Units (PBU)

Zeolit terdiri dari TO_4 tetrahedral melalui berbagai sudut yang memunculkan suatu kerangka empat yang terhubung dalam tiga dimensi. Kerangka T atom umumnya merujuk pada atom Si, Al, atau P, kerangka TO_4 dapat dilihat pada Gambar 2.2. Dalam beberapa kasus T dapat berupa atom lain seperti B, Ga, Be, Ge, dll.

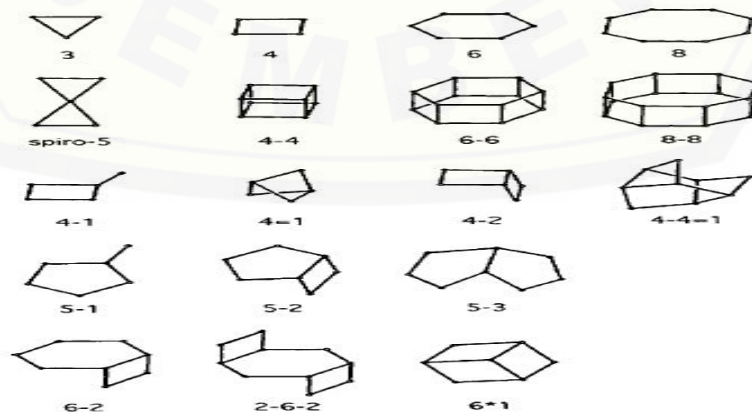


Gambar 2.2 PBU (a) TO_4 tetrahedron, (b) TO_4 tetrahedron yang berhubungan (Xu., *et al*, 2007).

Tetrahedral $[\text{SiO}_4]$, $[\text{AlO}_4]$, atau $[\text{PO}_4]$ merupakan unit bangunan dasar struktural kerangka zeolit. Dalam zeolit, masing-masing atom T dikoordinasikan dengan empat atom oksigen seperti pada Gambar 2.2 (a) dengan setiap atom oksigen menjembatani dua atom T pada Gambar 2.2 (b). Zeolit aluminosilikat dibangun dari SiO_4 tetrahedral dan AlO_4 tetrahedral yang memiliki kerangka anionik muatan negatif yang dikompensasi oleh kation tambahan. Saringan molekul *aluminophosphate* dibangun dari AlO_4 dan PO_4 tetrahedral melalui berbagai sudut memiliki kerangka netral, dimana tidak ada kation logam tambahan tetapi hanya molekul air teradsorpsi atau molekul *template* (Xu., *et al*, 2007).

2.2.2 Secondary Building Units (SBU)

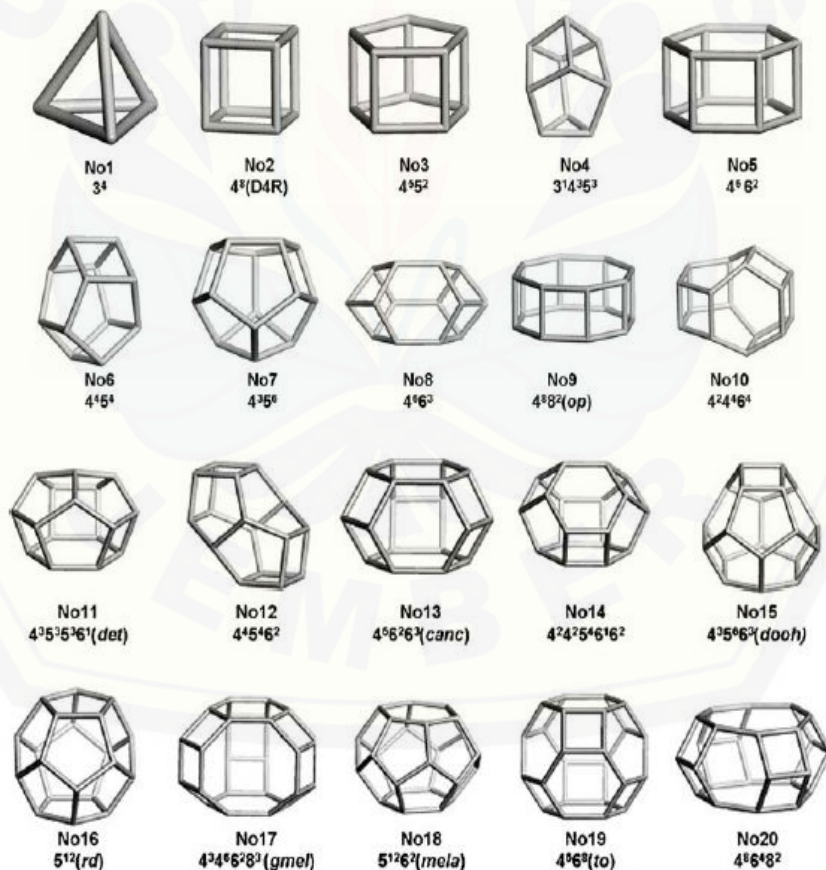
Kerangka zeolit dapat dianggap terbuat dari komponen unit terbatas atau komponen unit yang tidak terbatas seperti rantai dan lapisan. Konsep unit komponen tidak terbatas seperti SBU, diperkenalkan oleh Meier dan Smith. SBU yang berisi hingga 16 atom terkoordinasi secara tetrahedral (atom T) diperoleh dengan asumsi bahwa seluruh kerangka terdiri dari satu jenis SBU saja. Sel unit selalu berisi jumlah integral SBU, beberapa jenis SBU dapat dilihat pada Gambar 2.3. Salah satu jenis kerangka dapat terdiri dari beberapa SBU, sebagai contoh kerangka LTA berisi lima jenis SBU termasuk unit 4, 8, 4-2, 4-4, dan 6-2 (Xu., *et al*, 2007)



Gambar 2.3 Secondary Building Units (SBU)

2.2.3 Cage Building Units

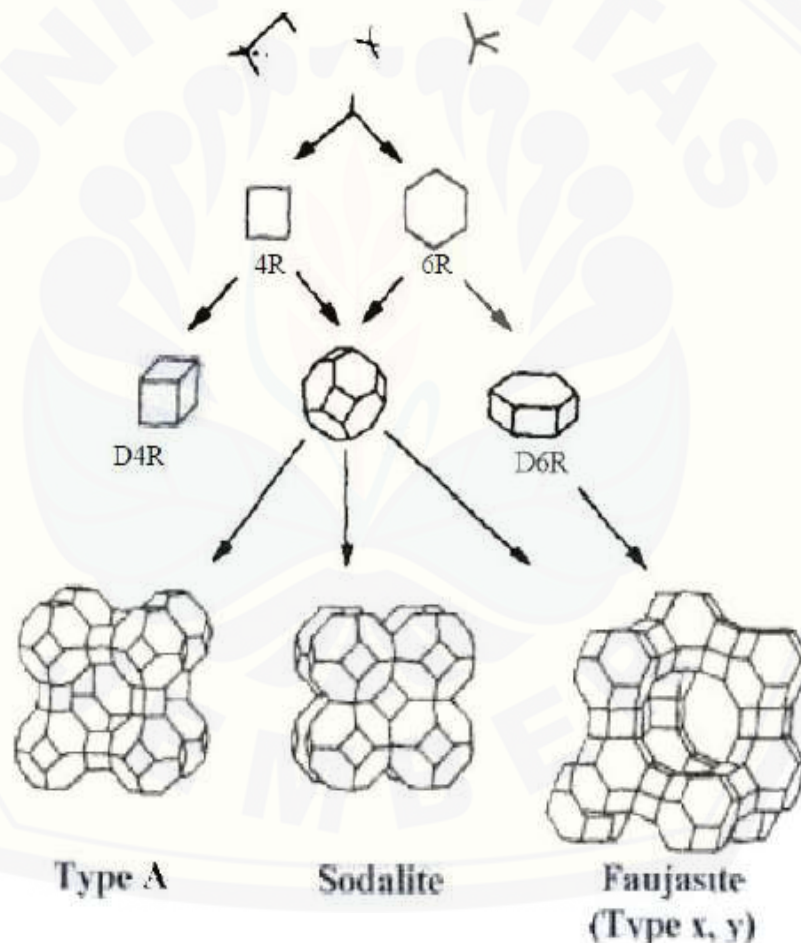
Unit pembangun sangkar (*cage*) pada kerangka zeolit ada beberapa karakteristik. *Cage* yang umumnya digambarkan dalam bentuk *n*-ring mendefinisikan bentuk zeolit, yang dapat dilihat pada Gambar 2.4. Sebagai contoh, *truncated octahedral* (unit *sodalite*) yang permukaannya didefinisikan oleh enam cincin 4 dan delapan cincin 6 akan dirancang sebagai *cage* $[4^6 6^8]$. Smith mendefinisikan nama-nama bagian *cage*. Pori *polyhedral* yang setidaknya memiliki satu wajah yang didefinisikan oleh sebuah cincin besar cukup untuk ditembus oleh spesies tamu, tetapi yang diperpanjang tidak terbatas (yaitu bukan saluran) disebut rongga menurut rekomendasi IUPAC. Sebagai contoh $[4^{12} 6^8 8^6]$ *polyhedron* dalam zeolit LTA, secara tradisional disebut *cage*, sebenarnya adalah sebuah rongga (Xu., *et al*, 2007).



Gambar 2.4 Cage Building Unit

2.2.4 Struktur Zeolit

Struktur zeolit terbentuk dari perkembangan dan gabungan dari unit pembangun penyusunnya, yang dapat dilihat pada Gambar 2.5. Kerangka zeolit yang berbeda dapat menampilkan bangunan satuan *cage* yang sama. Artinya unit bangunan *cage* yang sama dapat membangun jenis kerangka yang berbeda melalui berbagai hubungan. Misalnya mulai dari *cage* SOD, struktur SOD diperoleh ketika *cage* β (*sodalite cage*) dihubungkan dengan cincin 4 tunggal (4R). Struktur LTA diperoleh ketika *cage* β dihubungkan melalui cincin 4 ganda (D4R). Struktur *faujasite* diperoleh ketika *cage* β dihubungkan melalui cincin 6 ganda (D6R).



Gambar 2.5. Perbedaan struktur tiga jenis zeolit

2.3 Klasifikasi Zeolit

Zeolit dibedakan menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Terdapat 46 mineral zeolit alam dan lebih dari 150 zeolit sintetis dalam literatur dengan berbagai karakter yang menjadi ciri khas. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses perubahan alam (zeolitisasi) dari batuan vulkanik. Zeolit alam dapat terbentuk dari beberapa fenomena alam yaitu :

- a. Kristal yang dihasilkan dari proses hidrotermal di alam atau aktivitas sumber air panas, termasuk reaksi antara lautan dan aliran lava dengan batuan basalt
- b. Endapan yang terbentuk dari sedimentasi vulkanis pada sistem yang melibatkan alkali
- c. Formasi dari sistem danau air tawar atau air bawah tanah yang terjadi pada sedimentasi vulkanis
- d. Endapan yang terbentuk dari material vulkanis pada alkali tanah
- e. Endapan yang dihasilkan dari hidrotermal atau perubahan temperatur rendah dari sedimentasi laut

Fenomena-fenomena diatas terjadi pada sistem terbuka dalam skala yang besar dan dipengaruhi oleh beberapa variabel antara lain seperti tekanan, suhu, dan waktu (Byrappa, 2013).

Zeolit sintetis yaitu zeolit yang dengan sengaja direkayasa oleh manusia secara proses kimia. Zeolit sintetis mempunyai sifat fisik yang jauh lebih baik dibandingkan dengan zeolit alam, tetapi mineral zeolit yang dibuat tidak akan sama persis dengan mineral zeolit alam (Rodhie, 2006). Sifat zeolit sangat tergantung dari jumlah komponen Al dan Si dari zeolit tersebut. Oleh sebab itu zeolit sintetis dikelompokkan sesuai dengan perbandingan kadar komponen Al dan Si dalam zeolit menjadi :

- a. Zeolit kadar Si rendah (kaya Al)

Kadar maksimum Al dalam zeolit ini memiliki perbandingan Si/Al mendekati 1 dan keadaan ini menyebabkan daya pertukaran ion dari zeolit maksimum. Zeolit jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sangat

efektif dipakai untuk pemisahan atau pemurnian dengan kapasitas besar. Contohnya zeolit Si rendah adalah zeolit X dan zeolit A.

b. Zeolit kadar Si sedang

Zeolit ini mempunyai perbandingan kadar Si/Al 2 sampai 5. Kerangka tetrahedral Al dari zeolit jenis ini tidak stabil terhadap asam dan panas, namun ada pula zeolit yang mempunyai perbandingan Si/Al 5 sangat stabil yaitu zeolit mordenit. Maka diusahakan untuk membuat zeolit dengan kadar Si yang lebih tinggi dari 1 yang kemudian diperoleh zeolit Y dengan perbandingan kadar Si/Al antara 1-3. Contohnya zeolit Si sedang adalah zeolit omega.

c. Zeolit kadar Si tinggi.

Zeolit ini mempunyai perbandingan kadar Si/Al antara 10-100 bahkan lebih dengan sifat permukaan yang kadang-kadang tidak dapat diperkirakan sebelumnya. Sifatnya sangat hidrofobik dan mampu menyerap molekul yang tidak polar, sehingga baik digunakan sebagai katalisator asam untuk 18 hidrokarbon. Contohnya zeolit jenis ini yaitu zeolit ZSM-11, ZSM-21, dan ZSM-24.

d. Zeolit Si

Zeolit ini memiliki kerangka tanpa Al sama sekali atau tidak mempunyai sisi kation sama sekali. Zeolit ini memiliki sifat sangat hidrofobik sehingga dapat mengeluarkan atau memisahkan suatu molekul organik dari suatu campuran air. Contohnya zeolit silikat

(Sutarti dan Rachmawati, 1994).

2.4 Faktor-faktor Yang Berpengaruh Terhadap Sintesis Zeolit

Sintesis zeolit dipengaruhi oleh beberapa faktor penting, diantaranya sebagai berikut :

1. Sumber silika

Silika dari sumber yang berbeda dengan *surface area* yang berbeda akan mempengaruhi laju kristalisasi dan ukuran kristal rata-rata.

2. Rasio Si/Al

Rasio Si/Al mempunyai peran penting dalam menentukan struktur dan komposisi dari produk akhir. Zeolit rasio Si/Al rendah seperti zeolit A (LTA), sodalit dapat dikristalkan dari campuran awal (*precursor gel*) dengan rasio Si/Al yang rendah dan alkalinitas yang kuat.

3. Alkalinitas (pH)

Alkalinitas didefinisikan sebagai rasio OH^-/Si . Peningkatan rasio OH^-/Si akan menyebabkan kelarutan sumber silika dan alumina yang lebih besar, yang mana akan mengubah keadaan polimerisasi. Alkalinitas yang lebih besar akan menurunkan tingkat polimerisasi anion silikat dan mempercepat polimerisasi dari anion polisilikat dan aluminat. Oleh karena itu peningkatan alkalinitas akan mempersingkat periode induksi, waktu nukleasi dan mempercepat kristalisasi zeolit.

4. *Aging*

Aging adalah periode antara pembentukan gel homogen dan mulainya kristalisasi. Gel aluminosilikat dan fasa padat dalam gel terbentuk pada tingkat ini. Hasil penelitian menyebutkan bahwa gel aluminosilikat adalah metastabil dan berubah terhadap waktu. Nukleasi terjadi pada tingkat ini dengan mempengaruhi komposisi dan struktur gel. Tujuan *aging* adalah untuk mengatur kondisi sintesis seperti waktu dan temperatur untuk menahan transformasi dari gel menjadi struktur zeolit dan untuk mempercepat nukleasi. Ada dua gel yang terbentuk pada saat *aging* yaitu:

- a. Pembentukan gel primer: gel aluminosilikat primer terbentuk setelah reaktan dicampurkan bersama-sama. Pada waktu awal sistem stabil dan komposisi gel dan padatan hampir konstan.
- b. Pembentukan gel sekunder: pada gel aluminosilikat sekunder terjadi perubahan komposisi dari komponen padat dan cair. Komposisi dari gel aluminosilikat primer berubah menjadi gel aluminosilikat sekunder ketika mencapai suhu 96°C . Pada tingkat ini persen padatan meningkat dan ukuran partikel rata-rata menurun.

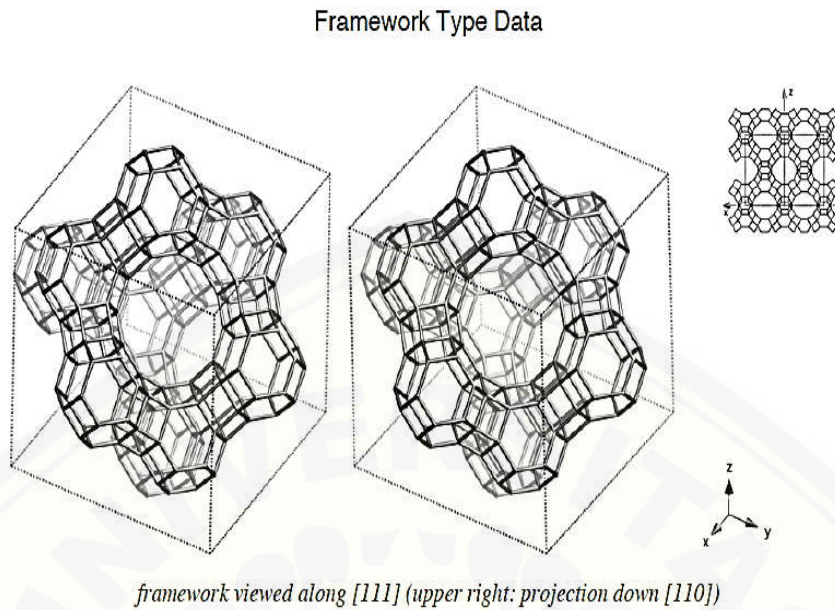
5. Temperatur dan waktu kristalisasi

Temperatur dan waktu kristalisasi mempunyai peran penting dalam sintesis zeolit. Struktur dan kristalisasi zeolit dipengaruhi oleh temperatur dan waktu. Variasi temperatur dan waktu dapat berdampak pada berbagai faktor seperti reaksi polimerisasi antar anion polisilikat dan aluminat yang terkandung dalam fasa larutan dalam gel, nukleasi dan pertumbuhan kristal, transisi dari fasa metastabil yang menghasilkan pembentukan zeolit dengan struktur pori yang berbeda. Temperatur berpengaruh terhadap naiknya laju nukleasi dan pertumbuhan kristal, sedangkan waktu berpengaruh terhadap kristalinitas. Sejah waktu diperhatikan, sintesis zeolit diatur oleh terjadinya transformasi fasa. Fasa dengan kesetimbangan termodinamika yang kurang akan mengkristal pertama kali dan akan menjadi fasa yang stabil seiring bertambahnya waktu.

(Sutarti dan Rachmawati, 1994).

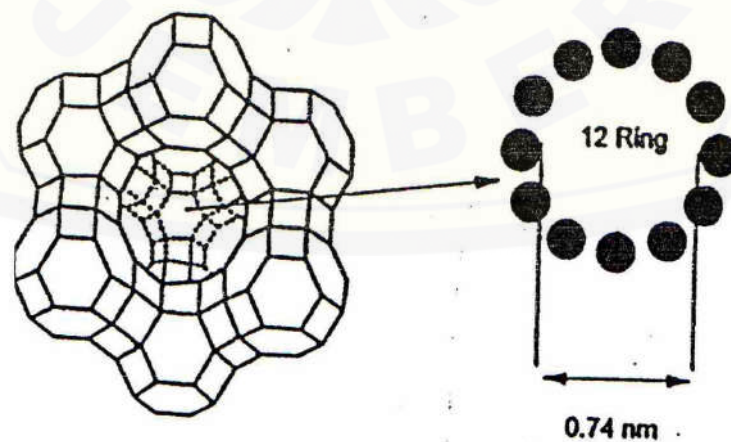
2.5 Zeolit Y

Zeolit Y merupakan salah satu jenis zeolit faujasite. Faujasite dapat disintesis sama seperti zeolit lainnya yang berasal dari sumber silika dan alumina. Bahan tersebut kemudian dilarutkan dalam natrium hidroksida dan dikristalisasi pada suhu 70 sampai 300°C (umumnya 100°C) dan pada akhirnya terbentuk struktur zeolit jenis faujasite (Tovina, 2009). Zeolit ini memiliki struktur poros 3 dimensi dengan pori-pori yang saling tegak lurus dibangun dari unit pembangunan 4-6 dan 6-6. Diameter pori dari faujasite yaitu 7,4 Å sedangkan rongga dalamnya memiliki diameter 12 Å yang dikelilingi oleh 10 *solidtaes cages*. Satu unit sel faujasit berbentuk kubus dengan panjang sisi 24,7 Å d (Ahkam, 2011). Struktur kerangka dari faujasite dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Struktur kerangka zeolit faujasite (Baerlocher, 2007)

Zeolite faujasite memiliki dua jenis yang dilihat dari kandungan rasio Si/Al. Zeolit faujasite kaya silikon atau zeolit Y yang mempunyai rasio Si/Al antara 1,5-3 dan zeolite kaya aluminium atau zeolit X yang mempunyai rasio Si/Al antara 1-1,5 (Kasmui *et al*, 2008). Zeolit Y dilihat dari struktur asalnya, merupakan salah satu jenis zeolit yang tersusun atas sangkar-sangkar sodalit yang disatukan melalui perluasan cincin-6 dan bergabung melalui bidang heksagonal. Struktur zeolit Y dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Struktur zeolit Y dengan pembukaan cincin-12

Struktur dalam sangkar besar berdiameter 1,3 nm dan mempunyai tetrahedral setiap pembukaan cincin-12. Diameter cincin-12 berukuran 0,74 nm sehingga memungkinkan molekul yang lebih besar masuk dalam sangkar.

2.6 Metode Hidrotermal

Teknik hidrotermal telah membuat kemajuan luar biasa, namun tidak ada definisi secara khusus. Istilah hidrotermal biasanya mengacu pada reaksi heterogen dalam pelarut berair atau *mineralizers* dibawah tekanan tinggi dan pengkondisian suhu untuk melarutkan dan merekristalisasi bahan yang relatif tidak larut dalam kondisi biasa. Menurut Lobachev (1973) hidrotermal merupakan suatu metode dimana kristalisasi dilakukan dari larutan berair super panas dalam tekanan tinggi. Byrappa (1992) mendefinisikan sintesis hidrotermal sebagai reaksi heterogen dalam media larutan yang dilakukan diatas suhu kamar dan pada tekanan lebih besar dari 1 atm.

Sintesis hidrotermal merupakan teknik kristalisasi bahan atau material dari suatu larutan dengan kondisi suhu dan tekanan tinggi. Sintesis hidrotermal secara umum dapat didefinisikan sebagai metode sintesis suatu kristal yang sangat ditentukan oleh kelarutan suatu mineral dalam air yang memiliki temperatur maksimum pada alat 400 °C dan tekanan tinggi maksimum 400 Bar. Proses pelarutan dan pertumbuhan kristalnya dilakukan dalam bejana tertentu yang disebut *autoclave*, yaitu berupa suatu wadah terbuat dari baja yang tahan terhadap suhu dan tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal terjadi karena adanya gradient temperatur yang diatur sedemikian rupa sehingga pada bagian yang lebih panas akan terjadi reaksi larutan. Bagian yang lebih dingin pada saat hidrotermal akan terjadi proses supersaturasi dan pengendapan kristal. Teknologi ini dikenal dengan istilah metode hidrotermal (Agustinus, 2009).

Menurut Lee et al. (2000) metode hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan, diantaranya :

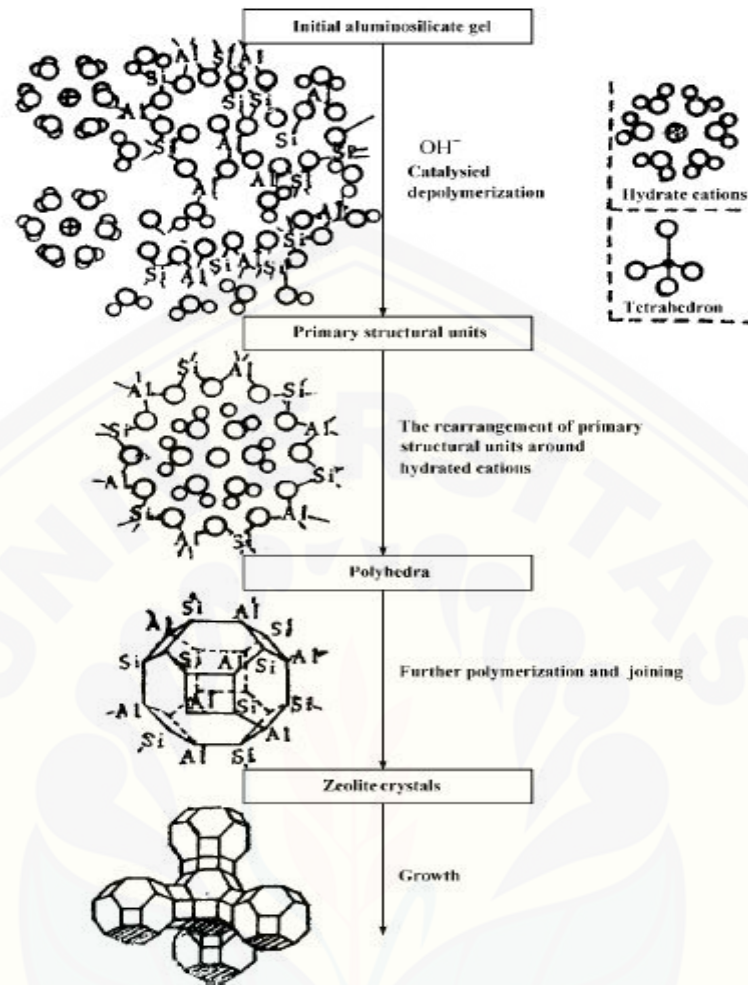
1. Temperatur relatif rendah untuk reaksi

2. Dengan menaikkan temperatur dan tekanan dapat menstabilkan preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi yang tidak biasanya
3. Pada kondisi *super-heated water*, oksida logam yang tidak larut dalam air dapat menjadi larut. Apabila temperatur dan tekanan tersebut belum mampu, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut
4. Menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi
5. Kemurnian tinggi
6. Distribusi ukuran partikel yang homogen.

Sejauh ini pendekatan sintesis hidrotermal adalah cara terbaik untuk mensintesis sejumlah besar zeolit dan material mikroporous. Kondisi sintesis hidrotermal dapat meningkatkan kemampuan solvasi efektif air, meningkatkan kelarutan reaktan, mengaktifkan reaksi dari material sumber yang mengarah kepada penataan ulang dan peleburan dari gel primer yang terbentuk pada tahap pertama sehingga 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 diusulkan sebelumnya, umumnya dapat diterima bahwa proses kristalisasi terdiri dari empat langkah:

1. Kondensasi anion polisilikat dan aluminat
2. Nukleasi zeolit
3. Pertumbuhan inti
4. Pertumbuhan kristal zeolit yang seringkali terjadi pada nukleasi sekunder

Transformasi fasa pada sintesis zeolit dengan metode hidrotermal dapat dilihat pada Gambar 2.8. (Byrappa, 1992).



Gambar 2.8 Mekanisme kristalisasi sintesis zeolit

2.7 X-Ray Diffraction (XRD)

Prinsip dari *X-ray Diffraction* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar X yang mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal. Dari analisa pola difraksi dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, dan identifikasi fase kristalin. Jenis material dapat ditentukan dengan membandingkan hasil XRD dengan katalog hasil difraksi berbagai macam material.

Metode yang dipakai adalah memplot intensitas difraksi XRD terhadap sudut difraksi 2θ . Intensitas akan meninggi pada nilai 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. Dari lebar puncak pada grafik XRD, ukuran kristal yang terbentuk dapat dihitung menggunakan persamaan *Scherrer*.

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots(2.2)$$

D merupakan diameter ukuran kristal, β merupakan lebar puncak pada setengah maksimum atau *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dalam derajat, θ merupakan sudut difraksi dan λ merupakan panjang gelombang sinar (nm) (Theivasanthi dan Alagar, 2008).

Pola difraksi merupakan plot intensitas sinar terdifraksi sebagai fungsi 2θ yang memenuhi hukum Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots(2.3)$$

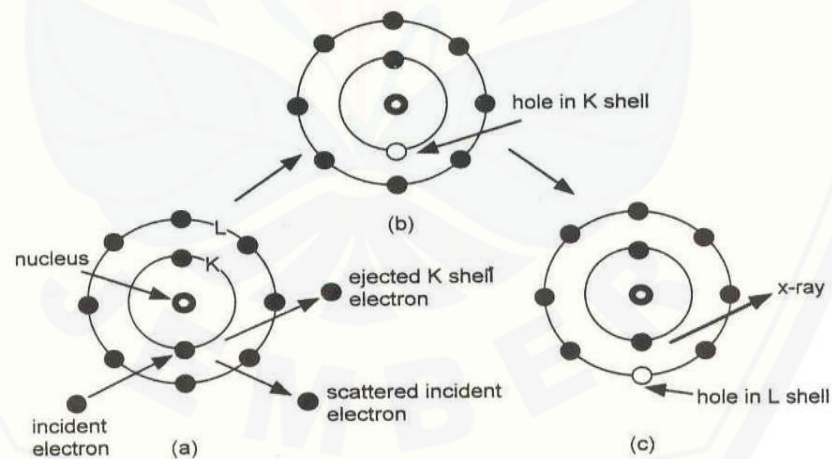
Dimana θ merupakan sudut difraksi, d yaitu jarak antar bidang dan λ merupakan panjang gelombang sinar. Ketika sampel diuji, teknik difraksi hanya memberikan tampilan data-data dari struktur. Perubahan panjang kerangka mempengaruhi posisi puncak difraktogram. Misalnya penggantian ikatan Al-O (1,69 Å) dengan ikatan yang lebih pendek Si-O (1,61 Å) menyebabkan unit-unit sel mengkerut. Hal ini akan menurunkan jarak d dan menggeser puncak difraksi ke arah 2θ yang lebih tinggi. Intensitas dari puncak dalam zeolit pada sudut kecil tergantung pada kandungan air antar kristal, sehingga intensitasnya akan menurun dengan adanya dehidrasi. Zeolit murni dengan derajat kristalisasi tinggi akan menghasilkan puncak sempit yang sangat jelas dengan garis yang rendah dan datar (Hamdan, 1992).

2.8 X-Ray Fluorescence (XRF)

Fluoresensi sinar X merupakan metode yang digunakan untuk menganalisis unsur-unsur yang terdapat dalam suatu sampel. Metode ini dapat

digunakan untuk analisa kuantitatif maupun kualitatif. Analisa kualitatif memberikan informasi mengenai jenis-jenis unsur dalam sampel yang ditunjukkan dengan spektrum unsur pada energi sinar X karakteristiknya. Analisa kuantitatif memberikan informasi mengenai kadar unsur yang terkandung dalam sampel ditunjukkan dengan intensitas puncak spektrum (Jamaludin dan Adiantoro, 2012).

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan pencacahan sinar X karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi yaitu sinar X yang berasal dari unsur radioisotop sehingga menyebabkan elektron pada atom target akan terlepas dari orbitalnya dan orbital tersebut akan mengalami kekosongan. Kekosongan ini akan diisi oleh elektron dari orbital lebih luar. Perpindahan elektron tersebut diikuti dengan pelepasan energi berupa sinar X. Spektrum sinar X yang dihasilkan tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom suatu sampel. Spektrum ini disebut sebagai spektrum sinar X karakteristik. Gambaran proses analisis menggunakan XRF dapat dilihat pada Gambar 2.9. (Jamaludin dan Adiantoro, 2012).



Gambar 2.9 Proses terjadinya sinar-x

Prinsip kerja alat XRF yaitu sinar X fluoresensi yang dipancarkan oleh sampel dihasilkan oleh penyinaran sampel dengan sinar X primer dari tabung sinar X yang dibangkitkan dengan energi listrik dari sumber tegangan 1200 volt. Sinar radiasi yang mengenai sampel akan menyebabkan elektron pertama dalam sampel tersebut terlepas sehingga elektron lain akan mengalami eksitasi ke orbital

dengan tingkat energi yang lebih rendah dimana elektron pertama tersebut terlepas. Proses eksitasi tersebut diikuti dengan pelepasan sinar X karakteristik yang kemudian ditangkap oleh detektor silikon litium dan diubah ke dalam sinyal tegangan, kemudian diperkuat oleh *preamp* dan dimasukkan ke dalam *analyzer* untuk diolah datanya (Jamaludin dan Adiantoro, 2012).

2.9 Brunauer Emmert Teller (BET)

Karakterisasi luas permukaan dapat dilakukan dengan metode BET, selain itu melalui karakterisasi BET dapat diketahui volume pori-pori total dan diameter pori rata-rata. Metode BET dikembangkan oleh Brunauer–Emmet-Teller pada tahun 1938 dengan dua jenis pengukuran yaitu *single point* dan *multi point*. Pengukuran *single point* dilakukan bila profil *isotherm* telah diketahui dan dilaksanakan pada suatu nilai tekanan parsial adsorbat di mana profil isotermnya linier. Sedangkan pengukuran *multi point* dilakukan jika profil isotermnya belum diketahui dilakukan dengan memvariasikan nilai tekanan parsial adsorbat pada rentang $0.05 < (P/P_o) < 0.35$. Nitrogen cair digunakan sebagai media pendingin, bila adsorbat yang digunakan adalah gas nitrogen. Panas adsorpsi untuk semua lapisan kecuali lapisan pertama dianggap sama dengan panas kondensasi gas yang diadsorp (Slamet *et al*, 2007). Jumlah lapisan yang diadsorp ditunjukkan dengan persamaan (Maron dan Lando, 1974) :

$$\frac{P}{V(P_o - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C - 1)P}{V_m C P_o} \dots\dots\dots(2.4)$$

dengan :

- P = tekanan gas saat teradsorpsi
- P_o = tekanan saturasi gas yang diadsorp pada temperatur percobaan
- V = volume gas yang diadsorp pada tekanan P
- V_m = volume gas yang diadsorp dalam lapisan tunggal
- C = konstanta yang dihubungkan secara eksponensial dengan panas adsorpsi dan pencairan gas

Volume total pori adalah volume gas yang teradsorpsi pada tekanan jenuh, untuk menghitung volume total pori digunakan persamaan berikut

$$V_{\rho} = \frac{W_a}{\rho} \dots\dots\dots(2.5)$$

Keterangan:

V_{ρ} = volume total pori (cc)

W_a = berat nitrogen yang teradsorpsi pada $P/P_0 = 0,99$ (g)

ρ = densitas nitrogen pada 77°K (g/cc)

Perhitungan ukuran pori dilakukan dengan asumsi bahwa geometri pori berbentuk silindris sehingga rata-rata jari-jari pori dihitung dari perbandingan volume total pori dan luas permukaan spesifik, dengan menggunakan persamaan berikut:

$$r_p = \frac{2V_{\rho}}{S} \dots\dots\dots(2.6)$$

Dimana r_p merupakan rata-rata jari-jari pori (m), V_{ρ} volume total pori (cc), dan S merupakan luas permukaan spesifik (m^2/g)

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) membagi material pori menjadi tiga jenis berdasarkan diameter pori yang dimiliki. Material tersebut yaitu material mikropori, material mesopori, dan material makropori. Material mikropori adalah material yang memiliki diameter pori kurang dari 2 nm. Material mesopori adalah material yang memiliki diameter antara 2-50 nm, sedangkan material makropori adalah material dengan diameter pori lebih 50 nm. Ukuran pori dapat didefinisikan sebagai jarak antara dua batas pori. Jarak tersebut mempengaruhi jumlah pori tiap satuan luas material. Apabila jarak antara rongga semakin besar, maka luas permukaan material semakin kecil. Luas permukaan adalah luasan yang ditempati satu molekul adsorbat yang merupakan fungsi langsung dari luas permukaan material (Xu *et al.*, 2007).

2.10 Spektrofotometri *Fourier Transform-Infra Red* (FT-IR)

Spektrofotometri *Fourier Transform-Infra Red* (FT-IR) merupakan pengembangan sistem optik dari spektroskopi IR. Spektroskopi IR sendiri merupakan metode untuk mengamati interaksi molekul menggunakan radiasi elektromagnetik. Prinsip dasar pada alat ini sama dengan spektrofotometer IR,

yaitu interaksi antara vibrasi atom-atom yang berikatan atau gugus fungsi dalam molekul yang dapat mengadsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik inframerah. Inframerah memiliki daerah radiasi bilangan gelombang $12800-10\text{cm}^{-1}$. Daerah radiasi inframerah terbagi dalam daerah inframerah dekat $12800-4000\text{cm}^{-1}$, daerah inframerah tengah $4000-200\text{cm}^{-1}$, daerah infra merah jauh $200-10\text{cm}^{-1}$. Daerah yang paling banyak digunakan untuk berbagai keperluan adalah $4000-690\text{cm}^{-1}$, daerah ini biasa disebut sebagai daerah inframerah tengah (Khopkar, 2008).

Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan infra merah yang karakteristik di sekitar bilangan gelombang $300-1200\text{cm}^{-1}$. Pada struktur zeolit terdapat jaringan internal dan jaringan eksternal. Jaringan internal zeolit muncul pada daerah serapan sekitar $1250-950\text{cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri dari Si-O dan Al-O dari kerangka aluminosilikat. Vibrasi ulur simetri Si-O dan Al-O muncul pada daerah serapan sekitar $720-650\text{cm}^{-1}$. *Double ring* merupakan karakter zeolit yang spesifik yang ditunjukkan dengan munculnya serapan pada daerah $650-500\text{cm}^{-1}$. *Double ring* ini merupakan jaringan eksternal antara lapisan zeolit satu dengan lainnya. Vibrasi tekuk dari Si-O dan Al-O pada kerangka aluminosilikat pada zeolit muncul pada daerah serapan sekitar $500-420\text{cm}^{-1}$. Secara singkatnya interpretasi IR dari zeolit menurut Kondru et al. (2011) dapat dilihat pada Tabel 2.3

Tabel 2.3 Spektra IR dari Zeolit

Jaringan internal terahedral	
Rentang asimetri	$1250-950\text{ cm}^{-1}$
Rentang simetri	$720-650\text{ cm}^{-1}$
Ikatan T-O	$420-500\text{ cm}^{-1}$
Jaringan Eksternal	
Cincin ganda	$650-500\text{ cm}^{-1}$
Rentang simetri	$750-820\text{ cm}^{-1}$
Rentang simetri	$1050-1150\text{ cm}^{-1}$
Pori terbuka	$300-420\text{ cm}^{-1}$

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2017 hingga November 2018 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Jember. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Surabaya. Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) dilakukan di Laboratorium MIPA Terpadu Universitas Sebelas Maret. Karakterisasi *Gas Sorption Analyzer* (GSA) dilakukan di Laboratorium Instrumen Universitas Islam Indonesia. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Farmasi Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan

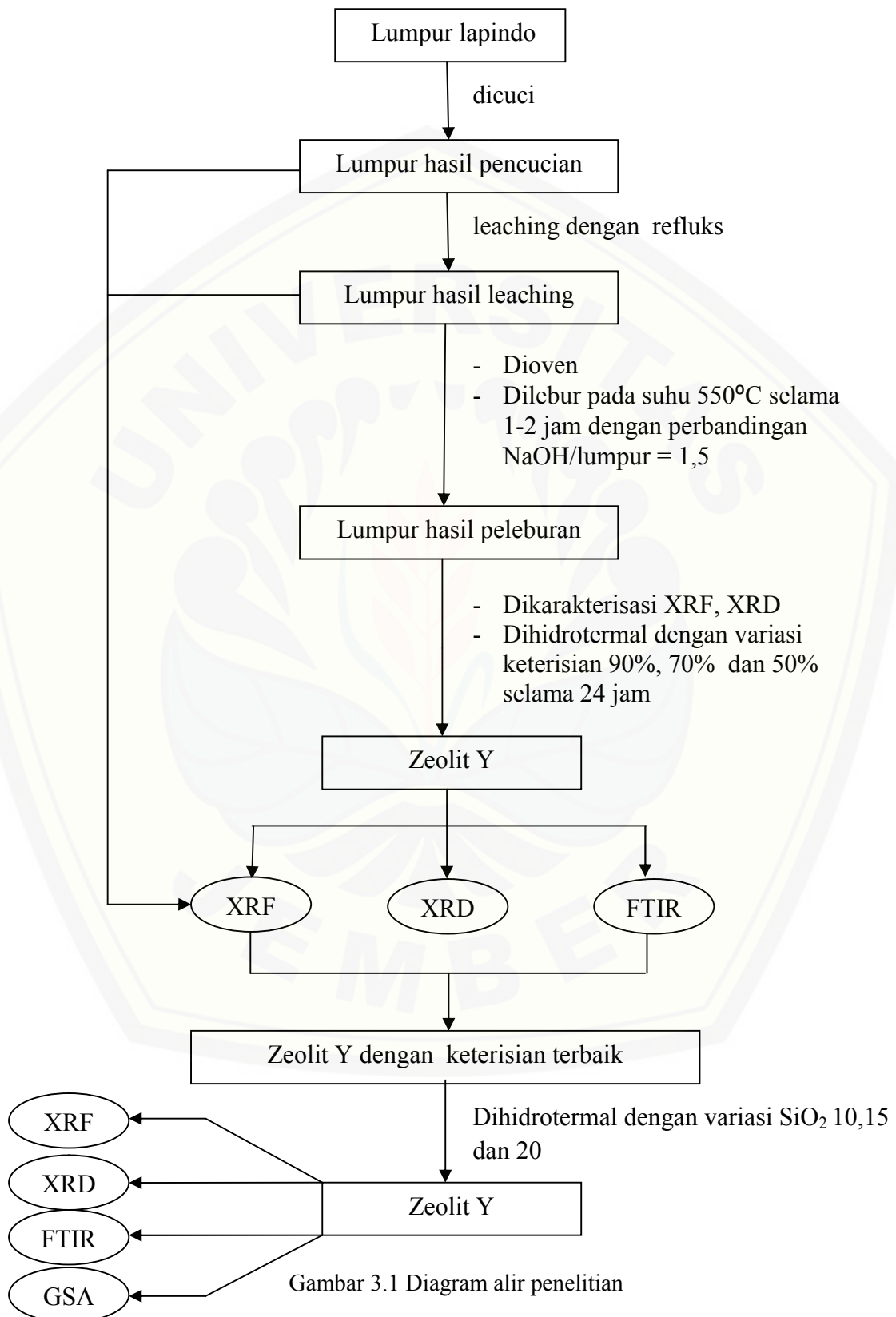
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mortar dan alu, autoklaf, oven, ayakan 100 mesh, indikator pH universal, satu set alat refluks, stirer magnetik, neraca analitik merk *Ohaus Analytical Plus*, *Muffle furnace* 1400 merk *Barnsted Termoylne*, *X-Ray Fluorescence* (XRF) merk *Bruker S2 Ranger*, *X-Ray Diffraction* (XRD) merk *Xpert MPD*, Spektrofotometri *Fourier Transform-Infra Red* (FT-IR) merk *Bruker Alpha*, *Gas Sorption Analyzer* (GSA) merk *Quantachome TouchWin V1.11*,

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain lumpur lapindo dari Sidoarjo, natrium hidroksida NaOH (Merck, 99%), HCl (Merck, 37%), SiO₂ (merck), kertas saring biasa, kertas *whatman* No. 42, dan akuademin.

3.3 Diagram alir penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Larutan-larutan

a. Pembuatan Larutan HCl 2 M

Larutan HCl 2 M dibuat dengan mengencerkan larutan HCl 37%. HCl 37% sebanyak 16,6 mL dipipet menggunakan pipet mohr 25 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi sedikit akuademin kemudian ditambahkan dengan akuademin sampai tanda batas.

3.4.2 Pretreatment

a. Preparasi Sampel

Lumpur lapindo yang digunakan adalah lumpur yang berjarak 2 km dari pusat semburan. Lumpur lapindo sebanyak 800 gram dicuci menggunakan akuademin 1:2 (berat/volume) kemudian disaring untuk memisahkan lumpur dengan pengotornya berupa rumput-rumputan dan kerikil. Penyaringan dilakukan dengan cara dekantasi untuk memisahkan lumpur dengan filtratnya. Lumpur hasil dekantasi dikeringkan menggunakan oven selama 24 jam pada suhu 100°C untuk menghilangkan kandungan airnya kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 100 mesh yang selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan XRF.

b. Leaching

Lumpur sebanyak 10 gram direfluks menggunakan larutan HCl 2 M sebanyak 100 mL. Refluks dilakukan pada temperatur 90°C selama 1 jam. Lumpur hasil refluks kemudian dicuci dengan akuademin sampai pH filtrat pencucian netral dan padatan dikeringkan dalam oven.

c. Peleburan Alkali

Lumpur lapindo hasil leaching dicampur dengan NaOH dalam cawan porselen, dengan perbandingan berat NaOH/Lumpur lapindo = 1,5. Campuran tersebut dipanaskan dalam *muffle furnace* pada suhu 550°C selama 1-2 jam. Campuran hasil *furnace* kemudian didinginkan, digerus dan selanjutnya diambil sebanyak 5 gram untuk dianalisis dengan XRF dan XRD.

3.4.3 Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y

a. Pembuatan larutan

Campuran hasil peleburan dibuat suspensi dengan penambahan akuademin NaOH, SiO₂ sesuai perhitungan variasi keterisian autoklaf yang dapat dilihat pada (lampiran 3.6). Selanjutnya dilakukan proses pengadukan selama 4 jam pada suhu kamar ketika semua bahan telah ditambahkan dan di *aging* selama 48 jam. Campuran kemudian disaring dan diambil filtratnya. Filtrat yang berhasil disaring diukur volumenya, kemudian dimasukkan ke dalam autoklaf. Sintesis zeolit Y variasi rasio molar Si/Al dilakukan dengan cara yang sama seperti pada variasi keterisian autoklaf. Perhitungan variasi rasio molar Si/Al dapat dilihat pada (lampiran 3.7).

b. Proses Hidrotermal

Autoklaf yang berisi sampel di masukkan ke dalam oven pada suhu 100°C-105°C selama 24 jam. Hasil sintesis terbaik divariasikan kembali dengan variasi rasio molar Si/Al. Selanjutnya zeolit hasil hidrotermal difiltrasi dan dicuci dengan akuademin hingga pH filtrat pencucian netral. Residu hasil filtrasi dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C sampai kering, kemudian ditimbang massa yang dihasilkan.

c. Karakterisasi Zeolit

Zeolit dari hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)*, *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *Gas Sorption Analyzer (GSA)*, dan Spektrofotometri *Fourier Transform-Infra Red (FT-IR)*. Karakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi struktur kristal dan kemurnian zeolit hasil sintesis, sedangkan XRF untuk mengetahui komposisi unsur-unsur dalam sampel zeolit Y. Karakterisasi GSA untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran pori. Spektrofotometri FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari zeolit hasil sintesis.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, kesimpulan yang dapat diperoleh adalah sebagai berikut:

1. Pengaruh keterisian autoklaf terhadap zeolit Y hasil sintesis berdasarkan data XRD di dapatkan hasil terbaik pada keterisian 90% dengan rasio Si/Al 2,65. Berdasarkan data analisis XRF pada keterisian 50% mengandung paling sedikit pengotor, tetapi tidak muncul kandungan unsur Na. Hasil analisis FTIR pada semua variasi keterisian autoklaf menunjukkan telah terbentuknya kerangka zeolit, dimana pada daerah serapan sekitar $820-650\text{ cm}^{-1}$ mewakili vibrasi ulur simetri O-Si-O dan O-Al-O.
2. Zeolit Y rasio Si/Al 2,65 merupakan hasil terbaik dari sintesis yang telah dilakukan. Hal ini berdasarkan data analisis XRF dimana pada rasio Si/Al 2,65 mengandung pengotor lebih sedikit dibandingkan rasio Si/Al lainnya. Analisis XRD yang dihasilkan pada rasio Si/Al 2,65 muncul puncak pada posisi 2θ pada sudut 6,31 yang merupakan ciri khas dari zeolit Y. Data pendukung lainnya berupa FTIR juga menunjukkan terbentuknya kerangka dari zeolit, dan hasil analisis GSA dari zeolit Y memiliki ukuran mesopori.

5.2 Saran

Saran pada penelitian ini adalah perlu dicoba sintesis zeolit Y tanpa penambahan bahan lain seperti SiO_2 dan NaOH. Waktu peleburan dan waktu leaching juga perlu dilakukan lebih lama agar pengotor yang ada dalam kandungan lumpur dapat berkurang lebih banyak lagi.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustinus, E. T. S. 2009. *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit): Perbedaan Perlakuan Statis Dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Kristal*. Bandung: Puslit Geoteknologi Komplek LIPI.
- Ahkam, M. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Membran Nanozeolit Y untuk Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Ahmedzeki, N. S., S. Yilmaz. dan B. A. Al-Tabbakh. 2016. Synthesis and Characterization of Nanocrystalline zeolite Y. *Al-Khwarizmi Engineering Journal*. 12(1): 79-89.
- Anggoro, D. D. dan A. Purbasari. 2009. The Optimization of Production Zeolite Y Catalyst from RHA by Response Surface Methodology. *Reaktor*. 12(3): 189-194.
- Badan Penanggulangan Lumpur Sidoarjo. 2011. Simposium Mud Vulcano Lusi www.bpls.go.id/berita-bpls/297-simposium-mud-vulcano-lusi. [Diakses pada 5 September 2017].
- Baerlocher, C.H. 2007. *Atlas Of Framework Types Of Zeolit*. Amsterdam: Elsevier Science.
- Bekkum, H. V., E. M. Flanigen. dan J. C. Jansen. 1991. *Introduction To Zeolite Science And Practice*. Amsterdam: Elsevier Science Publishers.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves*. New York: John Willey Interscience.
- Byrappa, K. 1992. *Hydrothermal Growth of Crystals*. Oxford UK: Pergamon Press.

- Byrappa, K. dan M. Yoshimura. 2013. *Handbook Of Hydrothermal Technology Second Edition*. U.S.A: Elsevier Inc.
- Byrappa, K. dan M. Yoshimura. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology For Crystal Growth and Materials Processing*. New Jersey USA: Noyes Publications.
- Chang, Raymond. 2002. *Kimia Dasar Jilid 1 Edisi Ketiga, Terjemahan Suminar Setiati Achmadi*. Jakarta: Erlangga.
- Cotton dan Wilkinson. 1976. *Basic Inorganic Chemistry*. New York : John Wiley & Sons, Inc. Terjemahan oleh Sahati Sunarto. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press.
- Fathizadeh M. dan N. Ordou. 2011. Controlling Yield of NaY Zeolite Synthethis by Hydrothermal Method. *International Journal of Industry Chemistry*. 2(4): 190-195.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modifications*. Kuala Lumpur: University Teknologi Malaysia.
- Jalil, A.A., S. Triwahyono., S. H. Adam., N. D. Rahim., M. A. A. Aziz., N. H. H. Hairom., N. A. M. Razali., M. A. Z. Abidin, dan M. K. A. Mohamadiah. 2010. Adsorption of Methyl Orange from Aqueous Solution onto Calcined Lapindo Volcanic Mud. *Journal Article Science Direct*. 181: 755-762.
- Jamaluddin. 2010. "XRD (*X-Ray Diffraction*)". Makalah Fisika Material. Tidak dipublikasikan. Kendari: Program Studi Pendidikan Fisika FKIP Universitas Haluoleo.
- Jamaludin, A dan D. Adiantoro. 2012. Analisis kerusakan *X-Ray Fluorescence* (XRF). *Jurnal Pusat Teknologi Bahan Bakar*. 137(1): 401-409.
- Kasmui, M. Zaenal. dan W. Sumarni. 2008. Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y Dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Jurnal Of Chemical Science Indonesian*. 2(1).

- Kennedy, G. C., A. 1950. Portion of the System Silica-Water. *Journal of Geosciences*. 45: 629–623
- Kondru, A. K., P. Kumar., T. T. Teng., S. Chand. dan K. L. Wasewar. 2011. Synthesis and Characterization of Na-Y Zeolite from Coal Fly Ash and its Effectiveness in Removal of Dye from Aqueous Solution by Wet Peroxide Oxidation. *Arch Environ Sci*. 5: 46-54.
- Khopkar. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Kotz, J. C., P. M. Traichel. dan P. A. Harman. 2003. *Chemistry & Chemical Reactivity 5th Edition*. Amerika Serikat: Thomson Learning Inc.
- Lechert, H., P. Stealin. dan C. Kuntz. 1996. Quantitative Relations of the Batch Composition and the Si/Al Ratio in the Product Zeolites. *Journal Article Science Direct*. 16: 149-156.
- Lee, J.D. 1991. *Concise Inorganic Chemistry*. London: Chapman and hall.
- Lobachev, A. N. 1973. *Crystallization Processes Under Hydrothermal Conditions*. New York: Consultants Bureau.
- Lobo. dan F. Raul. 2003. *Handbook Of Zeolite Science And Technology*. USA: The Ohio State University Columbus Ohio.
- Maron, S.H. dan J. Lando. 1974. *Fundamental of physical Chemistry*. New Cork: Macmillan Co.Inc.
- Mustopa, R. S. dan D. D. Risanti. 2013. Karakterisasi Sifat Fisis Lumpur Panas Sidoarjo dengan Aktivasi Kimia dan Fisika. *Jurnal Teknik PomITS*. 2(2): 256-257.
- Murni, D., dan Helmawati. 2006. Studi Pemanfaatan Abu Sabut Sawit Sebagai Sumber Silika pada Sintesis Zeolit A. *Skripsi*. Riau: Program Study Sarjana Teknik Kimia Universitas Riau

- Ocelli, M. L. dan H. R. Robson. 1988. *Zeolite Synthesis: American Chemical Society Symposium Series 398*. Lost Anglest: Division of Colloid and Surface Chemistry.
- Ojha, K., N. C. Pradhan, dan A. N. Samanta. 2004. Zeolite from fly ash : synthesis and characterization. *Bull.Mater.Sci.* 27 (6) : 555-564.
- Oxtoby, D. W. 2003. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern Jilid 1*. Jakarta: Erlangga
- Petrucci, R. H., W. S. Harwood., F. G. Herring. dan J. D. Madura. 2014. *Kimia Dasar: Prinsip-Prinsip dan Aplikasi Modern Edisi Kesembilan Jilid 3*. Jakarta: Erlangga.
- Pratomo, I., S. Wardhani, dan D. Purwonugroho. 2013. Pengaruh teknik ekstraksi dan konsentrasi HCl dalam ekstraksi silika dari sekam padi untuk sintesis silika xerogel. *Kimia Student Journal.* 2(1): 358-364
- Putra, A.N., R. T. Tjahjanto., dan M. M. Khunur. 2013. Optimasi ekstraksi silika dan alumina dari lumpur Sidoarjo. *Kimia Student Journal.* 2(1): 365-371
- Rodhie, S. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. Tidak dipublikasikan. *Paper*. Yogyakarta: UGM.
- Sang, S., Z. Liu., P. Tian., Z. Liu., L. Qu., Y. Zhang. 2005. Synthesis of small crystal zeolite NaY. *Journal Article Science Direct.* 60: 1131-1133
- Schweitzer, P. A. 1979. *Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers*. New York: McGraw-Hill Book Company.
- Sholichah, F., Arnelli., S. Suseno. 2013. Pengaruh waktu hidrotermal pada sintesis zeolit dari abu sekam padi serta aplikasinya sebagai *builder* deterjen. *Chem Info.* 1(10): 121-129.
- Slamet, B. S., R. Arbianti. 2007. *Laporan Penelitian Hibah Bersaing Tahun II : Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO₂ serta Aplikasinya*

sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik. Depok: Universitas Indonesia.

Surdia, T. dan S. Saito. 2000. *Pengetahuan Bahan Teknik.* Jakarta: Pradanya Pramita.

Sutarti, M. dan M. Rachmawati. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur, Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah.* Jakarta : LIPI.

Svehla G. 1985. *Vogel Bagian II Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi ke lima.* Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

Szostak, R. 1989. *Molecular Sieves Principles of Synthesis and Identifications, Van Nostrand Reinholdk Catalysis Series.* Amsterdam: Elsevier Ltd.

Thammavong, M. 2003. Studies of Synthesis Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin. *Tesis.* Thailand: Suranaree University of Technology.

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

Treacy, M. M. J dan J.B. Higgins. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolite.* Amsterdam: Elsevier

Toto, U. T. 2016. Sintesis Dan Karakterisasi Zeolit Y Dari Lumpur Lapindo Dengan Variasi Suhu Hidrotermal Menggunakan Metode Sol Gel. *Skripsi.* Malang: Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Tovina, H. 2009. Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang ditumbuhkan pada Permukaan Glassy Carbon. *Skripsi.* Depok: Universitas Indonesia.

Usman, E., M. Salahuddin., D. Ranawijaya. dan J. P. Hutagaol. 2006. Paper Pendukung Simposium Nasional: Pembuangan Lumpur Porong-Sidoarjo ke Laut Surabaya.

Widianti, Tri. 2006. Pengujian Kapasitas Tukar Kation Zeolit Sebagai Penukar Kation Alami Untuk Pengolahan Limbah Industri. ISSN: 1907-7459: 93-106.

Xu, R., W. Pang., J. Yu., Q. Huo. dan Chen, J. 2007. *Chemistry of Zeolites And Related Porous Materials Synthesis and Structure*. Singapore: John Wiley & Sons (Asia) Pte Ltd.

Zahro A., S. Amalia., T. Kustono. dan N. Aini. 2014. Sintesis Dan Karakterisasi Zeolit Y Dari Ampas Tebu Variasi Rasip Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. *Alchemy*. 3(2): 108-117.

LAMPIRAN

3.1 Pembuatan larutan

- a. Pembuatan HCl 2 M dari HCl 37%

Diketahui :

$$- \rho \text{ HCl} = 1,19 \text{ g/mL}$$

$$\frac{1,19 \text{ g}}{\text{mL}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 1190 \text{ g/L}$$

$$- M_r \text{ HCl} = 36,5 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{n(\text{mol})}{V(\text{L})}$$

$$M = \frac{\text{Massa}}{M_r} \times \frac{1}{V}$$

$$M = \frac{\text{Massa}}{M_r} \times \frac{1}{\frac{m}{\rho}}$$

$$M = \frac{\text{Massa}}{M_r} \times \frac{\rho}{m}$$

$$M = \frac{37 \text{ g}}{36,50 \text{ g/mol}} \times \frac{1,19 \text{ g/mL}}{100 \text{ g}}$$

$$M = \frac{44,03 \text{ mol}}{3650 \text{ mL}}$$

$$M = 12 \text{ mol/L}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,0 \text{ M} \times V_1 = 2 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{200 \text{ M} \times \text{mL}}{12,0 \text{ M}} = 16,66 \text{ mL}$$

3.2 Pretreatment

a. Peleburan Alkali

$$\text{Lumpur} + \text{NaOH} = 15 \text{ g}$$

$$\text{Lumpur} : \text{NaOH} = 1 : 1,5 = 2,5$$

3.3 Penentuan massa dan mol masing-masing senyawa berdasarkan data hasil peleburan karakterisasi XRF

Senyawa	Konsentrasi
SiO ₂	27,53 %
Al ₂ O ₃	6,36 %
Na ₂ O	34,17 %

$$\text{Lumpur} + \text{NaOH} = 15 \text{ g}$$

$$\text{Lumpur} : \text{NaOH} = 1 : 1,5 = 2,5$$

$$\text{Lumpur} = \frac{1}{2,5} \times 15 \text{ g} = 6 \text{ g}$$

$$\text{a. Massa SiO}_2 = \frac{27,53}{100} \times 6 \text{ gram} = 1,651 \text{ gram}$$

$$\text{mol SiO}_2 = \frac{1,651 \text{ gram}}{60,09 \text{ gram/mol}} = 0,0274 \text{ mol}$$

$$\text{b. Massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{6,36}{100} \times 6 \text{ gram} = 0,381 \text{ gram}$$

$$\text{mol Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,381 \text{ gram}}{101,96 \text{ gram/mol}} = 0,00373 \text{ mol}$$

$$\text{c. Massa Na}_2\text{O} = \frac{34,17}{100} \times 6 \text{ gram} = 2,050 \text{ gram}$$

$$\text{mol Na}_2\text{O} = \frac{2,050 \text{ gram}}{62 \text{ gram/mol}} = 0,0330 \text{ mol}$$

3.4 Penentuan massa hasil peleburan yang digunakan dalam variasi keterisian autoklaf dan variasi rasio molar Si/Al

Variasi Keterisian Autoklaf						
Resep	Variasi mol	NaOH (gram)	Al ₂ O ₃ (gram)	SiO ₂ (gram)	H ₂ O (mL)	Massa total padatan (gram)
3	15	0,798	1,14	5,136	60,58	7,074
4	15	1,064	1,52	6,848	80,78	9,432
5	15	1,33	1,9	8,56	100,71	11,79
Variasi Rasio Molar Si/Al						
	10	1,33	1,9	2,97	100,71	6,2
	20	1,33	1,9	14,18	100,71	17,41

3.5 Penentuan massa SiO₂, Na₂O yang perlu ditambahkan pada variasi keterisian autoklaf dan variasi rasio molar Si/Al

- a. Variasi keterisian autoklaf 50% (10 Na₂O : 1 Al₂O₃ : 15 SiO₂ : 300 H₂O)

$$\text{❖ Massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{6,36}{100} \times 7,074 \text{ gram} = 0,449 \text{ gram}$$

$$\text{mol Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,449 \text{ gram}}{101,96 \text{ gram/mol}} = 0,00440 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang dibutuhkan} &= 0,00440 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gram/mol} \\ &= 0,449 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{❖ Massa SiO}_2 = \frac{27,53}{100} \times 7,074 \text{ gram} = 1,947 \text{ gram}$$

$$\text{mol SiO}_2 = \frac{1,947 \text{ gram}}{60,09 \text{ gram/mol}} = 0,0324 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{SiO}_2 \text{ yang dibutuhkan} &= (15 \times 0,00440 \text{ mol}) \times 60,09 \text{ gram/mol} \\ &= 3,965 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{SiO}_2 \text{ yang ditambahkan} &= \text{SiO}_2 \text{ yang dibutuhkan} - \text{SiO}_2 \text{ dalam sampel} \\ &= 3,965 \text{ gram} - 1,947 \text{ gram} \\ &= 2,018 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{❖ Massa Na}_2\text{O} = \frac{34,17}{100} \times 7,074 \text{ gram} = 2,417 \text{ gram}$$

$$\text{mol Na}_2\text{O} = \frac{2,417 \text{ gram}}{62 \text{ gram/mol}} = 0,0389 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Na}_2\text{O yang dibutuhkan} &= (10 \times 0,00440 \text{ mol}) \times 62 \text{ gram/mol} \\ &= 2,728 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Na}_2\text{O yang ditambahkan} &= \text{Na}_2\text{O yang dibutuhkan} - \text{Na}_2\text{O dalam sampel} \\ &= 2,728 \text{ gram} - 2,417 \text{ gram} \\ &= 0,311 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{mol Na}_2\text{O yang ditambahkan} = \frac{0,311 \text{ gram}}{62 \text{ gram/mol}} = 0,00501 \text{ mol}$$

$\text{Na}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow 2 \text{ NaOH}$, sehingga NaOH yang perlu ditambahkan adalah $0,00501 \text{ mol} \times 2 = 0,0100 \text{ mol}$

$$\text{- Massa NaOH} = 0,0100 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol} = 0,4 \text{ gram}$$

Variasi Keterangan Autoklaf			
Resep	Variasi mol	SiO ₂ (gram)	NaOH (gram)
3	15	2,018	0,4
4	15	2,694	0,536
5	15	3,370	0,672
Variasi Rasio Molar Si/Al			
	10	0,613	0,354
	20	8,187	0,96

3.6 Penentuan Rasio Molar Si/Al Analisa XRF Hasil Peleburan

a. Rasio Si/Al 15 SiO₂ keterangan autoklaf 50%

$$\begin{aligned} \text{Massa Si} &= \frac{12,87}{100} \times 7,074 \text{ g} = 0,910 \text{ g} + 0,943 \text{ g (massa Si yang ditambahkan)} \\ &= 1,853 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Konsentrasi Si} = \frac{\text{massa Si}}{\text{Ar Si}} \times \frac{1}{v} = \frac{1,853 \text{ g}}{28,09 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,05} = 0,0659 \text{ mol/L}$$

$$\text{Massa Al} = \frac{3,37}{100} \times 7,074 \text{ g} = 0,238 \text{ g}$$

$$\text{Konsentrasi Al} = \frac{\text{massa Al}}{\text{Ar Al}} \times \frac{1}{v} = \frac{0,238 \text{ g}}{26,98 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,05} = 0,00883 \text{ mol/L}$$

$$\text{Perbandingan konsentrasi atau molar Si/Al} = \frac{0,0659 \text{ mol/L}}{0,00883 \text{ mol/L}} = 7,46$$

Jadi rasio molar Si/Al berdasarkan hasil analisa XRF zeolit = 7,46

Variasi	Komposisi (%)		Rasio Si/Al
	Si	Al	
Keterisian 50%			7,46
Keterisian 70%			7,52
Keterisian 90%	12,87	3,37	7,48
10 SiO ₂			5
20 SiO ₂			10,27

4.1 Penentuan Rasio Molar Si/Al Analisa XRF Zeolit Hasil Sintesis

Sampel Zeolit	Komposisi (%)		Massa Zeolit Y Hasil Sintesis	Rasio Si/Al
	Si	Al		
Keterisian 50%	30,41	10,22	1,842 gram	2,86
Keterisian 70%	26,55	9,33	1,611 gram	2,73
Keterisian 90%	24,35	8,75	1,498 gram	2,65
10 SiO ₂	27,65	10,45	1,715 gram	2,53
20 SiO ₂	29,38	8,87	1,662 gram	3,1

a. Rasio Si/Al 10 SiO₂ keterisian autoklaf 90%

$$\text{Massa Si} = \frac{27,65}{100} \times 1,715 \text{ g} = 0,474 \text{ g}$$

$$\text{Konsentrasi Si} = \frac{\text{massa Si}}{\text{Ar Si}} \times \frac{1}{v} = \frac{0,474 \text{ g}}{28,09 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,09} = 0,187 \text{ mol/L}$$

$$\text{Massa Al} = \frac{10,45}{100} \times 1,715 \text{ g} = 0,179 \text{ g}$$

$$\text{Konsentrasi Al} = \frac{\text{massa Al}}{\text{Ar Al}} \times \frac{1}{v} = \frac{0,179 \text{ g}}{26,98 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,09} = 0,0737 \text{ mol/L}$$

$$\text{Perbandingan konsentrasi atau molar Si/Al} = \frac{0,187 \text{ mol/L}}{0,0737 \text{ mol/L}} = 2,53$$

Jadi rasio molar Si/Al zeolit Y berdasarkan hasil analisa XRF = 2,53

4.2 Penentuan Kristalinitas Zeolit Y Variasi Keterisian Autoklaf dan Variasi Rasio Si/Al

Zeolit Y Standart		Zeolit Y Keterisian Autoklaf 90%		Zeolit Y Keterisian Autoklaf 70%		Zeolit Y Keterisian Autoklaf 50%	
Sudut 2θ	Intensitas (%)	Sudut 2θ	Intensitas (%)	Sudut 2θ	Intensitas (%)	Sudut 2θ	Intensitas (%)
6,31	100	6,13	13,73	12,63	26,93	12,50	21,46
10,31	18,6	9,97	3,20	15,94	50,50	15,82	50,15
12,10	12,5	12,29	34,49	24,41	12,70	24,25	14,28
15,92	16,00	15,62	5,65	32,01	6,59	31,91	6,59
20,71	6,4	23,26	10,79	34,72	5,56	33,33	37,04
24,06	7,6	24,08	3,96	38,21	4,45	34,60	5,21
Total :	161,1		71,82		106,73		134,73

Zeolit Y Standart		Zeolit Y Rasio Si/Al 2,53		Zeolit Y Rasio Si/Al 2,65		Zeolit Y Rasio Si/Al 3,1	
Sudut 2θ	Intensitas (%)	Sudut 2θ	Intensitas (%)	Sudut 2θ	Intensitas (%)	Sudut 2θ	Intensitas (%)
6,31	100	12,38	52,34	6,13	13,73	12,33	39,61
10,31	18,6	15,69	8,67	9,97	3,20	15,77	10
12,10	12,5	19,71	2,39	12,29	34,49	24,22	3,13
15,92	16,00	24,22	2,79	15,62	5,65	25,94	17,74
20,71	6,4	26,55	20,67	23,26	10,79	30,48	9,70
24,06	7,6	30,40	9,28	24,08	3,96	35,74	4,40
Total :	161,1		96,14		71,82		84,13

a. Rasio Si/Al 2,53

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{intensitas total puncak sampel}}{\text{intensitas total puncak standar}} \times 100 \%$$

$$= \frac{96,14}{161,1} \times 100\%$$

$$= 59,67\%$$

Rasio Si/Al	% Kristalinitas
2,86	83,63
2,73	66,25
2,65	44,58
2,53	59,76
3,1	52,22

4.3 Penentuan ukuran Kristal Menurut Persamaan *Debye Scherrer*

Persamaan *Debye Scherrer*

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan :

D = ukuran Kristal (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi

a. Ukuran kristal zeolit Y keterisian autoklaf 90%

$$1. \quad \lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta = 6,1351$$

$$\theta = 3,0675$$

$$\cos \theta = 0,9985$$

$$\beta = \frac{FWHM}{180} \times 3,14$$

$$\beta = \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,002334$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002334 \times 0,9985} = 59,48 \text{ nm}$$

$$2. \quad \lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta = 15,6241$$

$$\theta = 7,8120$$

$$\cos \theta = 0,9907$$

$$\beta = \frac{FWHM}{180} \times 3,14$$

$$\beta = \frac{0,1004}{180} \times 3,14 = 0,001751$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,001751 \times 0,9907} = 79,93 \text{ nm}$$

$$3. \lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta = 24,0830$$

$$\theta = 12,0415$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9779$$

$$\beta = \frac{FWHM}{180} \times 3,14$$

$$\beta = \frac{0,1673}{180} \times 3,14 = 0,002918$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002918 \times 0,9799} = 48,58 \text{ nm}$$

Rasio Si/Al	Sudut 2 teta	Ukuran Kristal (nm)	Rata-rata Ukuran Kristal (nm)
2,86	12,50	39,38	43,86
	15,82	43,61	
	24,25	48,59	
2,73	12,63	68,30	65,61
	15,94	79,93	
	24,41	48,61	
2,65	6,13	59,48	62,67
	15,62	79,93	
	24,08	48,58	
2,53	12,38	68,30	86,15
	15,69	159,78	
	24,22	30,37	
3,1	12,33	119,48	66,65
	15,77	39,97	
	24,22	40,50	

4.4 Perhitungan Muatan Dalam Zeolit Hasil Sintesis

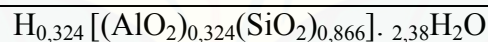
Rumus Umum Zeolit $M_x/n [(AlO_2)_x(SiO_2)_y].w H_2O$

dimana :

- M = unsur logam alkali atau alkali tanah
- n = valensi dari unsur logam alkali atau alkali tanah
- x,y = total jumlah tetrahedral per satu unit sel
- w = jumlah molekul air yang terkandung dalam rongga zeolit
- [] = struktur kerangka alumina silikat

Komposisi dalam zeolit Y variasi keterisian autoklaf 90%

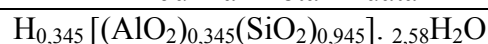
Unsur	Komposisi	Muatan	Mol Total Muatan
Si	24,35 %	0	0,866
Al	8,75 %	1-	0,324
Kation			
Na	8,42 %	1+	0,381
Fe	6,18%	2+	0,220
Ca	2,00 %	2+	0,0998
K	1,06 %	1+	0,0271
Ti	1,19 %	4+	0,0992
Jumlah Total Muatan			0,827
Anion			
Cl	1,20 %	1-	0,0338
Jumlah Total Muatan			



Sisa Muatan = Muatan total - muatan yang dibutuhkan
 = 0,793 - 0,324
 = 0,469

Komposisi dalam zeolit Y variasi keterisian autoklaf 70%

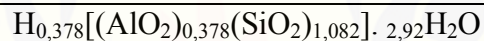
Unsur	komposisi	Muatan	Mol Total Muatan
Si	26,55 %	0	0,945
Al	9,33 %	1-	0,345
Kation			
Na	9,16 %	1+	0,414
Fe	3,84 %	2+	0,137
Ca	0,98 %	2+	0,049
K	0,76 %	1+	0,0194
Ti	0,46 %	4+	0,0384
Jumlah Total Muatan			0,658
Anion			
Cl	1,09 %	1-	0,0307
Jumlah Total Muatan			



$$\begin{aligned} \text{Sisa Muatan} &= \text{Muatan total} - \text{muatan yang dibutuhkan} \\ &= 0,627 - 0,345 \\ &= 0,282 \end{aligned}$$

Komposisi dalam zeolit Y variasi keterisian autoklaf 50%

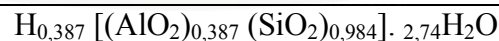
Unsur	% komposisi	Muatan	Mol Total Muatan
Si	30,41 %	0	1,082
Al	10,22 %	1-	0,378
Kation			
Na	-	-	-
Fe	4,99 %	2+	0,179
Ca	1,18 %	2+	0,0588
K	0,71 %	1+	0,0181
Ti	0,48 %	4+	0,4
Jumlah Total Muatan			0,655
Anion			
Cl	1,29 %	1-	0,0363
Jumlah Total Muatan			



$$\begin{aligned} \text{Sisa Muatan} &= \text{Muatan total} - \text{muatan yang dibutuhkan} \\ &= 0,619 - 0,378 \\ &= 0,241 \end{aligned}$$

Komposisi dalam zeolit Y variasi rasio molar Si/Al 2,53

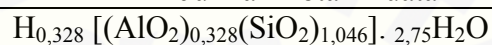
Unsur	% komposisi	Muatan	Total Muatan
Si	27,65 %	0	0,984
Al	10,45 %	1-	0,387
Kation			
Na	-	-	-
Fe	6,28 %	2+	0,224
Ca	1,74 %	2+	0,0868
K	1,71 %	1+	0,0437
Ti	1,33 %	4+	0,1108
Jumlah Total Muatan			0,465
Anion			
Cl	1,30 %	1-	0,0366
Jumlah Total Muatan			



$$\begin{aligned} \text{Sisa Muatan} &= \text{Muatan total} - \text{muatan yang dibutuhkan} \\ &= 0,428 - 0,387 \\ &= 0,041 \end{aligned}$$

Komposisi dalam zeolit Y variasi rasio molar Si/Al 3,1

Unsur	% komposisi	Muatan	Total Muatan
Si	29,39 %	0	1,046
Al	8,87 %	1-	0,328
Kation			
Na	-	-	-
Fe	6,61%	2+	0,236
Ca	1,65 %	2+	0,0822
K	1,50 %	1+	0,0383
Ti	0,94 %	4+	0,0784
Jumlah Total Muatan			0,435
Anion			
Cl	1,35 %	1-	,00380
Jumlah Total Muatan			0,0380



$$\begin{aligned} \text{Sisa Muatan} &= \text{Muatan total} - \text{muatan yang dibutuhkan} \\ &= 0,397 - 0,328 \\ &= 0,069 \end{aligned}$$

Lampiran 4.5 Hasil Analisa XRF Komposisi Awal Lumpur Lapindo

15-feb-2018 14:31:32

Sample results

Page 1

Sample ident
E 133 (Sampel Lumpur Lapindo)

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	15-feb-2018 14:19:28
Position	2

Compound Conc Unit	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Br	Sr	Mo
	12 %	34,7 %	3,97 %	7,36 %	2,11 %	0,13 %	0,097 %	0,46 %	32,9 %	0,15 %	0,07 %	0,16 %	0,76 %	4,8 %

Compound Conc Unit	Eu	Re
	0,47 %	0,2 %

Lampiran 4.7 Hasil Analisa XRF Hasil Peleburan

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
Na ₂ O	11	34.17%	Fit spectrum	Na KA1/EQ20
SiO ₂	14	27.53%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	9.47%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	6.36%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
MgO	12	5.20%	Fit spectrum	Mg KA1/EQ20
SO ₃	16	4.12%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
K ₂ O	19	3.28%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
CaO	20	2.66%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	2.35%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
TiO ₂	22	2.15%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
Cl	17	1.53%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
La ₂ O ₃	57	0.19%	Fit spectrum	La KA1/EQ50
ZrO ₂	40	0.14%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
CeO ₂	58	0.14%	Fit spectrum	Ce KA1/EQ50
MnO	25	0.13%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Nd ₂ O ₃	60	0.09%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
SrO	38	0.05%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
SnO ₂	50	0.04%	Fit spectrum	Sn KA1/EQ40
V ₂ O ₅	23	0.04%	Fit spectrum	V KA1/EQ20
CuO	29	0.03%	Fit spectrum	Cu KA1/EQ20
Rb ₂ O	37	0.03%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
Cr ₂ O ₃	24	0.03%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
Cs ₂ O	55	0.03%	Fit spectrum	Cs KA1/EQ40
Bi ₂ O ₃	83	0.03%	Fit spectrum	Bi LA1/EQ20
ZnO	30	0.03%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Ga ₂ O ₃	31	0.02%	Fit spectrum	Ga KA1/EQ20
NiO	28	0.02%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
SeO ₂	34	0.02%	Fit spectrum	Se KA1/EQ20
Sb ₂ O ₃	51	0.02%	Fit spectrum	Sb KA1/EQ40
CdO	48	0.01%	Fit spectrum	Cd KA1/EQ40
GeO ₂	32	0.01%	Fit spectrum	Ge KA1/EQ20
As ₂ O ₃	33	0.01%	Fit spectrum	As KA1/EQ20
Br	35	0.01%	Fit spectrum	Br KA1/EQ20
Nb ₂ O ₅	41	0.01%	Fit spectrum	Nb KA1/EQ20
I	53	0.01%	Fit spectrum	I KA1/EQ40

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
O	8	37.59%	Chem. bindings	
Na	11	25.35%	Fit spectrum	Na KA1/EQ20
Si	14	12.87%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Fe	26	6.62%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
Al	13	3.37%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Mg	12	3.13%	Fit spectrum	Mg KA1/EQ20
K	19	2.72%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
Ca	20	1.90%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
S	16	1.65%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Cl	17	1.53%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
Ti	22	1.29%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
P	15	1.03%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
La	57	0.16%	Fit spectrum	La KA1/EQ50
Ce	58	0.11%	Fit spectrum	Ce KA1/EQ50
Zr	40	0.10%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Mn	25	0.10%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Nd	60	0.07%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
Sr	38	0.04%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
Sn	50	0.03%	Fit spectrum	Sn KA1/EQ40
Rb	37	0.03%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
Cs	55	0.03%	Fit spectrum	Cs KA1/EQ40
Cu	29	0.03%	Fit spectrum	Cu KA1/EQ20
Bi	83	0.02%	Fit spectrum	Bi LA1/EQ20
Cr	24	0.02%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
V	23	0.02%	Fit spectrum	V KA1/EQ20
Zn	30	0.02%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Ga	31	0.02%	Fit spectrum	Ga KA1/EQ20
Ni	28	0.02%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
Sb	51	0.02%	Fit spectrum	Sb KA1/EQ40
Se	34	0.01%	Fit spectrum	Se KA1/EQ20
Br	35	0.01%	Fit spectrum	Br KA1/EQ20
Cd	48	0.01%	Fit spectrum	Cd KA1/EQ40
I	53	0.01%	Fit spectrum	I KA1/EQ40
As	33	0.01%	Fit spectrum	As KA1/EQ20

Lampiran 4.8 Hasil Analisa XRF Keterisian 50%

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
SiO ₂	14	65.05%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	19.30%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	7.13%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	1.95%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
CaO	20	1.65%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
SO ₃	16	1.47%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Cl	17	1.29%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
K ₂ O	19	0.85%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
TiO ₂	22	0.81%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
Cr ₂ O ₃	24	0.10%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
Nd ₂ O ₃	60	0.07%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
MnO	25	0.04%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
La ₂ O ₃	57	0.04%	Fit spectrum	La KA1/EQ50
ZrO ₂	40	0.03%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
CeO ₂	58	0.03%	Fit spectrum	Ce KA1/EQ50
ZnO	30	0.03%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Rb ₂ O	37	0.02%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
NiO	28	0.02%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
Ga ₂ O ₃	31	0.02%	Fit spectrum	Ga KA1/EQ20
V ₂ O ₅	23	0.02%	Fit spectrum	V KA1/EQ20
SrO	38	0.02%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
CuO	29	0.01%	Fit spectrum	Cu KA1/EQ20
Bi ₂ O ₃	83	0.01%	Fit spectrum	Bi LA1/EQ20
WO ₃	74	0.01%	Fit spectrum	W LA1/EQ20
SnO ₂	50	0.01%	Fit spectrum	Sn KA1/EQ40

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
O	8	48.90%	Chem. bindings	
Si	14	30.41%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al	13	10.22%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Fe	26	4.99%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
Cl	17	1.29%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
Ca	20	1.18%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
P	15	0.85%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
K	19	0.71%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
S	16	0.59%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Ti	22	0.48%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
Cr	24	0.07%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
Nd	60	0.06%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
Mn	25	0.03%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
La	57	0.03%	Fit spectrum	La KA1/EQ50
Zr	40	0.02%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Ce	58	0.02%	Fit spectrum	Ce KA1/EQ50
Rb	37	0.02%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
Zn	30	0.02%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Ni	28	0.02%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
Sr	38	0.01%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
Ga	31	0.01%	Fit spectrum	Ga KA1/EQ20
Bi	83	0.01%	Fit spectrum	Bi LA1/EQ20

Lampiran 4.9 Hasil Analisa XRF Keterisian 70%

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
SiO ₂	14	56.80%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	17.63%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Na ₂ O	11	12.35%	Fit spectrum	Na KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	5.49%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	1.85%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
SO ₃	16	1.37%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
CaO	20	1.37%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
Cl	17	1.09%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
K ₂ O	19	0.91%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
TiO ₂	22	0.77%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
Cr ₂ O ₃	24	0.07%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
Nd ₂ O ₃	60	0.06%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
NiO	28	0.06%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
MnO	25	0.03%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
ZrO ₂	40	0.02%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Rb ₂ O	37	0.02%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
ZnO	30	0.02%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Ga ₂ O ₃	31	0.01%	Fit spectrum	Ga KA1/EQ20
V ₂ O ₅	23	0.01%	Fit spectrum	V KA1/EQ20
SrO	38	0.01%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
Bi ₂ O ₃	83	0.01%	Fit spectrum	Bi LA1/EQ20

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
O	8	46.19%	Chem. bindings	
Si	14	26.55%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al	13	9.33%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Na	11	9.16%	Fit spectrum	Na KA1/EQ20
Fe	26	3.84%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
Cl	17	1.09%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
Ca	20	0.98%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
P	15	0.81%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
K	19	0.76%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
S	16	0.55%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Ti	22	0.46%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
Nd	60	0.05%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
Cr	24	0.05%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
Ni	28	0.04%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
Mn	25	0.03%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Rb	37	0.02%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
Zn	30	0.02%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Zr	40	0.02%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Sr	38	0.01%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20

Lampiran 4.10 Hasil Analisa XRF Rasio Molar Si/Al 2,65 (Keterisian 90%)

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
SiO ₂	14	52.08%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	16.53%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Na ₂ O	11	11.35%	Fit spectrum	Na KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	8.84%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
CaO	20	2.80%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	2.04%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
TiO ₂	22	1.99%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
SO ₃	16	1.53%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
K ₂ O	19	1.28%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
Cl	17	1.20%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
Nd ₂ O ₃	60	0.09%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
MnO	25	0.05%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Cr ₂ O ₃	24	0.05%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
ZnO	30	0.04%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
SrO	38	0.02%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
CuO	29	0.02%	Fit spectrum	Cu KA1/EQ20
Rb ₂ O	37	0.02%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
NiO	28	0.01%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
ZrO ₂	40	0.01%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Ga ₂ O ₃	31	0.01%	Fit spectrum	Ga KA1/EQ20

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
O	8	45.06%	Chem. binding	Si KA1/EQ20
Si	14	24.35%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al	13	8.75%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Na	11	8.42%	Fit spectrum	Na KA1/EQ20
Fe	26	6.18%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
Ca	20	2.00%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
Cl	17	1.20%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
Ti	22	1.19%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
K	19	1.06%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
P	15	0.89%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
S	16	0.61%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Nd	60	0.07%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
Mn	25	0.04%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Cr	24	0.04%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
Zn	30	0.03%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Sr	38	0.02%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
Rb	37	0.01%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
Cu	29	0.01%	Fit spectrum	Cu KA1/EQ20
Ni	28	0.01%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
Zr	40	0.01%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20

Lampiran 4.11 Hasil Analisa XRF Rasio Molar Si/Al 3,1

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
SiO ₂	14	62.86%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	16.75%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	9.45%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
CaO	20	2.31%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	2.20%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
K ₂ O	19	1.81%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
SO ₃	16	1.60%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
TiO ₂	22	1.57%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
Cl	17	1.35%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
MnO	25	0.02%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Rb ₂ O	37	0.02%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
ZrO ₂	40	0.02%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
SrO	38	0.02%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
SnO ₂	50	0.01%	Fit spectrum	Sn KA1/EQ40

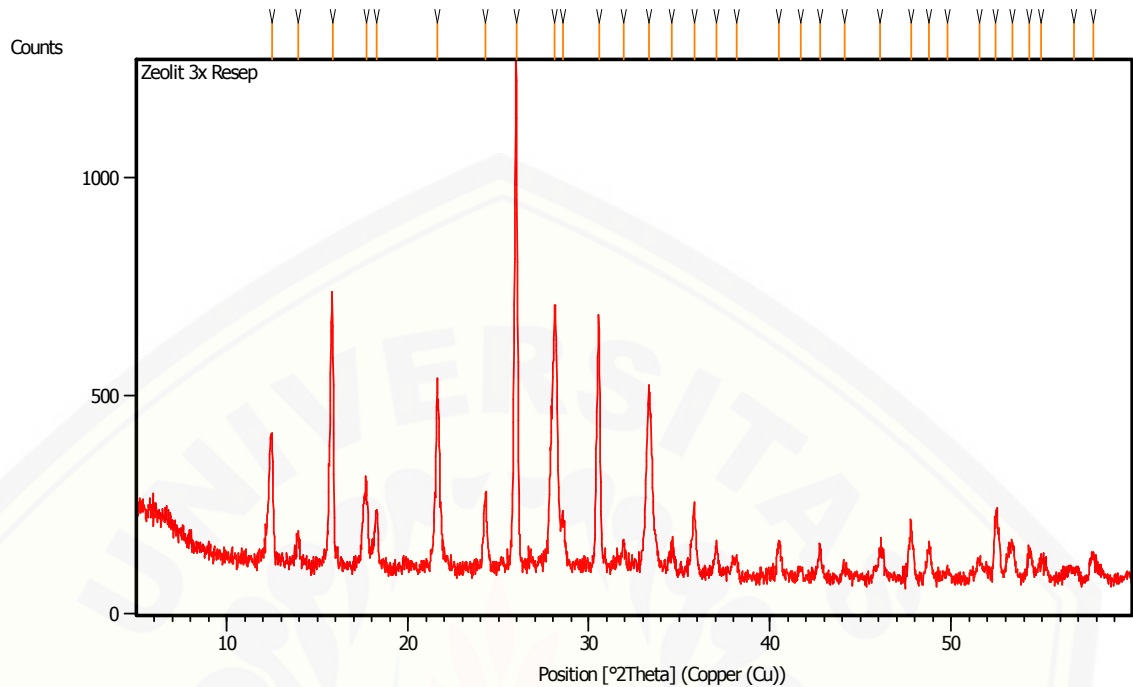
Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
O	8	48.02%	Chem. binding	Si KA1/EQ20
Si	14	29.38%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al	13	8.87%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Fe	26	6.61%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
Ca	20	1.65%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
K	19	1.50%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
Cl	17	1.35%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
P	15	0.96%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
Ti	22	0.94%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
S	16	0.64%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Rb	37	0.02%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
Mn	25	0.02%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Zr	40	0.01%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Sr	38	0.01%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20

Lampiran 4.12 Hasil Analisa XRF Rasio Molar Si/Al 2,53

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
SiO ₂	14	59.16%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	19.75%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	8.98%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
CaO	20	2.43%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
TiO ₂	22	2.21%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	2.08%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
K ₂ O	19	2.07%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
SO ₃	16	1.57%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Cl	17	1.30%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
Nd ₂ O ₃	60	0.10%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
MnO	25	0.07%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
ZrO ₂	40	0.05%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Cr ₂ O ₃	24	0.04%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
SrO	38	0.03%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
ZnO	30	0.03%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Rb ₂ O	37	0.03%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
CuO	29	0.02%	Fit spectrum	Cu KA1/EQ20
NiO	28	0.02%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
Bi ₂ O ₃	83	0.01%	Fit spectrum	Bi LA1/EQ20
Ga ₂ O ₃	31	0.01%	Fit spectrum	Ga KA1/EQ20

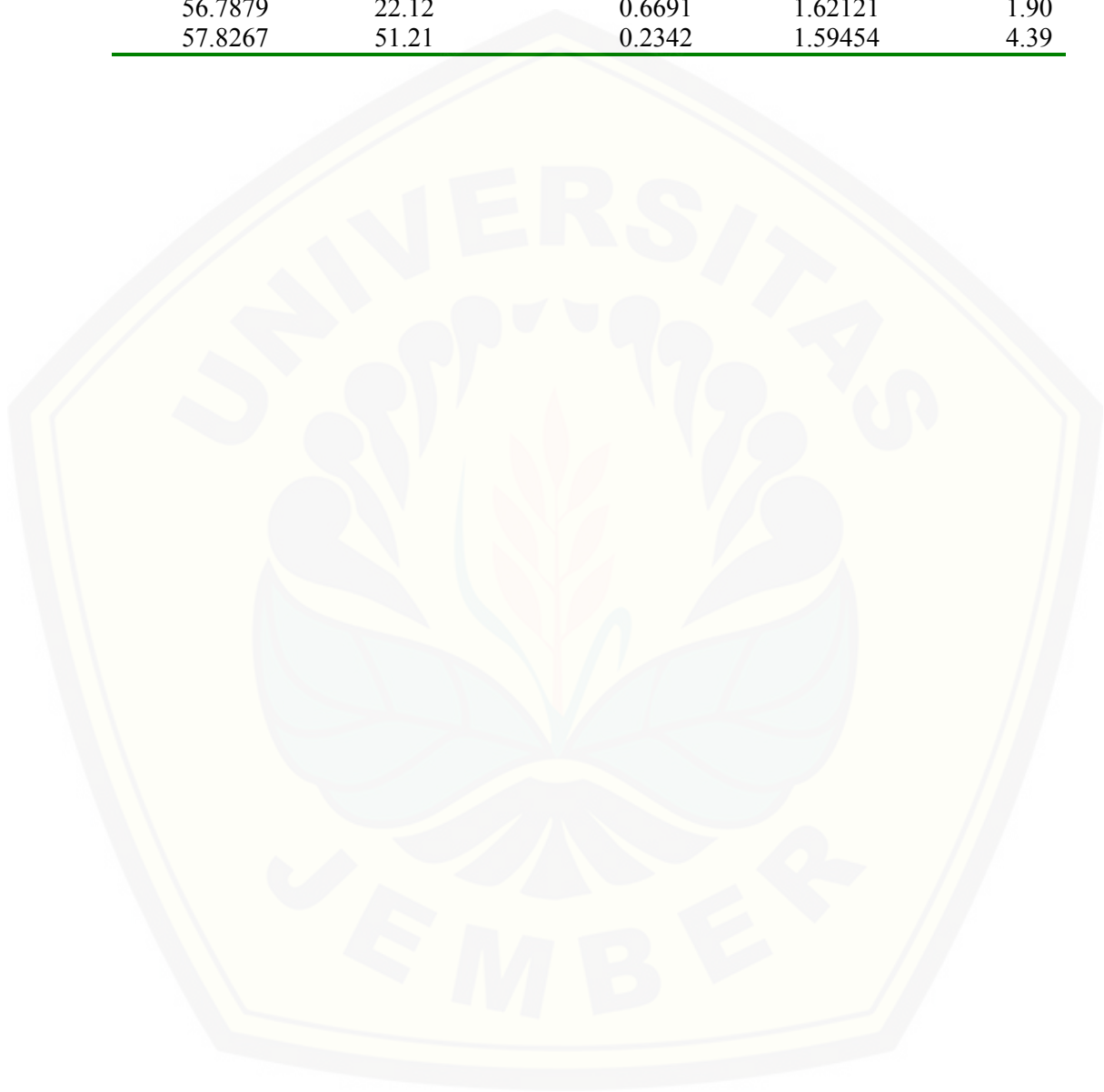
Formula	Z	Concentration	Status	Line 1
O	8	47.63%	Chem. binding	Si KA1/EQ20
Si	14	27.65%	Fit spectrum	Si KA1/EQ20
Al	13	10.45%	Fit spectrum	Al KA1/EQ20
Fe	26	6.28%	Fit spectrum	Fe KA1/EQ20
Ca	20	1.74%	Fit spectrum	Ca KA1/EQ20
K	19	1.71%	Fit spectrum	K KA1/EQ20
Ti	22	1.33%	Fit spectrum	Ti KA1/EQ20
Cl	17	1.30%	Fit spectrum	Cl KA1/EQ20
P	15	0.91%	Fit spectrum	P KA1/EQ20
S	16	0.63%	Fit spectrum	S KA1/EQ20
Nd	60	0.09%	Fit spectrum	Nd LA1/EQ20
Mn	25	0.06%	Fit spectrum	Mn KA1/EQ20
Zr	40	0.04%	Fit spectrum	Zr KA1/EQ20
Cr	24	0.03%	Fit spectrum	Cr KA1/EQ20
Sr	38	0.03%	Fit spectrum	Sr KA1/EQ20
Rb	37	0.03%	Fit spectrum	Rb KA1/EQ20
Zn	30	0.03%	Fit spectrum	Zn KA1/EQ20
Cu	29	0.01%	Fit spectrum	Cu KA1/EQ20
Ni	28	0.01%	Fit spectrum	Ni KA1/EQ20
Bi	83	0.01%	Fit spectrum	Bi LA1/EQ20

Lampiran 4. 13 Hasil Analisa XRD Keterisian 50%

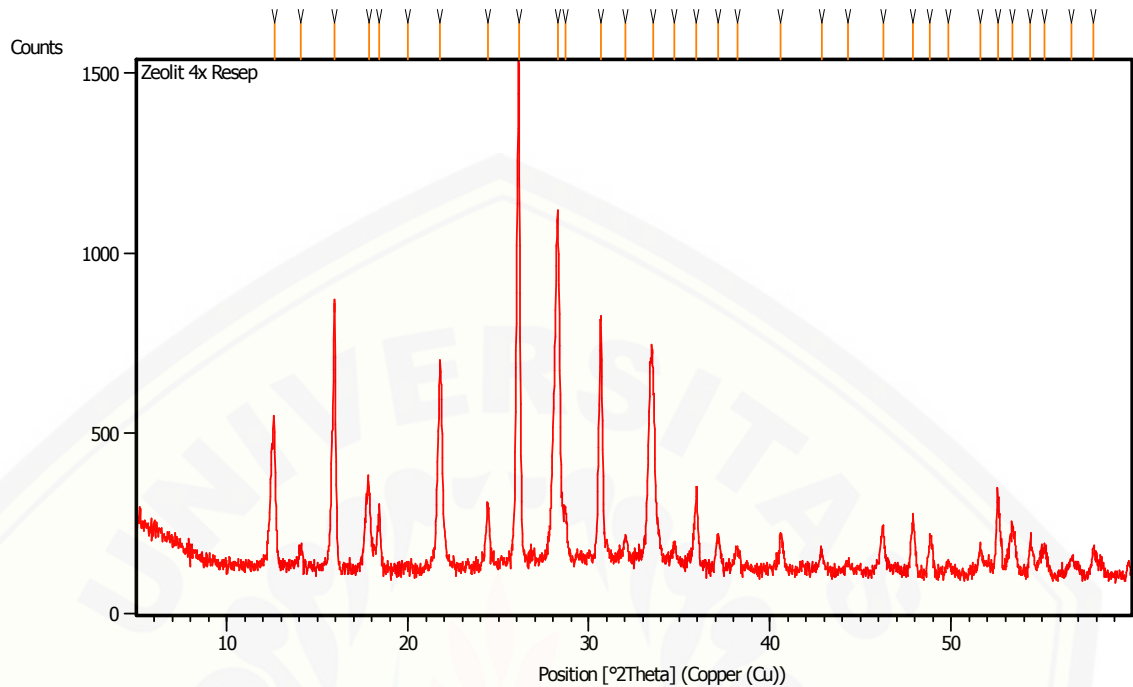
**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.5064	250.12	0.2007	7.07788	21.46
13.9313	60.32	0.1338	6.35696	5.18
15.8294	584.46	0.1840	5.59873	50.15
17.7088	171.09	0.3011	5.00854	14.68
18.2727	129.76	0.1673	4.85523	11.13
21.5910	381.71	0.1004	4.11595	32.75
24.2557	166.47	0.1673	3.66949	14.28
25.9595	1165.43	0.1840	3.43239	100.00
28.0916	611.66	0.0669	3.17653	52.48
28.5621	111.94	0.1673	3.12527	9.60
30.5649	587.39	0.1673	2.92489	50.40
31.9165	76.84	0.1338	2.80405	6.59
33.3360	431.68	0.1171	2.68783	37.04
34.6056	60.72	0.2676	2.59207	5.21
35.8407	148.13	0.1004	2.50553	12.71
37.0472	79.00	0.1004	2.42665	6.78
38.1883	29.29	0.2007	2.35673	2.51
40.4943	78.57	0.2342	2.22769	6.74
41.6860	20.41	0.2007	2.16672	1.75
42.7700	64.80	0.1338	2.11428	5.56
44.1233	22.49	0.2676	2.05253	1.93
46.0862	70.51	0.1673	1.96957	6.05
47.7813	124.84	0.2342	1.90359	10.71
48.7839	76.26	0.1673	1.86678	6.54

49.7839	17.38	0.4015	1.83160	1.49
51.5366	43.29	0.2007	1.77336	3.71
52.4647	141.25	0.2342	1.74415	12.12
53.3849	74.95	0.2007	1.71624	6.43
54.2898	67.01	0.2007	1.68975	5.75
54.9473	41.34	0.4015	1.67108	3.55
56.7879	22.12	0.6691	1.62121	1.90
57.8267	51.21	0.2342	1.59454	4.39

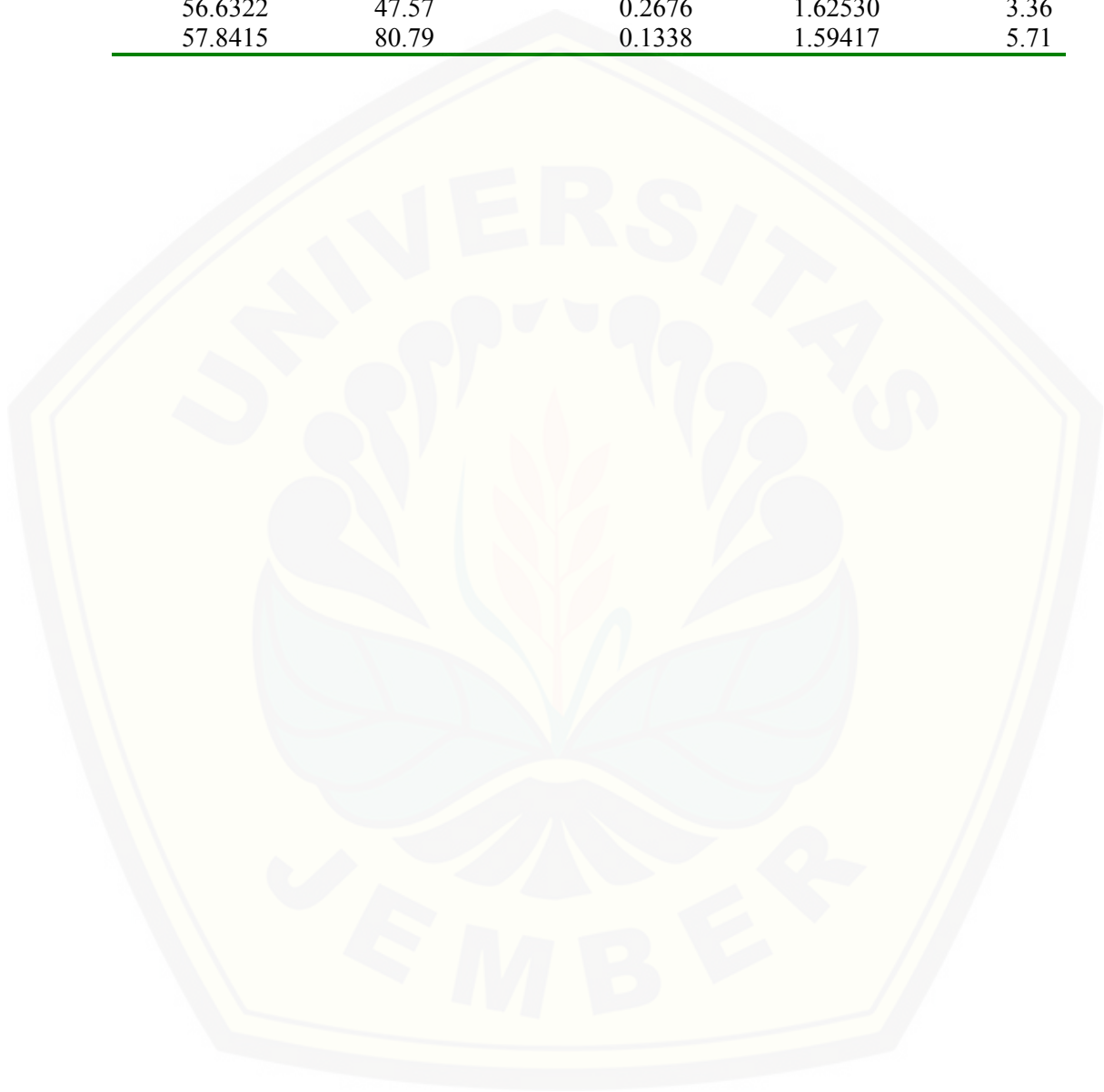


Lampiran 4.14 Hasil Analisa XRD Keterisian Autoklaf 70%

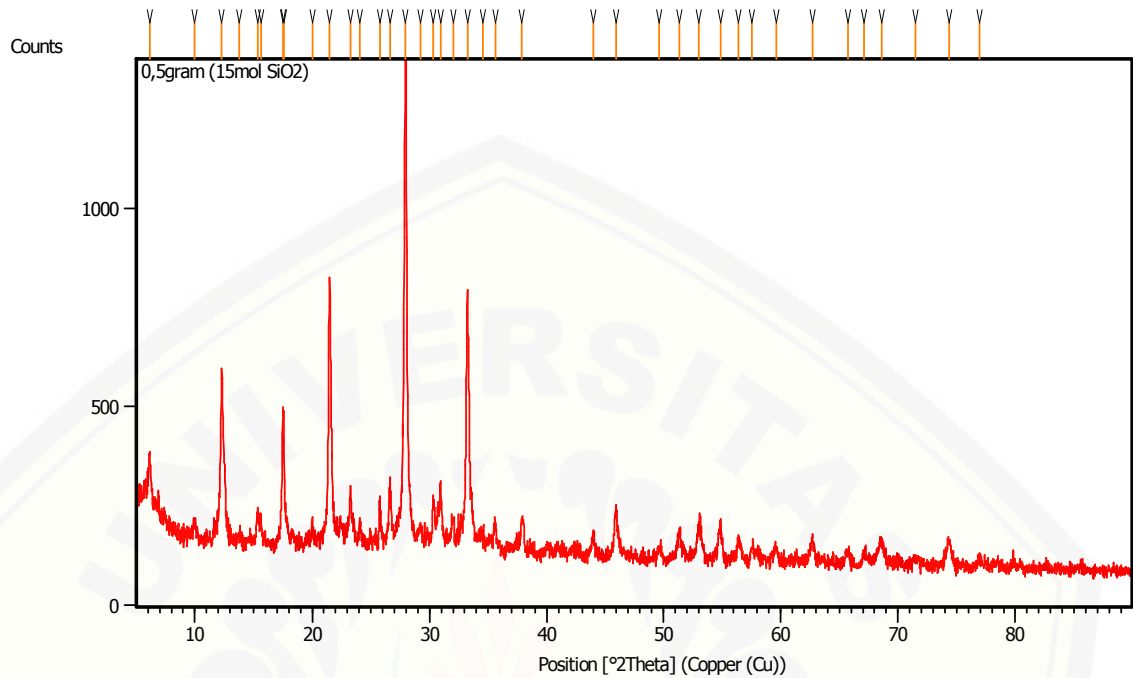
**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.6376	380.97	0.1171	7.00467	26.93
14.0668	58.39	0.2007	6.29605	4.13
15.9436	714.32	0.1004	5.55887	50.50
17.8400	218.17	0.2676	4.97201	15.42
18.3914	156.92	0.1004	4.82418	11.09
19.9995	7.33	0.6691	4.43975	0.52
21.7534	534.59	0.1171	4.08560	37.79
24.4114	179.60	0.1673	3.64643	12.70
26.1024	1414.51	0.1338	3.41391	100.00
28.2642	977.97	0.1338	3.15753	69.14
28.6946	157.24	0.1338	3.11114	11.12
30.6648	697.84	0.1171	2.91559	49.33
32.0159	93.15	0.1673	2.79557	6.59
33.5584	555.68	0.3011	2.67052	39.28
34.7200	78.71	0.2007	2.58379	5.56
35.9530	238.85	0.0836	2.49796	16.89
37.1494	98.26	0.2342	2.42021	6.95
38.2174	62.92	0.2676	2.35500	4.45
40.6027	107.89	0.2007	2.22199	7.63
42.8400	62.30	0.2007	2.11099	4.40
44.2863	32.68	0.2676	2.04535	2.31
46.2445	121.82	0.2342	1.96320	8.61
47.9051	151.11	0.2007	1.89895	10.68
48.8360	102.75	0.2342	1.86491	7.26

49.8166	33.60	0.2007	1.83048	2.38
51.6117	78.52	0.1673	1.77095	5.55
52.5703	216.57	0.0669	1.74090	15.31
53.3934	130.08	0.3346	1.71599	9.20
54.3673	104.40	0.1338	1.68753	7.38
55.1455	71.99	0.4015	1.66554	5.09
56.6322	47.57	0.2676	1.62530	3.36
57.8415	80.79	0.1338	1.59417	5.71



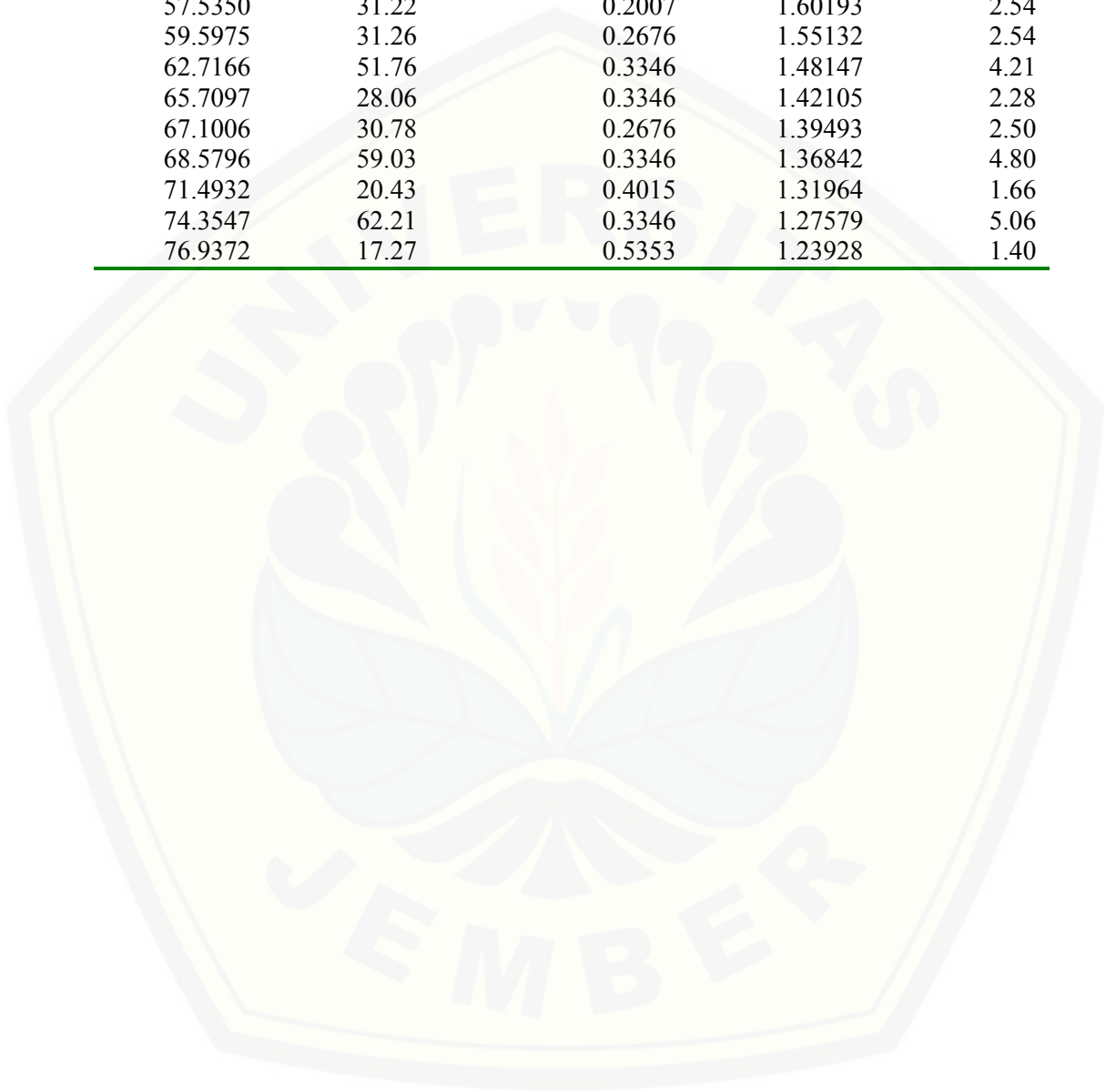
Lampiran 4.15 Hasil Analisa XRD Rasio Molar Si/Al 2,65 (Keterisian 90%)



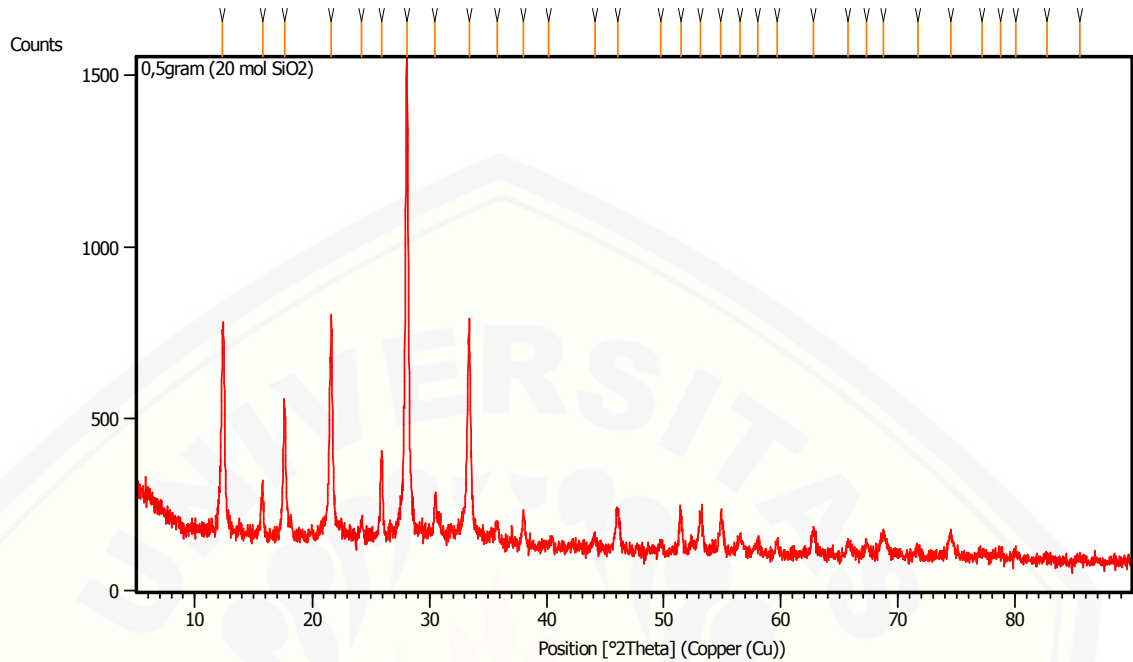
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1351	168.70	0.1338	14.40639	13.73
9.9742	39.33	0.2676	8.86830	3.20
12.2901	423.95	0.1004	7.20191	34.49
13.7806	13.79	0.3346	6.42616	1.12
15.3710	77.42	0.2007	5.76465	6.30
15.6241	69.47	0.1004	5.67183	5.65
17.4903	328.39	0.0669	5.07064	26.72
17.5884	292.49	0.0669	5.04255	23.80
20.0162	60.25	0.1004	4.43609	4.90
21.4852	672.51	0.1171	4.13599	54.72
23.2651	132.65	0.1004	3.82345	10.79
24.0830	48.64	0.1673	3.69541	3.96
25.7738	111.66	0.1338	3.45669	9.08
26.6506	158.78	0.1673	3.34493	12.92
27.9613	1229.09	0.1673	3.19104	100.00
29.2153	56.32	0.2007	3.05686	4.58
30.3359	120.07	0.1338	2.94645	9.77
30.9334	169.65	0.1338	2.89089	13.80
32.0432	75.51	0.2007	2.79325	6.14
33.2286	659.32	0.0836	2.69626	53.64
34.5188	35.39	0.4684	2.59839	2.88
35.6026	66.42	0.1673	2.52174	5.40
37.8860	85.07	0.2342	2.37484	6.92
44.0337	51.97	0.2676	2.05649	4.23

45.9674	120.29	0.2007	1.97439	9.79
49.6683	23.48	0.4015	1.83559	1.91
51.3373	66.59	0.3346	1.77977	5.42
53.0347	85.43	0.4015	1.72674	6.95
54.8641	93.67	0.2342	1.67342	7.62
56.4164	48.79	0.3346	1.63100	3.97
57.5350	31.22	0.2007	1.60193	2.54
59.5975	31.26	0.2676	1.55132	2.54
62.7166	51.76	0.3346	1.48147	4.21
65.7097	28.06	0.3346	1.42105	2.28
67.1006	30.78	0.2676	1.39493	2.50
68.5796	59.03	0.3346	1.36842	4.80
71.4932	20.43	0.4015	1.31964	1.66
74.3547	62.21	0.3346	1.27579	5.06
76.9372	17.27	0.5353	1.23928	1.40



Lampiran 4.16 Hasil Analisa XRD Rasio Molar Si/Al = 3,1



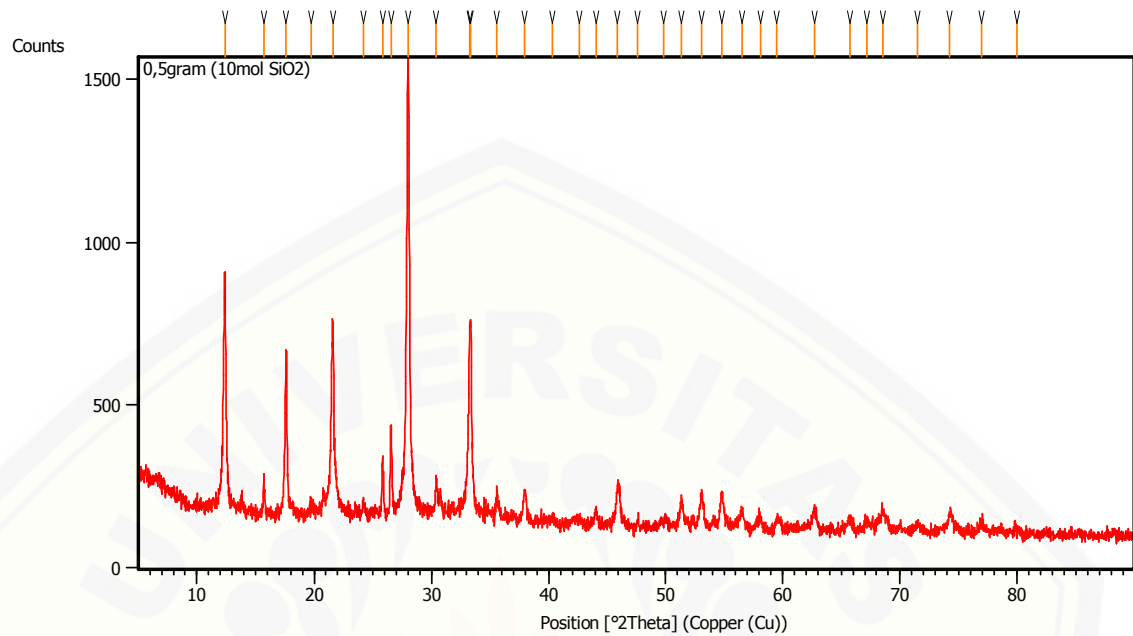
Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.3386	557.96	0.0669	7.17372	39.61
15.7722	140.81	0.2007	5.61888	10.00
17.6570	370.71	0.1673	5.02313	26.32
21.6293	645.19	0.1004	4.10876	45.80
24.2277	44.08	0.2007	3.67367	3.13
25.9474	249.89	0.1004	3.43397	17.74
28.0756	1408.70	0.1506	3.17831	100.00
30.4850	136.64	0.1673	2.93238	9.70
33.3840	657.78	0.2007	2.68407	46.69
35.7494	62.00	0.2676	2.51172	4.40
38.0175	88.64	0.2007	2.36692	6.29
40.1209	11.96	0.8029	2.24755	0.85
44.1513	43.13	0.2676	2.05129	3.06
46.1164	116.35	0.2342	1.96836	8.26
49.8168	28.90	0.3346	1.83047	2.05
51.5431	97.25	0.2676	1.77315	6.90
53.1878	113.38	0.3346	1.72213	8.05
54.9222	121.60	0.1673	1.67178	8.63
56.5324	56.39	0.2676	1.62793	4.00
58.0764	28.32	0.3346	1.58827	2.01
59.6769	36.67	0.2676	1.54945	2.60
62.7735	66.16	0.3346	1.48026	4.70
65.7262	40.15	0.3346	1.42073	2.85
67.3191	44.53	0.2007	1.39094	3.16
68.7827	73.36	0.3346	1.36487	5.21

71.7046	30.61	0.5353	1.31627	2.17
74.4752	74.97	0.2342	1.27402	5.32
77.1627	22.99	0.5353	1.23622	1.63
78.7289	22.29	0.6691	1.21551	1.58
80.0758	21.03	0.4015	1.19842	1.49
82.6989	12.36	0.8029	1.16694	0.88
85.5283	9.59	0.5353	1.13543	0.68

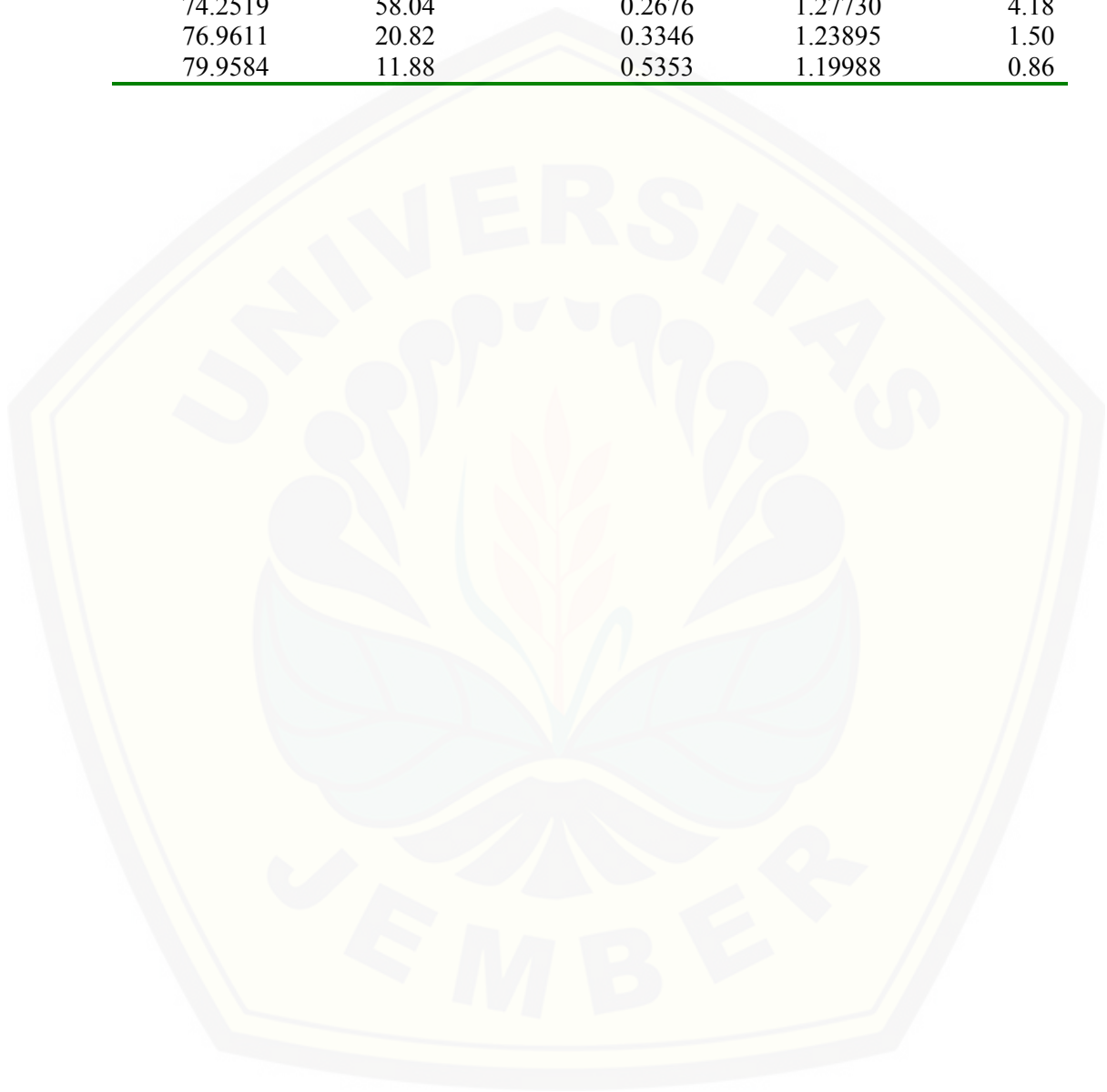


Lampiran 4.17 Hasil Analisa XRD Rasio Molar Si/Al 2,53

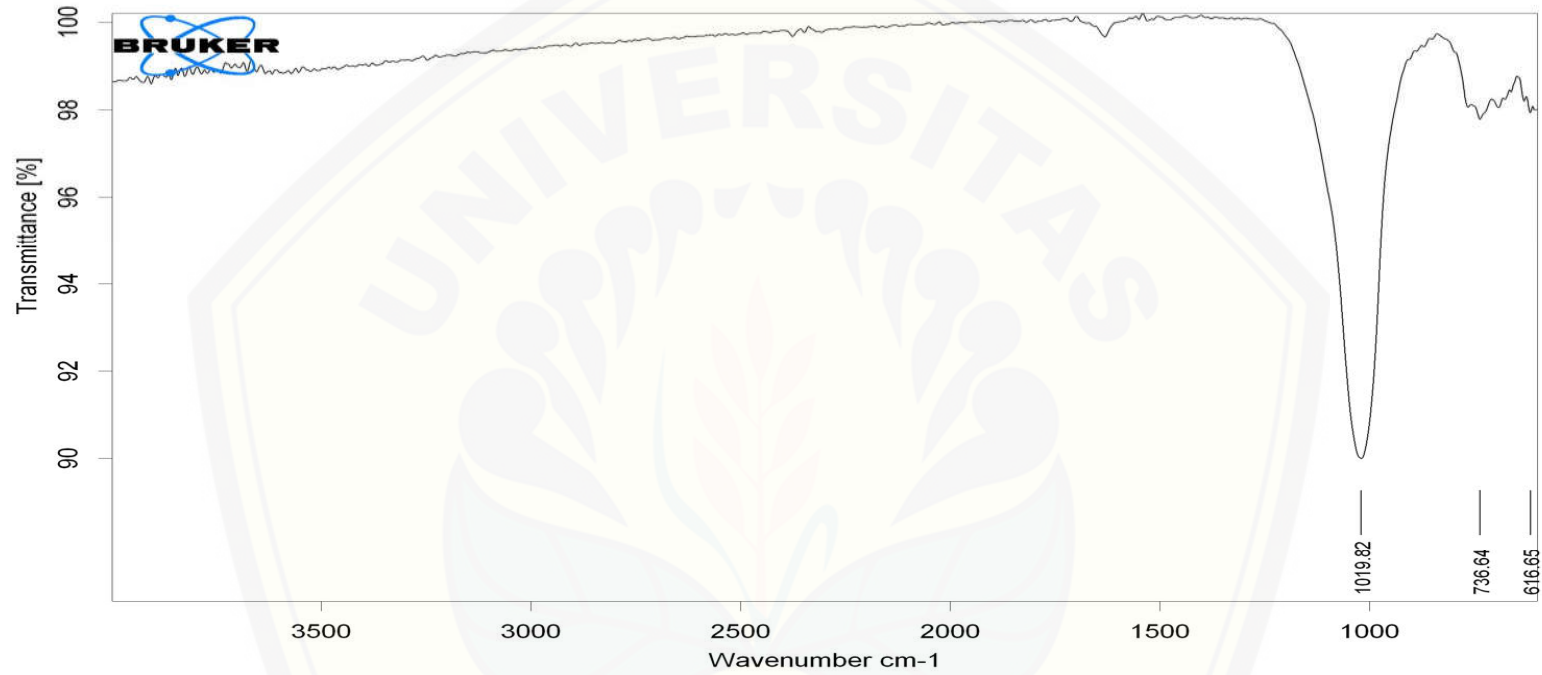
**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.3835	726.22	0.1171	7.14784	52.34
15.6973	120.30	0.0502	5.64555	8.67
17.6239	505.02	0.1506	5.03249	36.40
19.7179	33.14	0.4015	4.50252	2.39
21.5968	576.55	0.0669	4.11488	41.55
24.2236	38.75	0.2676	3.67428	2.79
25.8680	169.05	0.1338	3.44432	12.18
26.5594	286.87	0.0836	3.35620	20.67
28.0390	1387.57	0.1840	3.18238	100.00
30.4013	128.75	0.1004	2.94027	9.28
33.2425	565.09	0.1020	2.69294	40.73
33.3533	602.55	0.0669	2.68647	43.43
35.5865	76.58	0.2676	2.52284	5.52
37.9553	103.85	0.2676	2.37066	7.48
40.2788	22.42	0.4015	2.23911	1.62
42.5702	17.20	0.8029	2.12374	1.24
44.0906	45.81	0.2676	2.05397	3.30
45.9074	117.71	0.2007	1.97682	8.48
47.6512	14.89	0.1673	1.90848	1.07
49.8849	17.81	0.5353	1.82813	1.28
51.3329	86.43	0.1673	1.77991	6.23
53.0754	99.56	0.2342	1.72552	7.18
54.8139	103.53	0.2342	1.67483	7.46
56.5237	61.19	0.2676	1.62816	4.41
58.1186	34.48	0.2007	1.58722	2.49

59.4770	33.33	0.2007	1.55418	2.40
62.7180	57.88	0.2676	1.48144	4.17
65.7216	38.60	0.4015	1.42082	2.78
67.1703	31.03	0.4015	1.39366	2.24
68.5118	66.11	0.2007	1.36961	4.76
71.4641	24.82	0.5353	1.32011	1.79
74.2519	58.04	0.2676	1.27730	4.18
76.9611	20.82	0.3346	1.23895	1.50
79.9584	11.88	0.5353	1.19988	0.86

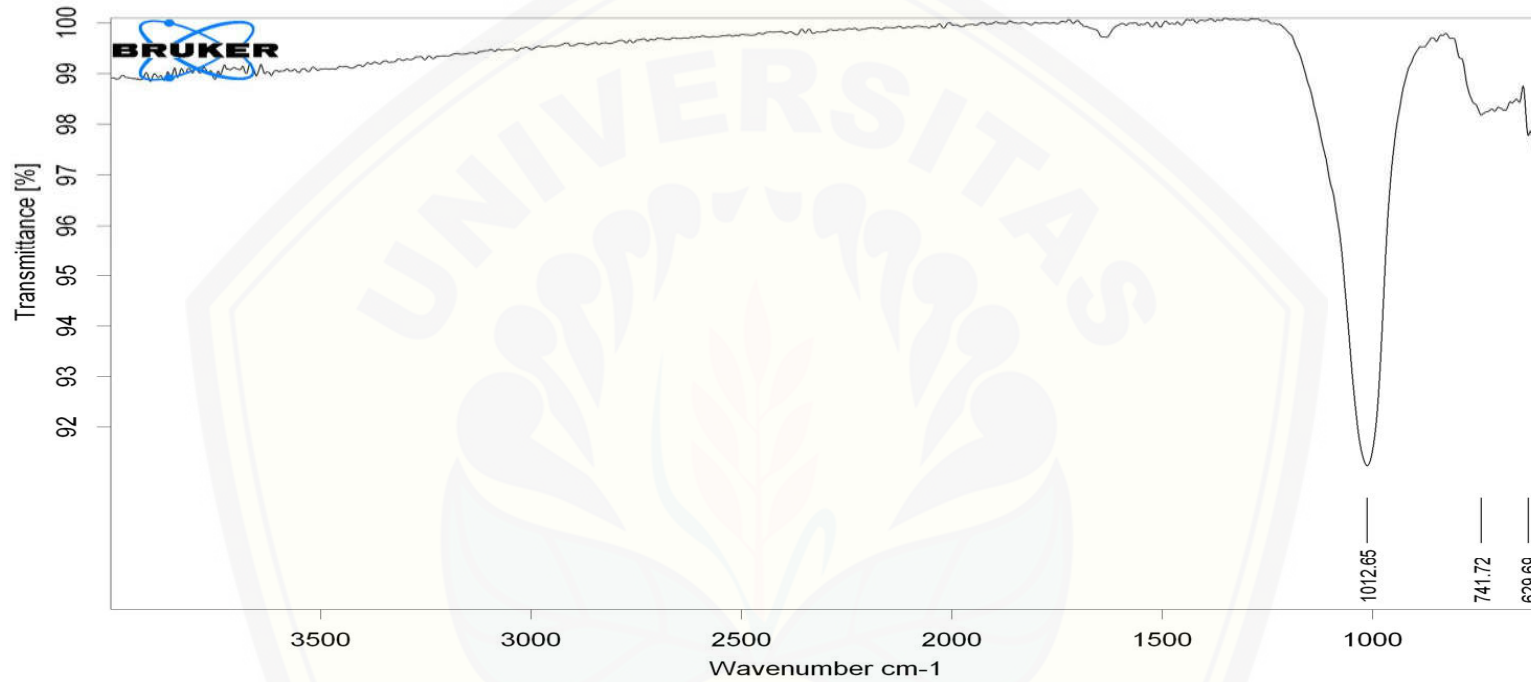


Lampiran 4.18 Hasil Analisa FTIR Keterisian 50%



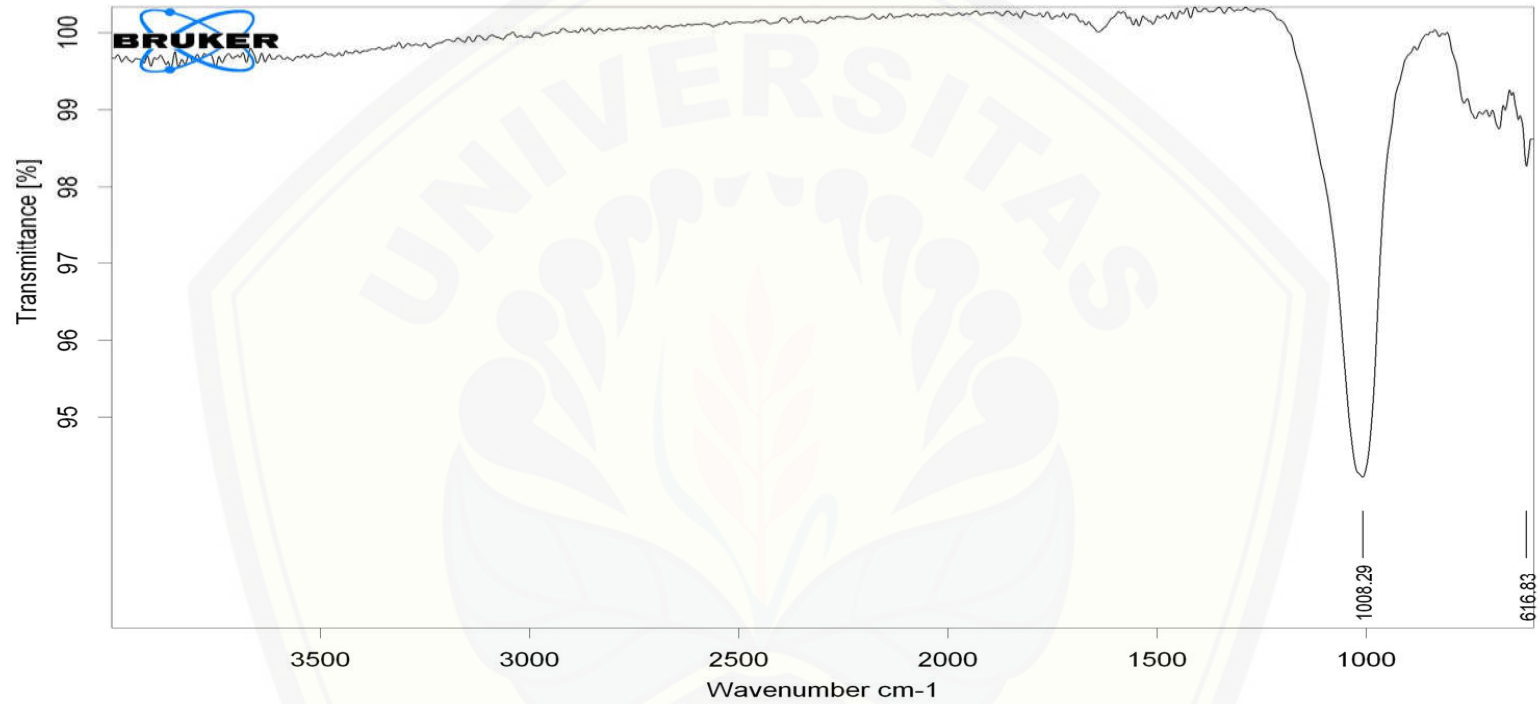
D:\Layanan Analisis\2018\ZEOLIT 15 MOL SiO2 3x RESEP.0	ZEOLIT 15 MOL SiO2 3x RESEP	Instrument type and / or accessory	10/23/2018
--	-----------------------------	------------------------------------	------------

Laampiran 4.19 Hasil Analisa FTIR Keterisian 70%



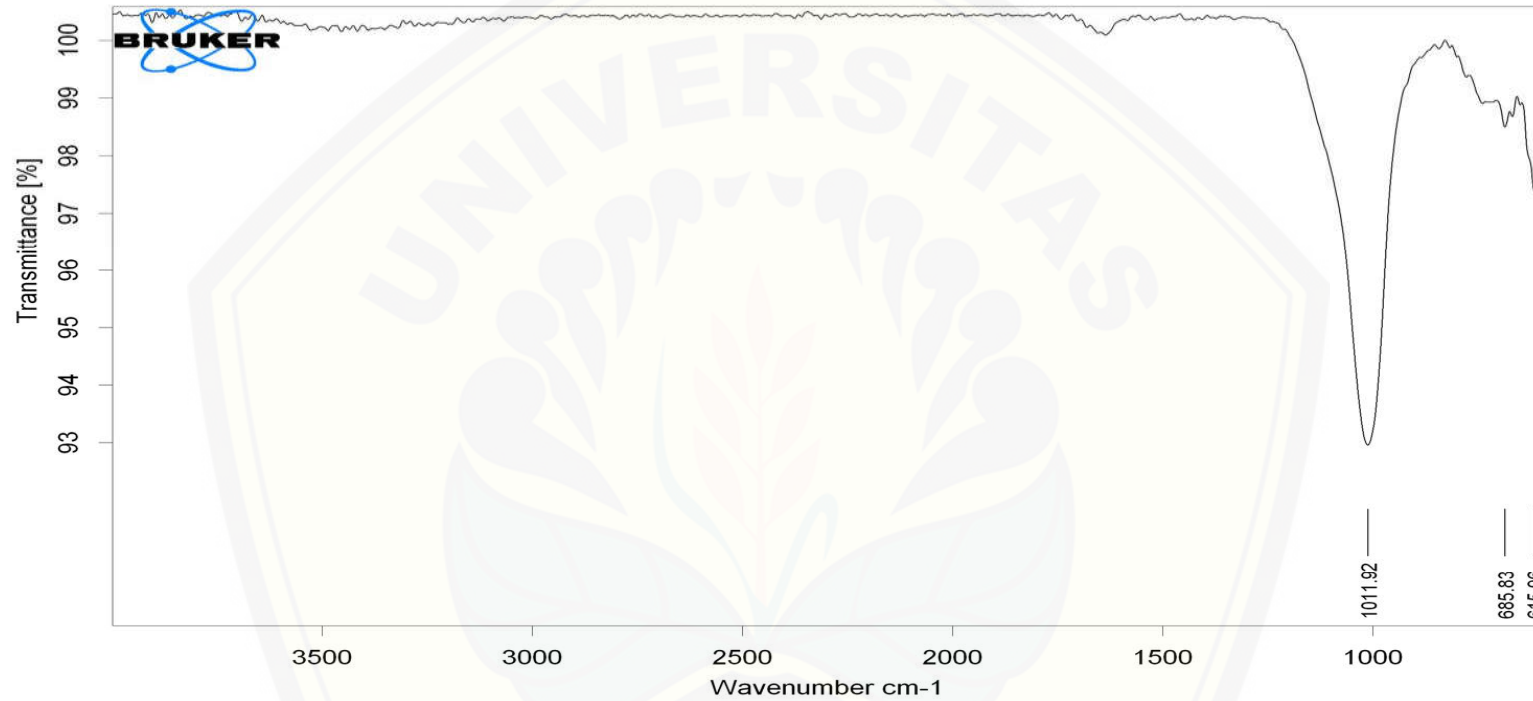
D:\Layanan Analisis\2018\ZEOLIT 15 MOL SiO2 4x RESEP.0	ZEOLIT 15 MOL SiO2 4x RESEP	Instrument type and / or accessory	10/23/2018
--	-----------------------------	------------------------------------	------------

Lampiran 4.20 Hasil Analisa FTIR Rasio Molar Si/Al 2,65 (Keterisian 90%)



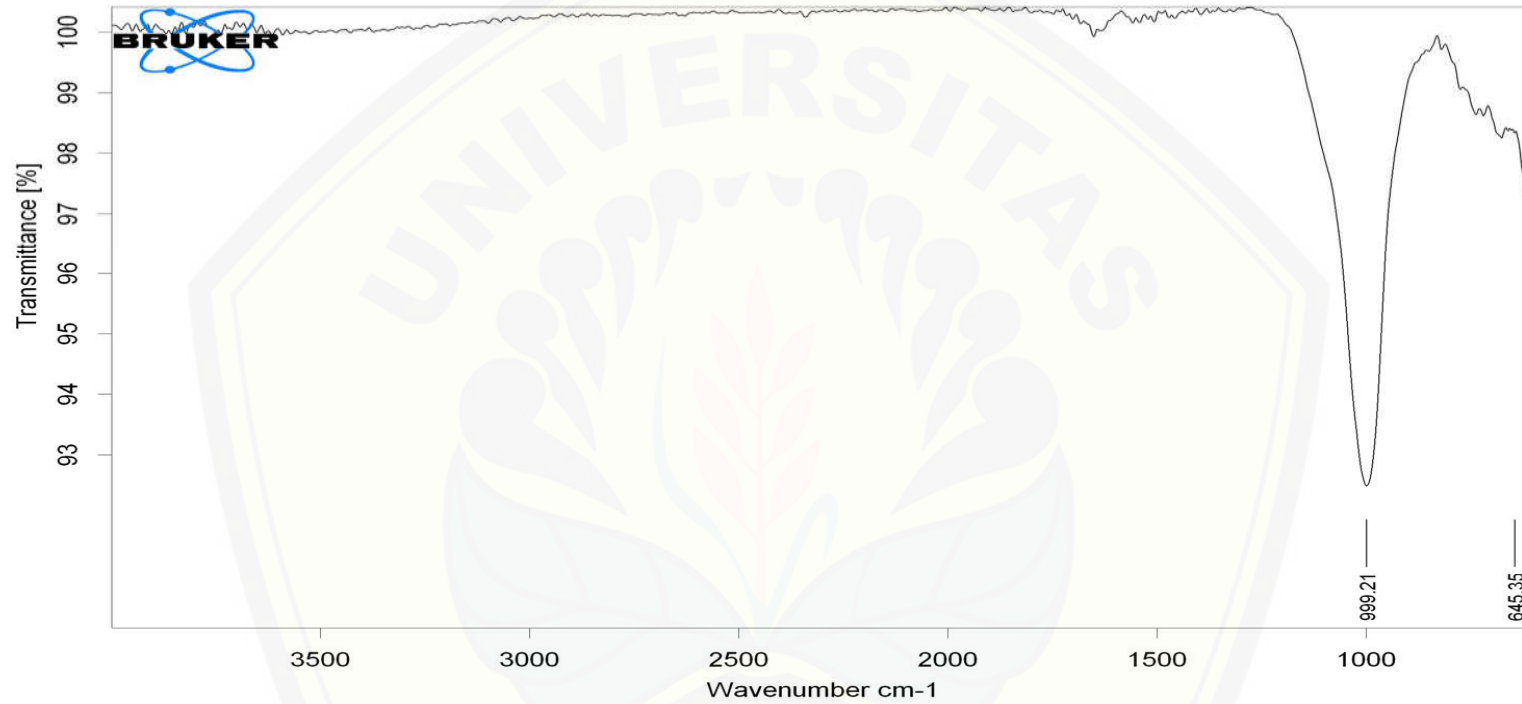
D:\Layanan Analisis\2018\ZEOLIT 15 MOL SiO2.0	ZEOLIT 15 MOL SiO2	Instrument type and / or accessory	10/23/2018
---	--------------------	------------------------------------	------------

Lampiran 4.21 Hasil Analisa FTIR Rasio Molar Si/Al 3,1



D:\Layanan Analisis\2018\ZEOLIT 20 MOL SiO2.1	ZEOLIT 20 MOL SiO2	Instrument type and / or accessory	10/23/2018
---	--------------------	------------------------------------	------------

Lampiran 4.22 Hasil Analisa FTIR Rasio Molar Si/Al 2,53



D:\Layanan Analisis\2018\ZEOLIT 10 MOL SiO2.0	ZEOLIT 10 MOL SiO2	Instrument type and / or accessory	10/23/2018
---	--------------------	------------------------------------	------------

Lampiran 4.23 Data GSA Isoterm Rasio Molar Si/Al 3,1

Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0248374	3.94848
0.074965	4.48459
0.126909	4.85619
0.179517	4.84343
0.229739	4.88541
0.279062	4.81193
0.330844	4.73820
0.381467	4.56601
0.434032	4.44794
0.486011	4.24772
0.536676	4.10705
0.586614	3.87375
0.637998	3.66815
0.686204	3.71086
0.738831	3.85147
0.790477	4.05109
0.838445	4.80916
0.888334	6.28257
0.942998	11.2834
0.990618	35.7845
0.946145	14.8522
0.891760	8.71211
0.841712	6.22039
0.792419	4.81107
0.742658	4.01500
0.691125	3.38365
0.640542	3.06987
0.586536	2.91838
0.536752	2.95976
0.486007	2.84828
0.435599	2.19724
0.383451	2.31067
0.332844	2.56626
0.281581	2.78543
0.231405	3.04106
0.180205	3.24290

Lampiran 4.24 Data GSA Isoterm Rasio Molar Si/Al 2,65

Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0246704	3.56511
0.0739345	4.10360
0.128571	4.45108
0.178361	4.53362
0.230119	4.56319
0.281002	4.49790
0.328949	4.41204
0.383464	4.28008
0.432541	4.15040
0.484062	3.94414
0.534354	3.78972
0.586738	3.51732
0.636494	3.45352
0.689220	3.29735
0.737548	3.22754
0.790089	3.32678
0.839048	3.61977
0.889038	4.23407
0.942098	6.16541
0.990080	31.8939
0.946548	7.61974
0.897490	5.02634
0.843461	3.89204
0.791297	3.32715
0.740583	3.07077
0.688854	2.86674
0.638735	2.84479
0.585829	2.88843
0.534479	2.99932
0.486849	2.77350
0.436303	2.37524
0.383801	2.51128
0.333479	2.75028
0.281318	2.98050
0.230941	3.20014
0.178977	3.37936

Lampiran 4.25 Data GSA Isoterm Rasio Molar Si/Al 2,53

Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0248374	3.94848
0.074965	4.48459
0.126909	4.85619
0.179517	4.84343
0.229739	4.88541
0.279062	4.81193
0.330844	4.73820
0.381467	4.56601
0.434032	4.44794
0.486011	4.24772
0.536676	4.10705
0.586614	3.87375
0.637998	3.66815
0.686204	3.71086
0.738831	3.85147
0.790477	4.05109
0.838445	4.80916
0.888334	6.28257
0.942998	11.2834
0.990618	35.7845
0.946145	14.8522
0.891760	8.71211
0.841712	6.22039
0.792419	4.81107
0.742658	4.01500
0.691125	3.38365
0.640542	3.06987
0.586536	2.91838
0.536752	2.95976
0.486007	2.84828
0.435599	2.19724
0.383451	2.31067
0.332844	2.56626
0.281581	2.78543
0.231405	3.04106
0.180205	3.24290