

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Tinjauan Pustaka

Zeolit merupakan mineral yang istimewa karena struktur kristalnya mudah diatur, sehingga dapat dimodifikasikan sesuai dengan keperluan pemakai dan dapat digunakan untuk tujuan tertentu. Karena keistimewaannya itu zeolit dapat digunakan dalam berbagai kegiatan yang luas, seperti penukar ion, adsorben, dan katalisator. Akhir-akhir ini banyak peneliti yang melakukan penelitian daur ulang limbah menjadi bahan baku untuk zeolit sintesis. Misalnya abu sekam padi, abu layang batu bara, abu dasar batu bara dan limbah padat rumah tangga telah direkayasa untuk menghasilkan zeolit sintesis [5].

Putro dan Prasetyoko, telah melakukan penelitian mengenai penggunaan abu sekam padi sebagai sumber silika pada sintesis zeolit ZSM-5 tanpa menggunakan templat organik [6]. Penelitian yang lain mengenai sintesis zeolit dengan bahan baku abu sekam padi dilakukan oleh Didik dkk dengan menggunakan abu sekam padi untuk membuat zeolit beta [7]. Ojha dkk telah melakukan sintesis zeolit berbahan abu layang batu bara untuk bahan sintesis zolit X dengan metode *hydrothermal* [8]. Sintesis zeolit berbahan dasar abu layang batu bara juga dilakukan oleh Adamczyk dkk dengan menggunakan metode *hydrothermal* [9]. Sedangkan untuk peneliti lokal juga melakukan penelitian tentang preparasi dan karakterisasi zeolit dari abu layang batubara secara alkali *hydrothermal*. Penelitian tersebut dilakukan Jumaeri dkk [10]. Bayati telah melakukan penelitian tentang efek parameter sintesis terhadap kristalisasi dan ukuran inti zeolit pada zeolit NaA dengan metode *hydrothermal* [11].

Selain sintesis zeolit juga telah dilakukan banyak penelitian tentang modifikasi struktur zolit dengan melakukan penambahan surfaktan. Salah satunya dilakukan oleh Sri Warsito dkk yang melakukan penelitian terhadap Pengaruh penambahan surfaktan *Cetyltrimethylammonium* bromide (n-CTMABr) pada sintesis zeolit-Y [12]. Penelitian inilah yang digunakan sebagai referensi dalam pembuatan natrium aluminat pada penelitian tugas akhir ini dengan berbagai modifikasi. Lain halnya dengan bahan – bahan diatas, pada penelitian tugas akhir ini bahan baku yang digunakan untuk sintesis zeolit adalah lumpur *geothermal* (*geothermal sludge*).

Belum ada publikasi internasional yang memaparkan tentang sintesis zeolit berbahan dasar *geothermal sludge*. Dalam skala nasional, telah dilakukan penelitian oleh Asy'hari, Khoirul Anwar dkk, yang melakukan sintesis silika gel berbahan *geothermal sludge* dengan Metode *Caustic Digestion* [4]. Dalam penelitian ini hanya menjelaskan pembuatan silika gel, atau bisa juga disebut pembuatan natrium silika karena hasil akhir dari penelitian ini menghasilkan natrium silika. Penelitian inilah yang menjadi referensi pembuatan natrium silika dalam penelitian tugas akhir ini dengan berbagai modifikasi.

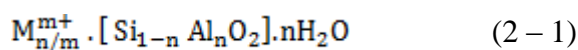
2.2 Pengertian Zeolit

Penemuan zeolit di dunia dimulai dengan ditemukannya *Stilbite* pada tahun 1756 oleh seorang ilmuwan bernama A. F. Constedt. Constedt menggambarkan kekhasan mineral ini ketika berada dalam pemanasan terlihat seperti mendidih karena molekulnya kehilangan air dengan sangat cepat. Sesuai dengan sifatnya tersebut maka mineral ini diberi nama zeolit yang berasal dari dua kata Yunani, *zeo* artinya mendidih dan *lithos* artinya batuan. Diberi nama zeolit karena sifatnya yaitu mendidih dan mengeluarkan uap jika dipanaskan [13].

Para ahli mineralogi memperkirakan bahwa zeolit alam berasal dari muntahan gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen, batuan metamorfosa, dan selanjutnya melalui pelapukan karena pengaruh panas dan dingin yang terjadi dalam lubang-lubang dari batuan lava basal (*traps rock*) dan butiran halus dari batuan sediment piroklastik (*tuff*). Pada umumnya komposisi zeolit alam mengandung klinoptilolit, mordenit, chabazit, dan erionit. Kristal-kristalnya terbentuk dari proses *hydrothermal* yang melibatkan reaksi antara larutan garam atau dengan aliran lava [14].

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal alumiosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensinya. Zeolit merupakan kristal alumina-silika yang mempunyai struktur berongga atau berpori dan mempunyai sisi aktif yang bermuatan negatif yang mengikat secara lemah kation penyeimbang muatan. Zeolit terdiri atas gugusan alumina dan gugusan silika-oksida yang masing-masing berbentuk tetrahedral dan saling dihubungkan oleh atom oksigen sedemikian rupa sehingga membentuk kerangka tiga dimensi.

Karakteristik umum dari sebuah zeolit adalah memiliki struktur 3-dimensi dengan 4 struktur kerangka penghubung dari tetrahedra TO_4 (unit bangunan dasar), dimana T adalah kation yang terkoordinasi secara tetrahedral (T=Si atau Al). Zeolit merupakan material kristal alumina silika berpori yang berstruktur tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedra alumina dan tetrahedra silika dengan rongga-rongga yang berisi ion-ion logam, biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah (terutama Ca dan Na) dan molekul air yang dapat bergerak dengan bebas di dalam rongga zeolit. Komposisi zeolit dapat dengan baik dijelaskan dengan tiga komponen sebagai berikut [15]:



Dimana :

$M_{n/m}^{m+}$ merupakan *extraframework* kation (unsur logam)

$[Si_{1-n}Al_nO_2]$ merupakan kerangka zeolit

nH_2O merupakan *sorbed phase*

Karena keragaman struktur dan komposisi kimia dari material zeolit, maka banyak ditemukan definisi tentang zeolit. Tetapi syarat utama dari suatu material zeolit adalah adanya struktur terbuka dengan pori-pori dan rongga di mana ion dan molekul tambahan bisa bergerak secara bebas [15].

2.3 Mineralogi Zeolit

Zeolit termasuk ke dalam golongan tectosilica yang termasuk keluarga mineral feldspars dan feldspathoid. Feldspars mempunyai kerangka yang lebih kompak tanpa rongga. Sehingga kation tidak dapat dengan mudah bergerak kecuali ikatan kerangka rusak, dan penggantian kation selalu melibatkan perubahan dalam rasio Si/Al. Sedangkan feldspathoid memiliki struktur berongga yang berisi molekul air dan kation. Feldspathoids memiliki kerangka yang lebih terbuka sehingga ion dapat dipindahkan, dihapus, atau dipertukarkan melalui rongga tanpa mengganggu kerangka.

Seperti kation, molekul air dapat juga dihapus dan diganti tanpa mengganggu ikatan kerangka. Felspars adalah mineral aluminosilica anhidrat dengan densitas 2.6-2.7 g/cm³, diikuti oleh felspathoids (densitas 2.3-2.5 g/cm³) dan zeolit (densitas 2-2.3 g/cm³). Zeolit dan *moleculer sieve* lainnya, adalah padatan mikroporous dengan berbagai sifat fisika kimia, yang tercantum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Sifat *Physicochemical* Zeolit dan *Molecular Sieves* [17].

<i>Property</i>	<i>Range</i>
<i>Pore size</i>	~ 4–13 Å
<i>Pore shape</i>	<i>Circular, elliptical</i>
<i>Dimensionality of pore system</i>	<i>1-D, 2-D, 3-D</i>
<i>Pore configuration</i>	<i>Channels, cages</i>
<i>Surface properties</i>	<i>Hydrophilic, hydrophobic (high silica)</i>
<i>Void volume</i>	<i>Less than ~50%</i>
<i>Framework oxide composition</i>	<i>Si, Al, P, Ga, Ge, B, Be, Zn:minor Ti, Fe, Co, Cr, V, Mg, Mn:minor</i>

Dari Tabel 2.1, zeolit memiliki ukuran pori 4 – 13 Å dengan pori yang berbentuk lingkaran atau elips. Sedangkan volume dari porinya kurang dari 50% terhadap volume struktur zeolit.

2.4 Struktur Zeolit

Terdapat 46 mineral zeolit alam dan lebih dari 150 zeolit sintetis yang dikenal dalam literatur dengan berbagai karakter yang menjadi ciri khas. Secara umum karakteristik struktur zeolit antara lain [17]:

1. Sangat berpori, karena kristal zeolit merupakan kerangka yang terbentuk dari jaring tetrahedral SiO₄ dan AlO₄.
2. Pori-porinya berukuran molekul, karena pori-pori zeolit terbentuk dari tumpukan *n-ring* beranggotakan 6, 8, 10, atau 12 tetrahedral.
3. Dapat menukarkan kation, karena perbedaan muatan Al³⁺ dan Si⁴⁺ menjadikan atom Al dalam kerangka kristal menjadi bermuatan negatif dan membutuhkan kation penetral. Kation penetral yang bukan menjadi bagian dari kerangka ini mudah diganti dengan kation lainnya.

4. Dapat dijadikan padatan yang bersifat asam, karena penggantian kation penetral dengan proton-proton menjadikan zeolit padatan asam bronsted.
5. Mudah dimodifikasi karena setiap tetrahedral dapat dihubungkan dengan bahan-bahan pemodifikasi.

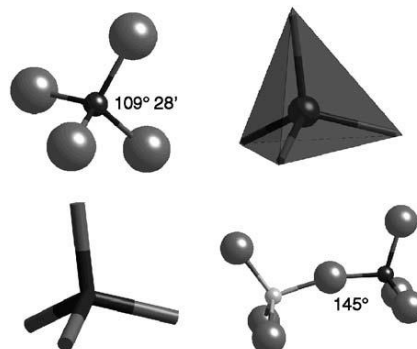
Tabel 2.2 Unit penyusun struktur Zeolit [16].

<i>Primary building units (PBU)</i>	Tetrahedra (TO_4) Tetrahedra of four oxygen ions with a central ion of Si^+ , Al^+ , P^+ , etc.
<i>Secondary building units (SBU)</i>	Single rings: S-4, S-5, S-6, S-8, S-10, S-12 Double rings: D-4, D-6, D-8

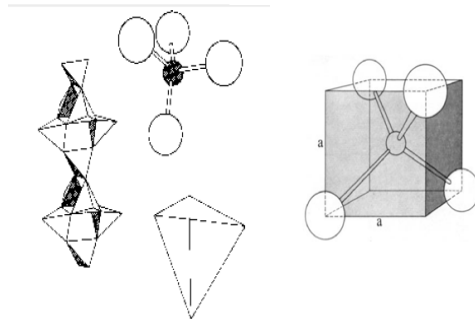
Berdasarkan Tabel 2.2, unit penyusun struktur zeolit dapat dibagi menjadi dua, yaitu *Primary building units (PBU)* dan *Secondary building units (SBU)*.

2.4.1 *Primary building units (PBU)*

Semua kerangka zeolit dapat dibangun dengan menghubungkan pola periodik unit bangunan dasar (PBU) yaitu tetrahedra. Ditengah tetrahedra adalah atom dengan elektronegativitas yang relatif rendah (Si^{4+} , Al^{3+} , P^{5+} , Zn^{2+} , dll) dan di sudut-sudutnya adalah anion oksigen (O_2). Kombinasi ini dapat digambarkan sebagai $[SiO_4]$, $[AlO_4]$, $[PO_4]$, dll, dan dalam hal ini akan digunakan istilah TO_4 untuk menggambarkan tetrahedra, dimana T menunjukan spesies atau jenis tetrahedra [16].



Gambar 2.1 Gambar beberapa representasi unit bangunan dasar dari zeolit (tetrahedra) [16].



Gambar 2.2 Gambar struktur dasar kerangka zeolit [17].

Notasi yang sering digunakan dalam penulisan tetrahedral adalah $[TO_4]$, karena dapat digunakan untuk menekankan bahwa setiap atom T berkoordinasi dengan 4 atom oksigen. Gambar 2.1 dan Gambar 2.2 menggambarkan representasi beberapa tetrahedra. Perhatikan bahwa setiap oksigen ditempatkan saling berikatan dengan tetrahedra yang berdekatan dan sebagai konsekuensinya kerangka material zeolit selalu memiliki rasio oksigen / logam sama dengan dua [16].

Tabel 2.3 Panjang Ikatan Beberapa Pasangan Atom T-O yang Sering Ditemukan pada Zeolit [16].

<i>Atomic pair</i>	<i>Bond length d (T-O), A°</i>
Si-O	1.58–1.64
Al-O	1.70–1.73
B-O	1.44–1.52
P-O	1.52
Be-O	1.58
Li-O	1.96
Ge-O	1.73–1.76
Ga-O	1.84–1.92
Zn-O	1.95

Dari Tabel 2.3, boron adalah kation terkecil yang ditemukan dalam kerangka zeolit dengan panjang ikatan (B-O) $\approx 1,44$ A° dan seng adalah yang terbesar dengan $d(\text{Zn-O}) \approx 1,95$ A°. Untuk tetrahedra $[\text{SiO}_4]$ memiliki panjang ikatan $d(\text{Si-O}) \approx 1,59$ - $1,64$ A°. Untuk $[\text{AlO}_4]$ memiliki panjang ikatan biasanya $d(\text{Al-O}) \approx 1,73$ A°.

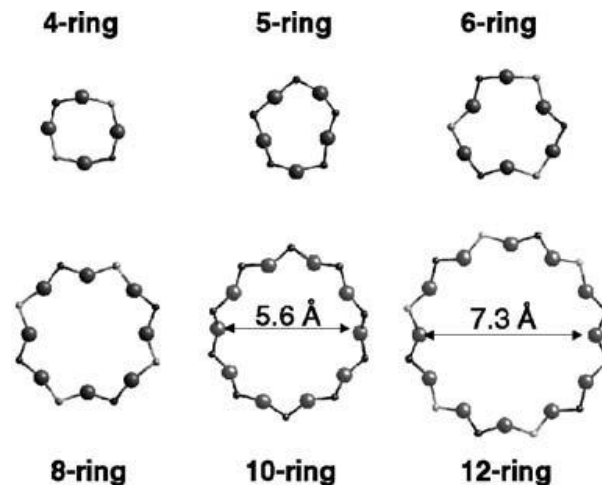
Panjang ikatan antara atom T dan oksigen sangat berpengaruh terhadap kefleksibelan struktur tetrahedra yang dihasilkan. Untuk membangun kerangka zeolit, tetrahedra dibentuk oleh oksigen dengan kation logam (T-O-T), maka sudut ikatan T-O-T harus cukup fleksibel, berbeda dengan dengan sudut O-T-O yang kaku. Fleksibilitas dari sudut T-O-T sangat penting karena merupakan derajat kebebasan yang memungkinkan pembentukan berbagai kerangka zeolit. Fleksibilitas dari sudut T-O-T memungkinkan pembentukan *n-ring* dan unit pembangun zeolit yang lebih kompleks [16].

Kompleksitas struktur zeolit terjadi karena kelompok tetrahedra dihubungkan oleh ion oksigen untuk membentuk *polynuclear* yang kompleks. Kation ini menimbulkan keanekaragaman yang sangat luas pada zeolit alam dan zeolit sintesis. Dengan demikian, terdapat beberapa kriteria sederhana yang digunakan untuk menetapkan kerangka zeolit, yang paling penting adalah kepadatan kerangka (*framework density*/FD), yang berarti jumlah T-atom per 1000 \AA^3 . Densitas kerangka (FD) berhubungan dengan volume pada pori, tetapi tidak mencerminkan ukuran bukaan pori pada zeolit [16].

2.4.2 *Secondary building units* (SBU)

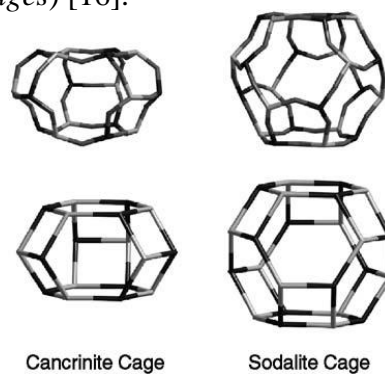
Secondary building units (SBU) dapat dibentuk dengan menghubungkan kelompok PBU. Contoh paling sederhana (SBU) adalah cincin (*ring*). Semua struktur zeolit dapat dilihat seolah-olah terbentuk dari cincin tetrahedra dengan ukuran yang berbeda. Secara umum, sebuah cincin yang mengandung *n* tetrahedra disebut *n-ring*. Cincin atau *n-ring* yang paling umum ditemukan mengandung 4, 5, 6, 8, 10, atau 12 tetrahedra, tetapi bahan dengan *n-ring* yang lebih besar terbentuk dari tetrahedra sebanyak 14, 18, sampai 20 [16]. Sedangkan bahan dengan *3-ring*, *7-ring* atau *9-ring*, jarang ditemui.

Ketika *n-ring* berikatan satu dengan yang lain, maka akan dihasilkan unit polyhedra. Unit polyhedra inilah yang akan berkembang menghasilkan struktur zeolit dengan karakteristik tertentu. Jika polyhedra diamati pada bagian *face*, maka akan terlihat saluran yang disebut dengan istilah *window*.



Gambar 2.3 Gambar ukuran relatif *n-ring* yang sering ditemukan pada zeolit dan ikatan *molecular sieve* [16].

Gambar 2.3 menggambarkan ukuran pori relatif dari beberapa *n-ring* yang sering ditemukan pada zeolit. Skala bukaan pori diberikan untuk 10-*ring* dan 12-*ring* yaitu sebesar 5.6 Å dan 7.3 Å. Tingkat kompleksitas berikutnya diperoleh dengan membangun (SBU) lebih besar dari *n-ring* sehingga menimbulkan satu set dari struktur beragam yang disebut polyhedra (*cages*) [16].

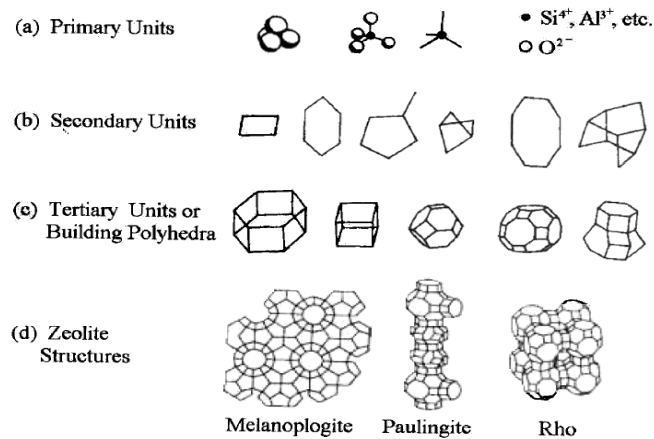


Gambar 2.4 Dua *cages* yang sering ditemukan pada zeolit [16].

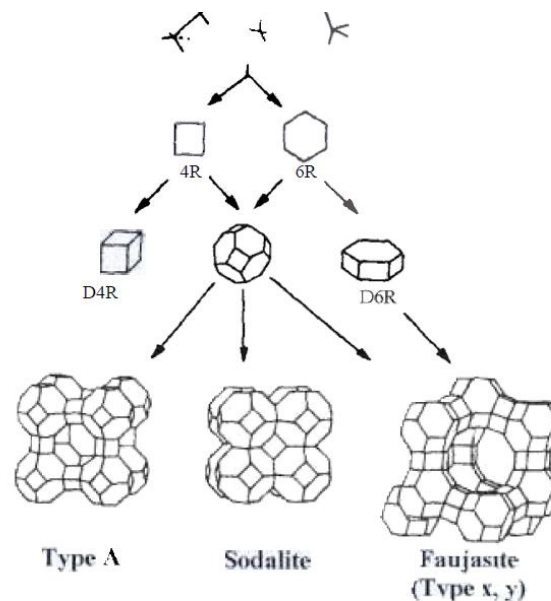
Seperti dapat dilihat pada Gambar 2.4, berbagai bentuk dan geometri *cages* dapat dibangun dengan menghubungkan *n-ring* dengan ukuran yang berbeda. Contohnya adalah cancrinite *cages* (ϵ *cages*) dan sodalite *cages* (β *cages*) yang terbentuk dengan menghubungkan 4-*ring* dan 6-*ring* dalam susunan yang berbeda. Perlu diingat bahwa dalam mineral zeolit alam dan zeolit sintetis, *cages* dapat berisi kation, molekul air dan molekul organik [16].

Qinhua, A dkk, telah menganalisa struktur zeolit sebagai berikut: *Primary building units* (SiO_4)⁴⁻ tetrahedra (Gambar 2.5 a), tetrahedra yang terhubung melalui sudut atom oksigen untuk membentuk berbagai *Secondary building units* yang kecil (Gambar 2.5 b). *Secondary building units* saling berhubungan untuk membentuk berbagai polyhedra (Gambar 2.5 c), yang pada akhirnya terhubung untuk membentuk kerangka perluasan tak terbatas dari struktur kristal spesifik zeolit yang beragam [17].

Gambar. 2.5 a-d, menunjukkan sudut-sudut polyhedra mewakili atom Si atau Al dan garis yang menghubungkan mewakili masa atom oksigen. Struktur tunggal dapat terdiri hanya satu unit dasar atau banyak polyhedra. Mineral *paulingite* adalah mineral dengan polyhedra terbanyak, karena mineral ini tersusun oleh lima polyhedra.



Gambar 2.5 Gambar Perkembangan struktur zeolit [17].



Gambar 2.6 Gambar perbedaan struktur tiga jenis zeolit [17].

Kombinasi yang berbeda dari SBU yang sama dapat memberikan banyak struktur yang khas pada zeolit . Gambar 2.6 menunjukkan contoh perbedaan tiga jenis zeolit yang memiliki struktur polyhedra yang sama (*cubo - octahedron*), tetapi dengan *n-ring* dari unit yang lebih kecil menghasilkan jenis zeolit yang berbeda.

2.5 Perbandingan antara Zeolit Alam dan Zeolit Sintesis

2.5.1 Zeolit Alam

Semua zeolit alam dapat dimasukkan dalam jenis genetika sebagai berikut [17] :

1. Kristal yang dihasilkan dari *hydrothermal* atau aktivitas sumber air panas termasuk reaksi antara larutan dan aliran lava dengan batuan basalt.
2. Endapan terbentuk dari sedimentasi vulkanis pada sistem yang melibatkan alkali.
3. Formasi dari sistem danau air tawar atau air bawah tanah terjadi pada sedimentasi vulkanis.
4. Endapan terbentuk dari material vulkanis pada alkali tanah.
5. Endapan yang dihasilkan dari *hydrothermal* atau perubahan temperatur rendah dari sedimentasi laut.
6. Formasi merupakan hasil dari metamorfosis pembakaran dengan level rendah.

Reaksi di atas terjadi pada sistem terbuka dan mungkin dalam skala yang lebih luas seperti dalam berbagai variabel seperti tekanan, suhu, dan waktu. Pembentukan zeolit, baik di alam atau di laboratorium, terjadi di bawah kondisi di mana air hadir dalam jumlah yang mencukupi seiring peningkatan suhu dalam kondisi *hydrothermal*. Dengan demikian, zeolit hanya dapat dibuat dilaboratorium hanya dengan metode *hydrothermal* karena *host framework* aluminosilika akan terbuka dan harus stabil selama pertumbuhan dengan diisi molekul tamu (*guest molecules*) [17].

2.5.2 Zeolit sintesis

Sintesis zeolit pada laboratorium berbeda jauh dengan proses alami, karena sintesis laboratorium dilakukan pada sistem tertutup.

Upaya awal untuk mensintesis zeolit difokuskan meniru kondisi geologi, terutama kondisi yang memungkinkan terjadinya rekristalisasi zeolit. Sintesis laboratorium telah berkembang dengan menduplikasi kondisi di mana zeolit alam terbentuk. Namun, kondisi yang tidak pernah dapat diduplikasi adalah waktu kristalisasi, yang mencakup 1000 tahun atau lebih. Sistem laboratorium beroperasi pada pH tinggi (>12 , biasanya >14 untuk aluminosilika dan >7 untuk zeolit aluminophosphates) dan suhu yang lebih tinggi dengan demikian menghasilkan kristal yang lebih kecil [17].

Mayoritas zeolit sintesis terbentuk di bawah kondisi non-equilibrium dan fase metastabil diproduksi pada kondisi jenuh. Hasil penelitian menunjukkan bahwa, semakin sedikit fase stabil, semakin besar kemungkinan pengintian dan kristal dapat tumbuh dengan cepat. Zeolit sintesis mewakili struktur metastabil, yang dilakukan sintesis pada kondisi laboratorium untuk menghasilkan jenis zeolit lain yang lebih stabil dengan penambahan kation (anorganik dan organik) [17].

Reaksi *hydrothermal* terjadi pada suhu reaksi rendah, kristal penyusun zeolit tumbuh pada atau di bawah suhu 100°C karena laju reaksi yang diberikan sudah memadai. Sampai saat ini, bidang zeolit sintesis masih terus berkembang sehingga menghasilkan penemuan zeolit sintesis dengan topologi dan absorpsi katalis baru dengan pemisahan sifat khusus. Umumnya, ada tiga proses yang digunakan untuk memproduksi zeolit, yaitu [17]:

1. Pembuatan serbuk zeolit dengan kemurnian kristal yang tinggi.
2. Konversi mineral tanah liat menjadi zeolit.
3. Proses lainnya yang berbasis pada penggunaan bahan baku yang terjadi secara alami.

Metode *hydrothermal* untuk sintesis zeolit aluminosilika melibatkan beberapa langkah dasar dengan beberapa campuran seperti Si dan Al, kation logam, molekul organik, dan air, yang akan dikonversi melalui larutan basa jenuh menjadi kristal aluminosilikat mikroporous. Proses kimia yang kompleks terlibat dalam transformasi dapat dinotasikan sebagai *zeolitization*.

Kemampuan zeolit sintesis sebagai penyaring molekuler, katalis, dan penukar ion sangat tergantung dari perbandingan Al dan Si, sehingga dikelompokkan menjadi tiga jenis zeolit, yaitu [17]:

1. Zeolit dengan kadar Si rendah

Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan atau pemurnian dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai 0,5 dari volume zeolit. Kadar maksimum Al dicapai jika perbandingan Si/Al mendekati 1 dan keadaan ini mengakibatkan daya penukaran ion maksimum.

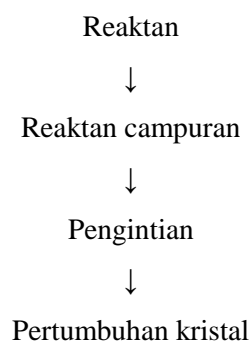
2. Zeolit dengan kadar Si sedang

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 yang sangat stabil yaitu zeolit mordenit.

3. Zeolit dengan kadar Si tinggi

Zeolit ini mempunyai perbandingan Si/Al > 5 . Sangat higroskopis dan menyerap molekul non-polar sehingga baik digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon.

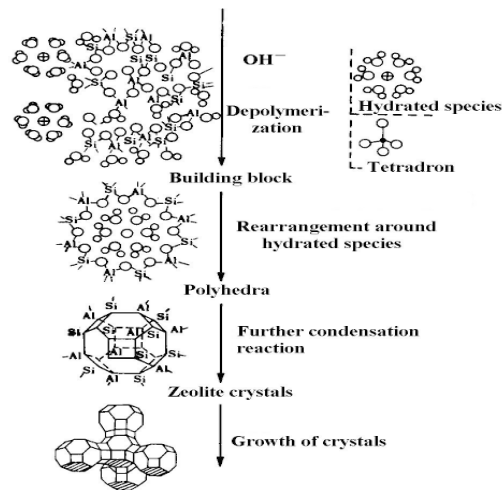
Zeolit sintetis umumnya dibuat dengan pencampuran larutan alumina dan pembentukan gel silikat dengan mempertahankan campuran pada suhu 100°C dengan penahanan waktu yang diinginkan. Sintesis zeolit melibatkan beberapa langkah, seperti yang ditunjukkan di bawah ini [17]:



Gambar 2.7 Langkah – langkah dalam sintesis zeolit [17].

Mekanisme pembentukan zeolit sangat kompleks karena melibatkan reaksi kimia, kesetimbangan, dan variasi larutan yang terjadi melalui campuran heterogen selama proses pro-kristalisasi.

Mengacu pada bahan baku yang akan digunakan, perbedaan bahan dasar dalam sintesis zeolit akan menghasilkan struktur yang berbeda pula. Hal ini tidak selalu terjadi karena bahan baku mengandung beberapa kotoran tak terduga, yang dapat aktif pada sintesis. Langkah-langkah termasuk urutan pencampuran, perangkat yang digunakan untuk campuran, waktu pencampuran dan suhu, pengintian, dan komposisi kimia bahan (Si/Al) [17].



Gambar 2.8 Gambar Skema ilustrasi dari transformasi larutan – fase padat [17].

2.6 Parameter yang Mempengaruhi Proses Sintesis Zeolit

2.6.1 Komposisi kimia

Komposisi kimia dalam proses sintesis pada umumnya dalam bentuk formula oksida, SiO_2 (P_2O_5), Al_2O_3 , bM_xO , cNyO , dR , dan eH_2O , di mana M dan N merupakan ion logam (alkali) dan R merupakan bahan organik. Banyaknya Si, P, Al, M, N, dan R, merupakan salah satu faktor kunci menentukan hasil kristalisasi [17]. Zeolit sintesis dengan kandungan silika yang tinggi membutuhkan penambahan molekul organik kedalam campuran reaksi, selain itu juga membutuhkan suhu yang lebih tinggi (lebih dari 100°C) untuk proses kristalisasinya. Suhu ini lebih tinggi daripada suhu yang biasa digunakan untuk proses kristalisasi zeolit yang kaya kandungan aluminium (mendekati 100°C) [17]. Zeolit yang kaya aluminium, misalnya, ZA, X, P, sodalite, *chabazite* (CHA), dan *edingtonite* (EDI), memiliki volume pori dalam kisaran $0,4\text{-}0,5\text{ cm}^3/\text{void}$. Pengaruh utama dari komposisi campuran reaksi dapat dilihat dalam Tabel 2.4 [17].

Tabel 2.4 Pengaruh utama komposisi campuran reaksi [17].

Rasio	Pengaruh Utama
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	<i>Framework composition</i>
$\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	<i>Rate, crystallization mechanism</i>
OH^-/SiO_2	<i>Silicate molecular weight, OH concentration</i>

Tabel 2.4 menunjukkan, bahwa setiap perubahan rasio komposisi kimia zat penyusun zeolit sintesis akan berpengaruh terhadap hasil akhir dari proses sintesis zeolit. Besarnya rasio atau perbandingan zat penyusun ini akan berpengaruh terhadap komposisi kerangka zeolit yang dihasilkan, kecepatan kristalisasi, konsentrasi ion OH^- , dll. Zeolit dengan kandungan silika yang rendah akan didefinisikan memiliki $1 \leq \text{Si}/\text{Al} < 2$, sedangkan zeolit yang kaya kandungan silika memiliki $2 < \text{Si}/\text{Al} \leq 5$. zeolit disintesis dengan kandungan silika tinggi, yaitu dengan $\text{Si}/\text{Al} > 5$ [16]. Tabel 2.5 memberikan sejumlah struktur molekul dan mewakili material zeolit berdasarkan rasio Si/Al .

Tabel 2.5 Struktur zeolit dan *molucelar sieve* [17].

Si/Al \leq 2 Low-Silica	2 < Si/Al \leq 5 Intermediate Silica	5 < Si/Al High-Silica	Phosphate
ABW, Li-A(BW) AFG, afghanitea	BHP, linde Q BOG, boggsitea	BEA, zeolit beta DDR, decadecasil 3R	AEI, AIPO4-18 AEL, AIPO4 -11
ANA, analcimea BIK, bikitaitea CAN, cancrinitea EDI, edingtonitea FAU, NaX GIS, gismondinea GME, gmelinitea	BRE, brewsteritea CAS, Cs-aluminosilicat CHA, chabazitea CHI, chiavenniteb DAC, dachiarditea EAB, EAB EMT, hexagonal MFI,	DOH, dodecasil 1H EUO, EU-1 FER, ferrierite LEV, NU-3 AFS, MEL, ZSM-11 MEP, melanophlogite ZSM-5 faujasite	AET, AIPO4 -8 AFI, AIPO4 -5 AFO, AIPO4-41 MAPSO-46 AFT, AIPO4-52 AFY, CoAPO-50 APC, AIPO4-C
JBW, NaJ EPI, LAU, laumontitea LEV, levynea FAU, LIO, liottitea FER, LOS, losod LTN, NaZ-21	epistibitea ERI, erionitea MTN, faujasite, a NaY MTT, ferrieritea MTW, GOO, Goosecreekitea HEU, heulanditea	MFS, ZSM-57 dodecasil 3C AST, ZSM-23 ZSM-12 ATN, NON, nonasil SGT, sigma-2 ATT,	APD, AIPO4-D AIPO4-16 ATF, AIPO4-25 MAPO-39 ATS, MAPO-36 AIPO4-12 TAMU
NAT, natrolitea PAR, partheitea PHI, phillipsitea	KFI, ZK-5 LOV, lovdariteb LTA,	SOD, sodalite TON, theta-1 A ZK-4 ZSM-48	ATV, AIPO4-25 WW, AIPO4-22 BPH, beryllo phosphate-H
ROG, roggianitea SOD, sodalite THO, thomsonitea WEN, wenkita	LTL, linde L. MAZ, mazzitea MEI, ZSM-18 MER, merlinoitea MON montasommaitea MOR, mordenitea OFF, offretitea		CAN, tiptopitea CHA, SAPO-47 CLO, cloverite ERI, AIPO4-17 FAU, SAPO-37 GIS, MgAPO43
	PAU, paulingitea RHO, rho STI, stilbitea YUG, yugawaralite		SOD, AIPO4-20 VFI, VPI-5

a Natural materials. b Beryllsilicates (natural).

2.6.2 Keberadaan Air dalam Sintesis Zeolit

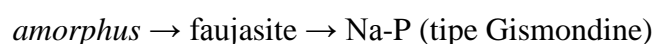
Seperti disebutkan sebelumnya, zeolit dapat disintesis hanya dengan metode *hydrothermal*. Fleksibilitas dari sifat kimia *hydrothermal* banyak disebabkan keberadaan air. Faktor-faktor yang meningkatkan reaktivitas air dalam reaksi *hydrothermal* [17]:

1. Menstabilisasikan kisi berpori seperti zeolit dengan bertindak sebagai pengisi ruang yang kosong.
2. Air dapat dimasukkan kedalam larutan dengan reaksi *hydrothermal* pada tekanan tinggi. Melalui *chemisorption*, bahan yang mengandung silika, Si-O-Si, dan Al-O-Si, akan menghidrolisis ikatan dan membentuk susunan ulang. Reaktivitas kimia ditingkatkan dan viskositas larutan diturunkan.
3. Tekanan air yang tinggi dapat mengubah suhu fase keseimbangan.
4. Air adalah pelarut yang baik, sebuah media yang dapat membantu pemecahan komponen padat dari campuran dan mempermudah pencampuran dan penyusunannya.

Pada sistem *hydrothermal*, air sebagai pelarut harus mampu memfasilitasi pengintian dan pertumbuhan kristal. Air menstabilkan struktur zeolit dengan mengisi rongga dan membentuk jenis larutan padat. Efek stabilisasi adalah sedemikian rupa sehingga aluminosilikat berpori tidak akan terbentuk tanpa adanya molekul yang ditambahkan (*guest molecule*), yang mungkin menjadi molekul garam serta air. Namun, konsentrasi air atau tingkat pengenceran kurang penting untuk sintesis ZSM-5, yang dapat mengkristal keluar dari gel dengan jangkauan rasio H_2O/SiO_2 yang sangat luas [17].

2.6.3 Suhu dan Waktu Penahanan

Suhu dan waktu memiliki pengaruh positif pada proses pembentukan zeolit yang terjadi pada rentang atau perbedaan suhu yang cukup besar. Kenaikan suhu akan meningkatkan tingkat pengintian dan laju pertumbuhan linier [17]. Contoh kristalisasi yang baik adalah sebagai berikut :



Suhu dapat mempengaruhi jenis produk yang akan mengalami pengkristalan. Kenaikan suhu menyebabkan kristalisasi produk yang lebih padat dalam fase cair, yang harus menstabilkan produk berpori dengan mengisi pori-pori itu sendiri.

Pada prinsipnya, memungkinkan sintesis terbuka dengan suhu yang tinggi pada struktur berpori (zeolit) karena pada saat terjadi pemanasan, penguapan pada pori akan diisi oleh kation [17]. Suhu jelas dapat mempengaruhi laju pengintian dan pertumbuhan kristal. Laju pengintian dan laju pertumbuhan kristal secara linear ditunjukkan sebagai berikut [17]:

$$DN/dt = A [\exp (Et)-1] \quad (2 - 2)$$

$$r = Kt \quad (2 - 3)$$

N menunjukkan tingkat pengintian dan r menunjukkan pertumbuhan kristal. Koefisien, K, A, dan E, pada Tabel 2.6, dan K pada Tabel 2.7, semuanya meningkat dengan perubahan suhu, hal ini menunjukkan bahwa tingkat pertumbuhan kristal yang linier (koefisien K) dan tingkat pengintian (koefisien A dan E) keduanya meningkat dengan meningkatnya suhu.

Tabel 2.6 Nilai K, A, dan E, untuk Zeolit NaA sebagai Fungsi Alkalinitas dan suhu [16].

T (k)	H ₂ O/Na ₂ O	K (μmh ⁻¹)	A × 10 ⁶	E
343	20	0.050	20.0	0.102
343	30	0.027	13.2	0.033
343	40	0.017	9.0	0.115
333	20	0.03	1.0	0.062
343	20	0.05	20.0	0.102
353	20	0.06	200.0	0.132

Tabel 2.7 K = 0,5 Δl/Δt untuk Pertumbuhan NaX [16].

T (k)	343	353	363	373
K(μmh ⁻¹)	0.0175	0.0375	0.0625	0.1071

2.6.4 Alkalinity (pH)

Alkalinitas sebagai media yang memainkan peran penting dalam pertumbuhan kristal, sintesis/persiapan bahan, dan pengolahan secara keseluruhan. Derajat keasaman (pH) mempengaruhi kejenuhan larutan, kinetika, morfologi, ukuran, dan kristalinitas.

Derajat keasaman (pH) dipengaruhi oleh reaktan dan konsentrasi/rasio, diikuti oleh suhu dan waktu. Lebih lanjut, dengan penambahan bahan organik, pH berubah dengan cepat dalam sistem, maka pH sebagai salah satu parameter kunci dalam menentukan tingkat kristalisasi. Peningkatan konsentrasi ion OH^- umumnya akan membawa pertumbuhan kristal menjadi lebih cepat dan waktu penahanan lebih singkat [17]. Peningkatan pH akan mempercepat pertumbuhan kristal dan memperpendek waktu. Derajat keasaman (pH) yang tinggi menyebabkan larutan jenuh dari silikat dan aluminat dan pembentukan inti dalam jumlah besar [17].

2.6.5 *Templating*

Dalam sintesis zeolit istilah *template* digunakan dalam arti luas, khususnya untuk mengacu pada pengisian ruang - ruang kosong dari struktur zeolit oleh kation organik/anorganik. *Template* digunakan sebagai struktur pengisi atau sebagai zat *structure stabilizing*. *Template* berkontribusi pada pembentukan kisi zeolit selama *zeolitization* tersebut. *Templating* berfungsi untuk stabilitas struktur melalui bentuk interaksi. Selain itu perubahan dalam kepadatan kation dipengaruhi oleh sifat fisik dari *template* akan tercermin dalam komposisi kimia (rasio Si/Al) [17].

Dalam memilih *template*, harus dipertimbangkan beberapa kriteria umum mengenai potensi *template* dalam proses *zeolitization*. Seperti kelarutan dalam larutan, stabilitas dalam kondisi sintesis, stabilisasi kerangka, dan yang paling penting adalah kemampuan untuk menghapus *template* tanpa merusak kerangka. *Template* yang berupa kation dapat membentuk struktur atau dapat juga digunakan sebagai zat pemecah.

Kation sangat mempengaruhi jenis zeolit yang mengkristal dalam sistem *hydrothermal*. Hal yang sama juga ditemukan dalam laboratorium, kation pada zeolit sintesis menempati tempat yang penting, tidak hanya sebagai zat yang mempengaruhi bentuk struktur dan komposisi zeolit, tetapi juga sebagai zat yang mempengaruhi tingkat keberhasilan sintesis zeolit [17].

Tabel 2.8 Pengaruh jenis kation terhadap hasil akhir produk sintesis zeolit [17].

Kation	Jenis Zeolit	Kation	Jenis Zeolit
TMA ⁺	Sodalite	Li ⁺ +Cs ⁺ +TMA ⁺	Camcrinite
	Gismondine		Li-ABW
Na ⁺ +TMA ⁺	Sodalite		Zeolit A
	Cancrinte		Anulcime
	Gismondine		
	Zeolit A (isotypes		
	N-A, Offretite (O)		
	α , ZK-4) Zeolit (ZK-5		
Ca ²⁺ +TMA ⁺	Sodalite		
	Gismondine		
Ba ²⁺ +TMA ⁺	Erionite		
	Zeolit L		
	Erionite		
	Oilretite dan Chabazite		

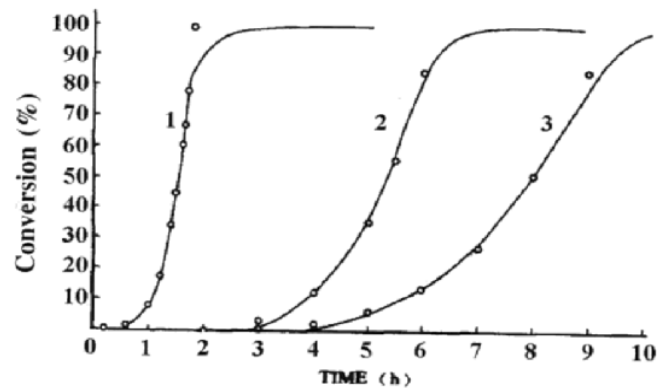
Pada proses sintesis zeolit seperti yang terlihat pada Tabel 2.8, pemilihan kation yang akan digunakan untuk menstabilkan struktur zeolit akan mempengaruhi jenis produk yang dihasilkan. Pada Tabel 2.8, jelas terlihat dengan kation yang berbeda akan menghasilkan jenis zeolit yang berbeda pula.

2.6.6 Pengintian

Barrer (1982) telah meringkas sifat-sifat umum dari pengintian yang juga dapat diterapkan pada zeolit sintesis.

1. Peningkatan pengintian berbanding lurus dengan tingkat *undercooling*, yakni dengan meningkatkan metastabilitas, namun viskositas juga cenderung meningkat dengan cepat, karena penurunan suhu, sehingga efek dari tingkat *undercooling* dan viskositas berlawanan satu sama lain dalam mempengaruhi tingkat pengintian yang kemudian dapat melewati penurunan suhu maksimum.
2. Masa inkubasi diamati khususnya pada fase gel, di mana pengintian tidak dapat dideteksi. Bahkan pada larutan yang sempurna, daerah metastabil jenuh dapat terjadi di mana pengintian tidak terdeteksi. Dalam penelitian yang melibatkan larutan, harus memiliki batas-batas komposisi agar pengintian tidak secara bebas. Artinya kristalisasi tepat terjadi dibawah kondisi laju pengintian meningkat sangat cepat pada tingkat jenuh.

3. Lamanya waktu inkubasi dapat diubah secara signifikan oleh perubahan yang sangat kecil dalam komposisi.
4. Permulaan pengintian sering tergantung pada preparasi sistem.



Gambar 2.9 Gambar grafik hubungan antara kristalisasi zeolit sebagai fungsi waktu 1) zeolit A, 373 K, 2) zeolit X, 373 K, and 3) mordenite, 573 K [17].

Gambar pada zeolit A yang disintesis dengan suhu 373 K (100°C) menunjukkan proses kristalisasi yang semakin meningkat dengan waktu penahan yang lebih singkat. Semakin tinggi suhu yang digunakan, pengintian akan berlangsung lebih cepat yang dapat dilihat dari semakin besarnya nilai % kristalinitas. Hal yang sama juga pada zeolit X dan modernit dengan suhu masing – masing 100°C dan 300°C.

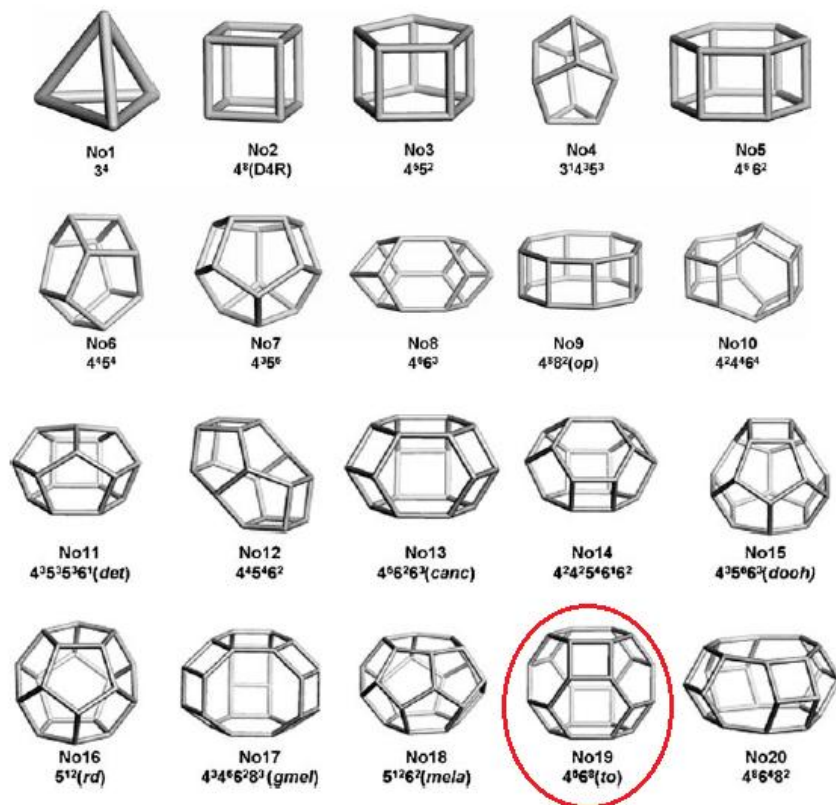
2.7 Pertumbuhan kristal

Sintesis zeolit pada suhu sekitar 100°C biasanya menghasilkan kristal dengan ukuran 0,1-10µm. Ukuran kecil menunjukkan bahwa pengintian mulai terbentuk secara cepat [17]. Zeolit dengan kristal besar sulit dihasilkan dilaboratorium dengan sintesis *hydrothermal* konvensional. Karena pembentukan kristal dikendalikan oleh kelarutan partikel zat terlarut, tingkat pertumbuhan inti dan kelarutan produk yang dihasilkan juga tergantung terhadap banyaknya partikel zat yang terlarut dalam suatu larutan. Kelarutan rendah dari produk kristalisasi mengarah ke tingkat jenuh yang tinggi, menyebabkan pengintian tinggi yang mengarah pada pembentukan kristal kecil [17].

Pengintian berhasil apabila terjadi pertumbuhan kristal, yaitu inti atom akan tumbuh sebesar penambahan atau kondensasi jenis bahan yang digunakan kearah pembentukan kristal dewasa.

Di antara semua kelompok material zeolit, hanya sodalit yang diperoleh sebagai kristal tunggal. Sodalit merupakan material tuan rumah (*host molecule*) yang penting untuk menciptakan susunan periodik sederhana dari berbagai jenis zeolit sintesis [18]. Dengan keberadaan sodalit merupakan suatu indikasi terbentuknya zeolit A.

Karena sodalit merupakan unit penyusun dari zeolit A dan jenis zeolit lainnya. Berikut ini akan ditampilkan beberapa *Cage Building Units* penyusun Zeolit. Dari gambar ini kita dapat mengetahui bentuk *Cage Building Units* dari sodalit yang ditunjukkan oleh Gambar 2.10 no 19.



Gambar 2.10 Gambar beberapa *Cage Building Units* [18].

Tabel 2.9 *Cage* unit pembangun pada kerangka zeolit [18].

Zeolite	Cage number	Zeolite	Cage number
ACO	2	LIO	13, 26, 49
AEI	5, 39	LOS	13, 26
AFG	13, 49	LTA	2, 19, 54
AFS	51	LTL	5, 13, 53
AFT	5, 17, 35, 56	LTN	13, 19, 24, 54
AFX	5, 17, 56	MAR	13, 19, 49
AFY	2	MAZ	17, 28
AST	2, 31	MEI	4, 7, 52
ASV	2	MEP	16, 18
ATN	20	MER	9, 32
AWW	10, 30	MSO	5, 50
BEC	2	MTN	16, 23
BPH	8	MWW	5
CAN	13	OBW	63, 64
CHA	5, 35	OFF	5, 13, 17
-CLO	2, 30, 54, 61	PAU	9, 32, 54
DDR	11, 16, 33	RHO	9, 54
DFO	2, 34, 59	RTE	12, 41
DOH	15, 16, 36,	RTH	6, 46
EAB	5, 17, 40	RUT	12, 22
EMT	5, 19, 38, 57	RWY	58
ERI	5, 13, 48	SAO	10
ESV	14, 27	SAS	5, 43
FAU	5, 19, 55	SAT	5, 13, 47
FRA	13, 19, 26	SAV	5, 29, 44
GIU	13, 19, 62	SBE	9, 20
GME	5, 17	SBS	5, 13
HEU	2	SBT	5, 13
ISV	2	SFG	3
ITE	6, 45	SGT	7, 37
ITH	2	SOD	19
ITW	2	TSC	5, 9, 19, 60
IWW	2	UEI	42
KFI	5, 32, 54	UFI	2, 6, 21, 54
LEV	5, 25	-WEN	5, 13

Tabel 2.9 menunjukkan jenis – jenis zeolit beserta unit *cages* penyusun kerangkanya. Sodalit pada Tabel 2.9, ditandai dengan warna merah. Sedangkan untuk kerangka zeolit yang mengandung sodalit ditandai dengan warna hijau. Seperti pada Gambar 4.10, *cages* sodalit ditunjukkan dengan angka 19. Pada Tabel 2.9, kita dapat melihat bahwa sodalit bukan hanya penyusun kerangka dari zeolit A (LTA), tetapi zeolit merupakan unit penyusun kerangka pada jenis zeolit yang lain. Seperti Hexagonal MFI (EMT), Faujasit (FAU), Franzinite (FRA), Giuseppettite (GIU), Linde Type N (LTN), Marinellite (MAR), dan Tschortnerite (TSC) [18].

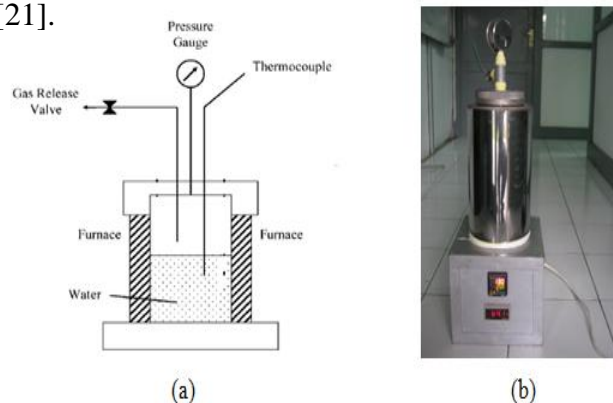
2.8 Metode *Hydrothermal*

Istilah *hydrothermal* biasanya mengacu pada reaksi heterogen dalam pelarut berair di bawah tekanan tinggi dan pengkondisian suhu untuk melarutkan dan merekristalisasi bahan yang relatif tidak larut dalam kondisi biasa [19].

Rabenau mendefinisikan sintesis *hydrothermal* sebagai reaksi heterogen dalam media larutan air diatas suhu 100°C dan 1 bar. Menurut Lobachev, *hydrothermal* merupakan suatu metode di mana kristalisasi dilakukan dari larutan berair dengan suhu dan tekanan tinggi. Roy, menyatakan bahwa sintesis *hydrothermal* melibatkan air sebagai katalisator dan kadang-kadang sebagai sebuah komponen dari fase padat dalam sintesis pada suhu tinggi ($>100^{\circ}\text{C}$) dan tekanan (lebih besar dari beberapa atmosfer). Byrappa mendefinisikan sintesis *hydrothermal* sebagai reaksi heterogen dalam media larutan yang dilakukan diatas suhu kamar dan pada tekanan lebih besar dari 1 atm. Sedangkan Yoshimura mengusulkan definisi sebagai berikut : reaksi yang terjadi di bawah kondisi suhu tinggi dan tekanan tinggi ($> 100^{\circ}\text{C}, > 1\text{ atm}$) dalam larutan air pada sistem tertutup (vakum) [20].

Proses *hydrothermal* dapat diartikan sebagai perubahan yang jelas sesuai dengan mekanisme yang terjadi, diantaranya: terlarutnya sedikit padatan dalam air, difusi zat terlarut dan timbulnya senyawa yang berbeda dari padatan terlarut. Proses ini terjadi pada suhu yang cukup rendah ($100\text{-}300^{\circ}\text{C}$) pada autoclave diatas 100°C . Proses *hydrothermal* meliputi modifikasi tekstur atau struktur pada suatu padatan yang mengikuti hukum termodinamika dan proses ini mengurangi energi bebas pada system [20].

Sedangkan untuk pembuatan reaktor *hydrothermal*, pada penelitian tugas akhir ini mencoba untuk menduplikasi alat yang digunakan oleh Jude A. Onwudili and Paul T. Williams dalam publikasi yang berjudul *Hydrothermal Catalytic Gasification of Municipal Solid Waste* [21].



Gambar 2.11 (a) Gambar diagram sistematis reaktor *hydrothermal* [21] dan (b) Reaktor *hydrothermal*.

Alat *hydrothermal* dibuat secara sederhana sesuai dengan skema pada Gambar 2.10 (a), dimana menggunakan 2 buah *heater* berbentuk *circular* yang dipasang mengelilingi *stainless steel* untuk memanaskan air yang ada didalamnya. Untuk menghindari terjadinya korosi dibagian dalam, maka digunakan teflon untuk melapisi *stainless steel* dan sebagai tempat menampung air. Dibagian luar, dinding dilapisi oleh asbes untuk mengurangi rugi panas yang terjadi, serta dilapisi lagi dengan plat *stainless steel* pada bagian paling luar. Pada alat ini dipasang 2 *thermocouple*, yaitu pada *heater* dan pada ruang didalamnya. Untuk mengatur suhu agar sesuai dengan yang dikehendaki maka ditambahkan *thermocontrol* untuk mengatur panas pada bagian *heater*. Dibagian atas dipasang *pressure gage* untuk mengetahui tekanan uap air dan kran uap untuk melepaskan uap jika tekanan terlalu tinggi.

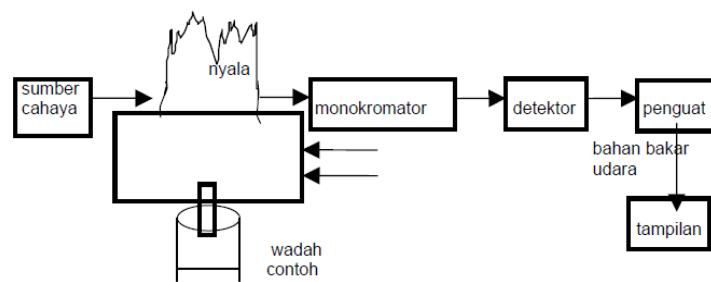
2.9 Karakterisasi Zeolit

2.9.1 Spektrometri Serapan Atom (AAS)

Metode spektroskopi serapan atom (AAS) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung sifat unsurnya. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat energinya ke tingkat elektronik suatu atom yang bersifat spesifik. Dengan absorpsi energi, atom pada keadaan dasar dari tingkat energinya berpindah ke tingkat eksitasi.

Teknik AAS merupakan perangkat yang canggih dalam analisis, hal itu disebabkan oleh kecepatan analisisnya. Kondisi analisis Si dan Al dengan AAS ini adalah silikon dianalisis pada panjang gelombang 210,6 nm, tipe nyala N_2O -asetilen, sedangkan untuk Al pada panjang gelombang 309,3 nm, tipe nyala N_2O -asetilen [22]. Pada alat AAS terdapat dua bagian utama yaitu suatu sel atom yang menghasilkan atom-atom gas bebas dalam keadaan dasarnya dan suatu sistem optik untuk pengukuran sinyal.

Suatu skema umum dari alat AAS adalah sebagai berikut :



Gambar 2.12 Skema umum komponen pada alat AAS [22].

2.9.2 *Fourier Transform* Inframerah

Fourier Transform Inframerah merupakan variasi instrumental dari spektroskopi Inframerah (IR). *Fourier Transform* Inframerah menggunakan prinsip interferometri. Kelebihan-kelebihan dari FT-IR mencakup persyaratan ukuran sampel yang kecil, perkembangan spektrum yang cepat dan dikarenakan instrumen ini memiliki komputer yang terdedikasi maka instrumen ini memiliki kemampuan untuk menyimpan dan memanipulasi spektrum. *Fourier Transform* Inframerah (FT-IR) memiliki kemampuan menscan spektrum-spektrum, menyimpan dan mentransformasikan dalam hitungan detik. *Fourier Transform* Inframerah (FT-IR) memudahkan proses karakterisasi suatu senyawa. Persyaratan-persyaratan ukuran sampel yang sangat kecil mempermudah kopling instrumen *Fourier Transform* Inframerah (FT-IR) dengan suatu mikroskop untuk analisis bagian-bagian sampel yang terlokalisasi.

Kemampuan untuk substraksi digital memungkinkan seseorang untuk mendapatkan spektrum-spektrum yang tersembunyi. *Fourier Transform* Inframerah (FT-IR) digunakan juga pada karakterisasi zeolit dengan tujuan untuk mengetahui jenis ikatan dari zeolit tersebut dan karakterisasi zeolit dengan *Fourier Transform* Inframerah (FT-IR) memiliki keunggulan yaitu dapat membaca spektra dengan jelas [23].

2.9.3 Spektroskopi difraksi sinar-X (X-Ray Diffraction/XRD)

Spektroskopi difraksi sinar-X merupakan salah satu metoda karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg [24]:

$$n\lambda = 2d \sin \theta ; n = 1, 2, \dots \quad (2 - 5)$$

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

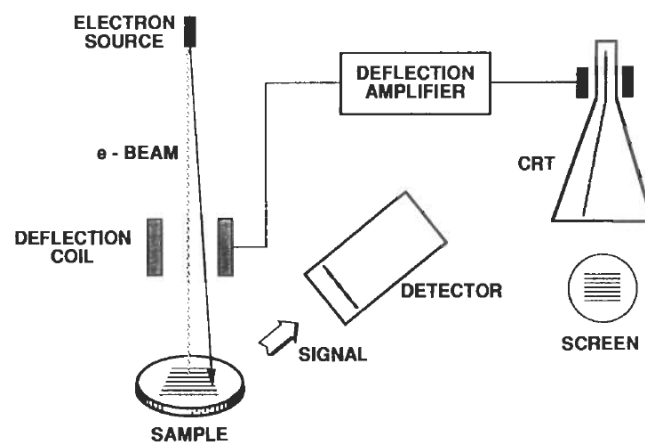
Cara kerja alat ini adalah dengan meletakkan material uji pada sampel *holder difraktometer* sinar X. Proses difraksi sinar X dimulai dengan menyalakan difraktometer sehingga diperoleh hasil difraksi berupa difraktogram yang menyatakan hubungan antara sudut difraksi 2θ dengan intensitas sinar X yang dipantulkan. Jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya.

Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS. Dalam sintesis zeolit perlu dilakukan karakterisasi dengan XRD dengan tujuan untuk mengetahui struktur kristal. Teknik difraksi sinar x juga digunakan untuk menentukan ukuran kristal, regangan kisi, komposisi kimia dan keadaan lain yang memiliki orde yang sama [25].

2.9.4 *Scanning Elektron Microscopy (SEM)*

Scanning Elektron Microscopy digunakan untuk analisis mikrostruktur dan untuk melakukan investigasi yang berhubungan dengan proses, sifat, dan karakteristik material yang berhubungan dengan struktur mikronya.

SEM menyediakan informasi yang berhubungan dengan topografi, morfologi, distribusi fasa, perbedaan komposisi, struktur kristal, orientasi kristal, adanya cacat pada struktur mikro dan lokasi cacat pada struktur mikro. Kelebihan SEM terletak pada fleksibilitas dari pengujian dengan metode ini karena pembangkit menggunakan sinyal ganda, proses pembentukan gambar yang mudah, rentang pembesaran yang lebar, dan bidang kedalaman yang sangat besar.



Gambar 2.13 Mekanisme SEM [26].

Dalam sistematika SEM seperti pada Gambar 2.12, sumber elektron difokuskan ke dalam *fine probe* yang bergaris pada permukaan spesimen. Elektron menembus permukaan, sejumlah interaksi yang terjadi dapat menghasilkan emisi elektron atau foton dari permukaan. Sebuah fraksi yang wajar dari emisi elektron dapat dikumpulkan oleh detektor yang tepat dan hasilnya dapat digunakan untuk modulasi kecerahan pada CRT (*cathode ray tube*) yang memiliki input x dan y dikendalikan dalam sinkronisasi dengan tegangan x-y. Dalam hal ini gambar diproduksi pada CRT, tiap titik yang sinar menabrak sampel dipetakan secara langsung dalam titik yang sesuai pada layar [26].