

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT Y DARI ABU AMPAS TEBU VARIASI RASIO MOLAR SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DENGAN METODE SOL GEL HIDROTHERMAL**

**Alifatuz Zahro, Suci Amalia, Tri Kustono Adi, Nur Aini**

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

**ABSTRACT**

Bagasse ash contains high level of silica (SiO<sub>2</sub>). Silica is one of two principal raw materials to manufacture zeolite, such as zeolite Y. Zeolite Y is synthetic faujasite-type zeolite which has high level of silica with SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> molar ratio 1,5-3 and its structure is built by secondary building unit D6R. In laboratory and industry, zeolite Y is used as catalyst support for hydrocracking of heavy petroleum fractions reaction, adsorbent, and ion exchange agent, therefore, synthesis of zeolite Y is needed.

Variation of SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> molar ratio are 2 ; 2,5 and 3. Materials were mixed with composition 15SiO<sub>2</sub> : 1,0Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 10Na<sub>2</sub>O : 300H<sub>2</sub>O and stirred for 30 minutes. After that, the mixture was allowed to stand for 30 minutes and then it was given hydrothermal treatment at 100 °C for 24 hours. The hydrothermal result was dried at 100 °C for 12 hours. Synthesized materials are characterized by XRF, XRD and FTIR. The surface area analysis was conducted with methylene blue adsorption.

The result of XRF showed that the percentage of silica content in bagasse ash was 44,6 %. XRD exhibited two kinds of zeolite, zeolite Y and P, were formed. The result of FTIR confirmed about the formation of zeolites by peaks that appeared were the characteristic functional group of zeolite Y framework. The crystallinity of zeolite Y with SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> molar ratio 3 > 2,5 > 2. The surface area of zeolite Y with SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> molar ratio 2, 2,5 and 3 were 15.0914 m<sup>2</sup>/gram, 15.0805 m<sup>2</sup>/gram, and 15.1747 m<sup>2</sup>/gram.

**Keywords:** Bagasse ash, zeolit Y, sol gel hydrothermal

**ABSTRAK**

Abu ampas tebu mengandung kadar silika (SiO<sub>2</sub>) yang tinggi. Silika yang tinggi dapat digunakan sebagai komponen utama sintesis zeolit selain alumina, salah satunya adalah zeolit Y. Zeolit Y merupakan zeolit sintetik jenis faujasit yang kaya akan silika dengan rentang rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1,5-3 dengan bentuk struktur SBU D6R. Zeolit Y dalam skala laboratorium maupun industri banyak dimanfaatkan sebagai padatan pendukung katalis untuk reaksi hidrorengkah fraksi berat minyak bumi, bahan adsorben, maupun ion exchange (pertukaran ion). Oleh karena itu, sintesis zeolit Y perlu untuk disintesis.

Tahap sintesis metode sol gel meliputi tahap pencampuran bahan sesuai rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2, 2,5 dan 3 dengan komposisi molar 15SiO<sub>2</sub> : 1,0Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 10Na<sub>2</sub>O : 300H<sub>2</sub>O, distirer selama 30 menit dan dieramkan selama 30 menit, dilanjutkan dengan hidrotermal pada suhu 100 °C selama 24 jam dan tahap yang terakhir adalah pengeringan zeolit Y pada suhu 100 °C selama 12 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan uji luas permukaan dengan metode adsorpsi methylene blue.

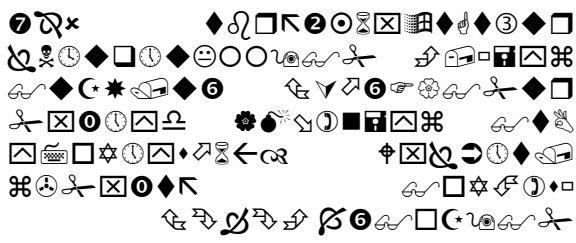
Analisis XRF menunjukkan bahwa silika abu ampas tebu sebesar 44,6 %. Analisis XRD menunjukkan hasil sintesis menghasilkan campuran zeolit Y dan P, kristalinitas zeolit Y rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> > rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2,5 > rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2. Analisis pendukung dengan FTIR menunjukkan puncak-puncak yang muncul pada ketiga rasio zeolit Y merupakan gugus fungsi terbentuknya kerangka zeolit Y. Luas permukaan zeolit Y dengan adsorpsi methylene blue rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2, 2,5 dan 3 berturut-turut adalah sebagai berikut 15,0914 m<sup>2</sup>/gram, 15,0805 m<sup>2</sup>/gram, dan 15,1747 m<sup>2</sup>/gram.

**Kata kunci:** abu ampas tebu, zeolit Y, metode sol gel hidrotermal

**I. PENDAHULUAN**

Allah SWT berfirman dalam Surat ali Imron ayat 191:





(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka (Qs. Ali Imron (3) : 191).

Surat Ali Imron ayat 191 dijelaskan dalam tafsir Al-Aisar (Al jazairi, 2007). "Dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi..." yakni mereka memikirkan keberadaan langit dan bumi, pembentuknya, tentang keindahan dan kebesaran penciptaannya serta segala makhluk yang ditempatkan oleh Allah didalamnya, maka perenungan tersebut mendorong peneliti untuk berpikir (bertafakur) akan ciptaan Allah SWT yang sungguh luar biasa. Allah SWT menciptakan langit dan bumi seisinya secara adil dan teratur, yang wajib direnungi dan disyukuri. Ada kelebihan pasti ada kekurangan, begitu pula sebaliknya, hal itu saling berkesinambungan sehingga kehidupan di bumi ini berjalan secara dinamis. Seperti halnya ampas tebu, ampas tebu banyak dikenal hanya sebagai limbah yang merugikan lingkungan, yang kemudian dikaji dan diteliti bisa menghasilkan produk yang bernilai tinggi.

Ampas tebu merupakan limbah padat produk stasiun gilingan pabrik gula, diproduksi dalam jumlah 32 % tebu, atau sekitar 10,5 juta ton per tahun atau per musim giling se Indonesia. Ampas tebu juga dapat dikatakan sebagai produk pendamping, karena ampas tebu sebagian besar dipakai langsung oleh pabrik gula sebagai bahan bakar ketel untuk memproduksi energi keperluan proses, yaitu sekitar 10,2 juta ton per tahun (97,4 % produksi ampas). Sisanya (sekitar 0,3 juta ton per tahun) terhampar di lahan pabrik sehingga dapat menyebabkan polusi udara, pandangan dan bau yang tidak sedap di sekitar pabrik gula (Oktavia, 2011).

Limbah ampas tebu diperlukan pemanfaatan yang tepat agar dapat dihasilkan suatu produk yang bernilai jual tinggi dan dapat mengurangi pencemaran limbah padat terhadap lingkungan.

Ampas tebu memiliki kandungan silika yang tinggi. Menurut Widati, dkk (2010) kandungan silika sebesar 88,7 %. Dengan kandungan silika yang tinggi tersebut, ampas tebu dapat dimanfaatkan sebagai bahan utama sintesis zeolite selain alumina. Silika abu ampas tebu yang digunakan dalam sintesis merupakan silika amorf. Menurut Hanafi dan Nandang (2011) Silika amorf terbentuk dengan dikalsinasi pada suhu pengabuan 500-600 °C selama 4 jam.

Salah satu zeolit sintesis yang banyak dikembangkan adalah zeolit Y. Pemanfaatan zeolit Y menurut Saputra (2006) yang lebih spesifik banyak digunakan sebagai removal, pemisah fruktosa-glukosa, pemisah N<sub>2</sub> di udara, bahan pendingin kering.

Zeolit Y telah berhasil disintesis oleh Sang dkk (2005) dengan komposisi molar 10Na<sub>2</sub>O : 1,0Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 15SiO<sub>2</sub> : 300H<sub>2</sub>O. Berdasarkan komposisi rasio sintesis zeolit Y, terdapat perbedaan rasio molar SiO<sub>2</sub> dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Perbedaan rasio molar tersebut berpengaruh terhadap kristalinitas sintesis zeolit Y yang dihasilkan. Rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan berpengaruh pada ukuran kristal zeolit, kristalinitas zeolit, luas permukaan zeolit dan keasaman dari zeolit.

Rasio molar untuk zeolit Y adalah rentang rasio 1-3 (Saputra, 2006). Menurut hasil penelitian Rahman, dkk (2009) sintesis zeolit Y murni dihasilkan pada rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2,43, sehingga pada penelitian ini akan dilakukan variasi rasio molar 2 : 2,5 : 3 untuk mendapatkan zeolit Y murni.

Pada penelitian ini sintesis zeolit Y dilakukan dengan metode sol gel hidrotermal. Metode sol-gel hidrotermal lebih disukai untuk sintesis zeolit karena dapat menghasilkan hasil sintesis zeolit

dengan pembentukan kristal yang lebih teratur susunannya dan lebih baik karena dapat membentuk sol gel terlebih dahulu sebelum dilakukan hidrotermal.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit Y. Sumber silika yang digunakan dari abu ampas tebu dengan variasi molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2, 2,5 dan 3 dengan menggunakan metode sol-gel hidrotermal. Hasil sintesis zeolit Y dari abu ampas tebu ini dikarakterisasi dengan menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF), X-Ray Diffraction (XRD), FTIR, dan uji luas permukaan dengan adsorpsi metylen blue kemudian diuji menggunakan UV-Vis.

## II. METODE PENELITIAN

### Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari – Mei 2014 di Laboratorium Kimia Fisik Edukasi Universitas Negeri Maulana Maulana Malik Ibrahim Malang dengan beberapa tahapan meliputi: preparasi abu ampas tebu dengan metode sol-gel hidrotermal yang dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Edukasi Universitas Negeri Maulana Maulana Malik Ibrahim Malang, kemudian sintesis zeolit dilanjutkan dengan tahap karakterisasi di Laboratorium Sentral FMIPA Universitas Negeri Malang dan Laboratorium Kimia Insitut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

### Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan adalah: seperangkat alat gelas, neraca analitik, magnetic stirrer dan hot plate, stopwatch, seperangkat refluks, desikator, oven (Fischer Scientific), tanur listrik (Fischer Scientific), pH meter, termometer, botol hidrotermal tipe teflon, Spektroskopi UV-Vis, XRD, XRF, dan FTIR.

Bahan-bahan yang digunakan adalah: abu ampas tebu dari hasil penelitian Amalia (2014) sebagai sumber silika ( $\text{SiO}_2$  44,6% wt), aquades, natrium hidroksida ( $\text{NaOH} \geq 99,5\%$  wt), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), asam klorida ( $\text{HCl}$  30 %), metylen blue, dan kertas saring.

## PROSEDUR PENELITIAN

### 1. Sintesis Zeolit Y (Sang, dkk., 2005)

Komposisi molar yang digunakan  $10\text{Na}_2\text{O} : 1,0\text{Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300\text{H}_2\text{O}$ . Pada perlakuan awalnya ialah dengan mencampur bahan-bahan yang dibutuhkan diantaranya alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ),  $\text{NaOH}$ , silika dari abu ampas tebu, dan aquades ( $\text{pH}=7$ ) dimasukkan ke dalam botol hidrotermal tipe Teflon. Kemudian distirrer sampai homogen selama 30 menit dan dilakukan pemeraman selama 30 menit, kemudian dikristalisasi dengan metode hidrotermal  $100^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Hasil padatan yang diperoleh dicuci beberapa kali dengan aquades sampai mencapai  $\text{pH}=7-8$ , kemudian dikeringkan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fase kristalnya dan kemurnian zeolit Y, dan FTIR digunakan untuk analisis struktur sintesis zeolit Y. Pada penelitian ini menggunakan variasi  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , sehingga komposisi molarnya sesuai perhitungan pada Tabel 1.

**Tabel 1** Perhitungan komposisi molar sintesis zeolit Y dari abu ampas tebu dengan variasi rasio molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  (2 : 2,5 : 3)

Rasio	Komposisi Molar Sintesis Zeolit Y	Simbol
2	$10 \text{Na}_2\text{O} : 7,5\text{Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300\text{H}_2\text{O}$	Y-1
2,5	$10 \text{Na}_2\text{O} : 6\text{Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300\text{H}_2\text{O}$	Y-2
3	$10 \text{Na}_2\text{O} : 5\text{Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300\text{H}_2\text{O}$	Y-3

Dari perhitungan komposisi molar pada Tabel 1. maka dapat dihitung jumlah bahan yang akan ditambahkan pada Tabel 2.

**Tabel 2** Komposisi bahan sintesis zeolit Y dari abu ampas tebu dengan variasi rasio molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  (2 : 2,5 : 3) dengan (1/250) resep

Rasio	NaOH	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{H}_2\text{O}$
2	3,23 gr	8,08 gr	3,06 gr	20,88 gr
2,5	3,23 gr	8,08 gr	2,45 gr	20,88 gr
3	3,23 gr	8,08 gr	2,04 gr	20,88 gr

## 2. Karakterisasi

### 2.1. Analisis Kristalisasi dan Kemurnian Zeolit Y Menggunakan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap abu ampas tebu dan zeolit Y hasil sintesis variasi rasio molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2, 2,5 dan 3. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X pada sudut  $2\theta$  sebesar  $10-50^\circ$  (Rahman, 2009).

Karakterisasi padatan sampel dengan difraksi sinar-X (XDR JEOL JDX-3530 X-ray Diffractometer) menggunakan radiasi  $\text{Cu-K}\alpha$  pada panjang gelombang  $\lambda = 1,541 \text{ \AA}$ , voltase 40 kV, dan arus 30 mA dengan rentang sudut  $2\theta = 5-50^\circ$ .

### 2.2. Analisis Gugus Fungsi Zeolit Y Menggunakan FTIR

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap zeolit Y hasil sintesis variasi rasio molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  (2 : 2,5 : 3). Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortal batu agate dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan dianalisa menggunakan FTIR.

### 2.3. Analisis Luas Permukaan Zeolit Y dengan Metode Methylen Blue dan Diuji Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

Metode adsorpsi methylene blue digunakan untuk penentuan luas permukaan spesifik. Langkah-langkah yang dilakukan adalah (Hidayah, 2004):

#### a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methylene blue (MB)

Larutan methylene blue 5 ppm diukur pada panjang gelombang 600-680 nm dengan interval panjang gelombang 10 nm. Panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum merupakan panjang gelombang maksimum.

#### b. Penentuan Waktu Kestabilan Larutan Methylene blue

Larutan methylene blue 5 ppm sebanyak 20 mL dishaker dengan variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, dan 90 menit, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum untuk setiap waktu tersebut dengan spektrofotometer UV-Vis, kemudian ditentukan waktu kestabilan larutan methylene blue yaitu waktu penyerapan methylene blue cenderung stabil.

#### c. Pembuatan Kurva Baku

Dibuat seri larutan baku methylene blue dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm, kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi.

#### d. Penentuan Luas Permukaan

Sampel zeolit Y sesuai variasi rasio molar (2, 2,5 dan 3) ditimbang 0,05 gram, ditambahkan 20 mL larutan methylene blue 16 ppm, selanjutnya dikocok dengan shaker selama waktu kestabilan pada 150 rpm. Campuran disaring dan filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum, kemudian dihitung luas permukaan masing-masing sampel zeolit Y dengan variasi rasio molar (2 : 2,5 : 3).

## 3. Analisis Data

Luas permukaan dihitung dengan rumus berikut:

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{M}$$

Keterangan:

S = Luas permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ )

$X_m$  = Methylene blue yang terserap oleh 1 g adsorben ( $\text{mg/g}$ )

A = Luas permukaan 1 molekul methylene blue ( $197,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ )

N = Bilangan Avogadro ( $6,02 \times 10^{23} \text{ molekul/mol}$ )

M = Massa molekul methylene blue (320500  $\text{mg/mol}$ )

**III. HASIL DAN PEMBAHASAN**

**1. Sintesis Zeolit Y**

Pada penelitian ini sumber silika yang digunakan diperoleh dari abu ampas tebu hasil penelitian Amalia (2014). Abu ampas tebu yang telah dikarakterisasi menggunakan XRF diketahui kandungan silikanya sebesar 44,6 %, hasil XRF abu ampas tebu dapat diamati pada Tabel 4.1.

Struktur dan fase yang terkandung dalam sampel ditentukan dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) pada sudut  $2\theta = 5-50^\circ$ . Gambar 4.1 adalah difraktogram abu ampas tebu hasil penelitian Amalia (2014).

Pola difraktogram XRD abu ampas tebu dievaluasi dengan membandingkan nilai d (intensitas) dari puncak-puncak  $\text{SiO}_2$  pada sampel dengan puncak-puncak  $\text{SiO}_2$  dari JCPDS (Joint Committee on Power Diffraction Standar) dimana puncak  $\text{SiO}_2$  ditemukan pada daerah  $2\theta = 20^\circ-27^\circ$  (Hanafi dan Nandang, 2010).

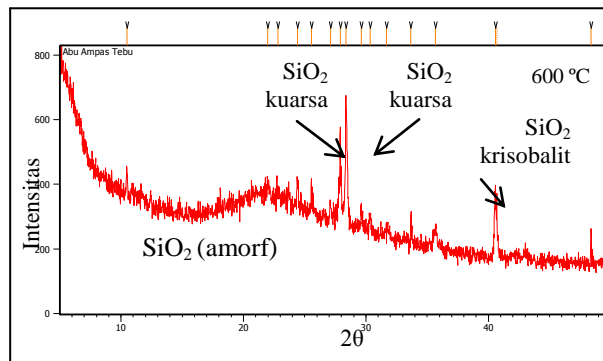
**Tabel 3** Data hasil XRF abu ampas tebu

Nama Unsur	Kadar Unsur
Si	44,6 %
Fe	25,0 %
K	11,8 %
Ca	9,48 %
Ni	2,80 %
P	1,9 %
Ti	1,4 %
Zn	0,98 %
Mn	0,72 %
Cu	0,47 %
Cr	0,27 %
Re	0,3 %
Eu	0,3 %
V	0,08 %
Ba	0,05 %

Sumber : Amalia (2014)

Puncak  $\text{SiO}_2$  pada Gambar 1 ditemukan pada  $2\theta = 27,90^\circ$  ( $d = 3,19\text{\AA}$ ) dan  $28,36^\circ$  ( $d = 3,14\text{\AA}$ ) dengan intensitas relatif berturut-turut : 75,34 % ; 100 % merupakan jenis  $\text{SiO}_2$  kuarsa, sedangkan  $2\theta = 40,56^\circ$  ( $d = 2,22\text{\AA}$ ) dan  $40,68^\circ$  ( $d =$

$2,22\text{\AA}$ ) dengan intensitas relatif berturut-turut : 55,59 % ; 51,08 % merupakan jenis  $\text{SiO}_2$  kristobalit. Jenis  $\text{SiO}_2$  kuarsa dan kristobalit merupakan jenis  $\text{SiO}_2$  kristalin. Pada Gambar 1  $\text{SiO}_2$  kristalin sangat sedikit, sehingga  $\text{SiO}_2$  abu ampas tebu sebagian besar memiliki fasa amorf.



**Gambar 1** Hasil XRD abu ampas tebu (Sumber: Amalia, 2014)

Sintesis zeolit Y dengan metode sol gel terdapat dua tahapan utama yaitu hidrolisis dan polikondensasi (Widodo, 2010). Pada tahap hidrolisis terjadi pada saat awal pencampuran komponen zeolit dengan distirrer selama 30 menit. Komponen zeolit diantaranya  $\text{SiO}_2$  dari abu ampas tebu,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NaOH}$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ . Pada tahap ini,  $\text{SiO}_2$  dari abu ampas tebu dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebagai prekursor, terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi basa (dengan penambahan  $\text{NaOH}$ ) menghasilkan sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya).

Fungsi  $\text{NaOH}$  dalam sintesis zeolit sebagai aktivator selama peleburan untuk membentuk garam silikat dan aluminat yang larut dalam air, yang selanjutnya berperan dalam pembentukan zeolit selama proses hidrotermal.

Tahap selanjutnya dari metode sol gel adalah polikondensasi, pada tahapan ini terjadi proses transisi sol menjadi gel. Untuk menghasilkan gel yang maksimal, diperlukan tahap pemeraman / pematangan gel yang dilakukan selama 30 menit. Berdasarkan hasil penelitian Widiawati (2005) menyebutkan bahwa pada tahap pemeraman (ageing) terjadi reaksi

pembentukan jaringan gel yang kaku, kuat dan menyusut dalam larutan. Tahapan ini merupakan tahapan yang berperan penting dalam sintesis zeolit karena meliputi proses pembentukan gel yang merupakan awal dari pembentukan inti dan pertumbuhan kristal.

Setelah terbentuk gel kemudian dilanjutkan dengan hidrotermal pada suhu 100 °C selama 24 jam. Tujuannya untuk meningkatkan kistalinitas dan membentuk keseragaman susunan kristal pada zeolit. Menurut Warsito dkk (2008) pembentukan kristal zeolit terjadi pada proses hidrotermal. Pada tahap pembentukan kristal, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya yang terurai membentuk susunan yang lebih teratur dengan adanya pemanasan, sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa, dan larutan lewat jenuh pada keadaan metastabil. Jika gel amorf sisa larut kembali, maka akan terjadi pertumbuhan kristal dari embrio inti tersebut sampai gel amorf sisa habis dan terbentuk kristal dalam keadaan stabil.

Tahap terakhir metode sol gel hidrotemal adalah drying (pengeringan) untuk menghilangkan air dan cairan yang tidak diinginkan dalam zeolit Y, sehingga dapat memperluas permukaan zeolit Y.

## 2. Karakterisasi Zeolit Y

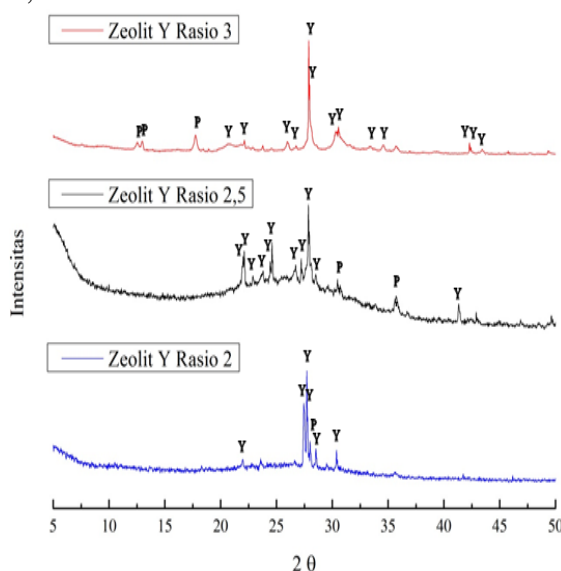
### 2.1. Analisis Kristalisasi dan Kemurnian Zeolit Y menggunakan XRD

Struktur dan fasa yang terkandung dalam sampel zeolit Y ditentukan dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X pada sudut  $2\theta = 5-50^\circ$ . Gambar 2 merupakan difraktogram zeolit Y rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2, 2,5, dan 3.

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi sinar X zeolit Y rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2, 2,5, dan 3. Pada gambar tersebut sudut  $2\theta = 27,71^\circ$  (rasio 2),  $27,85^\circ$  (rasio 2,5), dan  $27,88^\circ$  (rasio 3) merupakan puncak yang cukup tinggi pada zeolit Y, namun terbentuk juga puncak zeolit P. Puncak ini sesuai dengan zeolit Y dan P standar JCPDS, terlihat puncak zeolit P semakin

bertambah dengan bertambahnya rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Pada penelitian ini hasil sintesis zeolit yang terbentuk berupa campuran zeolit Y dan P dengan hasil zeolit Y yang paling dominan. Hal ini disebabkan oleh pembentukan kerangka faujasit dapat mengalami keadaan metastabil dan juga zeolit Y lebih kompetitif terhadap zeolit P. Hasil terbaik sintesis zeolit Y pada penelitian ini pada rasio 2,5 dengan kristalinitas yang tinggi dan sedikit campuran zeolit P, rasio ini sesuai dengan hasil penelitian Rahman dkk (2009) dengan rasio terbaik hasil sintesis zeolit Y adalah 2,43.



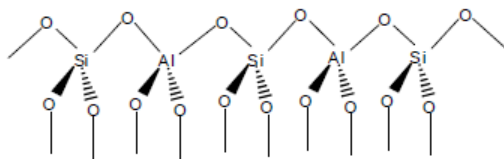
**Gambar 2** Difraktogram zeolit Y rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2, 2,5 dan 3 hasil perbandingan dengan zeolit Y standar

Semakin tinggi rasio intensitas puncak semakin tinggi. Intensitas puncak rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  3 > rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2,5 > rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2. Semakin tinggi rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  maka kristalinitas semakin meningkat, sesuai dengan Armaroli dkk (2010) dan Kholifah dkk (2010).

### 2.2. Analisis Gugus Fungsi Zeolit Y Menggunakan FTIR (Fourier Transform Infra Red Spectroscopy)

Karakterisasi zeolit Y dengan spektrofotometer infra merah (IR) bertujuan

untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada zeolit Y hasil sintesis dan untuk mengetahui terbentuknya struktur kerangka aluminosilikat zeolit. Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan infra merah yang khas di sekitar bilangan gelombang 1200-300  $\text{cm}^{-1}$  karena pada daerah ini memuat vibrasi fundamental kerangka tertrahedral ( $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ ) yang merupakan satuan-satuan pembangun kerangka zeolit (Murni dan Helmawati, 2006 ) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.

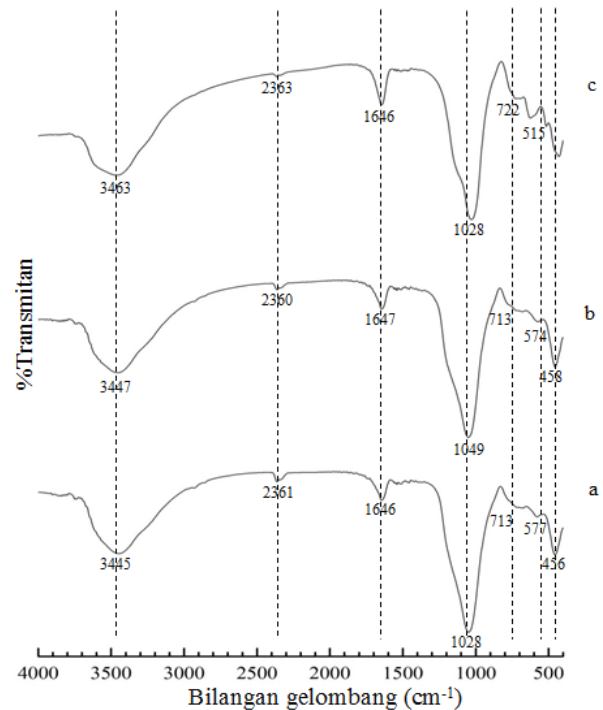


**Gambar 3** Struktur kerangka aluminosilikat zeolit

Hasil spektra IR zeolit Y hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.4 dengan interpretasi spektra IR pada Tabel 4.3.

Pada struktur zeolit diketahui karakter aluminosilikat terdapat jaringan internal dan eksternal, yang merupakan jaringan internal zeolit ditunjukkan pada daerah serapan sekitar 500-420  $\text{cm}^{-1}$ , 820-650  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1250-950  $\text{cm}^{-1}$ . Daerah serapan sekitar 820-650  $\text{cm}^{-1}$  mewakili vibrasi ulur simetri O-Si-O dan O-Al-O, sedangkan daerah serapan sekitar 1250-950  $\text{cm}^{-1}$  mewakili vibrasi ulur asimetri, serta vibrasi tekuk dari Si-O dan Al-O pada kerangka aluminosilikat pada zeolit muncul pada daerah serapan 500-420  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra pada daerah-daerah tersebut ditunjukkan oleh semua sampel zeolit yang dianalisis. Cincin ganda merupakan karakter kerangka zeolit pada jaringan eksternal antara lapisan zeolit satu dengan yang lainnya. Karakter spesifik cincin ganda tersebut ditunjukkan pada daerah serapan 650-500  $\text{cm}^{-1}$ . Serapan pada daerah 650-500  $\text{cm}^{-1}$  juga ditunjukkan pada semua sampel. Adanya vibrasi ulur dan tekuk tersebut menunjukkan telah terbentuknya kerangka aluminosilikat

seperti pada Gambar 4.4 pada setiap sampel.



**Gambar 4** Spektra infra merah zeolit Y rasio molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  a) 2 b) 2,5 dan c) 3

**Tabel 4** Interpretasi spektra IR zeolit Y hasil sintesis rasio 2, 2,5 dan 3

No	Bilangan gelombang Standar*	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			Interpretasi
		Zeolit Y rasio 2	Zeolit Y rasio 2,5	Zeolit Y rasio 3	
1	500-420	456	458	428	Vibrasi tekuk T-O (Si-O atau Al-O)
2	650-500	577	574	515	Cincin ganda
3	820-650	713	713	722	Vibrasi ulur simetri O-Si-O atau O-Al-O
4	1250-950	1047	1049	1028	Vibrasi ulur asimetri 
5	1650-1645	1646	1647	1646	Vibrasi tekuk Si-OH
6	3200-3600	3445	3447	3463	Ikatan ulur O-H

\*Warsito, dkk (2008)

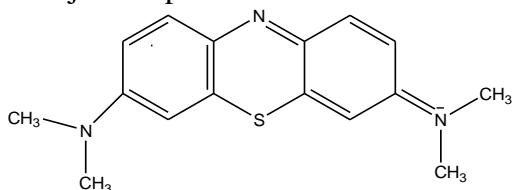
Pengaruh variasi molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  dapat diketahui dari data FTIR, menurut Widiawati (2005), daerah panjang gelombang yang memberikan informasi pengaruh rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  adalah 650-800

$\text{cm}^{-1}$ . Zeolit dengan rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  tinggi akan memiliki frekuensi getaran di daerah  $650\text{-}800\text{ cm}^{-1}$  yang lebih tinggi. Hal ini ditunjukkan dengan adanya kenaikan spektra pada panjang gelombang sampel zeolit Y rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2, 2,5 dan 3 berturut-turut  $713\text{ cm}^{-1}$  dan  $722\text{ cm}^{-1}$ . Spektra zeolit dapat mengalami pergeseran. Pergeseran tersebut disebabkan oleh berkurangnya jumlah Al-O dalam kerangka zeolit dengan rasio molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang semakin tinggi. Semakin tinggi rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  maka jumlah Al akan semakin sedikit dibandingkan Si, sehingga dengan berkurangnya Al-O dalam kerangka zeolit menyebabkan intensitas pada daerah Al-O berkurang yang berakibat bergesernya puncak ke daerah frekuensi getaran Si-O, artinya bergeser ke frekuensi getaran yang lebih tinggi. Sehingga, dapat disimpulkan sampel zeolit Y yang memiliki puncak pita pada panjang gelombang  $650\text{-}800\text{ cm}^{-1}$  adalah sampel zeolit Y rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$   $3 >$  sampel zeolit Y rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$   $2,5 >$  sampel zeolit Y rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2.

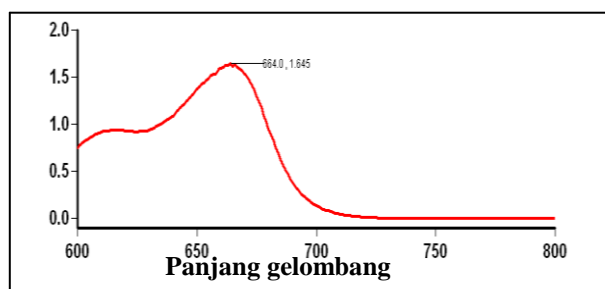
### 2.3. Analisis Luas Permukaan dengan Adsorpsi Methylene Blue Kemudian Dianalisis Menggunakan UV-Vis

#### 2.3.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methylene Blue (MB)

Penentuan luas permukaan zeolit Y dilakukan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi zeolit Y terhadap larutan methylene blue. Senyawa methylene blue merupakan senyawa berwarna. Hal ini dapat diketahui dari struktur methylene blue pada Gambar 5 yang memiliki ikatan terkonjugasi yang merupakan ikatan rangkap yang berselang-seling dengan satu ikatan tunggal. Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum methylene blue ditunjukkan pada Gambar 6



Gambar 5 Struktur Methylene blue

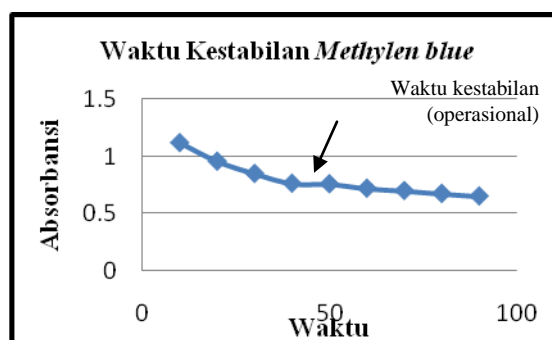


Gambar 6 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang dari methylene blue

Gambar 6 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimal methylene blue pada  $\lambda = 664,0\text{ nm}$ . Hal ini sesuai dengan penelitian Rianto (2012). Pada panjang gelombang tersebut merupakan daerah sinar tampak (visible) dengan warna komplementer methylene blue adalah biru, sehingga warna serapan yang dihasilkan adalah warna merah.

#### 2.3.2. Penentuan Waktu Kestabilan Larutan Methylene blue

Penentuan waktu kestabilan methylene blue bertujuan untuk mengetahui waktu pengukuran yang paling stabil. Waktu kestabilan ditentukan dengan mengukur hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi larutan. Hasil pengukuran waktu kestabilan methylene blue dapat dilihat Gambar 7.



Gambar 7 Grafik hasil pengukuran waktu kestabilan methylene blue

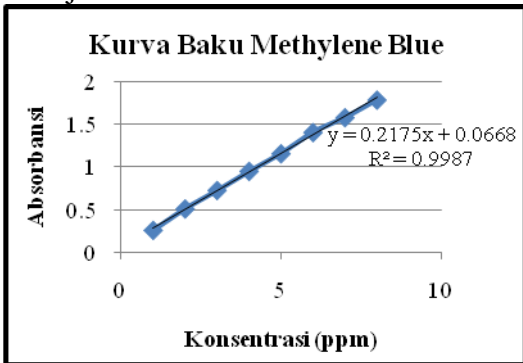
Pada Gambar 7 menunjukkan waktu kestabilan (waktu operasional) methylene blue pada rentang waktu 40-50 menit. Rentang waktu tersebut sesuai dengan



penelitian Rianto (2012) dimana waktu operasional zeolit pada menit ke-40 yang menghasilkan serapan methylene blue pada zeolit lebih banyak.

**2.3.3. Pembuatan Kurva Baku**

Hasil pengukuran kurva baku ditunjukkan Gambar 8.



**Gambar 8** Kurva baku methylene blue konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm

Pembuatan kurva baku dilakukan dengan menggunakan berbagai konsentrasi larutan methylan blue yakni 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm. Pembuatan kurva baku bertujuan untuk menentukan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi methylene blue.

**2.3.4. Penentuan Luas Permukaan**

Hasil adsorpsi zeolit terhadap larutan methylene blue dianalisis dengan mengukur berat methylene blue teradsorpsi oleh zeolit (mg/g) dengan mencari selisih konsentrasi larutan methylene blue sebelum diadsorpsi oleh adsorbat dan konsentrasi methylene blue setelah diadsorpsi oleh adsorbat. Hasil uji luas permukaan zeolit Y rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2, 2,5 dan 3 dapat diamati pada Tabel 4.4

Tabel 5 menunjukkan adanya perbedaan luas permukaan spesifik zeolit Y terhadap masing-masing rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Luas permukaan spesifik tertinggi yang didapatkan dari perlakuan ketiga variasi rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> rasio 3 sebesar 15,1787 m<sup>2</sup>/gram. Hal ini sesuai dengan pengaruh rasio molar terhadap luas permukaan zeolit. Kasmui dkk (2008) menyatakan bahwa semakin besar rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> , maka semakin besar

ukuran pori zeolit, sehingga penyerapan zeolit juga semakin besar.

**Tabel 5** Luas permukaan zeolit Y dalam satuan waktu

Nama Zeolit	Luas Permukaan Spesifik (m <sup>2</sup> /gram)
Z-Y rasio 3	15,1787
Z-Y rasio 2,5	15,0805
Z-Y rasio 2	15,0914

\*Z-Y = zeolit Y

**IV. KESIMPULAN DAN SARAN**

**Kesimpulan**

Karakterisasi zeolit Y hasil sintesis dibandingkan dengan data JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Standarts) menghasilkan campuran zeolit Y dan P. Dari ketiga rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil terbaik pada rasio 2,5. Semakin tinggi rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> maka kristalinitas zeolit juga semakin tinggi, dengan hasil zeolit Y rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3 > rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2,5 > rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2. Hasil terbentuknya didukung pula dengan data FTIR ketiga rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menghasilkan puncak-puncak pada panjang gelombang yang membentuk kerangka zeolit. Puncak khas untuk zeolit Y ditemukan pada daerah serapan 1047 cm<sup>-1</sup>, 1049 cm<sup>-1</sup> dan 1050 cm<sup>-1</sup>. Hasil uji luas permukaan zeolit Y rasio molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2, 2,5 dan 3 dengan adsorpsi methylene blue berturut-turut adalah 15,0914, 15,0805, dan 15,1747.

**Saran**

Untuk penelitiandisarankan untuk menghasilkan zeolit Y murni dengan penambahan bibit silika dan templat organik, sintesis zeolit sebaiknya menggunakan autoklaf, analisis luas permukaan dengan metode BET karena hasil lebih akurat dan spesifik, serta diperlukan aplikasi lebih lanjut pada zeolit Y agar dapat dimanfaatkan secara optimal baik dalam skala laboratorium maupun industri.

## V. DAFTAR PUSTAKA

- Amalia, S. 2014. Aktivitas Zeolit X dari Abu Ampas Tebu sebagai Peukar Kation untuk Menurunkan Kesadahan Air. *Laporan Hasil Penelitian*. Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. UIN Maliki Malang.
- Armaroli, T., Simon, L.J., Digne, M., Montanari, T., Bevilacqua, M., Valtchev, V., Patarin, J., dan Busca, G. 2006. Effects of crystal size and Si/Al ratio on the surface properties of H-ZSM-5 zeolites. *Applied Catalysis A: General*. Vol. 306. hal. 78-84.
- Hanafi, A. dan Nandang. A. 2010. *Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik*. Jurnal Kimia Indonesia. Volume 5 : 35-38. Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Kasmui, Muhlisin, Z., dan Sumarni, W. 2008. *Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y Dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler*.
- Khalifah, S.N., Hartanto, D., dan Prasetyoko, D. 2009. Sintesis dan Karakterisasi ZSM-5 Mesopori dengan Variasi Rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Tesis Tidak Diterbitkan*. Surabaya: Jurusan Kimia Anorganik. Fakultas FMIPA Insitut Teknologi Surabaya. Surabaya.
- Murni, D., dan Helmawati. 2006. *Studi Pemanfaatan Abu Sabut Sawit sebagai Sumber Silika pada Sintesis Zeolit 4A*. Laporan Penelitian. Program Studi Sarjana Teknik Kimia. Fakultas Teknik. Universitas Riau. Pekanbaru : Riau.
- Oktavia, D. 2011. *Pengolahan Limbah Pabrik Gula*. <http://:blogspot.com.Pengolahan-Limbah-Pabrik-Gula.html>. (Diakses tanggal 22 Mei 2013).
- Rahman, M.M., Hasnida, N., dan Nik, W.B.W. 2009. *Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source*. *J. Sci. Res. 1 (2)*, 285-291. Journal Of Scientific Research. University of Malaysia.
- Rianto, L.B., 2012. *Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang dengan Penambahan Logam Titanium menggunakan Metode Impregnasi*. Skripsi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Sang, S., Liu, Z., Tian, P., Liu, Z., Qu, L., dan Zhang, Y. 2006. *Synthesis of Small Crystals Zeolite NaY*. *Material Letters* 60. 1131-1133. China.
- Saputra, R. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*.
- Warsito, S., Sriatun dan Taslimah. 2008. *Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y*. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Widati, A.A., Baktir, A. Hamami, S., dan Rahmawati, R. 2010. *Synthesis of Zeolite a from Baggase and Its Antimicrobial Activity on Candida albicans*.15 (2): 78-81. Department of Chemistry. University of Airlangga. Surabaya.
- Widodo, S. 2010. *Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas*. Seminar Rekayasa Kimia dan Proses. ISSN : 1411-4216. LIPI. Bandung.