

## SINTESIS MATERIAL ZEOLIT NAA UNTUK KOMPOSISI $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ BERVARIASI DENGAN METODE HIDROTERMAL

<sup>1)</sup>Win Natasa Kharisma, <sup>2)</sup>Munasir

<sup>1)</sup>Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: win.18065@mhs.unesa.ac.id

<sup>2)</sup>Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: munasir\_physics@unesa.ac.id

### Abstrak

Zeolit NaA merupakan mineral aluminosilikat yang kaya akan alumina sehingga zeolit ini memiliki kemampuan sebagai penukar kation yang baik. Tujuan dari penelitian ini adalah sintesis zeolite NaA dengan mengontrol komposisi  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ . Metode hidrotermal digunakan dalam sintesis zeolit NaA ini dengan bahan komersial silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) untuk variasi komposisi dan waktu. Zeolite hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, dan FTIR. Hasil uji XRF kandungan senyawa silika dioksida sebesar 88,3%, dan kandungan senyawa aluminium oksida sebesar 97,5%. Jadi bubuk silika dioksida dan aluminium oksida dapat dijadikan kandidat material. Hasil karakterisasi produk sintesis dengan XRD menunjukkan adanya fase natrium silikat dan natrium alumina silikat. Dengan ditandai teridentifikasi ada pola puncak untuk kedua fase tersebut. Dan hasil analisis FTIR menunjukkan bilangan gelombang  $603,91 \text{ cm}^{-1}$  dan  $609,43 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi dari tetrahedral T-O ( $\text{T}=\text{Si}/\text{Al}$ ), selanjut bilangan pada gelombang  $965,51 \text{ cm}^{-1}$  dan  $969,00 \text{ cm}^{-1}$ , vibrasi asimetri *stretching* ikatan T-O, dan bilangan gelombang  $3284,41 \text{ cm}^{-1}$  dan  $3275,99 \text{ cm}^{-1}$ , menunjukkan adanya *stretching* dari kelompok O-H. Zeolit NaA dapat disintesis dengan bahan komersial  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan proses hidrotermal. Zeolit NaA adalah material yang baik untuk pengolahan air limbah, juga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, dan sebagai penukar ion.

**Kata Kunci:** Zeolite NaA, Hidrotermal, Silika Dioksida, Alumina Oksida

### Abstract

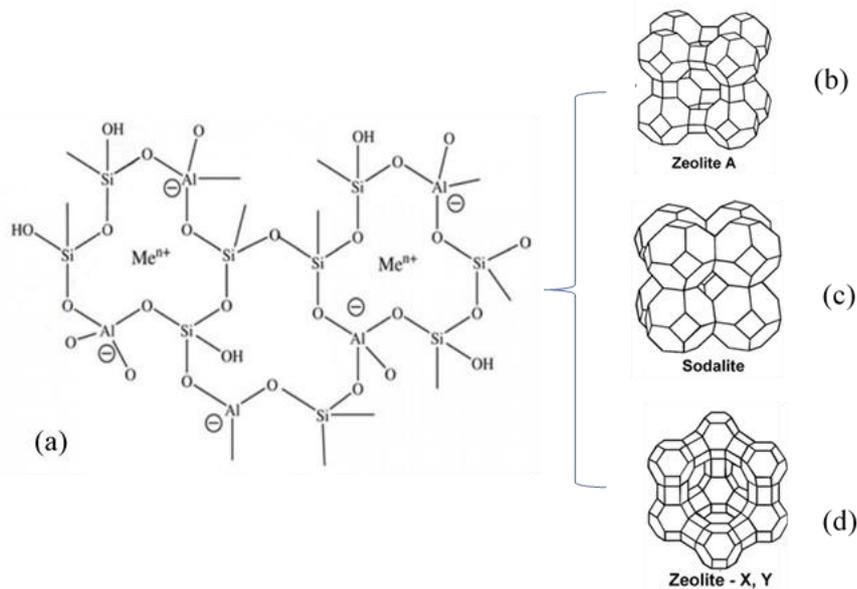
Zeolite NaA is an aluminosilicate mineral rich in alumina, so this zeolite can be a suitable cation exchanger. This research aims to synthesize zeolite NaA by controlling the composition of  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ . The hydrothermal method was used to synthesize this NaA zeolite with commercial materials silica ( $\text{SiO}_2$ ) and alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) for variations in composition and time. The synthesized zeolite was then characterized using XRF, XRD, and FTIR. The XRF test results contained a silica dioxide compound of 88.3% and an aluminum oxide compound content of 97.5%. So silica dioxide powder and aluminum oxide can be used as candidate materials. The results of the characterization of the synthesis product by XRD showed the presence of sodium silicate and sodium alumina silicate phases. With marked identification, there is a peak pattern for both phases. Moreover, the results of the FTIR analysis show the wave numbers  $603.91 \text{ cm}^{-1}$  and  $609.43 \text{ cm}^{-1}$ , indicating the vibration of the T-O tetrahedral ( $\text{T}=\text{Si}/\text{Al}$ ). The wave numbers are  $965.51 \text{ cm}^{-1}$  and  $969.00 \text{ cm}^{-1}$ , vibration asymmetry stretching the T-O bond, and wave numbers  $3284.41 \text{ cm}^{-1}$  and  $3275.99 \text{ cm}^{-1}$ , indicating the presence of stretching from the O-H group. Zeolite NaA can be synthesized with commercial materials  $\text{SiO}_2$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  by hydrothermal process. Zeolite NaA is a good material for wastewater treatment, and it can also be used as a catalyst, adsorbent, and ion exchanger

**Keywords:** Zeolite NaA, Hydrothermal, Silica Oxide ( $\text{SiO}_2$ ), Aluminum Oxide ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

## I. PENDAHULUAN

Zeolite adalah suatu jenis mineral alami yang memiliki sifat unik seperti porositas yang tinggi dan kemampuan untuk mengikat dan memisahkan molekul-molekul tertentu. Berdasarkan struktur dan komposisi kimianya, zeolite dapat dikelompokkan menjadi beberapa jenis, di antaranya: (Fadliah et al., 2021) Natrolit: Jenis zeolite yang paling dikenal dan pertama kali ditemukan. Natrolit memiliki struktur berongga dan ditemukan dalam berbagai warna, seperti putih, hijau, dan biru; (Moshoeshoe, Tabbiruka and Obuseng, 2017) Zeolite A: Jenis zeolite yang memiliki aplikasi yang luas dalam industri, seperti pemurnian air dan pengolahan limbah; (Deviani and Mahatmanti, 2018) Zeolite X: Jenis zeolite yang memiliki porositas yang tinggi dan digunakan sebagai bahan adsorben dalam proses pemisahan; (Hanifah, Puryanti and Muttaqin, 2018) Zeolite Y: Jenis zeolite yang memiliki sifat katalitik yang baik dan digunakan sebagai bahan katalis dalam proses kimia; (Andarini, Haryati and Lutfia, 2018) Zeolite ZSM-5: Jenis zeolite yang memiliki aplikasi dalam industri pemrosesan minyak dan gas; (Wongwichien, 2014) Zeolite Beta: Jenis zeolite yang memiliki aplikasi dalam pemrosesan limbah dan pemurnian air (Moshoeshoe, Obuseng and Nadiye-Tabbiruka, 2017; Moshoeshoe, Tabbiruka and Obuseng, 2017)

Zeolit adalah material silikat-aluminat yang terhidrasi dengan rumus umum  $\text{Me}_x/n[(\text{AlO}_2)_x(\text{SiO}_2)_y] \cdot z\text{H}_2\text{O}$ , dimana Me adalah kation logam, x dan y adalah bilangan bulat yang lebih besar dari atau sama dengan 1, n menunjukkan valensi dari kation M, dan z adalah jumlah air yang terkandung. Struktur zeolit terdiri dari silikon dan aluminium, dipotong oleh anion oksigen membuat tetrahedral silikon tiga dimensi.  $\text{Si}^{4+}$  dapat digantikan oleh  $\text{Al}^{3+}$  membuat zeolit menjadi negatif. Struktur ini mengikat ion logam dan molekul air pada ruang-ruang di dalam zeolite (Reháková et al., 2004). Zeolit memiliki muatan negatif dan dapat mengikat ion logam alkali ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ) dan alkali tanah ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) dan molekul air dengan cara elektrostatik (Moshoeshoe, Obuseng and Nadiye-Tabbiruka, 2017).



Gambar 1. (a) Struktur kerangka aluminosilikat pada zeolit beserta kation penyeimbang (Me), dan (b) Zeolite A, (c) Sodalite, dan (d) Zeolite-X, Y (Fujesite) (Reháková et al., 2004; Miteva and Stoyanova, 2020)

Indonesia memiliki potensi yang besar dalam produksi zeolite karena memiliki sumber daya alam yang melimpah, seperti bahan baku dan energi hidrotermal. Zeolite merupakan material alam yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, seperti industri pertanian, air minum, penjernihan air, dan industri farmasi. Di Indonesia, potensi zeolite sangat besar karena negara ini memiliki sumber daya zeolite yang melimpah (Ngapa, 2017; Hanifah, Puryanti and Muttaqin, 2018). Zeolite dapat ditemukan di berbagai daerah seperti Kalimantan, Sumatra, dan Sulawesi. Selain itu, pemerintah Indonesia juga menganggap zeolite sebagai bahan strategis yang penting bagi pembangunan industri nasional. Potensi zeolite di Indonesia juga dapat dikembangkan melalui penelitian dan pengembangan teknologi untuk menghasilkan zeolite dengan kualitas yang lebih baik dan lebih sesuai dengan kebutuhan pasar (Evans and Coudert, 2017; Shamzhy et al., 2019). Selain itu, pemerintah Indonesia juga memberikan dukungan dan insentif bagi industri zeolite, seperti bebas pajak dan fasilitas pendanaan untuk mempromosikan pengembangan industri zeolite (Atikah, 2017). Dengan

demikian, potensi zeolite di Indonesia sangat besar dan berpotensi menjadi salah satu sumber devisa negara dan meningkatkan kualitas hidup masyarakat melalui aplikasi zeolite dalam berbagai sektor.

Riset pertama untuk material zeolite dimulai pada tahun 1756 oleh Pierre Bayen, seorang ahli mineralogi Perancis. Bayen menemukan mineral baru yang dikenal sebagai natrolit, yang merupakan salah satu jenis zeolite (Wozzuk and Franus, 2017; Miteva and Stoyanova, 2020). Setelah itu, zeolite mulai dipelajari dan digunakan secara luas dalam berbagai bidang, seperti kimia, peternakan, dan lingkungan. Riset lebih lanjut tentang zeolite melibatkan pemahaman lebih baik tentang struktur dan sifat zeolite, serta pengembangan metode sintesis yang lebih efisien. Dalam bidang kimia, zeolite digunakan sebagai bahan katalis dan adsorben dalam berbagai proses kimia (Shamzhy et al., 2019). Dalam bidang lingkungan, zeolite digunakan sebagai bahan penjernih air dan air limbah, serta sebagai bahan penyerap logam berat (Su et al., 2021). Dalam bidang peternakan, zeolite digunakan sebagai bahan pengganti litter dan sebagai bahan tambahan dalam pakan ternak untuk mengurangi emisi gas metana (Khalkhali, Ghorbani and Bayati, 2019). Sampai saat ini, riset terus dilakukan untuk memahami zeolite lebih dalam dan mengembangkan aplikasi baru untuk material ini. Riset ini melibatkan berbagai disiplin ilmu seperti kimia, lingkungan, dan peternakan (Mahesh et al., 2018), dan memiliki potensi besar untuk membantu mengatasi berbagai masalah lingkungan dan industry (Khaleque et al., 2020).

Zeolit NaA memiliki beberapa karakteristik utama, di antaranya: (1) Struktur Pori: Zeolit NaA memiliki struktur pori yang besar dan kompleks, yang memungkinkan untuk melakukan interaksi dengan molekul-molekul tertentu seperti gas dan senyawa kimia (Khaleque et al., 2020). (2) Kompatibilitas Ion: Zeolit NaA memiliki gugus-gugus positif yang memungkinkan untuk mengikat ion-ion tertentu dan memfasilitasi pertukaran ion (Montalvo et al., 2020). (3) Kelembaban: Zeolit NaA memiliki kemampuan untuk mengikat dan menyimpan air, yang berguna untuk aplikasi catatan dan pengolahan air (Khaleque et al., 2020; Montalvo et al., 2020). (4) Stabilitas Termal: Zeolit NaA memiliki stabilitas yang baik terhadap panas, sehingga cocok untuk aplikasi pada suhu tinggi. (5) Kemampuan Adsorpsi: Zeolit NaA memiliki kemampuan yang baik untuk mengikat dan menyimpan senyawa kimia, seperti gas dan hidrokarbon. Karakteristik ini membuat zeolit NaA sangat berguna dalam berbagai aplikasi, seperti dalam pengolahan air, pemisahan komponen, dan sebagai bahan aktif untuk material adsorpsi (Zanin et al., 2017; Montalvo et al., 2020). Namun, perlu diingat bahwa karakteristik zeolit NaA bisa berbeda-beda tergantung pada proses sintesis dan kondisi lingkungan yang digunakan.

Penelitian terbaru mengenai zeolit NaA mencakup berbagai aspek, seperti sintesis, karakterisasi, dan aplikasi. Berikut adalah beberapa temuan terbaru dalam riset mengenai zeolit NaA: (1) sintesis Zeolit NaA dengan bahan alam: ada beberapa penelitian yang menunjukkan bahwa zeolit NaA dapat disintesis dari bahan alam seperti abu vulkanik dan pasir silika; sintesis ini lebih ekonomis dan ramah lingkungan dibandingkan dengan sintesis menggunakan bahan kimia; (2) modifikasi Zeolit NaA: beberapa penelitian menunjukkan bahwa zeolit NaA dapat dimodifikasi dengan berbagai metode, seperti impregnasi dan ko-sintesis, untuk memperbaiki karakteristiknya. (3) aplikasi Zeolit NaA dalam pengolahan limbah: Ada beberapa penelitian yang menunjukkan bahwa zeolit NaA dapat digunakan sebagai material adsorpsi untuk mengurangi kontaminan dalam limbah air dan limbah industry (Zanin et al., 2017; Montalvo et al., 2020); (4) aplikasi Zeolit NaA dalam katalis: Zeolit NaA juga dapat digunakan sebagai katalis dalam berbagai reaksi kimia (Shamzhy et al., 2019), seperti penguraian senyawa hidrokarbon dan degradasi senyawa organik (Ngapa, 2017; Liu et al., 2020; Montalvo et al., 2020). Ini hanya beberapa contoh temuan terbaru dalam riset mengenai zeolit NaA. Penelitian ini masih terus berlangsung dan berkembang untuk memahami karakteristik dan aplikasi zeolit NaA secara lebih baik.

Metode yang umum digunakan untuk sintesis material zeolite, diantaranya: (1) metode hidrotermal, metode ini melibatkan reaksi antara bahan-bahan hidrolis dan silika dalam suhu tinggi dan tekanan tinggi. Ini adalah metode yang paling sering digunakan untuk sintesis zeolit NaA (Abdullah et al., 2019; Khaleque et al., 2020). (2) metode in-situ impregnasi, metode ini melibatkan impregnasi zeolit NaA dengan bahan-bahan kimia untuk memperbaiki karakteristik dan memperluas aplikasi dalam bidang katalis dan material adsorpsi (Yu et al., 2017). (3) metode sol-gel, metode ini melibatkan pengembangan gel silika dari solusi koloid dan kristalisasi zeolit NaA. Ini dapat memperbaiki kualitas dan kontrol dalam sintesis zeolit NaA (Dikshit et al., 2022; Madhu et al., 2022). Akan tetapi, metode sintesis untuk beberapa kasus tergantung pada aplikasi dan karakteristik yang diinginkan dari zeolit NaA. Dalam setiap metode, variabel seperti konsentrasi bahan, suhu, tekanan, dan waktu reaksi mempengaruhi hasil sintesis dan karakteristik zeolit NaA.

Keunggulan metode hidrotermal dalam sintesis zeolit NaA meliputi: (1) Efisiensi: Metode hidrotermal menghasilkan zeolit NaA dengan kualitas tinggi dalam waktu yang singkat dan dengan biaya relatif rendah. (2) memungkinkan kontrol yang baik atas parameter seperti suhu, tekanan, dan konsentrasi bahan selama

proses sintesis, sehingga memungkinkan produksi zeolit NaA dengan kualitas yang konsisten. (3) memungkinkan sintesis zeolit NaA dengan struktur dan komposisi yang unik, yang mungkin memiliki aplikasi yang berbeda dari zeolit NaA sintetis dengan metode lain. (4) dapat diterapkan dalam skala besar, memungkinkan produksi zeolit NaA dalam jumlah besar untuk aplikasi industri. (5) dan memungkinkan sintesis zeolit NaA dengan kontrol yang baik atas struktur dan fungsi, sehingga memungkinkan optimasi kinerja zeolit NaA untuk aplikasi tertentu (Khaleque et al., 2020; de Magalhães, da Silva and Peres, 2022).

Material zeolite NaA memiliki beberapa aplikasi potensial dalam berbagai bidang, diantaranya, sebagai: (1) katalis (Abdullah et al., 2019; Shamzhy et al., 2019; Miteva and Stoyanova, 2020): zeolit NaA memiliki struktur pori yang unik yang memungkinkan penggunaannya sebagai katalis dalam reaksi kimia, seperti reaksi hidrogenasi, dehidrogenasi, dan isomerisasi. (2) adsorben (Atikah, 2017; Ngapa, 2017), zeolit NaA memiliki kemampuan adsorpsi yang baik terhadap molekul-molekul yang berukuran kecil, seperti gas dan senyawa organik, sehingga banyak digunakan dalam aplikasi penjernihan air dan pengolahan limbah. (3) drug delivery system (dds) (Hao et al., 2021), zeolit NaA dapat dimodifikasi untuk menjadi drug delivery system, dengan memasukkan obat ke dalam struktur pori zeolit dan membantu mengontrol release obat ke dalam sistem. (4) adsorpsi logam (Su et al., 2021): zeolit NaA juga memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi logam berat dalam solusi, sehingga banyak digunakan dalam proses pengolahan limbah logam berat. (5) separasi gas: zeolit NaA dapat digunakan sebagai material separasi gas, dengan memanfaatkan kemampuannya untuk memisahkan gas-gas dengan perbedaan ukuran molekul. Dan (5) penyimpanan energi (Tan et al., 2019): zeolit NaA juga memiliki potensi sebagai material penyimpanan energi, seperti dalam aplikasi baterai (Algieri and Drioli, 2021).

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit yang akan digunakan adalah zeolit NaA, dimana zeolit NaA adalah mineral yang banyak mengandung alumina. Sintesis zeolit menggunakan metode hidrotermal, dengan bahan utama silika (SiO<sub>2</sub>) dan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan kemurnian >90% dan NaOH sebagai bahan pendukung (M, Mansur and Subaer, 2020). Optimasi variasi waktu hidrotermal dan komposisi SiO<sub>2</sub> akan menjadi fokus diskusi pada penelitian ini.

## **II. MATERIAL DAN METODE**

### **2.1. Material**

Bahan yang digunakan dalam pembuatan sintesis zeolit adalah silika powder (SiO<sub>2</sub>) Dusil CR 9050 dari PT. Darisa Inti Mitra yang diproduksi di Indonesia, alumina powders (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari PT. Merck Chemicals and Life Sciences yang diproduksi di Indonesia, NaOH (98%, Merck), dan Aquades.

### **2.2. Metode Sintesis Zeolit**

Sintesis zeolit dilakukan dengan metode hidrotermal menggunakan Autoclave, dengan variasi SiO<sub>2</sub> dan variasi waktu hidrotermal, jadi terdapat 8 buah sampel sintesis zeolit. Sampel disiapkan dengan dua variasi waktu hidrotermal (24 jam dan 48 jam) dengan perbandingan komposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:SiO<sub>2</sub> adalah 1:0,5; 1:1; 1:1,5 dan 1:2 (selanjutnya disebut sampel A, B, C, dan D). Langkah sintesis, tahap pertama: menyiapkan larutan natrium hidroksida (NaOH) dengan konsentrasi 5M; siapkan NaOH kemudian masukan kedalam 100ml aquades, lalu diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 30 jam pada suhu ruang. Untuk pembuatan zeolit siapkan gelas beaker, masukkan 10,2 gram Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kesetiap variasi konsentrasi SiO<sub>2</sub> (3,05 gram; 6,08 gram; 9,02 gram dan 12,00 gram). Lalu tambahkan ke larutan NaOH untuk setiap variasi SiO<sub>2</sub> (sampel), aduk menggunakan magnetic stirrer selama 30 menit. Selanjutnya setiap komposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, yang sudah teraduk dengan NaOH masukan kedalam Autoclave, dan masukan dalam oven (sting pada temperature 100°C) dengan variasi waktu 24 jam dan 48 jam. Tahap akhir adalah washing, cuci sampel hingga pH-nya netral diperoleh endapan bubuk zeolite berwarna putih; kemudian drying, tahap pengeringan didalam oven selama 2 jam pada suhu 100 oC, diperoleh powders zeolite yang siap diuji.

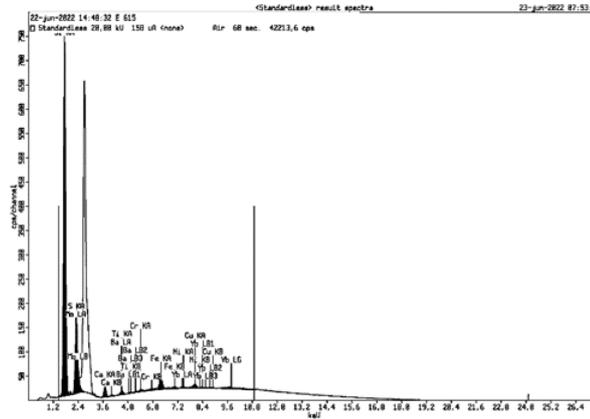
### **2.3 Metode Karakterisasi Zeolit NaA**

Untuk menentukan karakterisasi sampel zeolit NaA, dilakukan beberapa uji standar menggunakan XRF, XRD, dan FTIR. Karakterisasi zeolit NaA menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF) digunakan untuk mengetahui tingkat kemurnian atau komposisi bahan utama zeolit, yaitu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan SiO<sub>2</sub> (komersial). Karakterisasi zeolit NaA menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur analisis fasa dan kristanilitas material secara kualitatif maupun kuantitatif. Dan uji Fourier Transform Infrared (FTIR) identifikasi serapan bilangan gelombang infra merah gugus fungsi dari sampel (zeolite NaA).

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 3.1. Flouresensi Sinar-X (XRF)

Karakterisasi XRF digunakan untuk mengetahui konsentrasi bahan utama sintesis zeolit yaitu  $SiO_2$  dan  $Al_2O_3$  yang dipesan melalui toko online. Bahan  $SiO_2$  dusil CR 9050 dari PT. Darisa Inti Mitra yang diproduksi di Indonesia. Unsur-unsur yang terdapat dalam  $SiO_2$  dapat dilihat pada Gambar 2 dan Tabel 2.



Gambar 1. Spektrum XRF  $SiO_2$

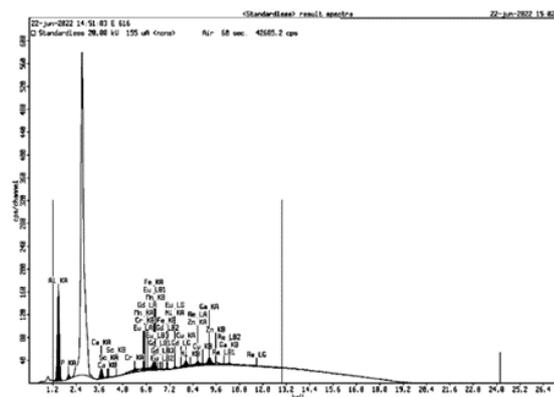
Hasil analisis kandungan oksida pada Tabel 2 dapat dikatakan senyawa terbesar dalam sampel adalah Silika Dioksida ( $SiO_2$ ) sebesar 88,3%. Terdapat beberapa senyawa yang terkandung dalam sampel diantaranya  $SO_3$  dengan persentase kandungan rendah dibawah 3%,  $CaO$ ,  $TiO_2$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $NiO$ ,  $CuO$ ,  $BaO$ ,  $Yb_2O_3$  dengan presentase kandungan sangat rendah dibawah 1%,  $MoO_3$  dengan presentase kandungan rendah dibawah 9%. Jadi nanopartikel  $SiO_2$  dari PT. Darisa Inti Mitra yang diproduksi di Indonesia dapat dijadikan kandidat material.

Tabel 1. Hasil Analisis Kandungan Oksida Pada  $SiO_2$  Menggunakan XRF

Senyawa (Oksida)	$SiO_2$	$SO_3$	$CaO$	$TiO_2$	Unsur oksida lainnya (<0,05)
Presentase (%)	88,3	2,7	0,33	0,071	0,030

Selanjutnya bahan  $Al_2O_3$  Meck dari PT. Merck Chemicals and Life Sciences yang diproduksi di Indonesia. Unsur-unsur yang terdapat dalam  $Al_2O_3$  dapat dilihat pada Gambar 3 dan Tabel 3.

Hasil analisis kandungan oksida pada Tabel 3 dapat dikatakan senyawa terbesar dalam sampel adalah Aluminium Oksida ( $Al_2O_3$ ) sebesar 97,5%. Terdapat beberapa senyawa yang terkandung dalam sampel diantaranya  $P_2O_5$  dengan presentase kandungan rendah dibawah 2%,  $CaO$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $MnO$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $NiO$ ,  $CuO$ ,  $ZnO$ ,  $Ga_2O_3$ ,  $Eu_2O_3$  dengan presentase kandungan sangat rendah dibawah 1%. Jadi nanopartikel  $Al_2O_3$  dari PT. Merck Chemicals and Life Sciences yang diproduksi di Indonesia dapat dijadikan kandidat material.



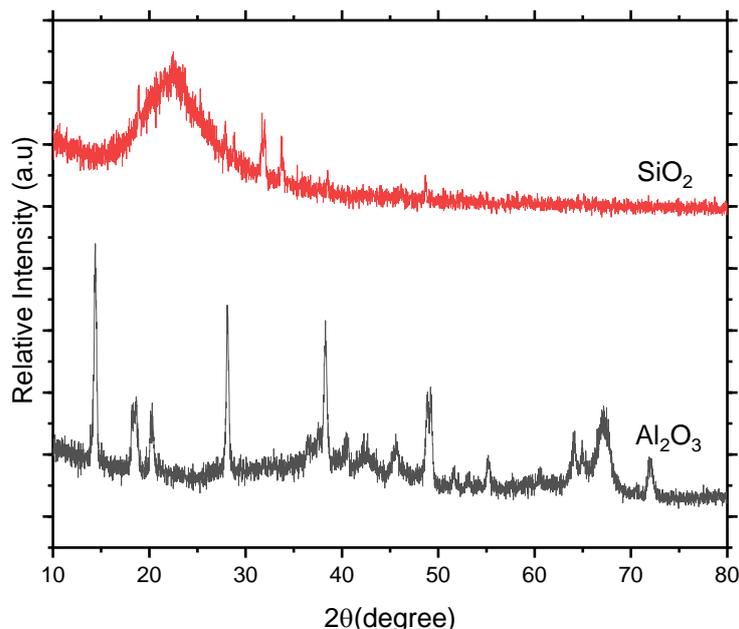
Gambar 2. Spektrum XRF  $Al_2O_3$

Tabel 2. Hasil Analisis Kandungan Oksida Pada  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Menggunakan XRF

Senyawa (Oksida)	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{P}_2\text{O}_5$	Ca O	$\text{Sc}_2\text{O}_3$	$\text{Cr}_2\text{O}_3$	Unsur oksida lainnya (<0,05%)
Presentase (%)	97,5	1,4	0,46	0,01	0,076	0,01

### 3.2. Difraksi Sinar-X (XRD) Bahan Dasar

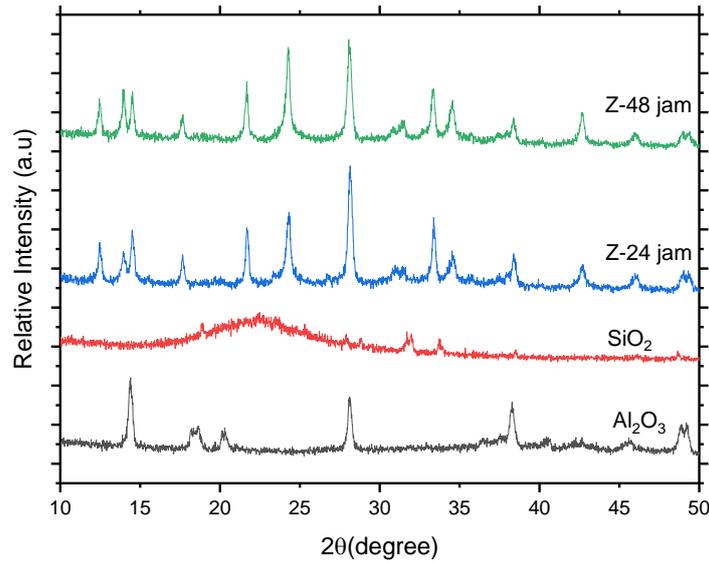
Dari hasil karakterisasi XRD dapat dilihat bahwa puncak  $\text{SiO}_2$  muncul pada  $2\theta = 22,42^\circ$  menurut (Fauzy et., 2018) pola XRD sampel silika menunjukkan karakterisasi pola amorfus. Hal ini menjelaskan bahwa bahan  $\text{SiO}_2$  yang digunakan dalam pembuatan sintesis zolit bersifat amorfus. Pada  $\text{Al}_2\text{O}_3$  puncak dapat dilihat pada  $2\theta = 14,75^\circ, 28,01^\circ$ , dan  $38,16^\circ$  menurut (Irawati et al., 2013) untuk mineral klorit adalah  $6,28^\circ$ - $18,90^\circ$ , untuk mineral kurva adalah  $20,88^\circ$ - $26,66^\circ$ , untuk kristobalit adalah  $22,12^\circ$ , dan untuk haloisit adalah  $12,41^\circ$  dan  $20,00^\circ$ . Jadi untuk hasil dari puncak  $14,75^\circ$  adalah mineral klorit, puncak  $28,01^\circ$  adalah mineral kurva, dan puncak  $38,16^\circ$  adalah kristobalit.

Gambar 3. Hasil Karakterisasi XRD Bahan  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 

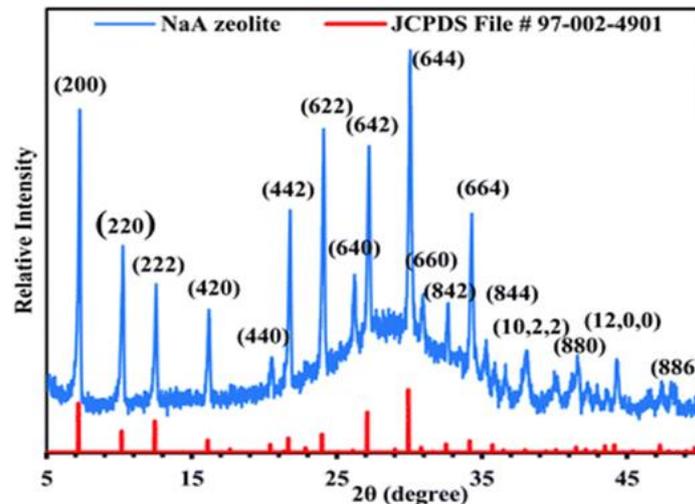
Dari hasil karakterisasi XRD dapat dilihat bahwa puncak  $\text{SiO}_2$  muncul pada  $2\theta = 22,42^\circ$  menurut (Fauzy et., 2018) pola XRD sampel silika menunjukkan karakterisasi pola amorfus. Hal ini menjelaskan bahwa bahan  $\text{SiO}_2$  yang digunakan dalam pembuatan sintesis zolit bersifat amorfus. Pada  $\text{Al}_2\text{O}_3$  puncak dapat dilihat pada  $2\theta = 14,75^\circ, 28,01^\circ$ , dan  $38,16^\circ$  menurut (Irawati et al., 2013) untuk mineral klorit adalah  $6,28^\circ$ - $18,90^\circ$ , untuk mineral kurva adalah  $20,88^\circ$ - $26,66^\circ$ , untuk kristobalit adalah  $22,12^\circ$ , dan untuk haloisit adalah  $12,41^\circ$  dan  $20,00^\circ$ . Jadi untuk hasil dari puncak  $14,75^\circ$  adalah mineral klorit, puncak  $28,01^\circ$  adalah mineral kurva, dan puncak  $38,16^\circ$  adalah kristobalit.

### 3.3. Difraksi Sinar-X (XRD) Zeolite NaA

Puncak-puncak difraksi pada zeolite NaA adalah fitur unik yang terlihat pada hasil analisis XRD. Masing-masing puncak difraksi menunjukkan jarak tertentu antara atom-atom dalam struktur kristal zeolite NaA dan membantu untuk menentukan tipe kristal dan orientasi kristal. Puncak-puncak difraksi pada zeolite NaA juga dapat digunakan untuk memverifikasi komposisi bahan dan untuk mengevaluasi kemampuan zeolite untuk melakukan proses tertentu seperti adsorpsi, katalisis, dan sebagainya. Menurut (Saraswati, 2015) analisis dilakukan dengan menggunakan XRD dapat memberikan informasi mengenai kekristalan suatu mineral tertentu dengan senyawa yang ada dalam sampel. Karena setiap mineral mempunyai pola difraktogram yang karakteristik.



Gambar 4. Hasil Karakterisasi XRD Sintesis Zeolit NaA Menurut Waktu Metode Hidrotermal (skala 2 theta:10°-80°)

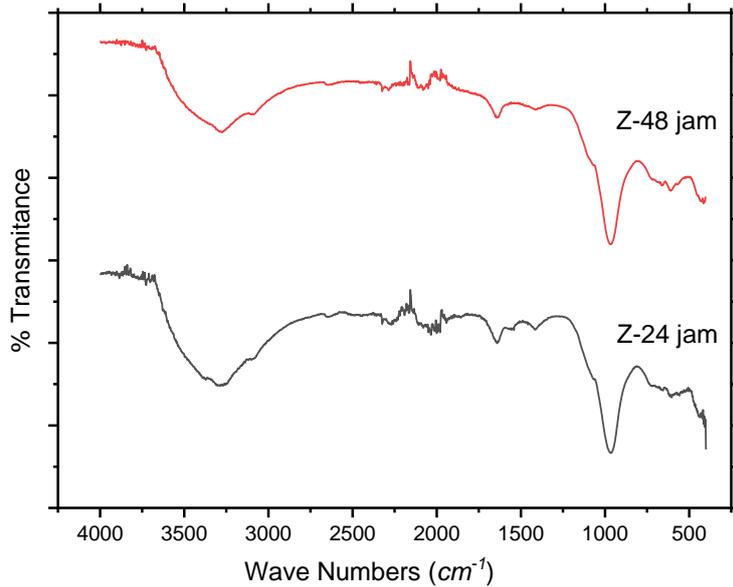


Gambar 5. Hasil Karakterisasi XRD Zeolit NaA (Sharma et al., 2012a) (Sumber: Sharma, et al)

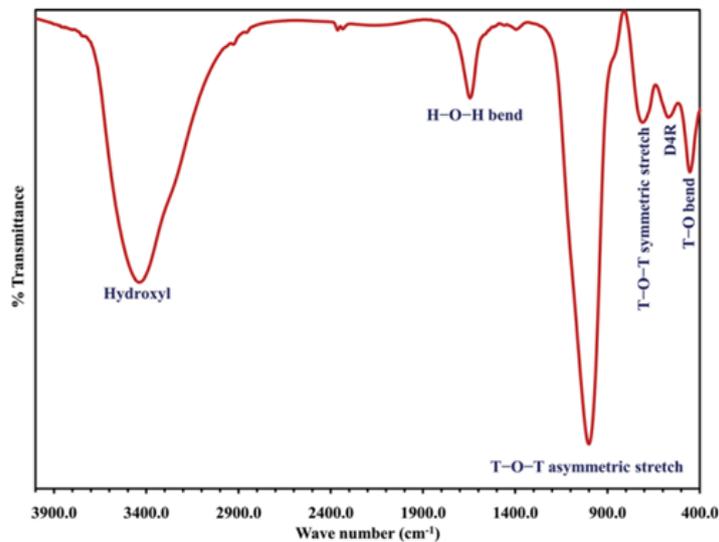
Pada Gambar 4 tersebut menunjukkan bahwa proses hidrotermal akan menghasilkan natrium silikat dan natrium alumina silikat. Dengan adanya pola pucak-puncak, yang menunjukkan puncak difraksi dari kedua bahan tersebut. Jika dilihat pada grafik, terdapat puncak yang tiba-tiba muncul pada grafik 24 jam dan 48 jam, dapat diakibatkan oleh larutan NaOH. Pada waktu 48 jam puncak difraksi lebih baik dari pada 24 jam. Gambar 5 menurut (Moisés et al., 2013) menunjukkan waktu kristalisasi, zeolit meningkat. Setelah 72 jam, semua puncak difraksi terindeks sempurna untuk zeolit A. Puncak-puncak yang ditemukan sebelum 44 jam dapat diakibatkan oleh pengotor abu ampas tebu. Dari penelitian sebelumnya, umumnya posisi puncak difraksi ( $2\theta$ ) pada  $7,2^\circ$ ;  $16,0^\circ$ ;  $23,5^\circ$  dan  $32,0^\circ$ . Nilai  $2\theta$  bervariasi tergantung pada ukuran kristal, orientasi, dan komposisi bahan dari zeolite NaA. Dan standard acuan difraksi untuk zeolite NaA mengacu pada JCPDS File #97-002-49-01 (Sharma et al., 2012b).

### 3.4. Fourier Transform Infra-Red (FTIR) Zeolite NaA

Karakteristik menggunakan FTIR secara umum dilakukan dengan mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam zeolite A tersebut Sharaswati dkk. (Sharma et al., 2012a; Saraswati, 2015). Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan infra merah yang karakteristik disekitar panjang gelombang 300 – 1200  $\text{cm}^{-1}$ .



Gambar 6. Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis Zeolit NaA Menurut Waktu Metode Hidrotermal



Gambar 7. Hasil Karakterisasi FTIR Zeolit NaA (Sharma et al., 2012a)

Hasil FTIR pada Gambar 6 menunjukkan, perbandingan spektra zeolit pada waktu 24 jam dan 48 jam. Daerah serapan yang dihasilkan waktu 24 jam pada bilangan gelombang 603,91  $\text{cm}^{-1}$  dan waktu 48 jam menghasilkan gelombang 609,43  $\text{cm}^{-1}$ , menunjukkan karakter zeolite analsim merupakan ikatan vibrasi dari tetrahedral T-O (T =Si/ Al). Selanjutya gelombang serapan yang dihasilkan pada waktu 24 jam adalah 965,51  $\text{cm}^{-1}$  dan waktu 48 jam pada bilangan 969,00  $\text{cm}^{-1}$ , menunjukkan adanya karakter zeolit vibrasi asimetri stretching untuk ikatan T-O. Hasil gelombang pada waktu 24 jam adalah 3284,41  $\text{cm}^{-1}$  dan waktu 48 jam adalah 3275,99  $\text{cm}^{-1}$ , menunjukkan adanya streaching dari kelompok O-H.

Standar uji FTIR dari penelitian sebelumnya (Gambar 7), menunjukkan spektrum inframerah yang memperlihatkan tipe dan jumlah ikatan senyawa yang terdapat pada zeolite NaA. Terdapat beberapa puncak inframerah yang menunjukkan karakteristik zeolite NaA sebagai berikut: Puncak pada 3400-3600  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan OH (hydroxyl); puncak pada 1600-1700  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan  $\text{CO}_3^{2-}$  (carbonate); puncak pada 880-1000  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan Si-O-Si (silikat); puncak pada 650-800  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan Al-O-Si (aluminosilikat). Dan puncak-puncak inframerah dapat berbeda tergantung pada komposisi dan kondisi zeolite NaA yang diuji

#### IV. KESIMPULAN

Telah dilakukan sintesis zeolite dari bahan komersial SiO<sub>2</sub>(88,3%) dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(97,5%) yang terkonfirmasi dengan uji XRF. Zeolite NaA yang disintesis dengan variasi komposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:SiO<sub>2</sub> dengan suhu hidrotermal 100C dengan variasi waktu 24 jam dan 48 jam, telah berhasil dibuat. Hasil konfirmasi dengan uji XRD menunjukkan adanya kandungan natrium silikat dan natrium alumina silikat. Dengan adanya pola pucak-puncak, yang menunjukkan puncak difraksi dari kedua bahan tersebut. Demikian halnya dengan analisis dengan FTIR terkonfirmasi terdapat penyerapan yang terjadi pada bilangan gelombang 603,91 cm<sup>-1</sup> dan 609,43 cm<sup>-1</sup> menunjukkan karakter zeolite analsim ikatan vibrasi dari tetrahedral T-O (T =Si/Al), gelombang 965,51 cm<sup>-1</sup> dan 969,00 cm<sup>-1</sup> menunjukkan karakter zeolit vibrasi asimetri stretching untuk ikatan T-O, dan bilangan gelombang 3284,41 cm<sup>-1</sup> dan 3275,99 cm<sup>-1</sup>, menunjukkan adanya streaching dari kelompok O-H.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah et al. (2019) 'Pyrolysis of palm oil using zeolite catalyst and characterization of the boil-oil', *Green Processing and Synthesis*, 8(1), pp. 649–658. Available at: <https://doi.org/10.1515/gps-2019-0035>.
- Algieri, C. and Drioli, E. (2021) 'Zeolite membranes: Synthesis and applications', *Separation and Purification Technology*, 278, p. 119295. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119295>.
- Andarini, N., Haryati, T. and Lutfia, Z. (2018) 'Synthesis of Zeolite A From Coal Fly Ash with Variation of Si/ Al Molar Ratio', *Jurnal Ilmu Dasar*, 19(2), p. 105. Available at: <https://doi.org/10.19184/jid.v19i2.5910>.
- Atikah, W.S. (2017) 'Karakterisasi zeolit alam gunung kidul teraktivasi sebagai media adsorben pewarna tekstil', *Arena Tekstil*, 32(1). Available at: <https://doi.org/10.31266/at.v32i1.2650>.
- Deviani, S.S. and Mahatmanti, F.W. (2018) 'Sintesis dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Sekam Padi Menggunakan Metode Hidrotermal'.
- Dikshit, A.K. et al. (2022) 'Synthesis of mesoporous phase materials via Sol-gel process using Indian cementitious raw material', *Materials Today: Proceedings*, 62, pp. 1132–1138. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.04.326>.
- Evans, J.D. and Coudert, F.-X. (2017) 'Predicting the Mechanical Properties of Zeolite Frameworks by Machine Learning', *Chemistry of Materials*, 29(18), pp. 7833–7839. Available at: <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.7b02532>.
- Fadliah, F. et al. (2021) 'Analysis of the Zeolite Size Effect on the Content of Chemical Compounds in Acid Activated Natural Zeolite', *Journal of Earth Energy Science, Engineering, and Technology*, 4(3). Available at: <https://doi.org/10.25105/jeeset.v4i3.10227>.
- Fauzy, R. et al. (2018) 'Effect of Silica Composition from Rice Husk Ash on The Performace of Absorbing Electromagnetic Wave on Composite of Unsaturated Polyester Resins/Silica', *Jurnal ILMU DASAR*, 19(1), p. 7. Available at: <https://doi.org/10.19184/jid.v19i1.6336>.
- Hao, J. et al. (2021) 'Effects of Zeolite as a Drug Delivery System on Cancer Therapy: A Systematic Review', *Molecules*, 26(20), p. 6196. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules26206196>.
- Hanifah, R., Puryanti, D. and Muttaqin, A. (2018) 'Pembuatan Zeolit Sodalit dari Abu Dasar Batubara dengan Variasi Konsentrasi Larutan NaAlO<sub>2</sub> menggunakan Metode Peleburan Alkali Hidrotermal', *Jurnal Fisika Unand*, 7(3), pp. 228–232. Available at: <https://doi.org/10.25077/jfu.7.3.228-232.2018>.
- Irawati, U., Sunardi and Suraida (2013) 'Sintesis dan karakterisasi gamma alumina (γ-al<sub>2</sub>o<sub>3</sub>) dari kaolin asal tatakan, kalimantan selatan berdasarkan variasi temperatur kalsinasi', 8(1).
- Khaleque, A. et al. (2020) 'Zeolite synthesis from low-cost materials and environmental applications: A review', *Environmental Advances*, 2, p. 100019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.envadv.2020.100019>.
- Khalkhali, M., Ghorbani, A. and Bayati, B. (2019) 'Study of adsorption and diffusion of methyl mercaptan and methane on FAU zeolite using molecular simulation', *Polyhedron*, 171, pp. 403–410. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.poly.2019.07.038>.
- Liu, Y. et al. (2020) 'Adsorption and biodegradation of sulfamethoxazole and ofloxacin on zeolite: Influence of particle diameter and redox potential', *Chemical Engineering Journal*, 384, p. 123346. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.123346>.
- M, A., Mansur, M. and Subaer, S. (2020) 'Pengaruh temperatur dan komposisi kimia terhadap sintesis zeolite-y berbasis lempung dan abu sekam padi', *Jurnal Sains dan Pendidikan Fisika*, 16(3), p. 251. Available at: <https://doi.org/10.35580/jspf.v16i3.15803>.
- Madhu, J. et al. (2022) 'Rubik's cube shaped organic template free hydrothermal synthesis and characterization of zeolite NaA for CO<sub>2</sub> adsorption', *Fuel*, 317, p. 123492. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2022.123492>.

- de Magalhães, L.F., da Silva, G.R. and Peres, A.E.C. (2022) 'Zeolite Application in Wastewater Treatment', *Adsorption Science & Technology*. Edited by M.R.R. Kooh, 2022, pp. 1–26. Available at: <https://doi.org/10.1155/2022/4544104>.
- Mahesh, M. et al. (2018) 'Zeolite Farming: A Sustainable Agricultural Prospective', *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, 7(05), pp. 2912–2924. Available at: <https://doi.org/10.20546/ijcmas.2018.705.340>.
- Miteva, A. and Stoyanova, V. (2020) 'Zeolites application in terrestrial and space industry – a review', *Aerospace Research in Bulgaria*, 32, pp. 209–223. Available at: <https://doi.org/10.3897/arb.v32.e17>.
- Moisés, M.P. et al. (2013) 'Synthesis of zeolite NaA from sugarcane bagasse ash', *Materials Letters*, 108, pp. 243–246. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2013.06.086>.
- Montalvo, S. et al. (2020) 'Application of zeolites for biological treatment processes of solid wastes and wastewaters – A review', *Bioresource Technology*, 301, p. 122808. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.122808>.
- Moshoeshoe, M., Obuseng, V. and Nadiye-Tabbiruka, M.S. (2017) 'A Review of the Chemistry, Structure, Properties and Applications of Zeolites', *American Journal of Materials Science*, 7(5), pp. 196–221.
- Moshoeshoe, M., Tabbiruka, M.S.N. and Obuseng, V. (2017) 'Zeolites, Zeolite crystal structure, Zeolite applications, Zeolite properties', *American Journal of Materials Science* [Preprint].
- Ngapa, Y.D. (2017) 'Study of The Acid-Base Effect on Zeolite Activation and Its Characterization as Adsorbent of Methylene Blue Dye', *JKPK (Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia)*, 2(2), p. 90. Available at: <https://doi.org/10.20961/jkpk.v2i2.11904>.
- Reháková, M. et al. (2004) 'Agricultural and agrochemical uses of natural zeolite of the clinoptilolite type', *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8(6), pp. 397–404. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2005.04.004>.
- Saraswati, I. (2015) 'Zeolite-A Synthesis from Glass', 23.
- Shamzhy, M. et al. (2019) 'New trends in tailoring active sites in zeolite-based catalysts', *Chemical Society Reviews*, 48(4), pp. 1095–1149. Available at: <https://doi.org/10.1039/C8CS00887F>.
- Sharma, P. et al. (2012a) 'Organic additive free synthesis of mesoporous naoncrystalline NaA zeolite using high concentration inorganic precursors', *Journal of Materials Chemistry*, 22(7), p. 2838. Available at: <https://doi.org/10.1039/c2jm14848j>.
- Sharma, P. et al. (2012b) 'Organic additive free synthesis of mesoporous naoncrystalline NaA zeolite using high concentration inorganic precursors', *Journal of Materials Chemistry*, 22(7), p. 2838. Available at: <https://doi.org/10.1039/c2jm14848j>.
- Su, Q. et al. (2021) 'Synthesis of NaA-zeolite microspheres by conversion of geopolymer and their performance of Pb (II) removal', *Applied Clay Science*, 200, p. 105914. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.clay.2020.105914>.
- Wongwichien, J. (2014) 'Synthesis and Use of Zeolite Na-A from Waste Sludge of Water Treatment Plant for Ammonium Removal', *Chiang Mai J. Sci.* [Preprint].
- Wozuk, A. and Franus, W. (2017) 'A Review of the Application of Zeolite Materials in Warm Mix Asphalt Technologies', *Applied Sciences*, 7(3), p. 293. Available at: <https://doi.org/10.3390/app7030293>.
- Yu, L. et al. (2017) 'In situ impregnation–gelation–hydrothermal crystallization synthesis of hollow fiber zeolite NaA membrane', *Microporous and Mesoporous Materials*, 244, pp. 278–283. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2016.10.047>.
- Zanin, E. et al. (2017) 'Adsorption of heavy metals from wastewater graphic industry using clinoptilolite zeolite as adsorbent', *Process Safety and Environmental Protection*, 105, pp. 194–200. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.psep.2016.11.008>.