



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**OPTIMASI KONDISI OPERASI PADA PEMBENTUKAN *SOL-GEL* ALUMINOSILIKAT MENGGUNAKAN *JET BUBBLE COLUMN* UNTUK EFISIENSI RUTE PEMBUATAN ZSM-5**

**SKRIPSI**

**DANNY RADITYO**

**0806456442**

**FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA**

**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA**

**DEPOK**

**JULI 2012**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**OPTIMASI KONDISI OPERASI PADA PEMBENTUKAN *SOL-GEL* ALUMINOSILIKAT MENGGUNAKAN *JET BUBBLE COLUMN* UNTUK EFISIENSI RUTE PEMBUATAN ZSM-5**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana**

**DANNY RADITYO**

**0806456442**

**FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA**

**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA**

**DEPOK**

**JULI 2012**

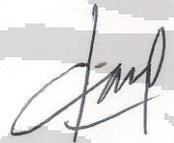
## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,  
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk  
telah saya nyatakan dengan benar**

**Nama : Danny Radityo**

**NPM : 0806456442**

**Tanda Tangan :**



**Tanggal : 2 Juli 2012**

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Danny Radityo

NPM : 0806 456 442

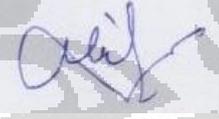
Program Studi : Teknik Kimia

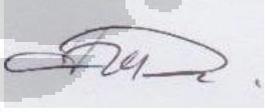
Judul Skripsi : Optimasi Kondisi Operasi Pada Pembentukan *Sol-Gel*  
Aluminosilikat Menggunakan *Jet Bubble Column* Untuk  
Efisiensi Rute Pembuatan ZSM-5

**Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Indonesia**

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ir. Setiadi, M.Eng 

Penguji : Dr. Ir. Sukirno, M.Eng 

Penguji : Bambang Heru S., ST., MT 

Penguji : Ir. Rita Arbianti, MSi 

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 2 Juli 2012

## KATA PENGANTAR

Pui dan Syukur kami panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena berkat segala rahmat dan penyertaanNya, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan sebaik-baiknya.

Skripsi dengan judul **“Optimasi Kondisi Operasi Pada Pembentukan Sol-Gel Aluminosilikat Menggunakan Jet Bubble Column Untuk Efisiensi Rute Pembuatan ZSM-5”** ini disusun sebagai salah satu prasyarat dalam menyelesaikan studi program sarjana pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Dalam penulisan skripsi ini, penulis sadar akan bantuan dan dukungan yang telah diberikan oleh berbagai pihak kepada penulis. Maka dari itu, penulis secara khusus ingin mengucapkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada:

1. Bapak Dr. Ir. Setiadi, M.Eng. selaku pembimbing Seminar atas segala ide, kritikan, serta sarannya kepada penulis.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo W.Purwanto, DEA selaku Ketua Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
3. Bapak Dr. Ir. Nelson Saksono, MT. selaku Pembimbing Akademik penulis.
4. Orang tua yang telah memberikan dukungan hingga saat ini.
5. Rezhi Ramadhia Putra, Eko Prasetya, Pindonta Meliala, Dessy, Hendri, dan Arifin yang telah membantu dalam pencarian sumber serta rekan-rekan mahasiswa Teknik Kimia 2008 atas semua kerjasamanya.
6. Serta berbagai pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu untuk segala kontribusinya.

Penulis berharap bahwa makalah ini dapat berguna suatu saat kelak bagi setiap orang yang membacanya. Kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan oleh penulis agar untuk mencapai hasil yang lebih baik lagi.

Depok, Juli 2012

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS  
AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Danny Radityo

NPM : 0806456442

Program Studi : Teknik Kimia

Departemen : Teknik Kimia

Fakultas : Teknik

Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

OPTIMASI KONDISI OPERASI PADA PEMBENTUKAN *SOL-GEL*  
ALUMINOSILIKAT MENGGUNAKAN *JET BUBBLE COLUMN* UNTUK  
EFISIENSI RUTE ZSM-5

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 2 Juli 2012

Yang menyatakan



(Danny Radityo)

## ABSTRAK

Nama : Danny Radityo  
Program Studi : Teknik Kimia  
Judul : Optimasi Kondisi Operasi Pada Pembentukan *Sol-Gel* Aluminosilikat Menggunakan *Jet Bubble Column* Untuk Efisiensi Rute Pembuatan ZSM-5

Penggunaan zeolit sebagai katalis terutama katalis ZSM-5 telah banyak diterapkan hampir di semua industri. Pengembangan akan sintesis ZSM-5 terus dilakukan. Pada penelitian terdahulu, *sol-gel* yang dihasilkan memerlukan waktu *aging* yang lama (5 hari), suhu pemanasan yang tinggi (160 °C), dan belum optimalnya pengamatan terhadap *gel* yang terbentuk yakni komposisi Si/Al, perolehan (*yield*), dan morfologi. Penelitian ini dititikberatkan pada pembentukan *sol-gel* dengan memvariasikan kondisi operasi menggunakan *Jet Bubble Column* serta tidak dilakukan pemanasan dengan hasil waktu pembentukan *sol-gel* selama 3 hari, persebaran Si-Al yang merata, dan perolehan *yield* sebesar 50.18 %.

Kata Kunci:  
ZSM-5, *sol-gel*, *Jet Bubble Column*

## ABSTRACT

Name : Danny Radityo  
Study Program : Chemical Engineering  
Judul : Optimization Operating Condition at The Aluminosilicate Sol-Gel Forming Using Jet Bubble Column to Efficiency ZSM-5 Synthesis Route

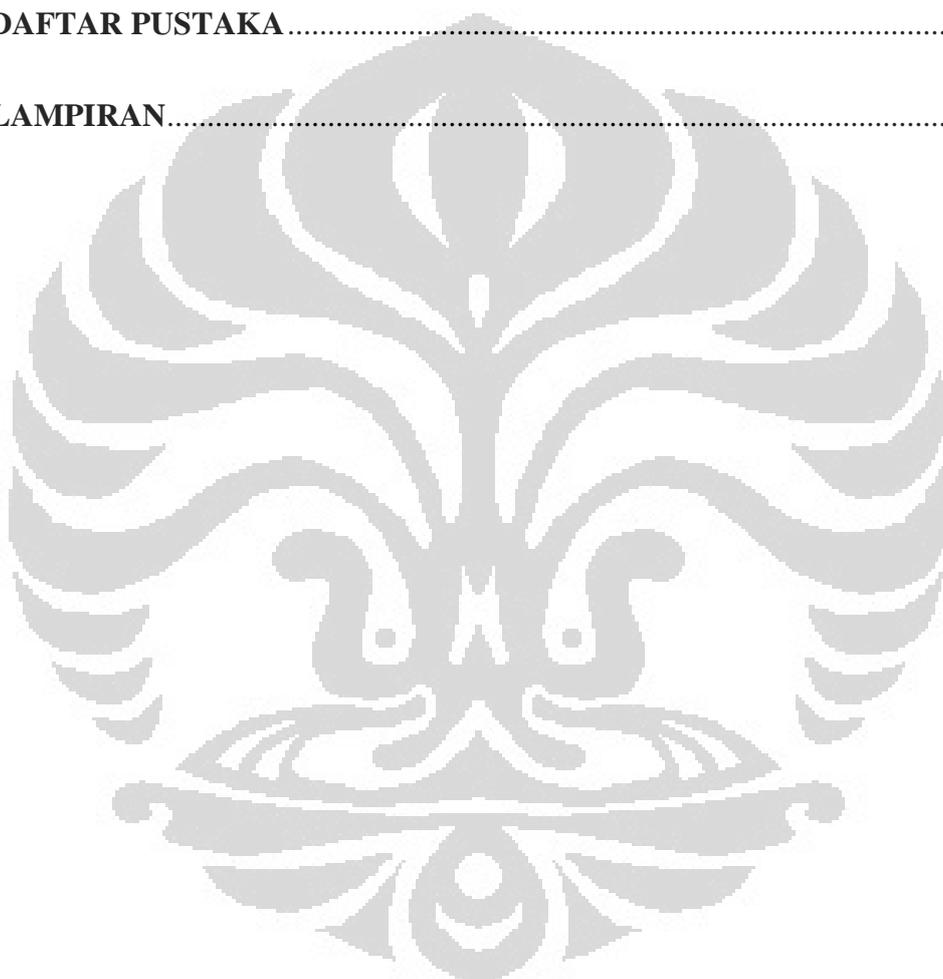
Using zeolite as a catalyst especially ZSM-5 have already applied almost at all industry. Development of ZSM-5 synthesis have done continuously. In earlier research, sol-gel need a long aging period (5 days), high treatment temprature (160 °C) and have not observed yet some parameters such as Si/Al composition, yield, and morfology. In this research, we focus on sol-gel forming with different operating condition using Jet Bubble Column and without treatment. As a result is 3 days sol-gel forming time, homogeneous sol-gel, and 50.18% yield.

Key words:  
ZSM-5, sol-gel, Jet Bubble Column

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PRNYATAAN ORISINALITAS .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	v
ABSTRAK.....	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
<b>1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Sistematika Penulisan .....	4
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>6</b>
2.1 Zeolit ZSM-5 .....	6
2.2 Rute Sintesis ZSM-5 .....	7
2.3 Sumber Silika.....	7
2.3.1 Waterglass.....	8
2.4 Sumber Alumina .....	8
2.4.1 Tawas .....	8
2.5 Proses Pembentukan Sol-Gel.....	9
2.6 Reaksi Kondensasi Polimerisasi dan Polimerisasi-Depolimerisasi .....	10
2.7 Nukleasi .....	11
2.8 Konduktivimeter .....	13
2.9 <i>Jet Bubble Column</i> .....	13
<b>3. METODE PENELITIAN .....</b>	<b>15</b>
3.1 Diagram Alir Penelitian .....	15
3.2 Tahap Preparasi Sintesis Sol-Gel Aluminosilikat.....	15
3.3 Tahap Sintesis <i>Sol-Gel</i> Aluminosilikat .....	16
3.3.1 Alat-alat yang Digunakan .....	16
3.3.2 Bahan Baku yang Digunakan.....	16
3.3.3 Prosedur Sintesis Sol-Gel Aluminosilikat .....	17
3.3.4 Variabel Penelitian.....	18
3.4 Tahap Penyaringan, Pencucian, dan Pengeringan <i>Sol-Gel</i> .....	18
3.4 Tahap Karakterisasi Sol-Gel Aluminosilikat .....	19
3.5 Tahap Pengolahan dan Analisis Data .....	21
<b>4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>22</b>

4.1 Hasil Pengamatan Tahap Pembentukan Sol-Gel Aluminosilikat .....	23
4.1.1 Pengukuran Konduktivitas Sampel.....	23
4.1.2 Karakterisasi FTIR.....	28
4.1.3 Karakterisasi FESEM-EDX .....	29
4.1.4 Karakterisasi AAS .....	33
4.1.4 <i>Yield Sol-Gel</i> Aluminosilikat .....	33
<b>5. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>35</b>
5.1 Kesimpulan .....	35
5.2 Saran .....	35
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>36</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>38</b>

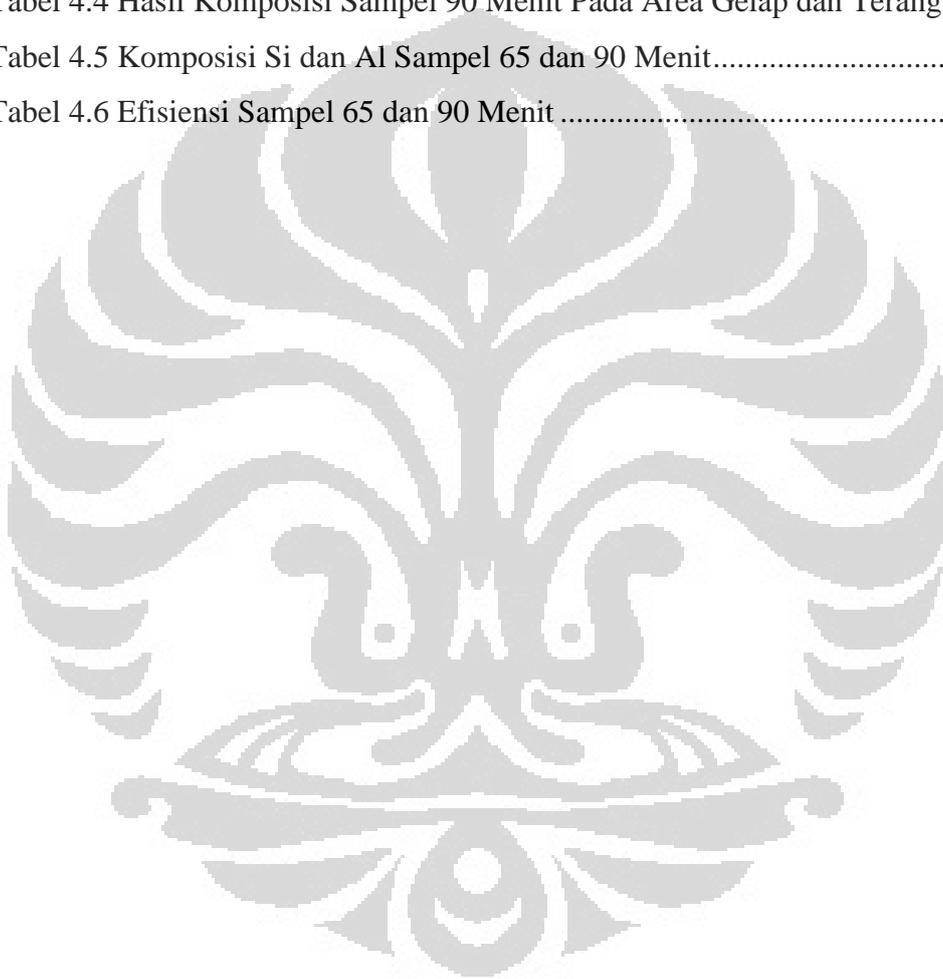


## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Rute Sintesis ZSM-5 .....	7
Gambar 2.2 Reaksi Kondensasi $\text{Si}(\text{OH})_4$ dan $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ .....	11
Gambar 2.3 <i>Framework</i> Si-O-Al .....	11
Gambar 2.4 Penampang <i>Jet Bubble Column</i> .....	14
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian .....	15
Gambar 3.2 Penampang <i>Jet Bubble Column</i> .....	16
Gambar 3.3 Skema Prosedur Sintesis ZSM-5.....	18
Gambar 3.4 Pengeringan <i>Sol-Gel</i> Menggunakan <i>Heater</i> .....	19
Gambar 4.1 Konduktivitas Selama <i>Gel-Aging</i> Hasil Pencampuran Waterglass dan Tawas Selama 90 Menit Menggunakan <i>Jet Bubble Column</i> .....	24
Gambar 4.2 Konduktivitas Selama <i>Gel-Aging</i> Hasil Pencampuran Waterglass dan Tawas Selama 65 Menit Menggunakan <i>Jet Bubble Column</i> .....	24
Gambar 4.3 Konduktivitas Selama <i>Gel-Aging</i> Hasil Pencampuran Waterglass dan Tawas Selama 40 Menit Menggunakan <i>Jet Bubble Column</i> .....	25
Gambar 4.4 Konduktivitas Selama <i>Gel-Aging</i> Hasil Pencampuran Waterglass dan Tawas Selama 20 Menit Menggunakan <i>Jet Bubble Column</i> .....	25
Gambar 4.5 Grafik Konduktivitas Per Hari .....	26
Gambar 4.6 Mekanisme Pembentukan <i>Sol-Gel</i> Aluminosilikat .....	27
Gambar 4.7 Peak FTIR Sampel 90 Menit.....	28
Gambar 4.8 Peak FTIR Sampel 65 Menit.....	29
Gambar 4.9 Hasil FESEM Sampel 65 Menit dengan Perbesaran: (a) 100 x. (b) 500x. (c) 1000x. (d) 5000x .....	30
Gambar 4.10 Hasil FESEM Sampel 90 Menit dengan Perbesaran: (a) 100 x. (b) 500x. (c) 1000x. (d) 5000x .....	31
Gambar 4.11 Sampel 65 Menit Area 1 (Kotak Merah) dan Area 2 (Kotak Hitam).....	32
Gambar 4.12 Sampel 90 Menit Area 1 (Kotak Merah) dan Area 2 (Kotak Hitam).....	32

## DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 <i>State of The Art</i> .....	2
Tabel 2.1 Komposisi kimia waterglass .....	8
Tabel 4.1 Rasio Mol Reaktan yang Digunakan .....	23
Tabel 4.2 Rincian Komposisi Reaktan yang Digunakan .....	23
Tabel 4.3 Hasil Komposisi Sampel 65 Menit Pada Area Gelap dan Terang .....	31
Tabel 4.4 Hasil Komposisi Sampel 90 Menit Pada Area Gelap dan Terang .....	32
Tabel 4.5 Komposisi Si dan Al Sampel 65 dan 90 Menit.....	33
Tabel 4.6 Efisiensi Sampel 65 dan 90 Menit .....	34



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan salah satu bahan kekayaan alam yang sangat bermanfaat bagi industri kimia di Indonesia. Zeolit terdiri dari dua macam yaitu zeolit alam dan sintetik. Zeolit alam sudah banyak dimanfaatkan sehingga jumlahnya semakin berkurang. Zeolit yang umum dipakai untuk proses di industri adalah zeolit sintetik, terutama ZSM-5. Zeolit umumnya digunakan sebagai *ion-exchanger*, *adsorbent*, *separation agents* dalam industri pengolahan limbah serta sebagai *water softening agents* dalam industri deterjen karena memiliki kemampuan yang tinggi sebagai *ion-exchange*. Zeolit juga diketahui memainkan peranan penting sebagai katalis asam pada industri pengolahan minyak bumi dan petrokimia, termasuk dalam reaksi perengkahan dan isomerisasi hidrokarbon. Penggunaan katalis ZSM-5 untuk konversi methanol telah dikomersialisasikan di New Zealand dengan skala besar (Campbell, 1988).

Saat ini Indonesia belum mampu memproduksi dan memenuhi sendiri kebutuhan akan katalis karena produksi katalis tidak dapat memenuhi skala produksi. Diketahui bahwa kebutuhan katalis di Indonesia diperkirakan mencapai sekitar US\$ 300 juta. Nilai ekonomi produk yang dihasilkan dapat mencapai US\$ 150.000 hingga US\$ 300.000 (500 hingga 1000 kali harga katalisnya). Hampir seluruh kebutuhan tersebut diimpor dan sebagian kecil saja yang diproduksi di Indonesia dengan lisensi dari luar negeri. Hingga saat ini, pengembangan katalis belum menjadi perhatian secara terpadu dari pemerintah, industri dan lembaga penelitian (Subagjo, 2005). Kemampuan membuat katalis sendiri tidak hanya akan membuat Indonesia mandiri secara teknologi, tapi juga ekonomi dan politik.

Mekanisme sintesis ZSM-5 belum sepenuhnya dimengerti hingga saat ini. Pengembangan penelitian pada mekanisme sintesis ZSM-5 mulai banyak dilakukan oleh banyak pihak tetapi penelitian yang ada belum mampu menjelaskan secara maksimal tentang nukleasi yang meliputi pengamatan terhadap pembentukan *sol-gel* yakni komposisi Si/Al, perolehan (*yield*), dan

morfologinya. Selain itu, pembentukan *sol-gel* masih memerlukan waktu yang sangat lama. Sebelumnya telah dilakukan sintesis ZSM-5 menggunakan sol silika sebagai sumber silika dan aluminium oksida sebagai sumber alumina serta TPABr sebagai template organik. Pembentukan kristal berlangsung selama 3-7 hari serta tidak ada pengamatan terhadap *sol-gel* (Rollman, 2000). Sintesis ZSM-5 lain menggunakan *template* etilendiamin (EDA) dimana struktur pori pada zeolit dapat terbentuk, tetapi padatan template masih menempel pada permukaan zeolit sehingga perlu ada proses pencopotan template. Pembentukan kristal pada penelitian ini berlangsung selama 33 jam dan tidak ada pengamatan mendetail terhadap *sol-gel* (Yue-ming and Wang-ming, 2004). Penggunaan *Cilicic acid* sebagai sumber silika dan *kaolin clay* sebagai sumber alumina serta Propanolamin sebagai *template* memerlukan waktu kristalisasi selama 7 hari pada sintesis ZSM-5 (Khatamian, 2007). Sintesis ZSM-5 juga pernah dilakukan dengan waktu pembentukan *sol-gel* selama 5 hari dan pembentukan kristal dalam waktu 48 jam serta belum melakukan pengamatan pada pembentukan *sol-gel* (Fatimah, 2009). Rangkuman *state of the art* adalah sebagai berikut.

**Tabel 1.1** *State of The Art*

Peneliti	Aspek Teknis			Aspek Ekonomis	
	Prosedur	Pengkajian Nukleasi dan Kristalisasi	Bahan Baku	<i>Template</i>	<i>Pre-treatment</i> Bahan Baku
Rollman (2000)	Cukup Rumit	-	Sol silika dan aluminium oksida (mahal)	TPABr (mahal)	Ada
Yue-ming and Wang ming (2004)	Cukup Rumit	-	TEOS dan natrium alumina (mahal)	TPAOH (mahal)	Ada

Peneliti	Aspek Teknis			Aspek Ekonomis	
	Prosedur	Pengkajian Nukleasi dan Kristalisasi	Bahan Baku	Template	Pre-treatment Bahan Baku
Khatamian <i>et al.</i> (2007)	Cukup Rumit	-	<i>Cilicic acid</i> dan kaolin <i>clay</i> (mahal)	Propanolamin (mahal)	Ada
Astrid (2009)	Sederhana	Ada (pengkajian kristalisasi)	<i>Waterglass</i> dan alumunium sulfat (murah)	Etilendiamin (EDA) (murah)	Ada
Penelitian ini	Sederhana (Menggunakan <i>Jet Bubble Column</i> )	Ada (pengkajian nukelasi)	<i>Waterglass</i> dan alumunium sulfat (murah)	Tanpa <i>Template</i>	Tidak dilakukan <i>Pre-treatment</i>

Penelitian ini difokuskan pada optimasi proses pembentukan *sol-gel* aluminosilikat pada rute sintesis ZSM-5. Proses pembentukan *sol-gel* aluminosilikat dilakukan menggunakan *Jet Bubble Column*. Dengan memvariasikan kondisi operasi dan menggunakan *Jet Bubble Column*, diharapkan mampu menghasilkan waktu pembentukan *sol-gel* yang lebih cepat, persebaran Si-Al yang merata, dan *yield* yang maksimal (ion terhidrat sisa seminimal mungkin).

## 1.2 Perumusan Masalah

Dalam upaya mencapai keberhasilan sintesis *sol-gel* aluminosilikat hal-hal yang perlu diperhatikan antara lain:

1. Waktu operasi *Jet Bubble Column* mana yang terbaik yang mempengaruhi waktu pembentukan *sol-gel* aluminosilikat, persebaran Si-Al yang merata, dan *yield* yang maksimal?
2. Berapakah waktu *gel-aging* yang optimum pada proses sintesis *sol-gel* aluminosilikat?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah

1. Mendapatkan sintesis *sol-gel* aluminosilikat dengan waktu pembentukan *sol-gel* yang lebih cepat, persebaran Si-Al yang merata, dan *yield* yang maksimal (ion terhidrat sisa seminimal mungkin) dengan memvariasikan waktu operasi menggunakan *Jet Bubble Column*.
2. Mendapatkan waktu *gel-aging* yang optimum pada proses sintesis *sol-gel* aluminosilikat.

### 1.4 Batasan Masalah

Penelitian ini dibatasi dengan permasalahan sebagai berikut

1. Sintesis *sol-gel* aluminosilikat dilakukan tanpa menggunakan *Structure Directing Agents* (SDA) organik.
2. Kondisi operasi yang divariasikan dalam penelitian ini antara lain waktu nukleasi menggunakan *Jet Bubble Column*.
3. Bahan baku yang digunakan dalam sintesis *sol-gel* aluminosilikat adalah *waterglass* ( $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$ ), aluminium sulfat (tawas).
4. Sintesis *sol-gel* aluminosilikat ini dilakukan dengan menggunakan *Jet Bubble Column*.
5. Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan SEM-EDX, FTIR, dan AAS.

### 1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika Penulisan terdiri dari:

## BAB 1 PENDAHULUAN

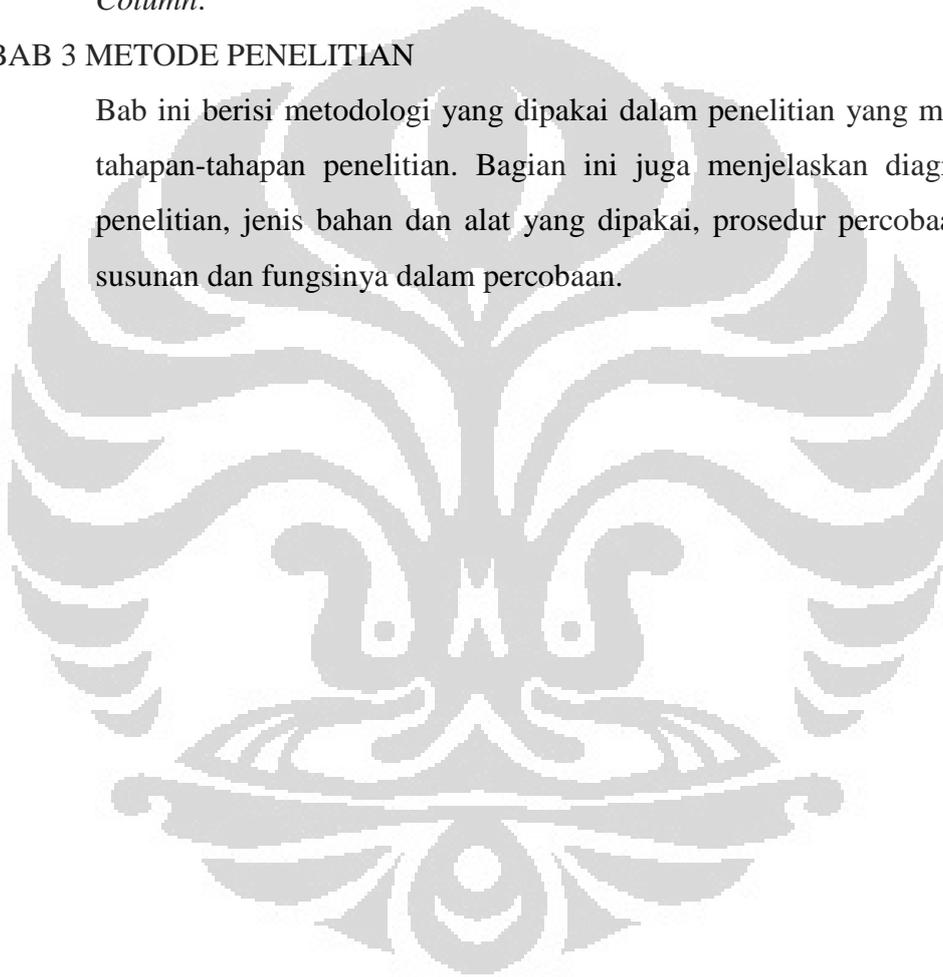
Bab ini berisi tentang pendahuluan secara umum yang mencakup latar belakang masalah, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

## BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi tentang informasi dan teori-teori yang mendukung penelitian pembuatan *sol-gel* aluminosilikat menggunakan *Jet Bubble Column*.

## BAB 3 METODE PENELITIAN

Bab ini berisi metodologi yang dipakai dalam penelitian yang mencakup tahapan-tahapan penelitian. Bagian ini juga menjelaskan diagram alir penelitian, jenis bahan dan alat yang dipakai, prosedur percobaan, serta susunan dan fungsinya dalam percobaan.



## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Zeolit ZSM-5

Zeolit ZSM-5 terbentuk melalui proses hidrotermal dengan kondisi ringan yang khas. Sifat zeolit ditentukan oleh kondisi sintetik yaitu konsentrasi reaktan, pH, waktu, dan temperatur, serta sifat-sifat dan konsentrasi yang ditambahkan. Faktor-faktor penting yang berpengaruh dalam sintesis zeolit adalah (Bhatia, 2000):

1. Sifat reaktan dan perlakuan awal
2. Pemuatan campuran reaktan dan perlakuan awal serta komposisi kimia keseluruhan
3. Kehomogenan dan heterogen campuran
4. pH campuran
5. Temperatur gel rendah
6. Penambahan aditif khusus
7. Temperatur dan tekanan

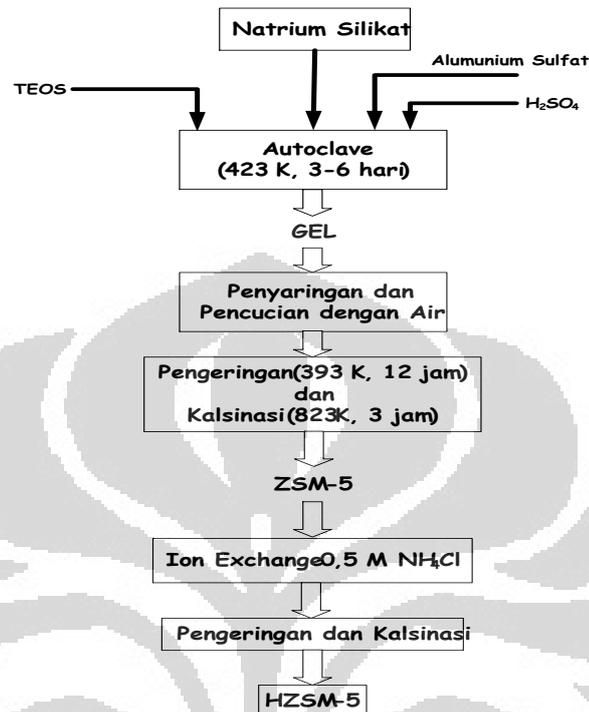
ZSM-5 merupakan zeolit sintetik yang mempunyai permukaan inti asam dan struktur jaringan pori yang luas serta homogen. Kemampuan ZSM-5 untuk mempercepat banyak reaksi sangat terkait dengan sifat keasamannya dan parameter penting ZSM-5 dapat dikontrol dengan rasio Si/Al.

Bahan baku pembuatan zeolit ZSM-5 adalah bahan yang mengandung silika dan aluminium. Kedua bahan baku ini jika diambil dari alam dan bahan logam tentunya mahal, namun dalam bentuk senyawa banyak diperoleh dan murah harganya. Silika dapat diperoleh dari bahan gelas/waterglass, dan aluminium dapat diperoleh dari tawas (Jansen, 1991), dan masih banyak bahan yang dapat digunakan untuk pembuatan zeolit sintetik.

#### 2.2 Rute Sintesis ZSM-5

Sintesis ZSM-5 ini diawali dengan pencampuran natrium silikat (*waterglass*) dan aluminium sulfat. Pencampuran dilakukan dalam sebuah

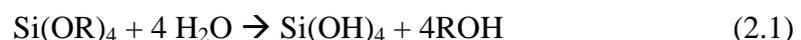
*autoclave* yang dilengkapi dengan pengaduk sehingga akan terbentuk *gel* yang kemudian dilakukan pencucian, pengeringan, kalsinasi, dan pertukaran ion (Bhatia, 2000). Diagram alir untuk sintesis katalis ZSM-5 sebagai berikut:



Gambar 2.1 Rute Sintesis ZSM-5(Bhatia, 2000)

### 2.3 Sumber Silika

Pada penelitian ini, sumber silika yang digunakan adalah *waterglass*. *Waterglass* akan dicampurkan air demineralisasi. Pada saat penambahan air demineralisasi, maka akan terjadi hidrolisis silika yang menghasilkan *silicic acid*  $\text{Si}(\text{OH})_4$ . Hidrolisis berlangsung pada pH basa melalui reaksi nukleofilik yang melibatkan ion  $\text{OH}^-$  dan  $\text{Si-O}^-$ . Hidrolisis merupakan proses menempelnya ion hidroksida pada inti logam. Penambahan air demineralisasi akan mengakselerasi proses hidrolisis  $\text{Si}(\text{OR})_4$ . Berikut skema reaksi hidrolisis yang terjadi (Bruckner, 1990):



### 2.3.1 Waterglass

Waterglas atau yang disebut dengan sodium metasilikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) merupakan senyawa yang dapat berbentuk cair atau padatan. Waterglass dapat digunakan pada campuran semen, *Passive Fire Protection* (PFP), tekstil, cairan pada pengeboran (untuk menstabilkan sumur bor), dan kegunaan lainnya.

Untuk mengetahui kandungan waterglass, telah dilakukan pengujian material waterglass oleh Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia dengan metode AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) dan *Gravity Metric*. Berdasarkan pengujian tersebut, didapatkan hasil sebagai berikut (Grajuantomo, 2008):

**Tabel 2.1** Komposisi Kimia Waterglass (Grajuantomo, 2008)

No.	Parameter	Hasil	Units	Metode
1	$\text{SiO}_2$	46.68	%	Gravimetric
2	$\text{Na}_2\text{O}$	48.02	%	AAS

Dengan kandungan silika (Si) yang tinggi maka pada penelitian ini, waterglass digunakan sebagai sumber silika untuk pembuatan *sol-gel* aluminosilikat. Selain itu, penggunaan bahan baku waterglass ini didasari oleh harganya yang relatif murah.

## 2.4 Sumber Alumina

### 2.4.1 Tawas

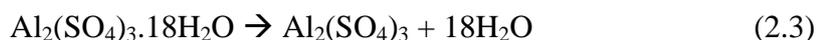
Senyawa tawas merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ . Senyawa ini dapat dijumpai dengan mudah di pasaran, bermanfaat dalam proses penjernihan air dan industri pencelupan atau pewarnan. Senyawa ini dibuat dengan mereaksikan bauksit dengan asam sulfat dengan reaksi sebagai berikut (Donaldson, 2000):



Jika tawas mengkristal akan menjadi  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  (Syukri, 1999).

Penelitian ini menggunakan tawas yang berbentuk kristal yaitu  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  sebagai sumber alumina. Larutan alumina dibuat dengan mencampurkan aluminium sulfat hidrat (tawas) dengan asam sulfat dan dilarutkan

dalam air demineralisasi. Tujuan penambahan asam sulfat adalah untuk memutus ikatan hidrat pada aluminium sulfat hidrat (Chatterjee, 2007).



Hal ini terjadi karena sifat asam sulfat yang asam sehingga terjadi pergerakan molekul yang bertambah cepat dengan pergerakan  $\text{H}^+$  dari asam sulfat. Energi tumbukan antar molekul ini mencapai energi aktivasi dari reaksi di atas sehingga terjadi reaksi anti-anhidrat seperti di atas. Proses pencampuran tawas dengan asam sulfat juga mempercepat laju reaksi di atas karena mempercepat tumbukan antar molekul dalam larutan tersebut. Kondisi larutan yang asam mengakselerasi proses disosiasi ionik  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  (Chatterjee, 2007).



Kemudian tawas dan asam sulfat diaduk dengan cepat. Efek difusivitas dari pencampuran membantu tingkat kelarutan spesi ion sehingga ion  $\text{Al}^{3+}$  akan bereaksi dengan ion  $\text{O}^{2-}$  membentuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



Kemudian larutan ini dicampur air demineralisasi sehingga menghasilkan aluminium hidroksida  $\text{Al}(\text{OH})_3$  (Chatterjee, 2007).



Konsentrasi asam sulfat yang digunakan cukup tinggi yakni 98% (18.4 M) dan dapat mengakibatkan reaksi kuat yang mengakibatkan spatula dari bahan logam akan terbakar menghasilkan karbon. Oleh karena itu, asam sulfat diencerkan terlebih dahulu hingga 7 M.

## 2.5 Proses Pembentukan *Sol-Gel*

Metode *sol-gel* merupakan salah satu metode preparasi yang paling luas penggunaannya karena kemampuannya dalam mengontrol tekstural dan sifat-sifat permukaan *mixed oxides*.

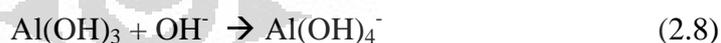
Sol merupakan suatu sistem yang memungkinkan spesies kimia padat tersuspensi stabil dalam larutan, sedangkan gel merupakan cairan yang terjebak dalam jaringan partikel padat. Pembentukan gel terjadi ketika sol terdestabilisasi. Keadaan sol yang tidak stabil ini juga dapat membentuk endapan spesies sol

sebagai partikel agregat maupun endapan sol sebagai partikel bukan agregat (Brinker, 1989).

Proses *sol-gel* dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti konsentrasi dan tipe prekursor yang digunakan, temperatur, bentuk geometri, dan ukuran bejana serta ada atau tidaknya pengadukkan. Pembentukan gel dari sol dapat berlangsung dalam beberapa detik hingga beberapa hari. Keuntungan proses *sol-gel* antara lain, materi yang terbentuk memiliki homogenitas dan kemurnian yang tinggi, proses pembentukan struktur dapat diatur, kondisi sintesis dapat divariasikan, serta dapat diaplikasikan untuk pembuatan katalis. Proses *sol-gel* meliputi reaksi hidrolisis dan kondensasi yang berlangsung lebih dominan dari tahapan yang lain (Brinker, 1989). Proses *sol-gel* dimulai dari melarutkan senyawa prekursor (misalnya alkoksida) dalam pelarut organik, kemudian dihidrolisis secara perlahan untuk memperoleh gel. Sol yang sedang membentuk gel ini dilapiskan ke permukaan padatan sebelum terhidrolisis sempurna kemudian dikalsinasi (Tjahjanto, 2001).

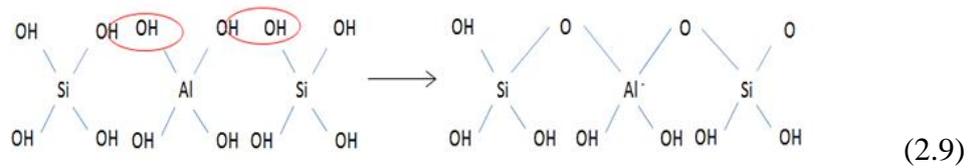
## 2.6 Reaksi Kondensasi Polimerisasi dan Polimerisasi-Depolimerisasi

Pencampuran larutan silika dan larutan alumina akan membentuk *sol-gel* aluminosilikat dan terjadi perubahan pH yang cukup drastis pada masing-masing larutan. Larutan silika akan mengalami penurunan pH sedangkan larutan alumina akan mengalami kenaikan pH. Kondisi ini memberikan efek tertentu pada masing-masing larutan. Kenaikan pH menyebabkan aluminium oksida,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  yang terkandung dalam larutan alumina berubah menjadi anion  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  (Harvey and Dent Glasser Lesley, 1989)



Pembentukan *sol-gel* (*gel* aluminosilikat) terjadi melalui dua mekanisme yakni reaksi hidrolisis kondensasi polimerisasi dan proses polimerisasi-depolimerisasi (Harvey and Dent Glasser Lesley, 1989). Kedua mekanisme ini dapat berlangsung secara simultan atau dapat juga terjadi melalui dua mekanisme berbeda yang terpisah satu sama lain. Ketika larutan silika yang mengandung monomer  $\text{Si}(\text{OH})_4$  dicampurkan ke dalam larutan alumina yang mengandung anion  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  maka akan terjadi reaksi kondensasi yang diikuti polimerisasi

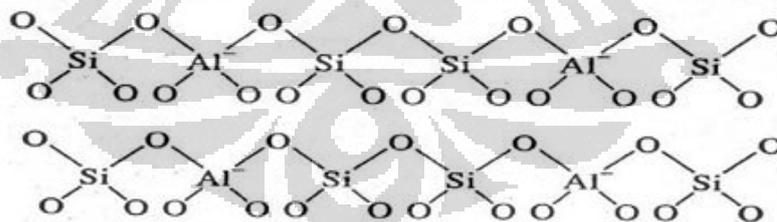
menghasilkan ikatan Si-O-Al yang merupakan *building block* bagi ZSM-5. Berikut reaksi-reaksi yang terjadi saat pencampuran larutan:



**Gambar 2.2** Reaksi Kondensasi  $\text{Si}(\text{OH})_4$  dan  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  (Harvey and Dent Glasser Lesley, 1989)

Reaksi kondensasi di atas terjadi pada dua monomer silika dan satu monomer alumina. Pada saat kedua larutan dicampurkan akan ada ratusan monomer silika dan alumina yang bereaksi kondensasi. Reaksi kondensasi tidak hanya terjadi secara menyamping seperti yang diilustrasikan pada gambar di atas tetapi juga terjadi pada molekul OH yang berada pada bagian bawah sehingga semua ion hidrogen pada *framework* silika akan tertarik oleh anion hidroksil dari *framework* alumina menghasilkan  $\text{H}_2\text{O}$  (Harvey and Dent Glasser Lesley, 1989).

Kemudian,  $\text{O}^-$  pada *framework* silika yang tidak stabil akibat tertariknya ion hidrogen oleh anion hidroksil dari *framework* alumina, akan menstabilkan diri dengan membentuk ikatan Al sehingga *framework* Al bermuatan negatif. Demikian seterusnya hingga terbentuk *framework* Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-Al. Reaksi kondensasi ini diikuti dengan reaksi polimerisasi sehingga menghasilkan *framework* ikatan Si-O-Al seperti berikut:



**Gambar 2.3** *Framework* Si-O-Al (Harvey and Dent Glasser Lesley, 1989)

## 2.7 Nukleasi

Nukleasi merupakan proses terbentuknya nukleat-nukleat yang akan mengawali proses pertumbuhan kristal. Nukleat tersebut dapat dikatakan juga sebagai inti kristal dan dapat mengalami pertumbuhan yang semakin besar atau

tidak tumbuh sama sekali dan tetap menjadi nukleat. Beberapa hal penting dalam proses nukleasi diantaranya (Breck, 1974):

1. Laju reaksi meningkat seiring dengan peningkatan proses *undercooling* atau dengan kata lain seiring dengan kenaikan kestabilan. Namun viskositas menurun seiring dengan peningkatan proses penurunan temperatur (*undercooling*).
2. Proses nukleasi tidak dapat diamati pada periode inkubasi.
3. Peningkatan waktu inkubasi dapat berubah secara signifikan oleh adanya sedikit saja perubahan komposisi.

Mekanisme nukleasi pada sistem cair-padat dapat dibagi menjadi dua kategori (Breck, 1974):

- Nukleasi Primer

- a. Nukleasi homogen

Proses nukleasi berlangsung pada fasa cair dimana pencampuran reaktan-reaktan untuk mensintesis zeolit akan menghasilkan suatu larutan homogen yang didalamnya dapat terinisiasi proses nukleasi pada kondisi yang tepat.

- b. Nukleasi heterogen

Proses nukleasi berasal dari larutan *gel amorphous*. Pencampuran reaktan-reaktan untuk sintesis akan menghasilkan suatu larutan gel yang terdiri dari dua fasa yakni cair dan padat. Nukelat-nukleat yang terbentuk umumnya jumlahnya lebih banyak karena berasal dari fasa cair dan padat. Pada proses *gel aging* maka akan memungkinkan nukleat pada fasa gel berkontak dengan fasa cair. Hal ini sangat baik untuk mempercepat proses nukleasi dan pertumbuhan kristal (kristalisasi). Namun, bila proses *aging* ini dilakukan terlalu lama maka kemungkinan nukleat yang terbentuk akan terlarut bersama fasa cair dan akan mempengaruhi proses nukleasi dan kristalisasi. Akan tetapi, proses ini lebih diminati dibandingkan nukleasi homogen.

- Nukleasi Sekunder

Nukleasi sekunder dipercepat oleh kehadiran kristal induk pada fasa yang sama dan terjadi dengan energi aktivasi yang lebih rendah daripada nukleasi primer. Kristal induk dapat berupa benih yang ditambahkan saat proses sintesis. Mekanisme nukleasi sekunder diinduksi oleh beberapa hal diantaranya *fluid*

*shear*, *contact breeding*, dan *fracture*. Nukleasi sekunder dapat dipicu dengan cara agitasi atau pengadukan menggunakan stirer.

## 2.8 Konduktivimeter

Konduktivitas merupakan kemampuan material untuk menghantarkan arus listrik. Unit pengukuran yang biasa digunakan adalah micro-Siemens per centimeter ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ). Karena muatan ion dalam larutan dapat menimbulkan arus listrik maka konduktivitas larutan sebanding dengan konsentrasi ionnya. Konduktivimeter perlu dilakukan kalibrasi sebelum digunakan untuk pengukuran. Ukuran larutan kalibrasi adalah  $1413 \mu\text{S}/\text{cm}$ . Jika angka yang tertera tidak sesuai angka itu maka perlu dilakukan kalibrasi.

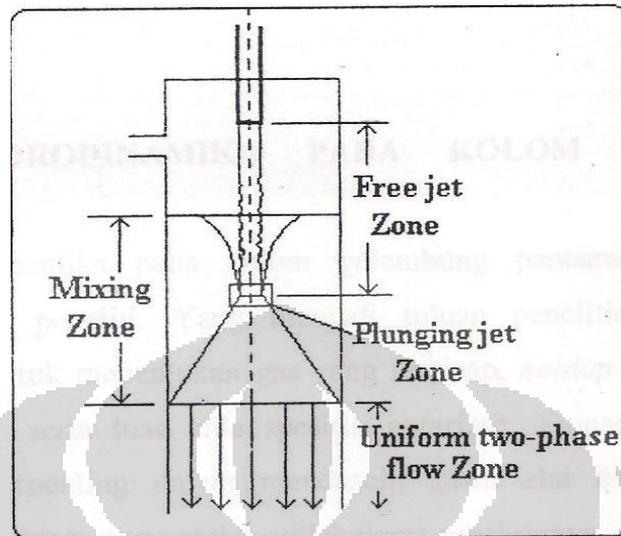
Sel konduktivitas terdiri dari dua elektroda (platinum) yang disambungkan ke alat pengukur (*meter*). *Meter* akan mengukur hambatan listrik pada larutan. Untuk menghindari perubahan hambatan karena reaksi kimia (mengakibatkan efek polarisasi pada elektroda) maka digunakan arus AC (Anonym). Elektroda konduktivimeter harus dibersihkan sebelum pergantian pengukuran sampel. Air demineralisasi dapat digunakan untuk membersihkannya karena nilai konduktivitasnya rendah yaitu di bawah  $5 \mu\text{S}/\text{cm}$ .

Pada penelitian, konduktivimeter digunakan untuk mengamati proses *gel-aging* setiap harinya. Semakin sedikit konsentrasi ion yang terdapat dalam fasa cair, maka semakin baik karena berarti konsentrasi ion telah terlarut dalam fasa padat (*gel*). *Gel-aging* dikatakan sudah optimum ketika nilai konduktivitas sudah stabil karena berarti hal ini menunjukkan ion-ion sudah terlarut dalam fasa *gel*.

## 2.9 Jet Bubble Column

*Jet Bubble Column* merupakan alat yang berfungsi sebagai alat kontak antara fasa gas dan fasa cair. Alat ini juga dapat digunakan untuk kontak antara fasa cair dan fasa cair. Prinsipnya adalah fasa gas akan terhisap turun melalui lubang cairan stagnan berbentuk seperti terompet yang diakibatkan oleh tumbukan pancaran. Tumbukan akan mengakibatkan pecahnya lapisan film cairan sehingga gas-gas terperangkap dalam cairan yang berbentuk seperti gelembung. Tumbukan

tersebut dapat membentuk pusaran eddy (Ito, 2000) sehingga demikian tidak diperlukan lagi alat pengaduk.



**Gambar 2.4** Penampang Jet Bubble Column (Ito, 2000)

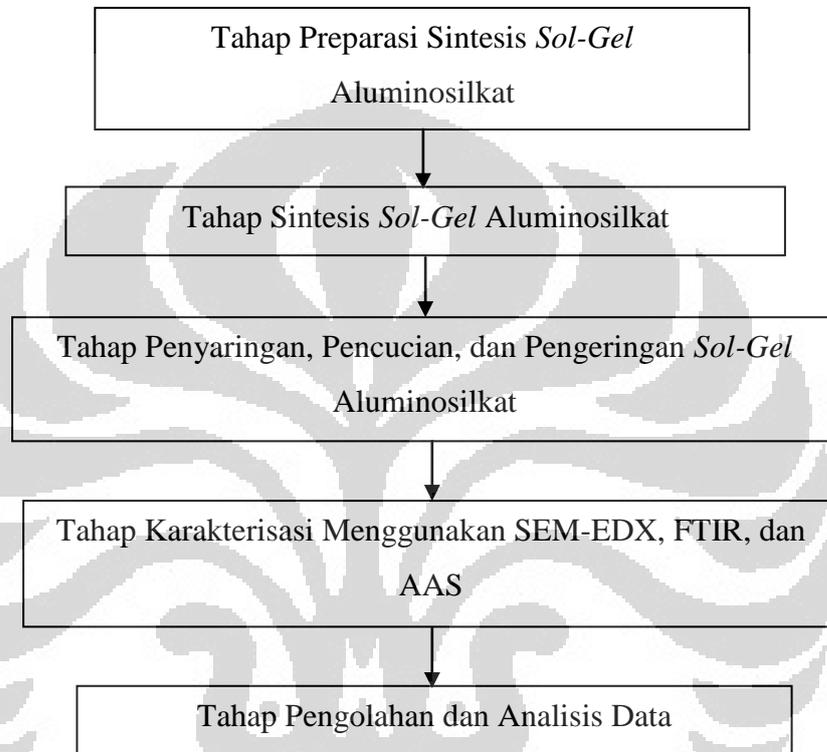
Hal ini terjadi pula pada pencampuran antara *waterglass* dan air demineralisasi dimana partikel *waterglass* akan terhidrolisis membentuk ion-ion terhidrat sebagai *primary building block* dan secara homogen tersebar di seluruh fasa cair. Dengan terbentuknya gelembung dalam fasa cair dapat mengurangi tingginya viskositas campuran koloid dan mempermudah terbentuknya *sol-gel* yang sangat homogen. Disamping itu homogenitas yang sempurna akan mempermudah atau mempercepat terbentuknya fasa *sol-gel* dari reaksi kondensasi dan polimerisasi dari ion-ion terhidrat tersebut sehingga proses nukleasi akan lebih cepat.

## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Berikut adalah diagram alir penelitian



**Gambar 3.1.** Diagram Alir Penelitian

#### 3.2 Tahap preparasi Sintesis *Sol-Gel* Aluminosilikat

Tahap preparasi ini meliputi penentuan metode atau teknik sintesis yang akan digunakan, penentuan variasi kondisi operasi saat sintesis *sol-gel* aluminosilikat, penentuan dan pengadaan bahan baku untuk reaktan pada proses sintesis *sol-gel* aluminosilikat serta penentuan massa atau komposisi bahan baku yang digunakan sebagai reaktan awal. Selain itu, pada tahap ini akan dilakukan perangkaian alat *Jet Bubble Column*.

### 3.3 Tahap Sintesis *Sol-Gel* Aluminosilikat

Sintesis *sol-gel* aluminosilikat dilakukan dengan waktu nukleasi menggunakan *Jet Bubble Column*. Parameter kondisi optimum yang digunakan adalah nilai konduktivitas. Nilai yang rendah menunjukkan rendahnya jumlah ion yang terlarut dalam fasa cair yang mengindikasikan bahwa ion telah terlarut ke fasa *gel*.

#### 3.3.1 Alat-alat yang Digunakan Pada Sintesis *Sol-Gel* Aluminosilikat

1. *Jet Bubble Column* untuk proses pembentukan *sol-gel*.
2. Neraca analitik untuk menimbang massa reaktan.
3. Spatula untuk pengadukan pada proses pencampuran reaktan.
4. Gelas *Beaker* (500 ml) sebagai wadah untuk pencampuran reaktan.
5. Kertas saring untuk memisahkan padatan (*gel*) dan larutan.
6. Gelas ukur untuk menghitung volume reaktan yang diinginkan.
7. *Hot Plate* untuk pengeringan *sol-gel*.
8. Konduktivimeter untuk mengetahui konduktivitas campuran.

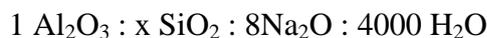


Gambar 3.2 *Jet Bubble Column*

#### 3.3.2 Bahan Baku yang Digunakan

Bahan baku yang digunakan antara lain: *waterglass* ( $\text{Na}_2\text{O} = 48.02\%$ ,  $\text{SiO}_2 = 46.68\%$ ) yang berfungsi sebagai sumber silika,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  (Tawas)

yang berfungsi sebagai sumber alumina, dan air demineralisasi (H<sub>2</sub>O) yang berfungsi sebagai agen mineralisasi dan pelarut. Sintesis *sol-gel* aluminosilikat dilakukan dengan menggunakan komposisi reaktan dengan perbandingan mol sebagai berikut (Yue-ming and Wang-ming, 2004):



\*keterangan : x = variabel bebas

Dalam penelitian ini akan digunakan rasio mol Si/Al sebesar 100.

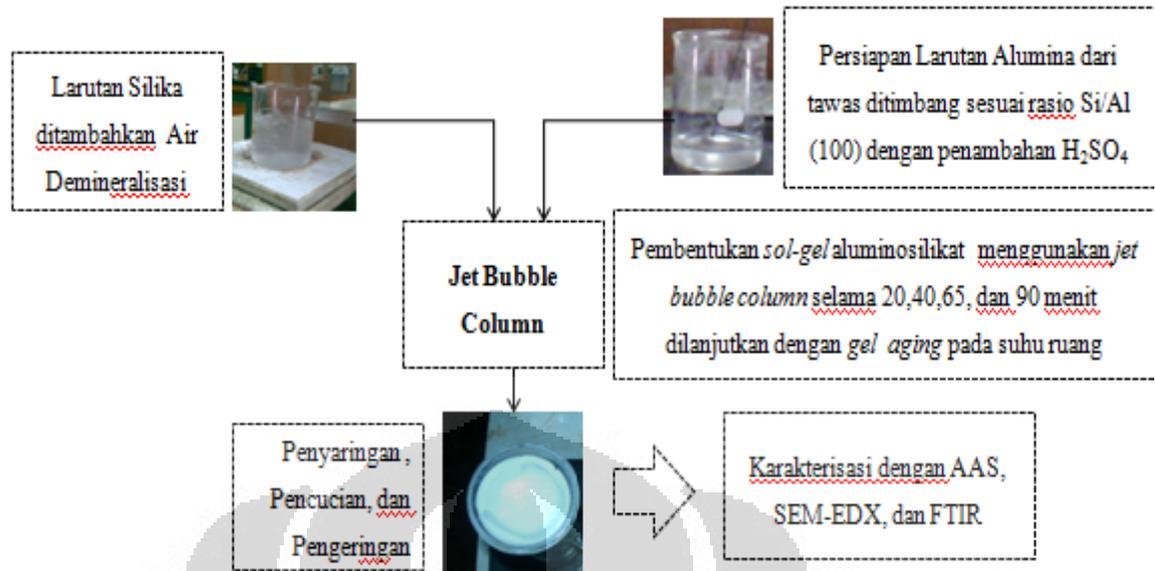
### 3.3.3 Prosedur Sintesis *Sol-Gel* Aluminosilikat

Prosedur sintesis *sol-gel* aluminosilikat adalah sebagai berikut:

1. *Waterglass* sebagai sumber silika dicampur air demineralisasi sebagai agen mineralisasi dan pelarut sehingga membentuk larutan (larutan A).
2. Melarutkan Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>.18H<sub>2</sub>O ke dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan menambah air demineralisasi sehingga membentuk larutan (larutan B).
3. Mencampurkan larutan A dan larutan B ke dalam *Jet Bubble Column*.
4. Mengkondisikan waktu pencampuran dalam *Jet Bubble Column* selama 20, 40, 65, dan 90 menit.
5. Membiarkan larutan agar terbentuk *gel* (*gel-aging*)
6. Melakukan pengukuran konduktivitas menggunakan konduktivimeter untuk melihat jumlah ion yang terbentuk di fasa cair.
7. Melakukan penyaringan, pencucian, dan pengeringan gel. Penyaringan bertujuan untuk memisahkan padatan gel dengan larutan cair menggunakan kertas saring.
8. Pengeringan gel dilakukan pada suhu 90-100 °C untuk mendapatkan padatan berupa serbuk (*powder*).

Sintesis *sol-gel* aluminosilikat ini merupakan bagian dari rute sintesis ZSM-5 (Gambar 2.1). Efisiensi rute sintesis ZSM-5 dilakukan hingga pada tahap penyaringan, pencucian, dan pengeringan *gel*. Pencampuran dilakukan dengan *Jet Bubble Column* dan tanpa pemanasan.

Skema prosedur sintesis *sol-gel* aluminosilikat dapat dilihat pada gambar 3.2 di bawah ini:



**Gambar 3.3** Skema Prosedur Pembentukan *Sol-Gel* Aluminosilikat

### 3.3.4 Variabel Penelitian

Variabel yang diamati pada penelitian ini antara lain:

#### 1. Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah perolehan (*yield*) pada fasa padat (*gel*) tinggi. *Yield* merupakan parameter untuk menentukan waktu nukleasi menggunakan *Jet Bubble Column* dan waktu *gel-aging* yang optimum untuk kondisi sintesis *sol-gel* aluminosilikat.

#### 2. Variabel Bebas

Variasi waktu operasi menggunakan *Jet Bubble Column*. Variasi yang digunakan adalah 20, 40, 65, dan 90 menit.

### 3.4 Penyaringan, Pencucian dan Pengeringan *Sol-Gel*

*Sol-gel* yang telah terbentuk lalu disaring menggunakan kertas saring dan corong *buchner* untuk mendapat fasa padat dan cairnya. Kemudian padatan yang telah disaring, dicuci dengan menggunakan air demineralisasi agar pengotor-pengotor yang tidak diinginkan terpisah dari padatan. Padatan gel kemudian dikeringkan menggunakan heater pada suhu 90-100 °C selama beberapa jam (2-3 jam) untuk menghilangkan kandungan air dalam padatan *sol-gel* sehingga dihasilkan padatan dalam bentuk bubuk kering.



**Gambar 3.4** Pengeringan Sol-Gel Menggunakan *Heater*

### 3.5 Tahap Karakterisasi *Sol-Gel* Aluminosilikat

#### a. Karakterisasi SEM-EDX

Untuk melihat morfologi permukaan sampel (*sol gel*) yang meliputi pola persebaran konsentrasi Aluminium (Al) dan Silikon (Si) dan dapat dilihat melalui presentase massa atom dalam suatu luasan area *sol gel*. Pada SEM, sinyal yang diolah merupakan hasil deteksi dari *secondary electron* yang merupakan elektron yang berpindah dari permukaan sampel. SEM dipakai untuk mengetahui struktur mikro suatu material meliputi tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel. Morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran, dan susunan partikel. Dengan EDX, sinar-x diemisikan dan transisi elektron dari lapisan kulit atom. Dengan mendeteksi tingkat energi yang dipancarkan dari sinar-x dan intensitasnya maka dapat diketahui atom-atom penyusun material dan presentase massanya.

#### b. Karakterisasi FTIR

Untuk melihat kemungkinan terbentuknya ikatan antar logam pada partikel padat. Prosedur analisis FTIR adalah sebagai berikut:

1. Aktifkan *software winfirst*, dan lakukan *scanning* pada saat keadaan FTIR belum terisi sampel.
2. Oleskan sampel yang akan diuji pada wadah kaca di dalam FTIR.
3. Lakukan *scanning* sampel menggunakan *software*.
4. Hasil *scanning* dapat dilihat pada tampilan layar komputer.

#### c. Karakterisasi AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*)

Untuk menentukan komposisi ion logam pada fasa larutannya. Prosedur analisis AAS adalah sebagai berikut:

1. Larutan standar dibuat dalam berbagai konsentrasi yang diketahui, kemudian diukur absorbansinya untuk setiap konsentrasi.
2. Dari kurva kalibrasi tersebut, didapatkan nilai slope kurva yang merupakan nilai K.
3. Pertama-tama ambil sebagian sampel yang akan dicari konsentrasinya dengan volume yang diketahui. Pada larutan sampel pertama tidak ditambahkan apapun dan diukur absorbansinya ( $A_x$ ). Lalu, pada sampel kedua dengan volume yang sama ditambahkan larutan standar dengan konsentrasi dan volume yang diketahui. Kemudian, diukur absorbansi dari campuran larutan sampel dan standar tersebut ( $A_T$ ).
4. Setelah itu dibuat kurva kalibrasi antara  $A_T$  dan  $C_s$  (konsentrasi larutan standar) sehingga nantinya diperoleh nilai K. Penentuan konsentrasi logam dalam larutan sampel dapat menggunakan persamaan :

$$A_x = \frac{KV_x}{V_T} \quad (3.1)$$

$$A_T = \frac{KV_x C_x}{V_T} + \frac{KV_s C_s}{V_T} \quad (3.2)$$

dimana  $A_x$  = absorbansi pada sampel,  $A_T$  = absorbansi pada campuran sampel dan standar,  $V_x$  = volume sampel,  $V_s$  = volume standar, dan  $C_s$  = konsentrasi standar. Jika kedua persamaan diatas dikombinasikan, didapat persamaan:

$$C_s = \frac{A_x}{A_T - A_x} \times \frac{V_s C_s}{V_x} \quad (3.3)$$

Grafik yang terbentuk antara  $A_T$  dan  $C_s$  merupakan garis linier sehingga grafik tersebut dapat diekstrapolasikan menjadi  $A_T = 0$ . Jika disubstitusikan ke persamaan di atas menjadi:

$$C_x = \frac{-C_s (V_s)_0}{V_x} \quad (3.4)$$

dimana  $C_x$  merupakan konsentrasi sampel dan  $(V_s)_0$  adalah volume standar yang diekstrapolasikan. Penggunaan metode adisi standar cenderung mengimbangi variasi-variasi yang disebabkan oleh interferensi spektral dan kimia dalam larutan analit.

### 3.6 Tahap Pengolahan dan Analisis Data

Pemantauan terhadap proses *sol-gel* dengan menggunakan *Jet Bubble Column* dipantau dengan mengamati terbentuknya ukuran gel selama proses pertumbuhannya (*gel-aging*). Parameter untuk memonitor perkembangan dari pembentukan *sol-gel* antara lain dengan melihat tingkat kekeruhan fasa *cair* dan mengukur konduktivitas fasa *cair*. Prosedur teknik pembuatannya *sol-gel* diawali dengan operasi *Jet Bubble Column* dengan berbagai waktu operasinya.

Dari hasil monitoring proses pembuatan *sol-gel*, maka bisa dipastikan keberhasilannya dan akan didapatkan sampel padatan *sol-gel* terbaik dan sisa larutannya untuk dikarakterisasi dengan menggunakan SEM-EDX (untuk melihat tingkat homogenitas atom Si dan Al dan komposisi padatan *gel*), AAS (untuk mengecek kandungan sisa ion logam pada larutan), dan FTIR (untuk melihat ikatan antar partikel atom).

Dari sampel padatan *sol-gel* terbaik tersebut akan didapat persentase massa atom setiap komposisi di beberapa area sampel dengan menggunakan EDX. Dengan menggunakan SEM akan terlihat persebaran Si/Al pada *sol-gel* yang terbentuk, apakah Si/Al tersebar merata atau berkumpul di suatu titik saja. Konsentrasi masing-masing atom diperlihatkan dengan gradasi warna yang ada.

Dari AAS, dapat ditentukan komposisi ion logam pada fasa larutannya. Dari hasil AAS, akan dibandingkan komposisi Si/Al awal dengan komposisi Si/Al pada fasa gel serta akan dihitung efisiensinya dan dapat dilihat apakah *yield* yang dihasilkan tinggi atau tidak. *Yield* dikatakan tinggi jika ion terhidrat yang tersisa berjumlah sedikit (seminimal mungkin) di dalam larutan.

Sampel dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui ikatan yang terbentuk. Panjang gelombang menunjukkan ikatan yang terbentuk. Gugus OH akan berada pada range 3600-3400  $\text{cm}^{-1}$  (Benito and Gayubo, 1996), Si-OH berada pada sekitar 880  $\text{cm}^{-1}$ , dan Al-OH pada 915-895  $\text{cm}^{-1}$  (Saikia and Parthasarathy, 2010).

## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, dalam proses pembentukan *sol-gel* aluminosilikat terjadi nukleasi heterogen dimana partikel *waterglass* dan tawas akan terhidrolisis membentuk ion-ion terhidrat sebagai *primary building block* dan secara homogen tersebar di seluruh fasa cair. Penggunaan *Jet Bubble Column* menghasilkan gelembung dalam fasa cair dan mengurangi tingginya viskositas campuran koloid sehingga mempermudah terbentuknya *sol-gel* yang sangat homogen pada proses nukleasi ini. Disamping itu, homogenitas yang sempurna akan mempermudah atau mempercepat terbentuknya fasa *gel* dari reaksi kondensasi dan polimerisasi dari ion-ion terhidrat tersebut sehingga proses nukleasi akan lebih cepat.

Proses *gel-aging* diamati setiap harinya menggunakan konduktivimeter untuk menentukan waktu optimum *gel-aging*. *Gel-aging* yang terlalu lama akan mengakibatkan nukleat yang sudah terbentuk terlarut kembali pada fasa *cair*.

Larutan akan keluar dari bawah untuk kemudian di *suction* oleh pompa dan akan dikembalikan dari atas, sehingga terjadi pencampuran dan pusaran di *Mixing Zone* (Gambar 2.3). Tumbukan tersebut dapat membentuk pusaran eddy (Ito, 2000) sehingga demikian tidak diperlukan lagi alat pengaduk.

Sintesis *sol-gel* aluminosilikat dilakukan tanpa *pre-treatment waterglass*. Sintesis dilakukan dengan memvariasikan waktu pencampuran dalam *Jet Bubble Column* dengan rasio Si/Al yang tetap pada reaktan yaitu rasio 100. Tujuan variasi ini adalah untuk mencari waktu pencampuran optimum untuk mendapatkan laju pembentukan *sol-gel* yang lebih cepat, kualitas *sol-gel* lebih homogen, dan perolehan *yield* yang tinggi (ion terhidrat sisa seminimal mungkin). Rasio yang digunakan adalah Si/Al = 100

**Tabel 4.1** Rasio Mol Reaktan yang Digunakan (Yue-ming and Wang-ming, 2004)

No.	Rasio Mol Reaktan			
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O
1	1	200	8	4000

Dengan menggunakan basis H<sub>2</sub>O sebesar 3500 gram, maka didapat perhitungan kebutuhan *waterglass*, tawas, dan air demineralisasi sebagai berikut

**Tabel 4.2** Rincian Komposisi Reaktan yang Digunakan

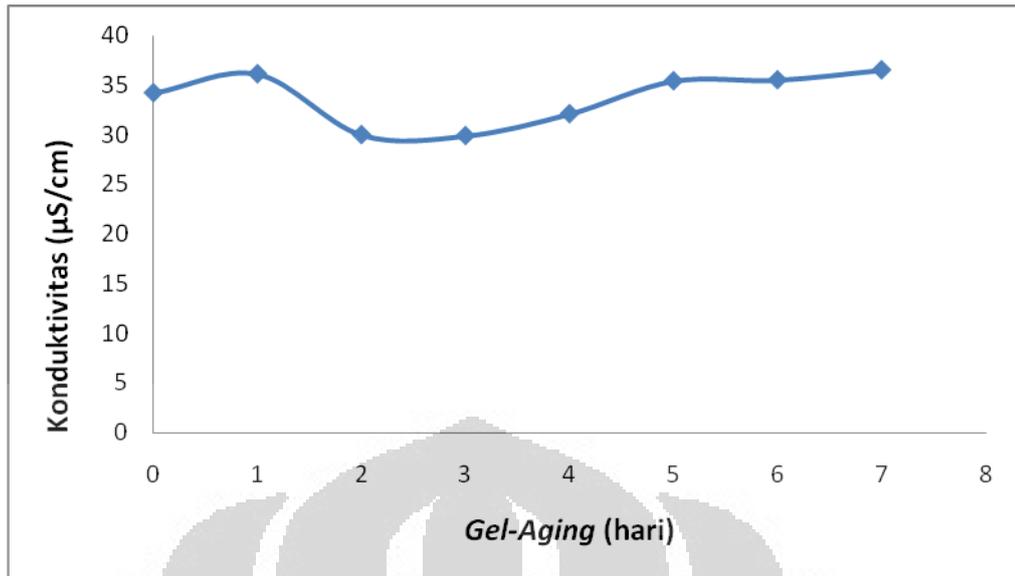
Rasio Mol SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Berat (gram)		Volume (ml)
	<i>Waterglass</i>	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> .18H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O
200	899.36	23.3	2500

#### 4.1 Hasil Pengamatan Tahap Pembentukan Sol-Gel Aluminosilikat

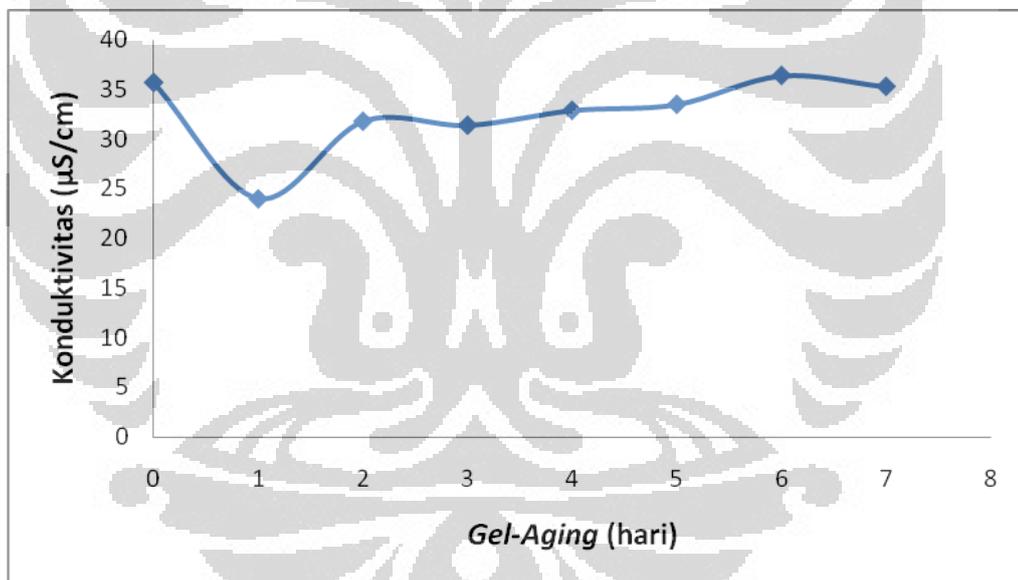
Proses pembentukan *Sol-Gel* Aluminosilikat merupakan proses yang sangat kompleks karena melibatkan banyak reaksi seperti reaksi kondensasi polimerisasi dan reaksi polimerisasi-depolimerisasi silika.

##### 4.1.1 Pengukuran Konduktivitas Sampel

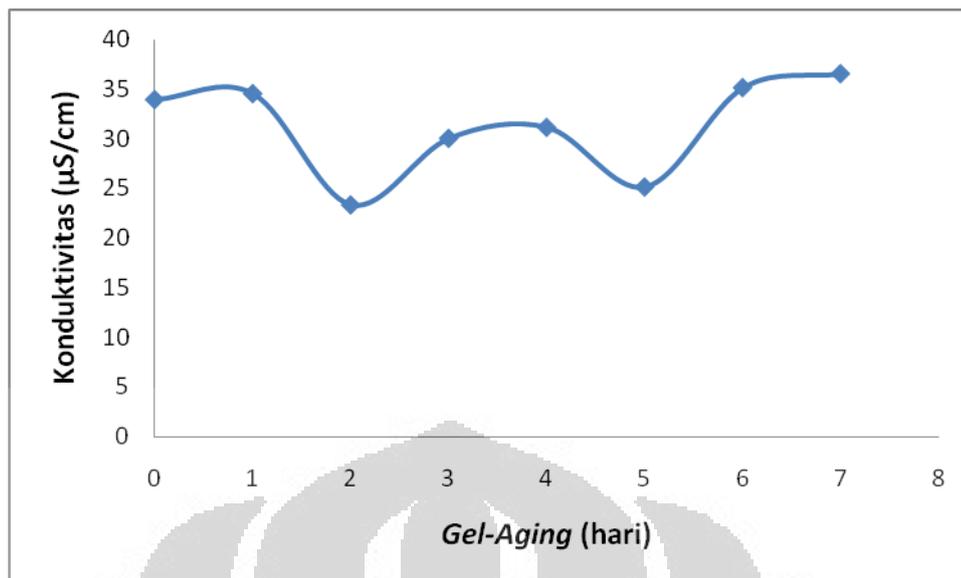
Setelah pencampuran menggunakan *Jet Bubble Column*, dilakukan pengukuran konduktivitas untuk mengetahui jumlah ion terhidrat yang terkandung dalam fasa cair. Pengukuran konduktivitas ini dilakukan saat *gel-aging*. Berikut adalah hasil konduktivitas yang dilakukan setiap hari:



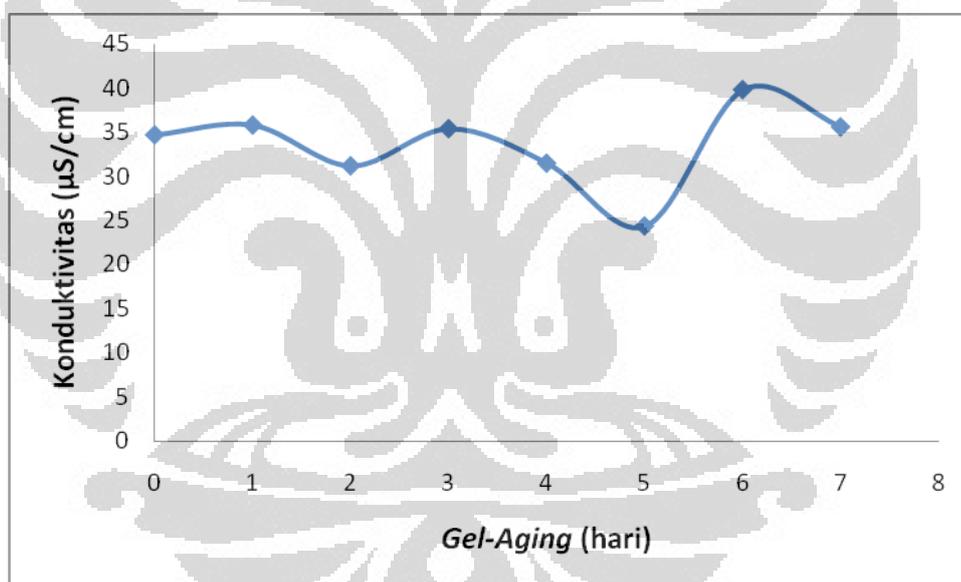
**Gambar 4.1** Konduktivitas Selama *Gel-Aging* Hasil Pencampuran Waterglass dan Tawas Selama 90 Menit Menggunakan *Jet Bubble Column*



**Gambar 4.2** Konduktivitas Selama *Gel-Aging* Hasil Pencampuran Waterglass dan Tawas Selama 65 Menit Menggunakan *Jet Bubble Column*



**Gambar 4.3** Konduktivitas Selama *Gel-Aging* Hasil Pencampuran *Waterglass* dan Tawas Selama 40 Menit Menggunakan *Jet Bubble Column*



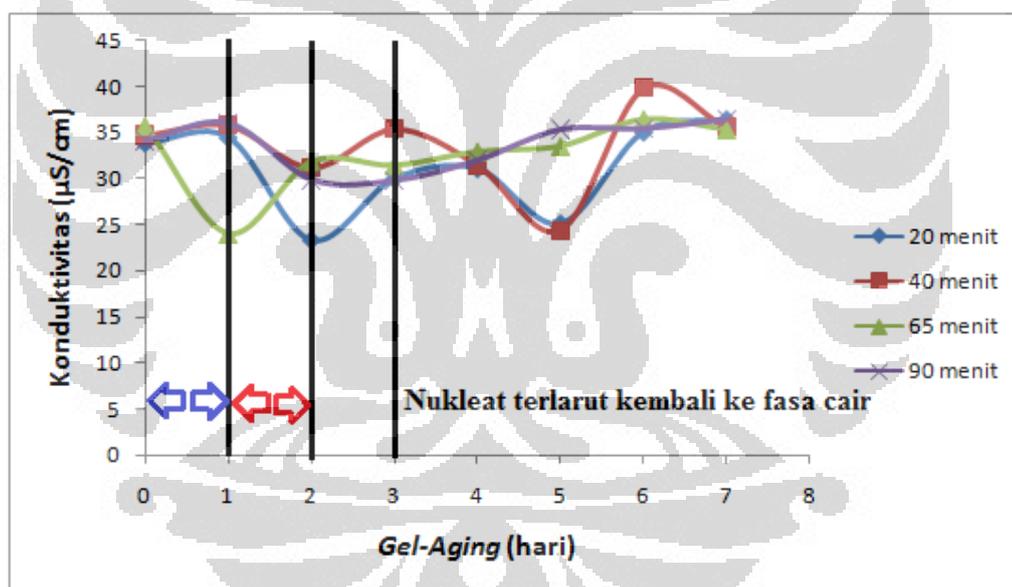
**Gambar 4.4** Konduktivitas Selama *Gel-Aging* Hasil Pencampuran *Waterglass* dan Tawas Selama 20 Menit Menggunakan *Jet Bubble Column*

Dari 4 grafik di atas, sampel 90 menit menunjukkan kestabilan dalam nilai konduktivitinya saat hari ke-6 *gel-aging*. Konduktivitas merupakan kemampuan material untuk menghantarkan arus listrik. Karena muatan ion dalam larutan dapat menimbulkan arus listrik maka konduktivitas larutan sebanding dengan konsentrasi ionnya. Semakin sedikit konsentrasi ion yang terdapat dalam fasa cair,

maka semakin baik karena berarti konsentrasi ion telah terlarut dalam fasa padat (*gel*).

Begitu pula pada sampel 65 menit dimana terjadi kestabilan nilai konduktivitas pada hari ke-2. Nilai konduktivitas hampir tidak berubah sampai hari ke-5 sebelum naik kembali pada hari ke-6 dan kembali stabil pada hari ke-7. Kestabilan ini mengindikasikan bahwa tidak ada lagi ion pada fasa cair yang terlarut pada fasa *gel*. Karena kestabilan nilai konduktivitasnya, sampel 65 menit dan 90 menit ini dianggap sebagai yang terbaik dan akan dilakukan karakterisasi untuk melihat morfologinya, kandungan Si dan Al pada fasa *gel*, kandungan Si dan Al pada fasa cair, dan ikatan yang terbentuk dalam *gel*.

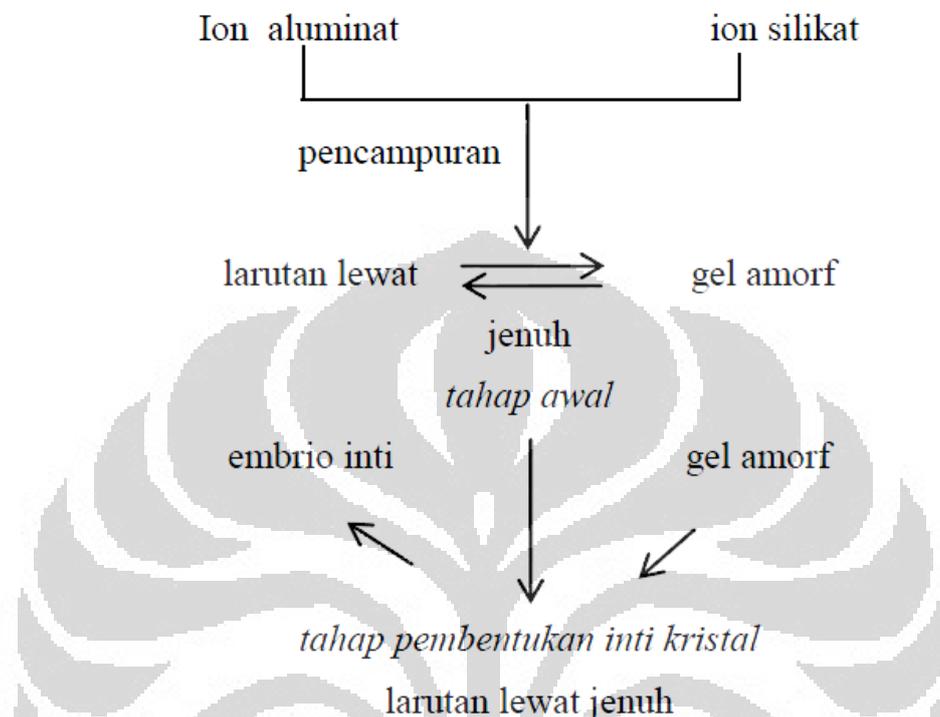
Sementara, pada sampel 40 menit dan 20 menit tidak menunjukkan kestabilan nilai konduktivitas hingga hari ke-7 sehingga kedua sampel ini tidak dimasukkan dalam karakterisasi.



**Gambar 4.5** Grafik Konduktivitas Per Hari

Dari grafik konduktivitas per hari, dapat diamati reaksi-reaksi yang terjadi. Pada area panah biru terjadi reaksi hidrolisis (Reaksi 4.1 dan 4.6), sampel 20, 40, dan 90 menit mengalami peningkatan tren konduktivitas yang berarti ada peningkatan jumlah ion. Pada area panah merah, sampel 20, 40, dan 90 menit mengalami peningkatan tren konduktivitas. Hal ini karena terjadi kondensasi dimana ion-ion akan terlarut di fasa *gel* sehingga jumlah ion pada fasa cair mengalami penurunan. Sampel 65 menit baru mengalami kenaikan (mengalami

hidrolisis) konduktivitas pada hari ke-2 lalu turun pada hari ke-3 (kondensasi) dan kemudian stabil setelah hari ke-3 yang mengindikasikan ion sudah terlarut pada fasa *gel*.

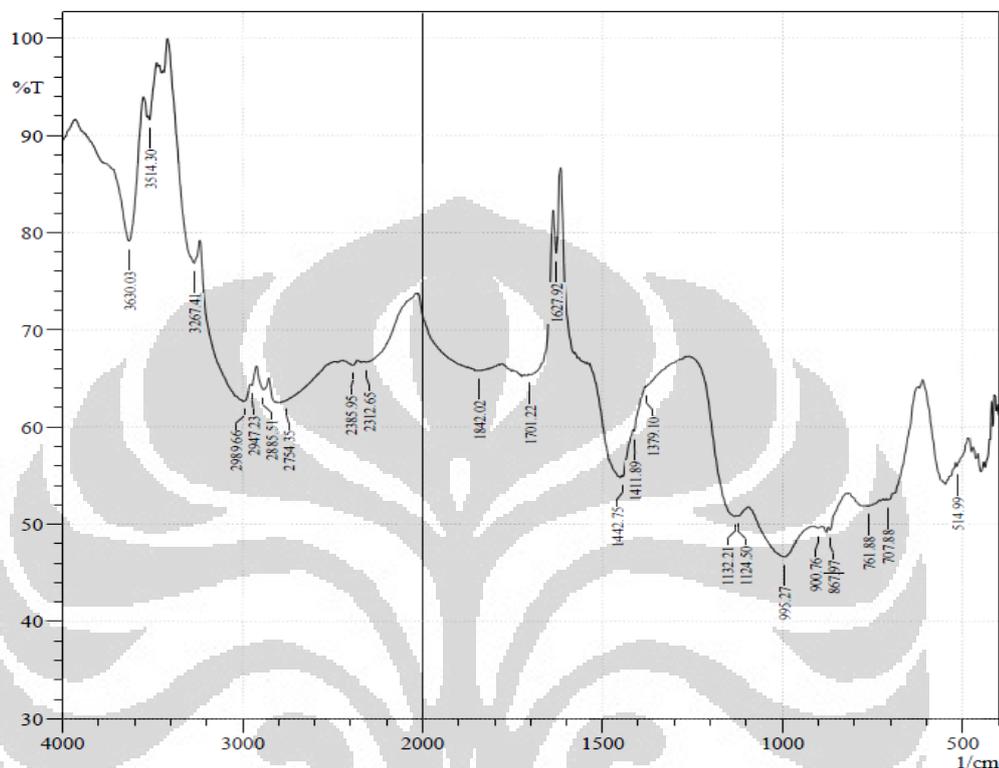


**Gambar 4.6** Mekanisme Pembentukan *Sol-Gel* Aluminosilikat (Sriatun, 2004)

Setelah pencampuran, terbentuk fasa padat (*gel amorf*) dan fasa larutan. Kedua fasa tersebut berada pada kesetimbangan. Ketika mengalami kesetimbangan, nilai konduktivitas akan stabil seperti pada sampel 65 menit dan 90 menit antara hari ke-2 dan ke-3. Setelah hari ke-3 mengalami pelarutan *gel* kembali ke fasa cair sehingga konduktivitas meningkat (ion terhidrat terlarut kembali ke fasa cair). *Gel amorf* akan larut dan mengalami penataan struktur kembali untuk membentuk spesies yang merupakan bibit inti kristal dan merupakan tahap nukleasi (Sriatun, 2004). Bila proses *gel-aging* ini dilakukan terlalu lama maka kemungkinan nukleat yang terbentuk akan terlarut bersama fasa cair dan akan mempengaruhi proses nukleasi. Dengan demikian, waktu *gel-aging* yang optimum adalah 3 hari karena setelah lewat dari 3 hari, ion akan terlarut kembali ke fasa cair yang ditandai dengan naiknya nilai konduktivitas.

### 4.1.2 Karakterisasi FTIR

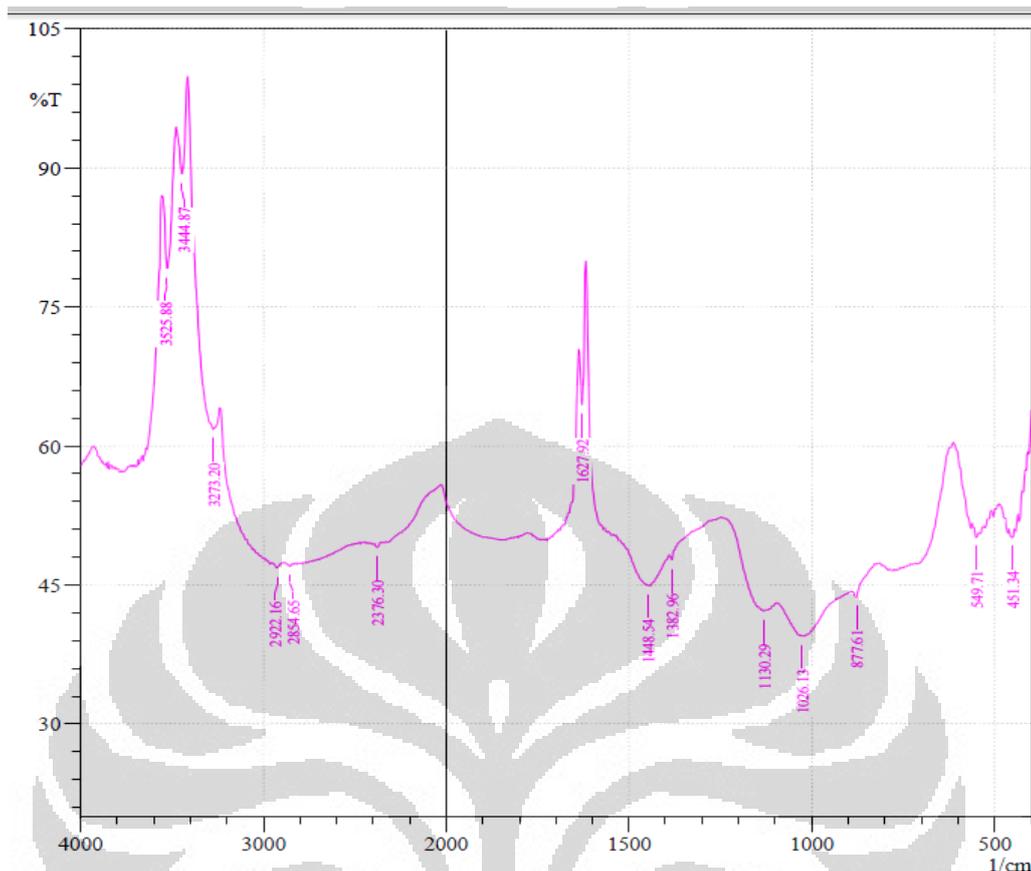
Pengukuran FTIR bertujuan untuk mengetahui adanya ikatan Si-OH dan Al-OH pada *sol-gel* aluminosilikat. Berikut adalah hasil spektra FTIR sampel yang diputar selama 90 menit menggunakan *Jet Bubble Column*.



**Gambar 4.7** Peak FTIR Sampel 90 Menit

Dari peak, terlihat bahwa gugus O-H terdapat pada frekuensi  $3514,3 \text{ cm}^{-1}$  (Benito and Gayubo, 1996), H-O-H dari air demineralisasi pada  $1627 \text{ cm}^{-1}$ , Si-OH terbentuk pada frekuensi  $867 \text{ cm}^{-1}$ , Si-O-Al pada  $1124 \text{ cm}^{-1}$  (Jakobsson, 2002) dan  $707 \text{ cm}^{-1}$  (Sinko et al., 1999), dan Al-OH pada  $900 \text{ cm}^{-1}$  (Saikia and Parthasarathy, 2010). Ikatan Si-O-Al yang terbentuk menandakan telah terbentuknya *building block* bagi ZSM-5. Dengan operasi *Jet Bubble Column* selama 90 menit, ikatan Si-O-Al dapat terbentuk. Hal ini menandakan bahwa kontak yang terus-menerus dari reaktan-reaktannya menyebabkan homogenitas yang sempurna sehingga mempermudah terjadinya reaksi kondensasi dan polimerisasi pada fasa *gel*.

Untuk hasil spektra FTIR sampel yang diputar menggunakan *Jet Bubble Column* selama 65 menit adalah sebagai berikut.

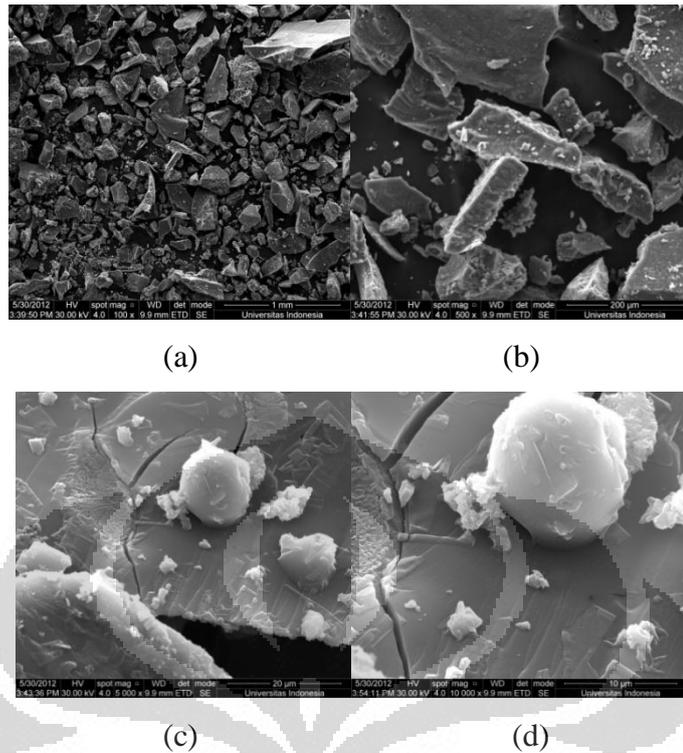


**Gambar 4.8** Peak FTIR Sampel 65 Menit

Dari peak, terlihat bahwa gugus O-H terdapat pada frekuensi  $3444,87 \text{ cm}^{-1}$  (Benito and Gayubo, 1996), ikatan H-O-H dari air demineralisasi pada  $1627 \text{ cm}^{-1}$ , ikatan Si-OH terbentuk pada frekuensi  $877 \text{ cm}^{-1}$ , Si-O-Al pada  $1026 \text{ cm}^{-1}$  (Jakobsson, 2002). Pada sampel 65 menit, tidak terlihat adanya ikatan Al-OH yang berada pada frekuensi  $915-895 \text{ cm}^{-1}$  (Saikia and Parthasarathy, 2010). Dari spektra, terlihat tidak ada vibrasi yang muncul di antara range  $1026-877 \text{ cm}^{-1}$ .

#### 4.1.3 Karakterisasi FESEM-EDX

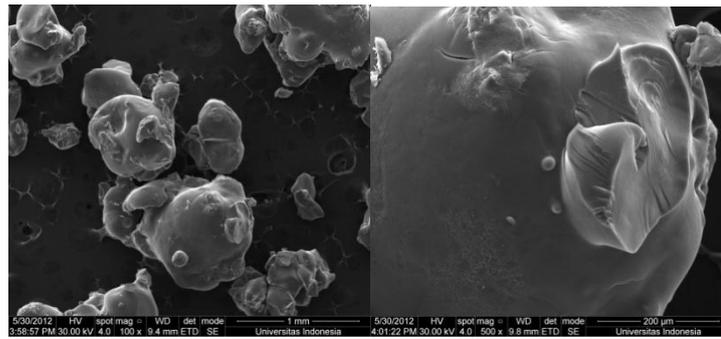
Hasil FESEM sampel dengan pemutaran selama 65 menit dan 90 menit menggunakan *Jet Bubble Column*.



**Gambar 4.9** Hasil FESEM Sampel 65 Menit dengan Perbesaran: (a) 100 x. (b) 500x. (c) 1000x. (d) 5000x

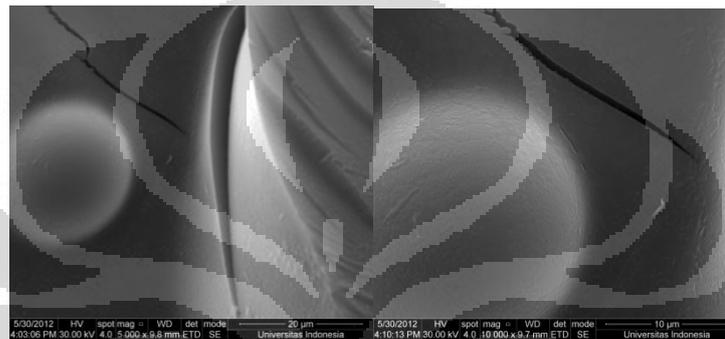
Gambar 4.10 menunjukkan bahwa morfologi *sol-gel* sampel 65 menit memiliki permukaannya yang tidak merata. Hal ini terlihat dari perbedaan warna antara terang dan gelap yang menunjukkan perbedaan ketinggian.

Pengeringan *sol-gel* dilakukan selama 2 jam pada suhu 100 °C. Sol-gel menjadi padatan dan ditumbuk untuk mendapatkan padatan berupa bubuk. Morfologi yang tidak merata ini lebih disebabkan proses penumbukkan yang tidak sempurna.



(a)

(b)



(c)

(d)

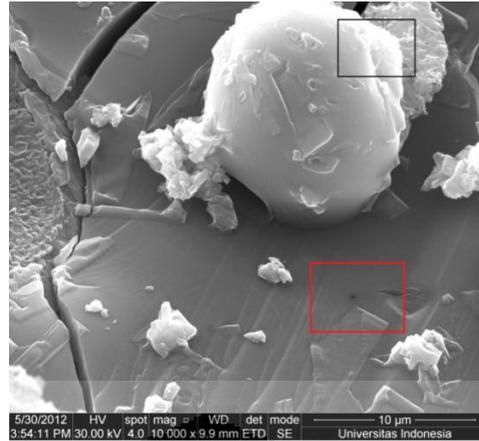
**Gambar 4.10** Hasil FESEM Sampel 90 Menit dengan Perbesaran: (a) 100x. (b)500x. (c) 1000x. (d) 5000x.

Gambar 4.11 menunjukkan morfologi *sol-gel* sampel 90 menit dimana permukaannya lebih menggumpal dibandingkan dengan sampel 65 menit. Hal ini dimungkinkan karena pengeringan *gel* yang kurang sempurna sehingga partikel padatan masih agak menggumpal dan tidak berbentuk seperti bubuk.

Hasil EDX dari sampel 65 menit dapat dilihat pada tabel dan gambar berikut:

**Tabel 4.3** Hasil Komposisi Sampel 65 Menit Pada Area Gelap dan Terang

Elemen	% Massa Atom	
	Hasil EDX 1 (area gelap)	Hasil EDX 2 (area terang)
Si	37,13	36,36
Al	3,06	1,26

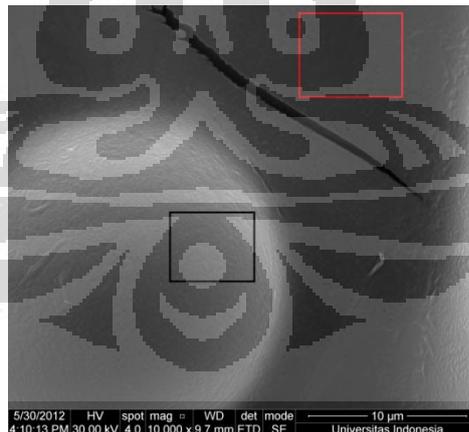


**Gambar 4.11** Sampel 65 Menit Area 1 (Kotak Merah) dan Area 2 (Kotak Hitam)

Sementara, hasil EDX dari sampel 90 menit dapat dilihat pada tabel dan gambar berikut:

**Tabel 4.4** Hasil Komposisi Sampel 90 Menit Pada Area Gelap dan Terang

Elemen	% Massa Atom	
	Hasil EDX 1 (area gelap)	Hasil EDX 2 (area terang)
Si	62,82	37,54
Al	2,55	1,8



**Gambar 4.12** Sampel 90 Menit Area 1 (Kotak Merah) dan Area 2 (Kotak Hitam)

Dari kedua sampel, kandungan Si dan Al pada sampel 90 menit lebih banyak dibandingkan sampel 65 menit. Pada area gelap dan terang sampel 90 menit terdapat 62,82 % massa dan 37,54 % massa. Jumlah ini lebih banyak dari sampel 65 menit yang terdapat 37,13 % pada area gelap dan 36,36 % pada area terang.

Namun demikian, untuk persebaran atom Si dan Al, sampel 65 menit lebih homogen dibandingkan dengan sampel 90 menit karena selisih persen massa di kedua area yang diobservasi tidak terlalu jauh yaitu 37,13 % pada area gelap dan 36,36 % pada area terang.

#### 4.1.4 Karakterisasi AAS

Karakterisasi AAS bertujuan untuk mengetahui komposisi ion logam pada fasa larutannya. Logam yang ingin diketahui komposisinya adalah Si dan Al karena kedua logam ini adalah komponen utama dalam *sol-gel* aluminosilikat. Berikut adalah komposisi Si dan Al sampel 65 dan 90 menit.

**Tabel 4.5** Komposisi Si dan Al Sampel 65 dan 90 Menit

Sampel	Komponen	Komposisi ( $\mu\text{g/g}$ )
90 menit	Si	990
	Al	<10
65 menit	Si	650
	Al	<10

Kedua sampel menunjukkan komposisi yang hampir sama yaitu kandungan Si sebesar 990 ppm dan 650 ppm serta kandungan Al yang di bawah 10 ppm. Nilai yang sangat kecil ini menunjukkan bahwa ion  $\text{Si}(\text{OH})$  dan  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  telah terlarut dalam fasa *gel* dan tidak tertinggal dalam fasa cair. Pengadukan dalam *Jet Bubble Column* menyebabkan kontak antar reaktan yang terus-menerus sehingga ion-ion terhidrolisis secara sempurna. Dengan hidrolisis yang sempurna, pembentukan *sol-gel* menjadi lebih cepat dengan ion terhidrat yang tertinggal di fasa cair sangat kecil.

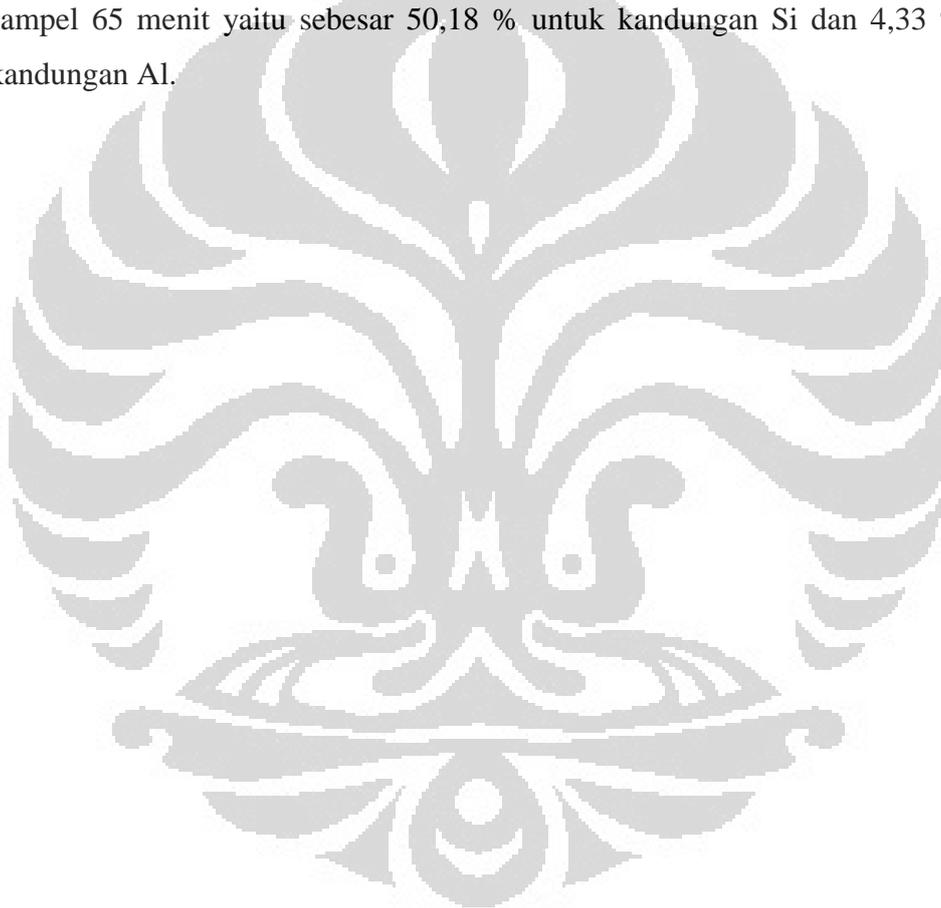
#### 4.1.5 Yield Sol-Gel Aluminosilikat

Dari hasil karakterisasi EDX dan AAS, dapat diperoleh *yield sol-gel* aluminosilikat. Hasil EDX yang digunakan merupakan rata-rata dari dua area yang telah ditentukan untuk diketahui komposisinya. Komposisi awal merupakan kebutuhan reaktan sesuai dengan Tabel 4.2.

**Tabel 4.6** Efisiensi Sampel 65 dan 90 Menit

Sampel	Komponen	Rataan Hasil EDX (% wt)	Komposisi Awal (gram)	Komposisi Fasa <i>Gel</i> (gram)	Komposisi Fasa <i>Cair</i> (gram)	Efisiensi (%)
65 menit	Si	36,75	899,36	330,51	$6,5 \times 10^{-4}$	36,75
	Al	2,16	23,3	0,50	$<10^{-6}$	2,15
90 menit	Si	50,18	899,36	451,30	$9,9 \times 10^{-4}$	50,18
	Al	4,35	23,3	1,01	$<10^{-6}$	4,33

Hasil perhitungan menunjukkan efisiensi sampel 90 menit lebih tinggi dari sampel 65 menit yaitu sebesar 50,18 % untuk kandungan Si dan 4,33 % untuk kandungan Al.



## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang didapat dari penelitian ini antara lain:

- Sintesis *sol-gel* aluminosilikat memerlukan waktu operasi pembentukan *sol-gel* selama 90 menit dengan persebaran Si-Al yang merata dan *yield* sebesar 50.18 %.
- Waktu *gel-aging* yang optimum pada proses sintesis *sol-gel* aluminosilikat adalah 3 hari

#### 5.2 Saran

Penggunaan Jet Bubble Column untuk sintesis *sol-gel* aluminosilikat ini perlu dikembangkan lebih lanjut karena dapat mempercepat rute sintesis ZSM-5 serta dapat menghasilkan persebaran Si dan Al yang merata. Pengembangan dapat dilakukan dengan cara menambahkan pemanas pada *Jet Bubble Column* sehingga dapat menghasilkan struktur kristal ZSM-5.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonym. *Electrical Conductivity* [Online]. Available: [www.rrcap.unep.org/male/manual/national/12Chapter12.pdf](http://www.rrcap.unep.org/male/manual/national/12Chapter12.pdf) [Accessed 20 Juni 2012].
- Benito, P. L. & Gayubo, A. G. 1996. *Chem. Tech. Biotech.*, 66, 183.
- Bhatia, S. 2000. *Zeolite Catalysis : Principles and Applications*, Florida, CRC Press,inc,Boca Raton.
- Breck, D. W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Use.*, London, Wiley and Sons.
- Brinker, C. J., Schrer, G.W., 1989. *Sol-Gel Science*, California, Elvesier Science Press.
- Bruckner, R. 1990. Properties and Structure of Vitreous Silica. *J. Non-Cryst. Solids*, 5, 123.
- Campbell, M. I. 1988. *Catalyst at Surface*, New York, Chapman and Hall.
- Chatterjee, K. K. 2007. *Uses Of Metals And Metallic Minerals*, New Age International Publisher.
- Donaldson, L. 2000. The Manfucature of Aluminium Sulfate. *In: Robertson, J.* (ed.). FERNZ Chemicals NZ.
- Fatimah, A. 2009. *Sintesis Zeolit ZSM-5 Menggunakan Structure Directing Agents (SDA) Serta Uji Karakteristiknya*. University of Indonesia.
- Grajuantomo. 2008. *Pembuatan Campuran Beton Lulus Air (Porous Concrete) Menggunakan Material Geopolimer Sebagai Bahan Pengikat*. University of Indonesia.
- Harvey, G. & Dent Glaser Lesley, S. 1989. *Structure and Properties of Aluminosilicate Solutions and Gels*. American Chemical Society.
- Ito, A. 2000. Maximum Penetration Depth of Air Bubbles Entrained by Vertical Liquid Jet. *Chem. Eng. Japan*, 33/No. 6, 898.
- Jakobsson, S. 2002. Determination of Si/Al Ratios in Semicrystalline Aluminosilicates by FT-IR Spectroscopy. *Spectrsopic Techniques*, 56, 797.

- Jansen, J. C. 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*, Amsterdam, Elsevier Science.
- Khatamian. 2007. *Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Using Kaolin and Investigation of Kaolin Content*. University of Tabriz.
- Rollman, L. D. 2000. Templates in Zeolite Crystallization. *Adv. Chem. Ser.*, 30, 173-387.
- Saikia, B. J. & Parthasarathy, G. 2010. Fourier Transform Infrared Spectroscopic Characterization of Kaolinite from Assam and Meghalaya, Northeastern India. 1, 206-210.
- Sinko, K., Mezei, R., Rohonczy, J. & Frazl, P. 1999. Gel Structures Containing Al(III). 15, 6631-6636.
- Sriatun. 2004. Sintesis Zeolit A dan Kemungkinan Penggunaannya Sebagai Penukar Kation. 7.
- Subagjo. 2005. *Kebutuhan Katalis Indonesia* [Online]. Available: <http://majarimagazine.com/2007/11/katalis-dan-produksinya-di-indonesia/> [Accessed 1 Juli 2012].
- Syukri 1999. *Kimia Dasar 3*, Bandung, ITB-Press.
- Tjahjanto, R. T., Gunlazuardi, J., 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalis. *Makara, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, 3, Seri Sains 81-91
- Yue-Ming, H. & Wang-Ming, H. 2004. Rapid synthesis of ZSM-5 zeolite catalyst for amination of ethanolamine. *Journal of Zhejiang University - Science A*, 5, 705-708.

## LAMPIRAN

1. Perhitungan kebutuhan *Waterglass* dan Tawas berdasarkan rasio Si/Al = 100

- Basis H<sub>2</sub>O = 3500 gram
- Mol H<sub>2</sub>O =  $\frac{3500 \text{ gram}}{18 \text{ gram/mol}} = 138.89 \text{ mol}$
- Mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> =  $\frac{1}{4000} \times \frac{2500}{18} = 0.035 \text{ mol}$
- Massa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0.035 mol x 666 gram/mol = 23.3 gram

Rasio Si/Al = 100 maka

- $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 200$
- Mol SiO<sub>2</sub> = 0.035 x 200 = 7 mol
- Massa SiO<sub>2</sub> = 7 mol x 60 gram/mol = 420 gram

Karena dalam *waterglass* terdapat 46.7 % SiO<sub>2</sub> maka

- Massa *waterglass* = 420 gram x 100/46.7 = 899.36 gram
- Volume *waterglass* =  $\frac{899.36 \text{ gram}}{2.4 \frac{\text{gram}}{\text{cm}^3}} = 374.7 \text{ ml}$

Jadi, reaktan yang diperlukan adalah tawas sebanyak 23.3 gram dan *waterglass* sebanyak 374.7 ml.

2. Perhitungan *Yield* Si dan Al

Sampel 65 menit

- Si = 330.51 / 899.36 x 100 % = 36.75 %
- Al = 0.5 / 23.3 x 100 % = 2.15 %

Sampel 90 menit

- Si = 451.30 / 899.36 x 100 % = 50.18
- Al = 1.01 / 23.3 x 100 % = 4.33 %

### 3. Tabel Konduktivitas per Sampel

- Sampel 90 menit

Hari ke-	Konduktivitas ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
0	34.2
1	36.1
2	30
3	29.9
4	32.1
5	35.4
6	35.5
7	36.5

- Sampel 65 menit

Hari ke-	Konduktivitas ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
0	35.7
1	24
2	31.8
3	31.4
4	32.9
5	33.5
6	36.4
7	35.3

- Sampel 40 menit

Hari ke-	Konduktivitas ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
0	34.7
1	35.8
2	31.2
3	35.4
4	31.5
5	24.4
6	39.8
7	35.6

- Sampel 20 menit

Hari ke-	Konduktivitas ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
0	33.9
1	34.5
2	23.3
3	30
4	31.1
5	25.1
6	35.1
7	36.5

Foto Sampel Hari ke-2



Foto Sampel Hari ke-0

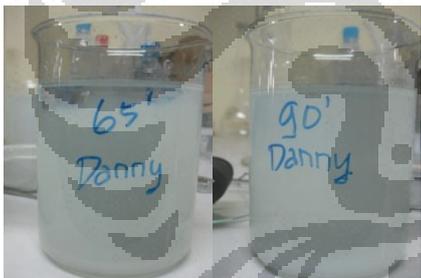
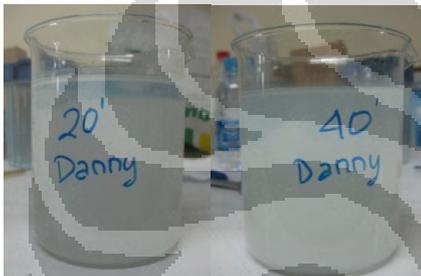


Foto Sampel Hari ke-3



Foto Sampel Hari ke-1



Foto Sampel Hari ke-4



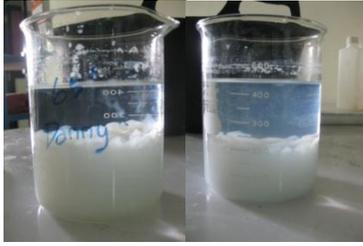


Foto Alat *Jet Bubble Column*

