



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PENGARUH RASIO MOL Si/Al  
UNTUK MENGAKSELERASI PROSES *GEL AGING*  
MENGUNAKAN *JET BUBBLE COLUMN*  
PADA RUTE PEMBUATAN ZEOLIT ZSM-5**

**SKRIPSI**

**PINDONTA MELIALA**

**0806456745**

**FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA**

**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA**

**DEPOK**

**JUNI 2012**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PENGARUH RASIO MOL Si/Al  
UNTUK MENGAKSELERASI PROSES *GEL AGING*  
MENGUNAKAN *JET BUBBLE COLUMN*  
PADA RUTE PEMBUATAN ZEOLIT ZSM-5**

**SKRIPSI**

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

**PINDONTA MELIALA**

**0806456745**

**FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA**

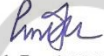
**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA**

**DEPOK**

**JUNI 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 : Pindonta Meliala  
NPM : 0806456745  
Tanda Tangan :   
Tanggal : 21 Juni 2012

## HALAMAN PENGESAHAN

Dibuat dan diajukan oleh :

Nama : Pindonta Meliala  
NPM : 0806456745  
Jurusan Studi : Teknik Kimia  
Judul Skripsi : Pengaruh Rasio Mol Si/Al Untuk Mengakselerasi Proses  
*Gel Aging* Menggunakan *Jet Bubble Column* Pada Rute  
Pembuatan Zeolit ZSM-5

Skripsi ini berhasil dipertahankan sebagai persyaratan yang diperlukan untuk  
mendapatkan gelar Sarjana pada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas  
Teknik Universitas Indonesia.

### Dewan Penguji

Pengantar : Dr. Ir. Setiadi, M.Eng

(Setiadi)

Pengaji I : Dr. Ir. Sukirno, M.Eng

(Sukirno)

Pengaji II : Bambang Heru S., ST., MT

(Heru)

Pengaji III : Ir. Rita Arbianti, MSi

(Arbianti)

Lokasi : Depok

Tanggal : 27 Juni 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 **“Pengaruh Rasio Mol Si/Al Untuk Mengakselerasi Proses Gel Aging Pada Rute Pembuatan Zeolit ZSM-5 Menggunakan *Jet Bubble Column*”** 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 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. Ibu Ir. Eva, MT. selaku Pembimbing Akademik penulis.
4. Orang tua yang telah memberikan dukungan hingga saat ini.
5. Danny Radityo, Rezhi Ramadhia Putra, Eko Prasetya, dan Dessy, 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 perbaikan demi perbaikan dapat terus dilakukan untuk mencapai hasil yang lebih baik lagi.

Depok, Juni 2012

Penulis

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

---

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

: Pindonta Meliala

: 0806456745

udi : Teknik Kimia

n : Teknik Kimia

: Teknik

: Skripsi

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

**Rasio Mol Si/Al Untuk Mengakselerasi Proses Gel Aging Menggunakan *Jet* *lumn* Pada Rute Pembuatan Zeolit ZSM-5**

Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini, Universitas Indonesia berhak menyimpan, media / formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan kasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis / an sebagai pemilik Hak Cipta.  
pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 21 Juni 2012

Yang Menyatakan



Pindonta Meliala

## ABSTRAK

Nama : Pindonta Meliala  
Program Studi : Teknik Kimia  
Judul : Pengaruh Rasio Mol Si/Al Untuk Mengakselerasi Proses *Gel Aging* Menggunakan *Jet Bubble Column* Pada Rute Pembuatan Zeolit ZSM-5

Indonesia belum mampu memenuhi kebutuhan akan zeolit ZSM-5 walaupun penggunaannya banyak diterapkan di industri. Alhasil, pengembangan akan sintesis ZSM-5 terus dilakukan. Pada penelitian terdahulu, tahap nukleasi masih kurang efisien karena memerlukan *aging* yang lama (5 hari), suhu *pre-treatment* yang tinggi (160<sup>0</sup>C) dan pengamatan gel yang belum optimal. Penelitian ini meningkatkan performa nukleasi dalam pembentukan sol-gel menggunakan *jet bubble column* dengan variasi rasio mol Si/Al dan tanpa *pre-treatment* waterglass. Dari penelitian ini didapatkan pembentukan sol-gel selama 3 hari, rasio Si/Al 100 sebagai rasio optimum, serta kualitas sol-gel yang baik dengan dukungan data FESEM-EDX, AAS, FTIR, dan Gravimetri.

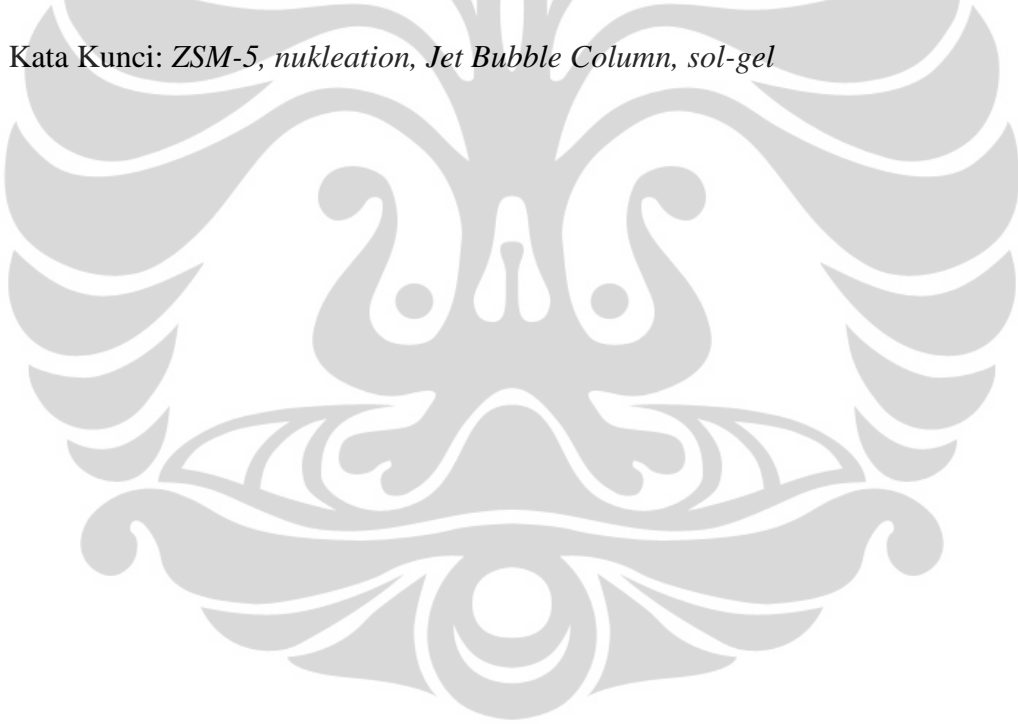
Kata Kunci: ZSM-5, nukleasi, *Jet Bubble Column*, sol-gel

## ABSTRAK

Nama : Pindonta Meliala  
Program Studi : Teknik Kimia  
Judul : Effect of Mol Ratio Si / Al To Accelerate Gel Aging Process  
Using Jet Bubble Column In The Route of Making Zeolite ZSM-5

Indonesia has been unable to meet its own need for zeolite ZSM-5 even though its use has been widely applied in industry. As a result, the development of the synthesis of ZSM-5 will continue to be made. In the previous study, the nucleation stage is less efficient because it requires a long aging (5 days), pre-treatment temperature is high (160<sup>0</sup>C) and the observation of the gel that is formed has not been optimal. This study intends to optimize the nucleation in the formation of sol-gel using jet bubble column with variations in ratio Si/al and without *waterglass* pre-treatment. From this study, the result is formation of sol-gel need 3 days, ratio Si/Al 100 as the best ratio, and good quality sol-gel with FESEM-EDX, FTIR, AAS, Gravimetri data.

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





## DAFTAR ISI

COVER .....	i
HALAMAN JUDUL.....	ii
PERNYATAAN ORISINALITAS .....	iii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iv
KATA PENGANTAR .....	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	vi
ABSTRAK .....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Sistematika Penulisan .....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Zeolit ZSM-5 .....	6
2.2 Rute Sintesis ZSM-5.....	6
2.3 Sumber Silika.....	7
2.4 Sumber Alumina.....	8
2.5 Proses Pembentukan Sol-Gel.....	9
2.6 Nukleasi .....	10
2.7 Jet Bubble Column .....	12
2.8 Konduktivimeter.....	12
2.9 Karakterisasi .....	13
2.9.1 SEM-EDX.....	13
2.9.2 FTIR.....	14
2.9.3 AAS.....	15

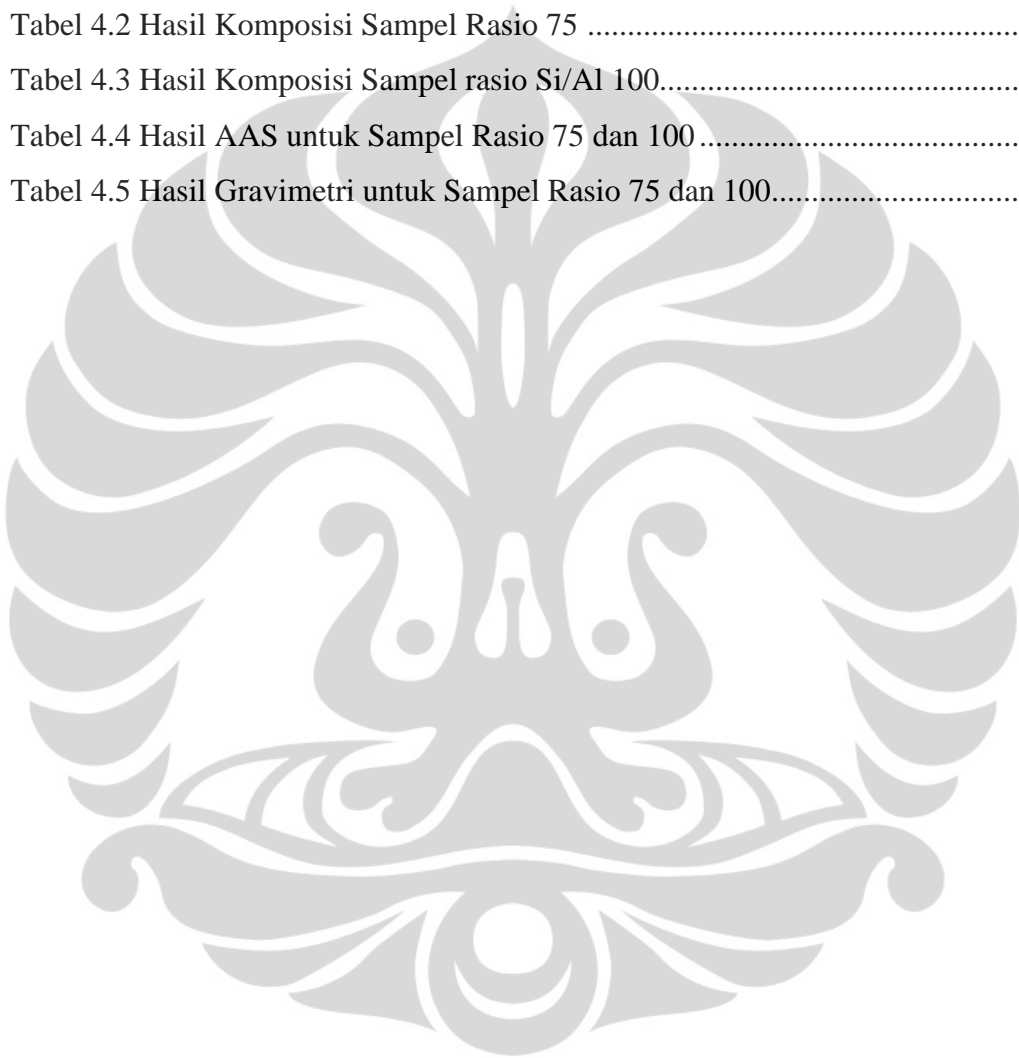
2.9.4 Gravimetri .....	16
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>17</b>
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	17
3.2 Tahap Preparasi .....	17
3.3 Tahap Sintesis Sol-Gel .....	17
3.3.1 Alat-alat yang Digunakan Pada Sintesis Sol-Gel.....	18
3.3.2 Bahan Baku yang Digunakan Pada Sintesis Sol-Gel.....	18
3.3.3 Prosedur Sintesis Sol-Gel .....	18
3.3.4 Variabel Penelitian.....	19
3.4 Tahap Karakterisasi Sol-Gel.....	20
3.5 Tahap Pengolahan dan Analisis Data .....	21
<b>BAB IV PEMBAHASAN.....</b>	<b>23</b>
4.1 Hasil Pengamatan Tahap Pembentukan Sol-Gel .....	23
4.1.1 Pertumbuhan Sol-Gel.....	23
4.1.2 Pengukuran Konduktiviti.....	24
4.2 Karakterisasi FTIR.....	27
4.3 Karakterisasi FESEM-EDX.....	29
4.4 Karakterisasi AAS.....	33
4.5 Karakterisasi Gravimetri.....	33
<b>BAB V KESIMPULAN dan SARAN.....</b>	<b>35</b>
<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 Mekanisme Pembentukan <i>Sol-Gel</i> Aluminosilikat .....	10
Gambar 2.3 Penampang Jet Bubble Column .....	12
Gambar 2.4 Hasil SEM morfologi ZSM-5 .....	13
Gambar 2.5 Skema <i>Scanning Electron Microscopy</i> .....	14
Gambar 2.6 Spektra FTIR dari ZSM-5 .....	15
Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian .....	17
Gambar 4.1 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 100.....	24
Gambar 4.2 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 75.....	25
Gambar 4.3 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 50.....	25
Gambar 4.4 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 25.....	25
Gambar 4.5 Hasil FTIR sampel rasio Si/Al 75 .....	27
Gambar 4.6 Hasil FTIR sampel rasio Si/Al 100.....	28
Gambar 4.7 Hasil FESEM sampel rasio 75 .....	29
Gambar 4.8 Hasil FESEM sampel rasio Si/Al 100.....	30
Gambar 4.9 Sampel rasio 75 area 1 (kotak merah) dan area 2 (kotak hitam).....	31
Gambar 4.10 Sampel rasio 100 area 1 (kotak merah) dan area 2 (kotak hitam)....	32

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi kimia waterglass .....	8
Tabel 3.1 Komposisi (mol rasio) reaktan .....	19
Tabel 3.2 Rincian Komposisi Reaktan yang Digunakan .....	20
Tabel 4.1 Pertumbuhan Gel Tiap Sampel .....	24
Tabel 4.2 Hasil Komposisi Sampel Rasio 75 .....	31
Tabel 4.3 Hasil Komposisi Sampel rasio Si/Al 100.....	31
Tabel 4.4 Hasil AAS untuk Sampel Rasio 75 dan 100 .....	33
Tabel 4.5 Hasil Gravimetri untuk Sampel Rasio 75 dan 100.....	33



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Saat ini penggunaan zeolit banyak dikembangkan terutama zeolit dengan kadar keasaman yang tinggi. Zeolit diketahui memainkan peranan penting sebagai katalis asam pada industri pengolahan minyak bumi dan petrokimia, termasuk dalam reaksi perengkahan dan isomerisasi hidrokarbon. Zeolit yang dipakai di industri umumnya adalah zeolit sintetik, khususnya ZSM-5. Penggunaan katalis ZSM-5 untuk konversi methanol telah dikomersialisasikan di New Zealand dengan skala besar (Campbell,1988).

Kebutuhan katalis bagi industri di Indonesia tentunya sangat besar. Sayangnya sampai saat ini Indonesia belum mampu memproduksi dan memenuhi sendiri kebutuhan akan katalis. Sejauh ini, pengembangan katalis belum menjadi perhatian secara terpadu dari pemerintah, industri, dan lembaga penelitian. Akibatnya, sebagian besar kebutuhan katalis tersebut harus diimpor dari luar negeri.

Hingga saat ini mekanisme sintesis ZSM-5 belum sepenuhnya dimengerti. Pengembangan penelitian pada mekanisme sintesis ZSM-5 mulai dilakukan oleh banyak pihak tetapi belum mampu menjelaskan secara maksimal tentang mekanisme nukleasi dan pertumbuhan kristal pada zeolit. Rollman (2000) melakukan 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*. Yue-ming dan Wang-ming (2004) 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*. Khatamian (2007) menggunakan *Cilicic acid* sebagai sumber silica dan *kaolin clay* sebagai sumber alumina serta propanolamin sebagai template melakukan sintesis ZSM-5

dengan waktu kristalisasi selama 7 hari. Fatimah (2009) telah melakukan sintesis ZSM-5 dengan waktu nukleasi selama 5 hari dan pembentukan kristal dalam waktu 48 jam. 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 alumunium oksida (mahal)	TPABr (mahal)	Ada
Yue-ming and Wang ming (2004)	Cukup Rumit	-	TEOS dan natrium alumina (mahal)	TPAOH (mahal)	Ada
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 (Memakai <i>Jet Bubble Column</i> )	Ada (pengkajian nukelasi)	Waterglass dan alumunium sulfat (murah)	Tanpa <i>Template</i>	Tidak dilakukan

Nukleasi merupakan proses awal sintesis ZSM-5 yang sangat menentukan. Proses Nukleasi yang baik akan menghasilkan sol-gel yang homogen dalam waktu yang singkat. Penelitian sintesis ZSM-5 umumnya menggunakan pengadukan suhu ruang untuk pencampuran bahan baku agar menghasilkan sol gel, namun cara ini mengakibatkan proses nukleasi (*gel aging*) memakan waktu yang lama (bisa mencapai lebih dari 5 hari). Alternatif lain dengan menggunakan treatment ultasonik, namun menelan biaya yang besar dan ada resiko merusak *template*, bahkan bisa meledak. Selain masalah lamanya *gel aging*, kendala lain dari sintesis ZSM-5 ialah pre-treatment bahan baku pada suhu tinggi ( $160^{\circ}\text{C}$ ) yang dapat merusak peralatan.

Pada penelitian ini mencoba menggunakan alternatif lain, yakni menggunakan *jet bubble column* karena secara teoritis penggunaan *jet bubble column* dapat memberikan kontak yang lebih sempurna pada reaktan sehingga diharapkan proses nukleasi pada pembentukan sol gel lebih optimal. Dengan menggunakan *jet bubble column* ini juga diharapkan dapat dilakukan sintesis tanpa perlu melakukan pre-treatment suhu tinggi.

Penelitian ini menitikberatkan peningkatan performa nukleasi pada pembentukan sol-gel menggunakan peralatan *jet bubble column* dengan variasi komposisi bahan baku (rasio Si/Al). Dengan menggunakan *jet bubble column* diharapkan mampu menghasilkan laju pembentukan *sol gel* yang lebih cepat, kualitas sol gel lebih homogen, dan perolehan *yield* yang tinggi (ion terhidrat sisa seminimal mungkin).

## 1.2 Perumusan Masalah

Dalam upaya mencapai keberhasilan sintesis zeolit ZSM-5, hal-hal yang perlu diperhatikan antara lain:

1. Rasio Si/Al 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 menggunakan *jet bubble column*?

### 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 rasio Si/Al reaktan 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 ZSM-5 dilakukan tanpa menggunakan *Structure Directing Agents* (SDA) organik.
2. Kondisi yang divariasikan dalam penelitian ini adalah rasio komposisi reaktan (rasio Si/Al)
3. Bahan baku yang digunakan dalam sintesis zeolit ZSM-5 adalah *waterglass* ( $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$ ), Aluminium Sulfat.
4. Sintesis ZSM-5 ini dilakukan dengan menggunakan *Jet Bubble Column*.
5. Prosedur sintesis ZSM-5 hanya dilakukan sampai tahap *gel-aging*.
6. Karakterisasi katalis dilakukan dengan metode Gravimetri, AAS, SEM-EDX, dan FTIR.

### 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 zeolit ZSM-5 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, prosedur percobaan, jenis bahan dan alat yang dipakai serta susunan dan fungsinya dalam percobaan.



## BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Zeolit ZSM-5

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 bermanfaat sebagai katalis untuk berbagai jenis reaksi, sebagai contoh ZSM-5 banyak digunakan sebagai katalis untuk mengkonversi methanol menjadi hidrokarbon. Pertama kali MTG (Methanol To Gasoline) diperkenalkan yaitu di New Zealand pada tahun 1984 menggunakan metanol dari gas alam (Chambell, 1988).

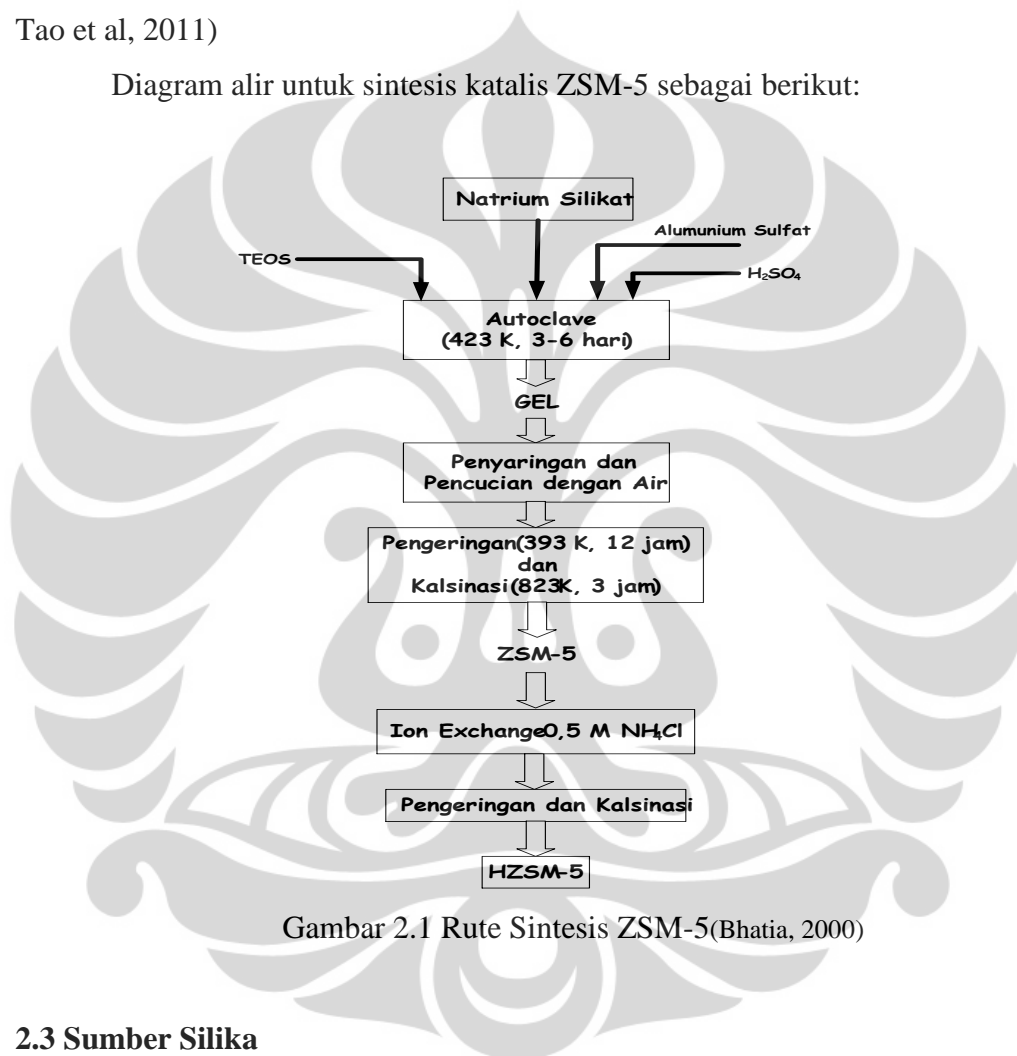
ZSM-5 merupakan zeolit sintetik yang mempunyai permukaan inti asam dan struktur jaringan pori yang luas serta homogen. Kemampuan ZSM-5 untuk mempercepat banyak reaksi sangat terkait dengan sifat keasamannya dan parameter penting ZSM-5 dapat dikontrol dengan rasio Si/Al.

### 2.2 Rute Sintesis ZSM-5

Sintesis ZSM-5 ini diawali dengan pencampuran silica sol, sodium hidroksida, dan n-BTA dengan pengadukan. Kemudian larutan tersebut dicampurkan dengan larutan yang terdiri dari aluminium sulfat, asam sulfat, dan sodium klorida. Campuran diaduk pada temperature ruang selama 60 menit untuk membentuk gel. Gel kemudian dimasukkan kedalam *autoclave* teflon-stainless steel untuk diberi *treatment* 100<sup>0</sup>C selama 24 jam. Produk padatan

akan terpisah dengan sentrifugasi, dicuci beberapa kali dengan air demin dan etanol, dikeringkan semalaman pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  dan dikalsinasi pada suhu  $550^{\circ}\text{C}$  selama 7 jam. Selanjutnya Na-ZSM-5 dilakukan pertukaran ion dengan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  1M pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam untuk menjadi  $\text{NH}_4\text{-ZSM-5}$ . Selanjutnya zeolit dicuci dengan air demin, dikeringkan pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  dan dikalsinasi pada suhu  $540^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam untuk menjadi zeolit H-ZSM-5 (L. Tao et al, 2011)

Diagram alir untuk sintesis katalis ZSM-5 sebagai berikut:



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

### 2.3 Sumber Silika

Waterglass atau 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), dll.

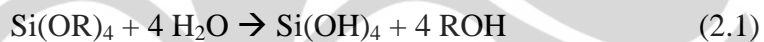
Kandungan waterglass telah diuji oleh Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia dengan metode AAS (*Atomic Absorption*

*Spectrophotometer*) dan *Gravymetric*. Berdasarkan pengujian tersebut, didapatkan hasil sebagai berikut (Grajuantomo, 2008):

Tabel 2.1 Komposisi kimia waterglass

No.	Parameter	Hasil	Units	Metode
1	SiO <sub>2</sub>	35.04	%	Gravimetric
2	Na <sub>2</sub> O	0.47	%	AAS

Pembuatan larutan silica diawali dengan pencampuran Waterglass dengan air demineralisasi. Pada saat penambahan air demineralisasi, maka akan terjadi hidrolisis silika yang menghasilkan *silicic acid* Si(OH)<sub>4</sub>. Hidrolisis berlangsung pada pH basa melalui reaksi nukleofilik yang melibatkan ion OH<sup>-</sup> dan Si-O<sup>-</sup>. Hidrolisis merupakan proses menempelnya ion hidroksida pada inti logam. Penambahan air demineralisasi akan mengakselerasi proses hidrolisis Si(OR)<sub>4</sub>. Berikut skema reaksi hidrolisis yang terjadi :



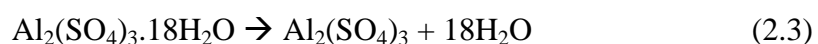
#### 2.4 Sumber Alumina

Aluminium, Al merupakan anggota golongan IIIA berada di alam sebagai aluminosilikat di kerak bumi dan lebih melimpah daripada besi. Senyawa tawas merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>. 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 :



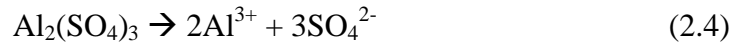
Jika tawas mengkristal akan menjadi Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>.18H<sub>2</sub>O (Syukri, 1999).

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.



Hal ini terjadi karena sifat asam sulfat yang asam sehingga terjadi pergerakan molekul yang bertambah cepat dengan pergerakan H<sup>+</sup> dari asam sulfat. Energi

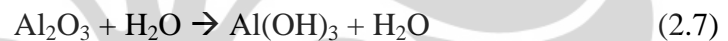
tumbukan antar molekul ini mencapai energi aktivasi dari reaksi di atas sehingga terjadi reaksi anti-anhidrat seperti di atas. Proses pencampuran tawas dengan asam sulfat juga mempercepat laju reaksi di atas karena mempercepat tumbukan antar molekul dalam larutan tersebut. Kondisi larutan yang asam mengakselerasi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



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 aluminum hidroksida  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

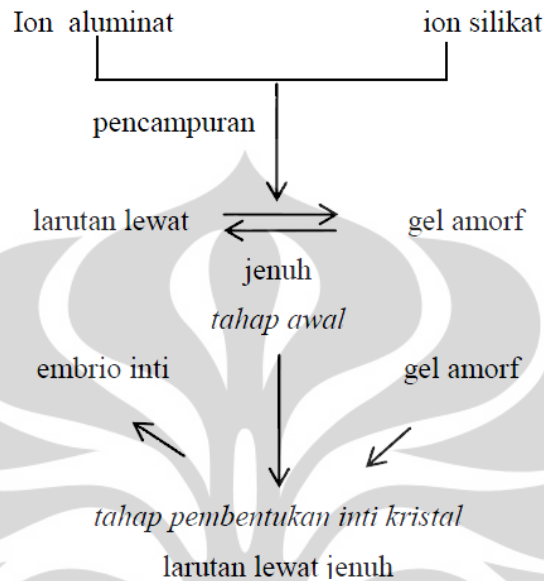


## 2.5 Proses Pembentukan *Sol-Gel*

Sol merupakan suatu sistem yang memungkinkan spesies kimia padat tersuspensi stabil dalam lautan, 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 pengadukan.. 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 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).



Gambar 2.2 Mekanisme Pembentukan Sol-Gel Aluminosilikat (Sriatun, 2004)

Setelah pencampuran, terbentuk fasa padat (gel amorf) dan fasa larutan. Kedua fasa tersebut berada pada kesetimbangan. 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.

## 2.6 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 liquid-solid dapat dibagi menjadi dua kategori:

- Nukleasi Primer

- a. Nukleasi homogen

Proses nukleasi berlangsung pada fasa liquid 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

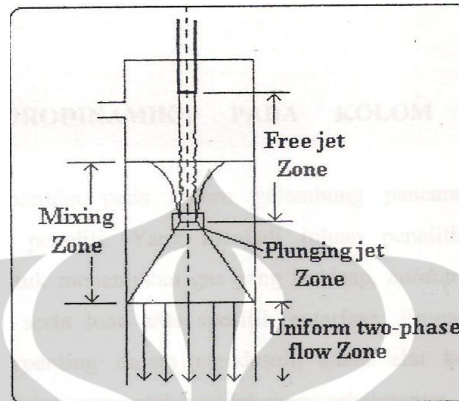
Proses nukleasi berasal dari larutan gel amorphous. Pencampuran reaktan-reaktan untuk sintesis akan menghasilkan suatu larutan gel yang terdiri dari dua fasa yakni liquid dan solid. Nukelat-nukleat yang terbentuk umumnya jumlahnya lebih banyak karena berasal dari fasa liquid dan solid. Pada proses *gel aging* maka akan memungkinkan nukleat pada fasa gel berkontak dengan fasa liquid. 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 liquid dan akan mempengaruhi proses nukleasi dan kristalisasi. Akan tetapi, proses ini lebih diminati dibandingkan nukleasi homogen.

- Nukleasi Sekunder

Nukleasi sekunder dipercepat oleh kehadiran *parent crystal* pada fasa yang sama dan terjadi dengan energi aktivasi yang lebih rendah daripada nukleasi primer. *Parent crystal* 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.

### 2.7 Jet Bubble Column

Penampang Jet Bubble Column dapat ditunjukkan pada gambar berikut:



Gambar 2.3 Penampang Jet Bubble Column

Jet bubble column (kolom gelembung pancaran) memiliki desain yang sederhana dan biaya perawatan yang murah. Kolom gelembung pancaran ini sering digunakan untuk mendapatkan pencampuran yang paling efisien antara gas dan cair dan juga antara cair dan 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 (Havelka 2000; Ito 2000) sehingga demikian tidak diperlukan lagi alat pengaduk.

### 2.8 Konduktivimeter

Konduktiviti 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 konduktiviti 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. Elektroda konduktivimeter harus dibersihkan sebelum pergantian pengukuran sampel.



Air demineralisasi dapat digunakan untuk membersihkannya karena nilai konduktivitinya rendah yaitu di bawah  $5 \mu\text{S}/\text{cm}$ .

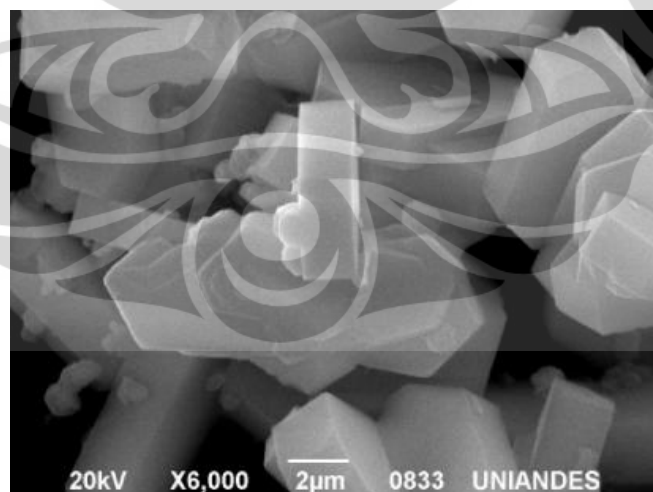
## 2.9 Karakterisasi

Uji karakterisasi dilakukan untuk mengetahui keberhasilan tahap optimasi pembentukan *sol-gel* ZSM-5. Pada penelitian ini, karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan metode SEM-EDX, FTIR, AAS, dan Gravimetri.

### 2.9.1 Metode *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Energy Dispersive X-ray* (EDX)

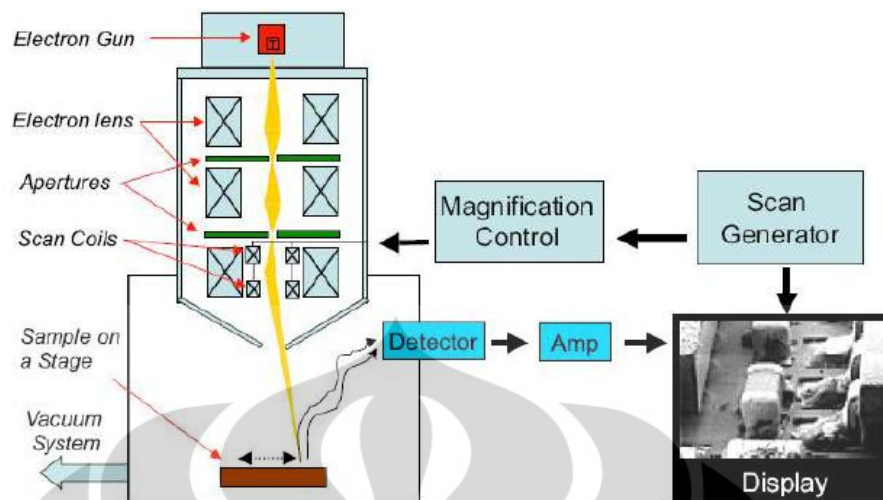
SEM merupakan pencitraan material dengan menggunakan prinsip mikroskopi. Hal ini mirip dengan mikroskop optik namun tidak menggunakan cahaya. SEM menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik sebagai lensanya. SEM dipakai untuk mengetahui struktur mikro suatu material meliputi tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel. Morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran, dan susunan partikel.

Berikut ini adalah gambar yang menunjukkan contoh hasil analisis SEM:



Gambar 2.4 Hasil SEM morfologi ZSM-5

Skema SEM ditunjukkan pada gambar di bawah ini.



Gambar 2.5 Skema *Scanning Electron Microscopy*

Elektron diemisikan dari katoda (*electron gun*) melalui efek foto listrik dan dipercepat menuju anoda. Filamen yang digunakan biasanya adalah tungsten atau *lanthanum hexaboride* ( $LaB_6$ ). *Scanning coil* akan mendefleksikan berkas electron menjadi sekumpulan *array* (berkas yang lebih kecil) dan disebut dengan *scanning beam* dan lensa obyektif (magnetik) dan akan memfokuskan pada permukaan sampel (Goldstein, 2003).

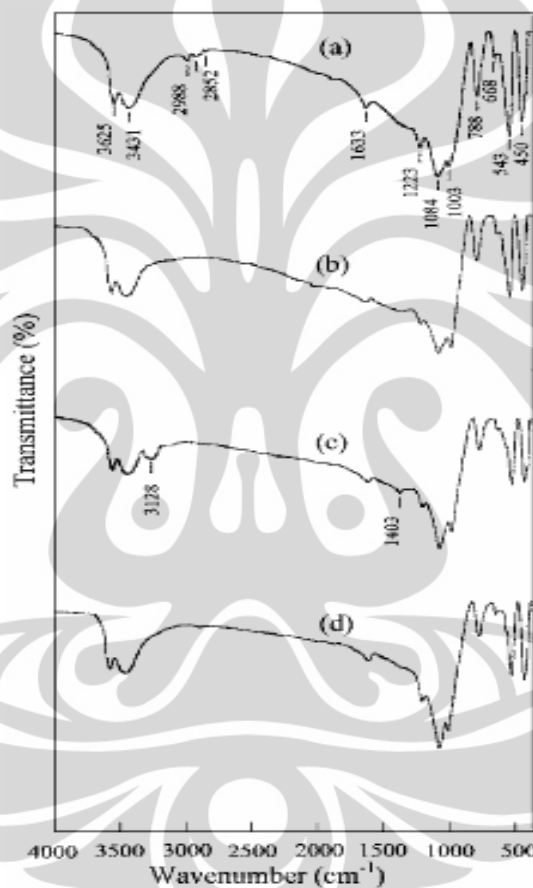
EDX (*Energy Dispersive X-ray*) merupakan karakterisasi material menggunakan sinar-x yang diemisikan ketika material mengalami tumbukan dengan elektron. Sinar-x diemisikan dan transisi electron dari lapisan kulit atom. Setiap elemen di dalam tabel periodik unsur memiliki susunan elektronik yang unik, sehingga akan memancarkan sinar-x yang unik pula. Dengan mendeteksi tingkat energi yang dipancarkan dari sinar-x dan intensitasnya maka dapat diketahui atom-atom penyusun material dan presentase massanya (Goldstein, 2003).

### 2.9.2 Metode FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

FTIR menggunakan metode spektroskopi absorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah oleh molekul suatu materi. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yakni kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan

*frekuensi vibrasional* molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwall, 1985).

Spektroskopi FTIR (*fourier transform infrared*) merupakan salah satu teknik analitik yang sangat baik dalam proses identifikasi struktur molekul suatu senyawa. Kesulitan-kesulitan yang ditemukan dalam identifikasi dengan spektroskopi FTIR dapat ditunjang dengan data yang diperoleh dengan menggunakan metode spektroskopi yang lain (Harmita, 2006). Di bawah ini gambar 2.4 adalah contoh spektra FTIR.



Gambar 2.6 Spektra FTIR dari ZSM-5 (a) saat disintesis, (b) kalsinasi, (c) ion exchanged, (d) kalsinasi setelah ion exchanged (Shirazi et al., 2008)

### 2.9.3 Metode AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*)

Metode analisis AAS didasarkan pada penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan memanfaatkan energi dari arus listrik atau api. Metode ini berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu. Metode ini digunakan untuk

menganalisis konsentrasi yang rendah. Penentuan konsentrasi didasarkan pada kemampuan atom logam yang terkandung dalam larutan sampel untuk mengabsorpsi energi radiasi yang dipancarkan oleh sumber cahaya (absorbansi) (Skoog, 1988).

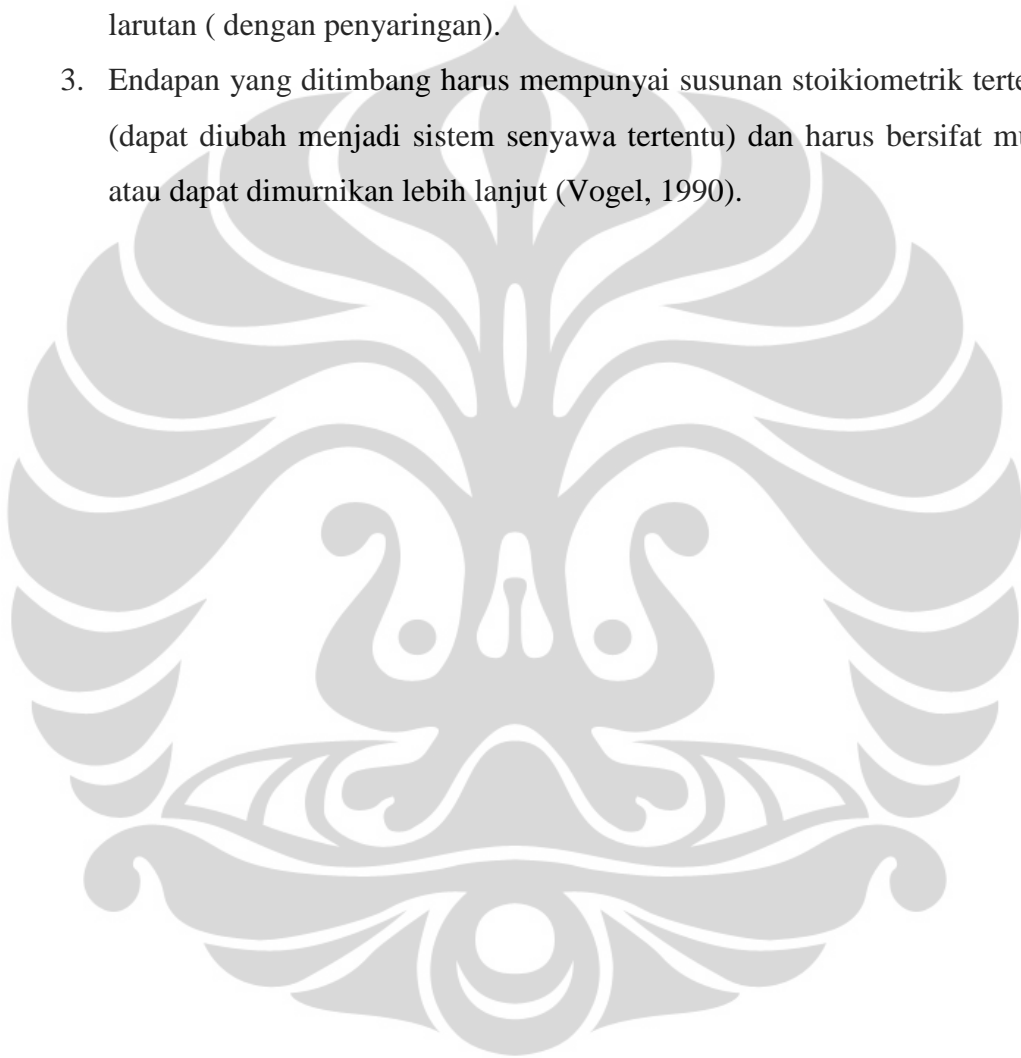
Penentuan konsentrasi suatu logam dalam larutan sampel dengan menggunakan metode analisis AAS ini menggunakan suatu kurva kalibrasi, dimana kurva tersebut merupakan kurva absorbansi (sumber cahaya) yang diukur dari larutan standar dengan berbagai konsentrasi yang diketahui. Sebagaimana diketahui bahwa  $A = KC$ , dimana A adalah absorbansi, K adalah proporsionalitas, dan C adalah konsentrasi. Dari data absorbansi dan konsentrasi yang diperoleh dari percobaan terhadap larutan standar diplotkan pada grafik, dimana sumbu y merupakan absorbansi dan sumbu x adalah konsentrasi sehingga nantinya didapat persamaan  $y = mx + c$  ( $y = A$ ,  $x = C$ , dan  $m = K$ ). Dari kurva kalibrasi tersebut didapat nilai K. Setelah itu, barulah dilakukan pengukuran absorbansi terhadap larutan sampel sehingga diperoleh nilai A yang kemudian dimasukkan kembali ke dalam persamaan  $A = KC$ , dengan nilai K yang diperoleh dari kurva kalibrasi. Penggunaan metode AAS menimbulkan interferensi matriks. Untuk mengatasi pengaruh dari interferensi tersebut, dapat digunakan metode adisi standar dengan suatu larutan standar yang mengandung logam seperti pada larutan sampel dengan diketahui konsentrasinya.

#### **2.9.4 Metode Gravimetri**

Gravimetri merupakan salah satu metode analisis kuantitatif suatu zat atau komponen yang telah diketahui dengan cara mengukur berat komponen dalam keadaan murni setelah melalui proses pemisahan. Analisis gravimetri adalah proses isolasi dan pengukuran berat suatu unsure atau senyawa tertentu. Bagian terbesar dari penentuan secara analisis gravimetri meliputi transformasi unsure atau radikal kesenyawa murni stabil yang dapat segera diubah menjadi bentuk yang dapat ditimbang dengan teliti. Metode gravimetrik memakan waktu yang cukup lama, adanya pengotor pada konstituen dapat diuji dan bila perlu factor-faktor koreksi dapat digunakan (Khopkar, 1990).

Analisis gravimetri dapat berlangsung baik, jika persyaratan berikut dapat terpenuhi :

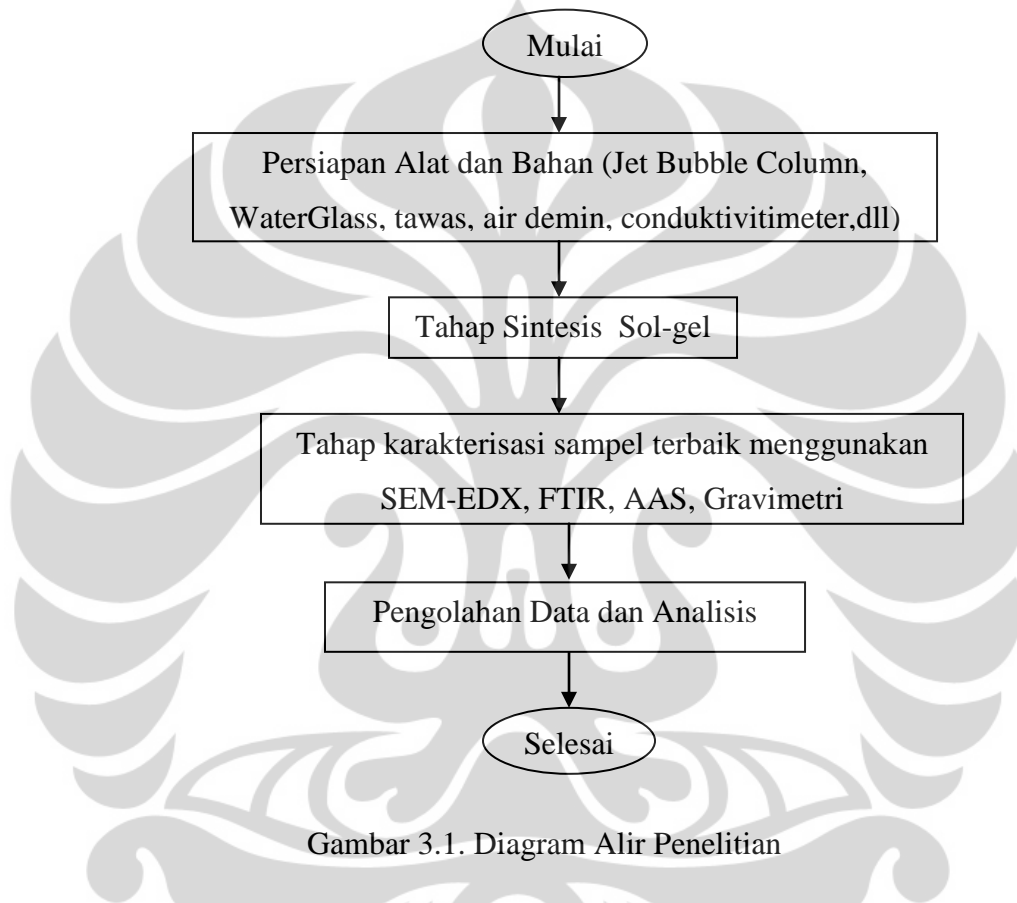
1. Komponen yang ditentukan harus dapat mengendap secara sempurna (sisa analit yang tertinggal dalam larutan harus cukup kecil, sehingga dapat diabaikan), endapan yang dihasilkan stabil dan sukar larut.
2. Endapan yang terbentuk harus dapat dipisahkan dengan mudah dari larutan ( dengan penyaringan).
3. Endapan yang ditimbang harus mempunyai susunan stoikiometrik tertentu (dapat diubah menjadi sistem senyawa tertentu) dan harus bersifat murni atau dapat dimurnikan lebih lanjut (Vogel, 1990).



## BAB 3 METODE PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Berikut adalah diagram alir penelitian



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

### 3.2 Tahap Preparasi

Tahap preparasi ini meliputi pembuatan sistem *jet bubble column*, penentuan dan pengadaan bahan baku untuk reaktan pada proses pembentukan sol gel serta penentuan variasi komposisi reaktan (rasio Si/Al) yang digunakan.

### 3.3 Tahap Sintesis Sol-Gel

Pembuatan sol-gel dilakukan menggunakan *jet bubble column* dengan memvariasikan komposisi bahan baku. Parameter kondisi optimum yang digunakan adalah perolehan (*yield*) yang tinggi, komposisi produk padatan sol-gel

yang tinggi dengan cara membandingkan komposisi reaktan dengan komposisi produk padatan sol-gel, serta membandingkan komposisi produk cairan dengan komposisi produk padatan sol-gel.

### 3.3.1 Alat-Alat Yang Digunakan Pada Sintesis Sol-Gel

Alat-alat yang digunakan pada sintesis ini adalah sebagai berikut:

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

### 3.3.2 Bahan Baku Yang Digunakan Pada Sintesis Sol-Gel

Bahan baku yang digunakan pada sintesis ini adalah sebagai berikut:

1. *Waterglass* ( $\text{Na}_2\text{O} = 48.02\%$ ,  $\text{SiO}_2 = 46.68\%$ ) yang berfungsi sebagai sumber silika
2. Aluminium Sulfat ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ) yang berfungsi sebagai sumber alumina
3. Air demineralisasi ( $\text{H}_2\text{O}$ ) yang berfungsi sebagai agen mineralisasi dan pelarut
4. Asam Sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 3M yang berfungsi sebagai pemutus hidrat.

### 3.3.3 Prosedur Sintesis Sol-Gel

Prosedur sintesis sol-gel adalah sebagai berikut:

1. Mempersiapkan reaktan untuk rasio mol  $\text{Si}/\text{Al} = 25$ .
2. *Waterglass* sebagai sumber silika dicampur dengan air demineralisasi sebagai agen mineralisasi dan pelarut sehingga membentuk larutan (larutan A).
3. Melarutkan  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  ke dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan menambah air demineralisasi sehingga membentuk larutan (larutan B).

4. Mencampurkan larutan A dan larutan B ke dalam *Jet Bubble Column* selama 90 menit.
5. Membiarkan larutan agar terbentuk gel (*gel-aging*)
6. Mengulangi langkah 1-5 untuk rasio Si/Al 50, 75, dan 100.
7. Melakukan pengukuran menggunakan konduktivimeter untuk melihat jumlah ion yang terbentuk di fasa cair.
8. Melakukan penyaringan, dan pengeringan gel. Penyaringan bertujuan untuk memisahkan padatan gel dengan larutan menggunakan kertas saring.
9. Pengeringan gel dilakukan pada suhu 80 °C untuk mendapatkan padatan berupa serbuk.

### 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 rasio mol Si/Al yang optimum untuk kondisi sintesis ZSM-5.

#### 2. Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi rasio Si/Al reaktan. Variasi yang digunakan adalah rasio mol Si/Al 25, 50, 75, dan 100. Perbandingan mol reaktan sebagai berikut (Yue-ming and Wang-ming, 2004):



\*keterangan : x = variabel bebas

Tabel 3.1 Komposisi (mol rasio) reaktan

Rasio Si/Al Reaktan	Bahan Kimia yang disiapkan (mol)		
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O
Si/Al =25	0,035	1,75	138,889
Si/Al =50	0,035	3,5	138,889
Si/Al =75	0,035	5,25	138,889
Si/Al =100	0,035	7	138,889



Tabel 3.2 Rincian Komposisi Reaktan yang Digunakan

Rasio Si/Al Reaktan	Bahan Kimia yang disiapkan		
	Tawas (g)	Waterglass (ml)	H <sub>2</sub> O (ml)
Si/Al =25	23,3	93,68	2500
Si/Al =50	23,3	187,35	2500
Si/Al =75	23,3	281	2500
Si/Al =100	23,3	374,7	2500

Perhitungan untuk komposisi reaktan dapat dilihat pada Lampiran.

### 3.4 Tahap Karakterisasi Sol-Gel

#### 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

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 antara  $A_T$  dan  $C_s$  (konsentrasi larutan standar) sehingga diperoleh nilai K.

### d. Karakterisasi Gravimetri

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

1. Proses pengendapan
2. Proses Isolasi dan pengeringan endapan
3. Penentuan Kadar Air Kristal
4. Perhitungan kadar logam

## 3.5 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*). Berbagai parameter untuk memonitor perkembangan dari pembentukan *sol-gel* antara lain dengan melihat tingkat kekeruhan fasa cair dan mengukur konduktiviti fasa cair. Prosedur teknik pembuatannya *sol-gel* diawali dengan operasi *jet bubble column* dengan berbagai rasio mol Si/Al.

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), AAS, Gravimetri (untuk mengecek sisa ion logam pada larutan), dan FTIR (untuk melihat ikatan antar partikel atom).

Dari sampel padatan *sol-gel* terbaik tersebut akan dihitung persentase massa atom setiap komposisi dan membandingkannya dengan hasil menggunakan EDX. Dengan AAS, dapat ditentukan komposisi ion logam pada fasa larutannya. Dari hasil AAS, akan dibandingkan komposisi Si/Al awal dengan komposisi Si/Al pada fasa cair. *Yield* dikatakan tinggi jika ion terhidrat yang tersisa berjumlah sedikit (seminimal mungkin) di dalam larutan.

Lalu sampel akan 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 & Gayubo, 1996), Si-OH berada pada sekitar  $880\text{ cm}^{-1}$ , dan Al-OH pada  $915-895\text{ cm}^{-1}$  (Saikia & Parthasarathy, 2010).

## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini memfokuskan penggunaan *jet bubble column* untuk mengoptimalkan kontak Si dan Al ketika pencampuran pada pembentukan sol-gel aluminosilikat dalam rute sintesis ZSM-5. *Jet bubble column* berfungsi sebagai media kontak antara ion Si dan Al sehingga terjadi nukleasi, dan sebagai pengganti *stirrer*. Pengadukan dengan *Jet Bubble Column* menyebabkan kontak antar reaktan yang terus-menerus sehingga ion-ion terhidrolisis secara sempurna. Penggunaan *jet bubble column* menghasilkan tumbukan yang akan membentuk pusaran eddy (Ito, 2000), sehingga tidak diperlukan lagi alat pengaduk.

Pada sintesis ini akan terjadi proses 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. Gelembung dalam fasa cair, yang diakibatkan oleh *jet bubble column*, dapat mengurangi tingginya viskositas campuran koloid dan mempermudah terbentuknya *sol-gel* yang homogen. Disamping itu homogenitas yang sempurna akan mempermudah terbentuknya fasa sol-gel dari reaksi kondensasi atau polimerisasi dari ion-ion terhidrat sehingga proses nukleasi akan lebih cepat.

Sintesis ini menggunakan bahan dasar *waterglass* sebagai sumber silika dan tawas sebagai sumber alumina. Sintesis ini dilakukan tanpa pre-treatment  $160^{\circ}\text{C}$  terhadap *waterglass* dan dengan memvariasikan rasio Si/Al sebesar 25, 50, 75, dan 100. Tujuan variasi ini adalah untuk mencari rasio Si/Al optimum dimana diketahui lama proses nukleasi salah satunya dipengaruhi oleh komposisi reaktan. Waktu pencampuran menggunakan *jet bubble column* dilakukan selama 90 menit.

#### 8.1 Hasil Pengamatan Tahap Pembentukan Sol-Gel

##### 8.1.1 Pertumbuhan Sol-Gel

Proses nukleasi tidak dapat diamati pada periode inkubasi (Breck, 1974). Namun hasilnya dapat terlihat secara kasat mata dari pertumbuhan gel. Setelah melakukan proses pencampuran dengan *jet bubble column*, larutan sampel

dimasukkan ke dalam beaker glass 500 ml. Larutan sampel langsung menghasilkan endapan putih. Endapan putih inilah yang kemudian akan menjadi gel. Dari hasil pengamatan, sampel rasio 100, 75, dan 50 terbentuk gel sejak hari ke-1 (esokan hari), sedangkan sampel rasio 25 mulai terbentuk gel pada hari ke-2.

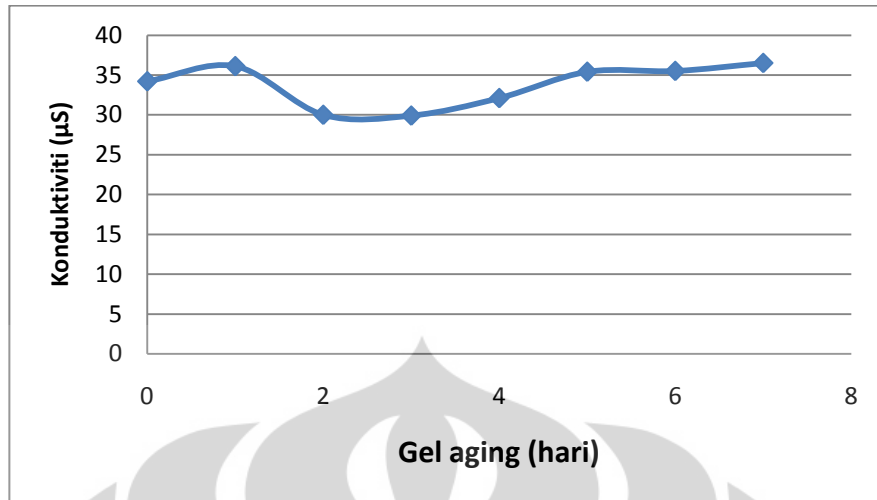
Tabel 4.1 Pertumbuhan Gel Tiap Sampel

Sampel	Jumlah Gel (ml)					
	Hari 0	Hari 1	Hari 2	Hari 3	Hari 4	Hari 5
Rasio 100	-	± 100	± 150	± 225	± 225	± 225
Rasio 75	-	± 100	± 150	± 200	± 200	± 200
Rasio 50	-	± 100	± 150	± 175	± 175	± 175
Rasio 25	-	-	± 100	± 125	± 125	± 125

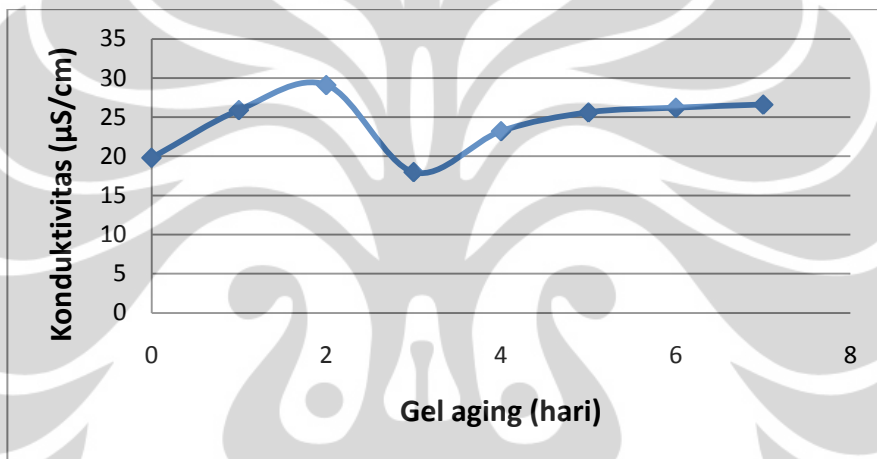
Pertumbuhan gel sampel rasio 100, 75, dan 50 terus meningkat hingga hari ke-3. Setelah itu, hingga hari ke-5 jumlah gel tidak bertambah. Sehingga dapat dikatakan gel aging optimum berlangsung hingga hari ke-3. Gel yang terbentuk untuk sampel rasio 100 paling banyak dibanding sampel rasio 75, 50 dan 25. Foto-foto dari sampel dapat dilihat pada Lampiran.

### 8.1.2 Pengukuran Konduktiviti

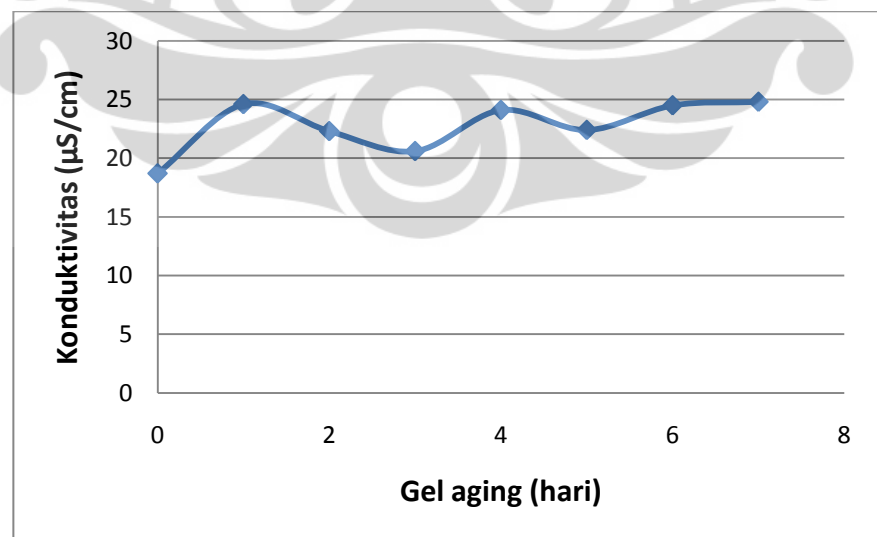
Setelah pencampuran menggunakan Jet Bubble Column, dilakukan pengukuran konduktiviti setiap hari untuk mengetahui jumlah ion terhidrat yang terkandung dalam fasa liquid. Berikut adalah hasil konduktiviti yang didapat:



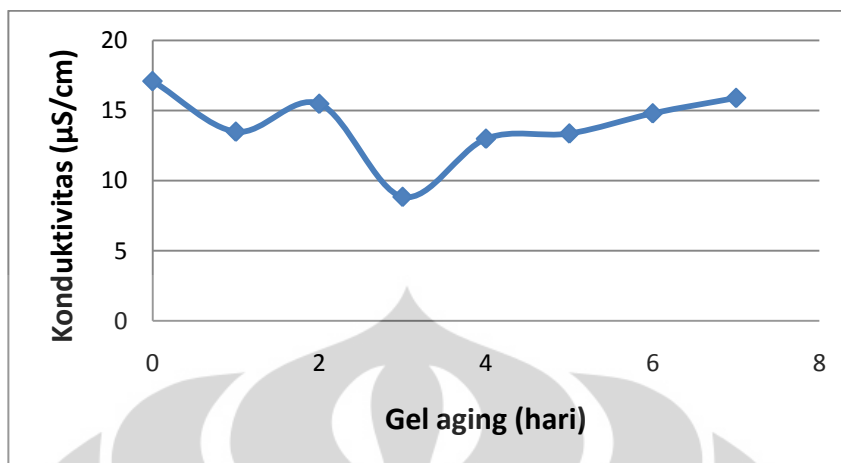
Gambar 4.1 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 100



Gambar 4.2 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 75



Gambar 4.3 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 50



Gambar 4.4 Konduktiviti selama gel aging untuk sampel rasio Si/Al 25

Konduktiviti larutan sebanding dengan konsentrasi ionnya. Semakin sedikit konsentrasi ion yang terdapat dalam fasa cair, berarti semakin banyak konsentrasi ion yang telah terlarut dalam fasa padat (*gel*). Dari grafik konduktivitas, dapat diketahui reaksi-reaksi yang terjadi. Pada saat awal dimana grafik menunjukkan peningkatan konduktivitas, hal ini menunjukkan sedang terjadi reaksi hidrolisis. Sampel rasio 100, 75, dan 50 mengalami hal ini, namun terjadi keanehan dimana sampel rasio 25 dari hari ke-0 menuju hari ke-1 justru mengalami penurunan. Setelah mengalami kenaikan, grafik menunjukkan penurunan konduktivitas, hal ini menunjukkan sedang terjadi kondensasi dimana ion-ion akan terlarut di fasa *gel* sehingga jumlah ion pada fasa cair mengalami penurunan.

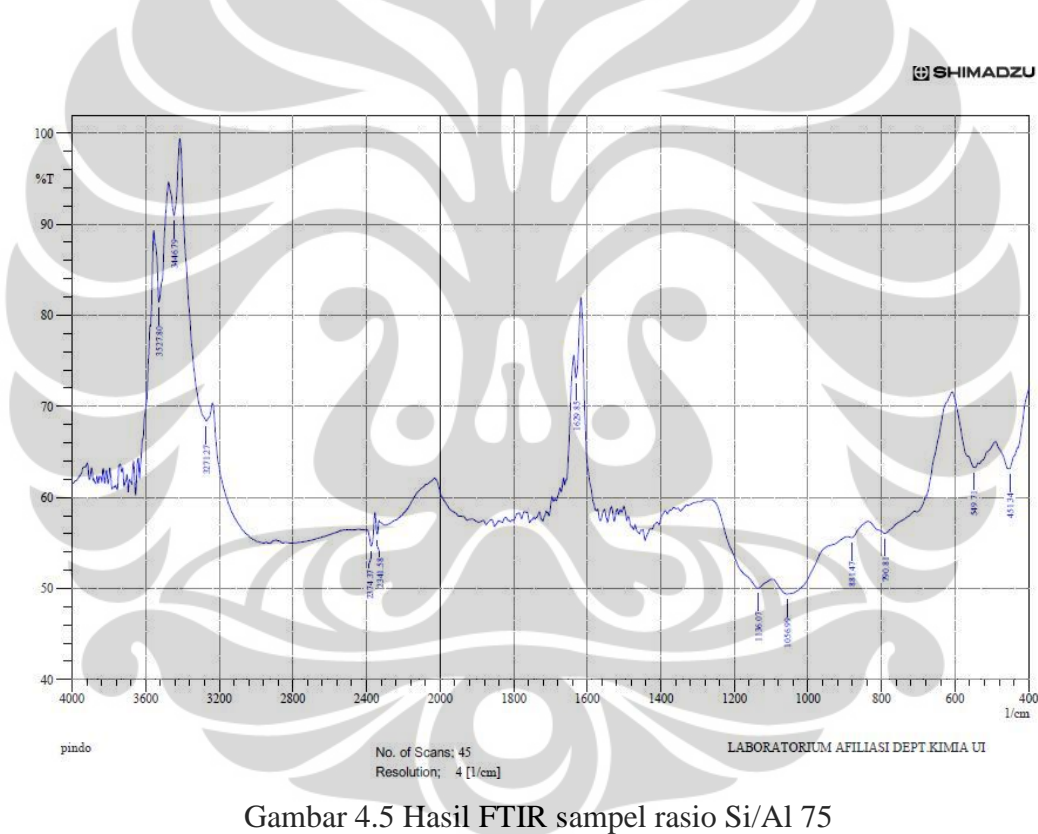
Untuk semua sampel, nilai konduktiviti terendah didapat pada hari ke-3. Hal ini menunjukkan ion-ion telah maksimal terlarut pada fasa gel. Di saat ini proses nukleasi telah berlangsung dengan maksimal. Dengan demikian, waktu *gel-aging* yang optimum adalah 3 hari karena setelah lewat dari 3 hari, ion akan terlarut kembali ke fasa cair yang ditandai dengan naiknya nilai konduktivitas. Bila proses *gel-aging* ini dilakukan terlalu lama maka kemungkinan nukleat yang telah terbentuk akan terlarut kembali ke dalam fasa cair dan akan mengurangi kualitas sol-gel.

Grafik untuk sampel rasio Si/Al 100 menunjukkan kestabilan dalam nilai konduktivitinya mulai hari ke-5 *gel-aging*. Begitu pula pada sampel 75 menit yang mengalami kestabilan nilai konduktiviti mulai hari ke-5. Kestabilan ini

mengindikasikan bahwa tidak ada lagi ion pada fasa liquid yang terlarut pada fasa *gel*. Selain itu, cairan sampel rasio 100 dan 75 terlihat lebih bening dibandingkan cairan sampel rasio 50 dan 25. Sementara, pada sampel 40 menit dan 20 menit tidak menunjukkan kestabilan nilai konduktiviti hingga hari ke-7 dan cairannya masih sangat keruh. Karena kestabilan nilai konduktivitinya, sampel rasio Si/Al 100 dan rasio Si/Al 75 ini dianggap sebagai yang terbaik dan akan dilakukan karakterisasi.

## 8.2 Karakterisasi FTIR

Hasil FTIR dari sampel rasio Si/Al 75 adalah sebagai berikut:

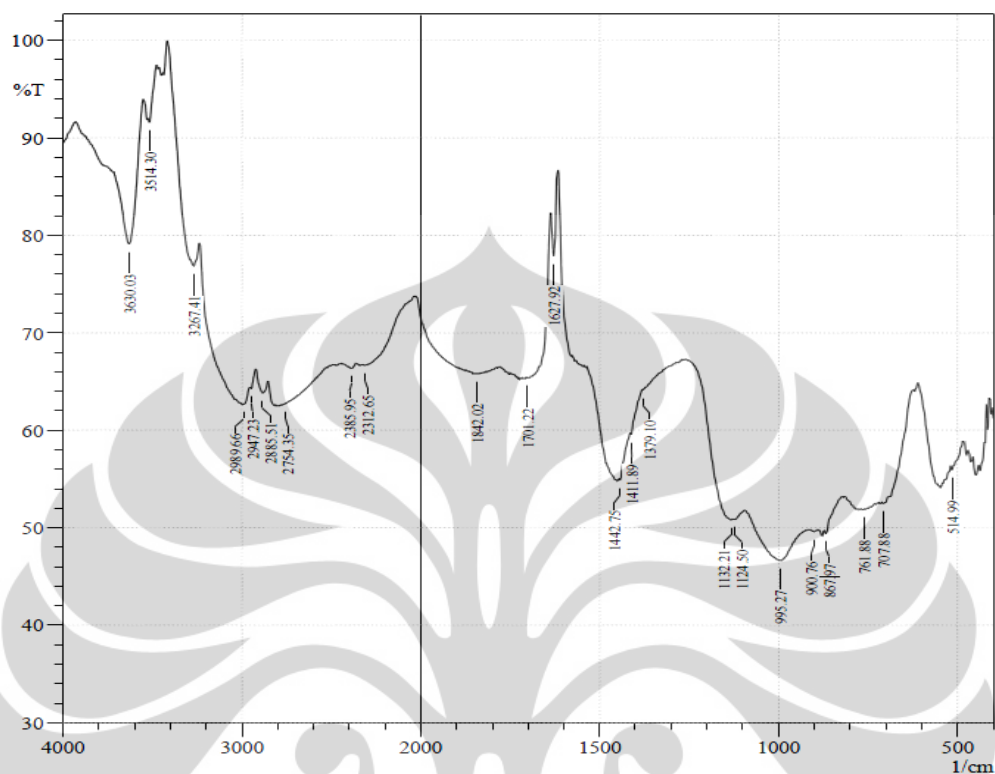


Gambar 4.5 Hasil FTIR sampel rasio Si/Al 75

Dari peak, terlihat bahwa gugus O-H terdapat pada frekuensi  $3446,79\text{ cm}^{-1}$  (Benito & Gayubo, 1996), H-O-H dari air demineralisasi pada  $1629,85\text{ cm}^{-1}$ , Si-OH terbentuk pada frekuensi  $881,47\text{ cm}^{-1}$ , Si-O-Al pada  $1056,99\text{ cm}^{-1}$  (Jakobsson, 2002). Pada sampel rasio 75, 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  $1056-881\text{ cm}^{-1}$ .



Hasil FTIR dari sampel rasio Si/Al 100 adalah sebagai berikut:



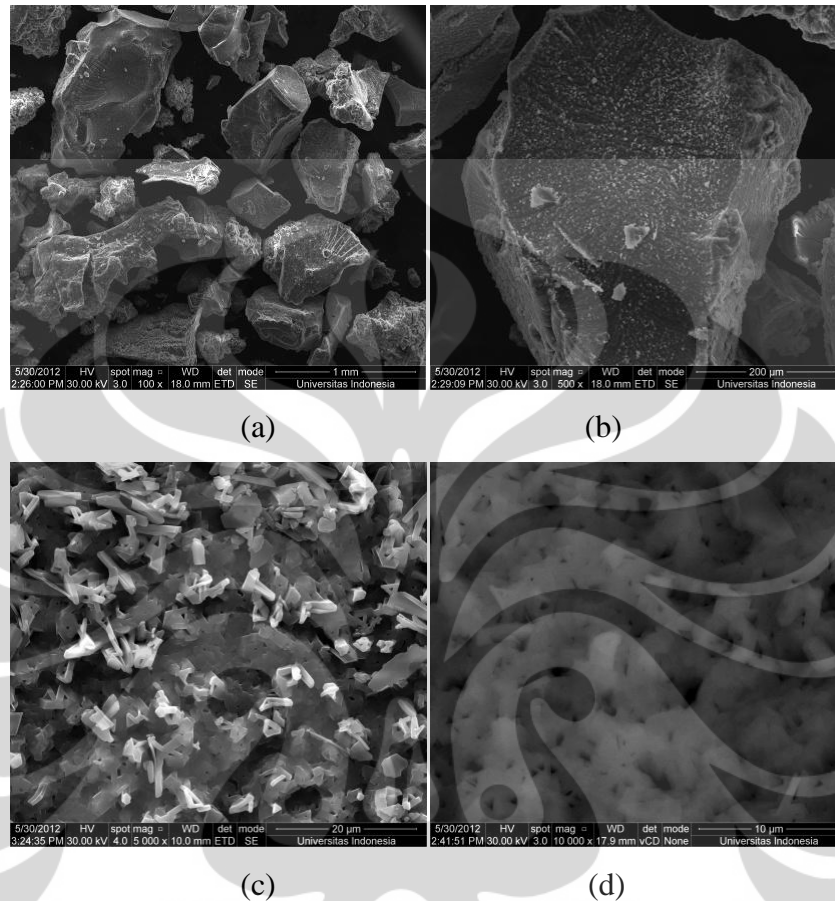
Gambar 4.6 Hasil FTIR sampel rasio Si/Al 100

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 rasio Si/Al 100 dan 75, 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*. Reaksi kondensasi dan polimerisasi ini yang menyebabkan terbentuknya Si-O-Al. Berdasarkan hasil diatas dapat dikatakan bahwa sampel yang diperoleh sesuai seperti yang diharapkan, yakni aluminosilikat.

### 8.3 Karakterisasi FESEM-EDX

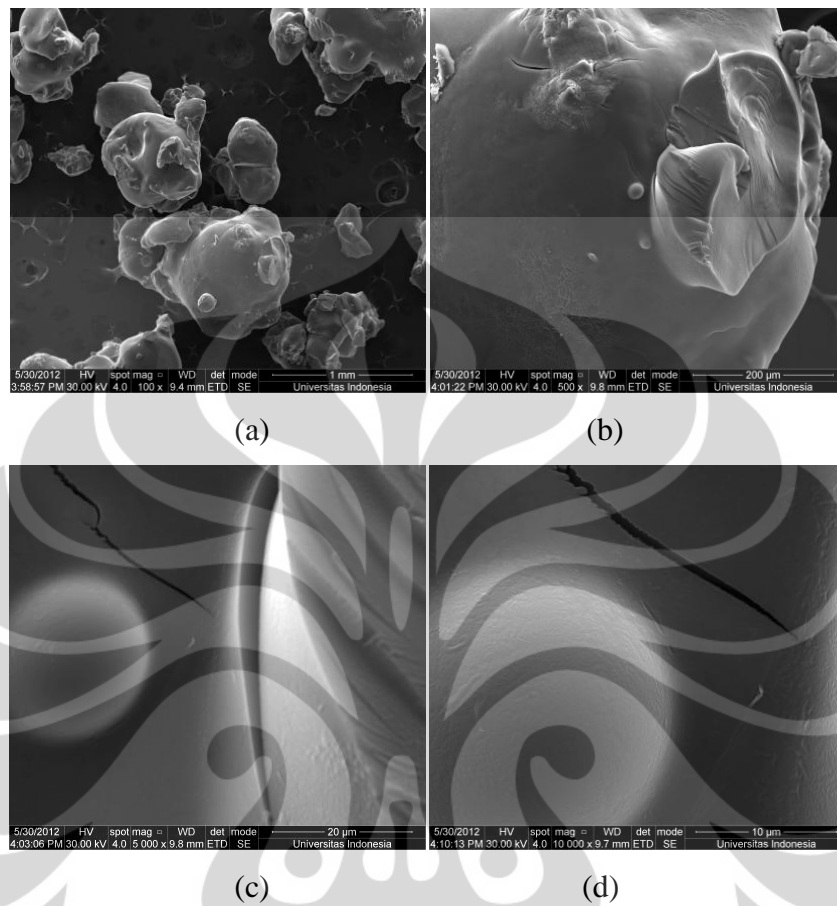
Berikut ini adalah hasil FESEM dari sampel rasio Si/Al 75.



Gambar 4.7 Hasil FESEM sampel rasio 75 dengan perbesaran: (a) 100 x. (b) 500x. (c) 5000x. (d) 10000x

Gambar di atas menunjukkan bahwa morfologi *sol-gel* sampel rasio 75 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 80°C. Sol-gel menjadi padatan dan digerus untuk mendapatkan padatan berupa bubuk. Morfologi yang tidak merata ini lebih disebabkan proses penumbukkan yang tidak sempurna.

Berikut ini adalah hasil FESEM dari sampel rasio Si/Al 75.



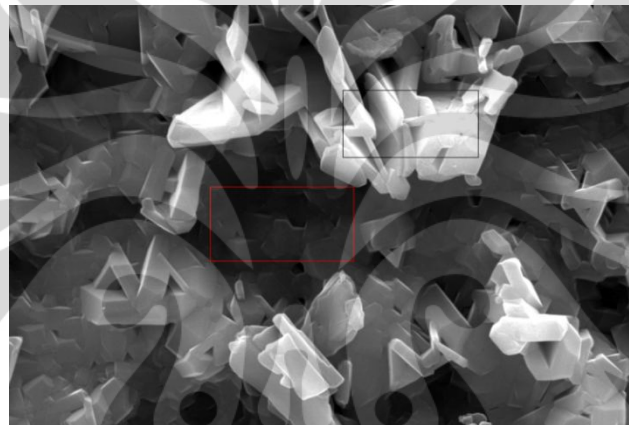
Gambar 4.8 Hasil FESEM sampel rasio Si/Al 100 dengan perbesaran: (a) 100x. (b) 500x. (c) 5000x. (d) 10000x.

Gambar di atas menunjukkan morfologi *sol-gel* sampel rasio Si/Al 100 dimana permukaannya lebih menggumpal dibandingkan dengan sampel rasio 75. Partikelnya pun terlihat seperti gumpalan-gumpalan, tidak seperti sampel rasio 75 yang terlihat seperti bongkahan-bongkahan. Hal ini dimungkinkan karena pengeringan *gel* yang kurang sempurna sehingga partikel padatan masih agak menggumpal dan tidak benar-benar berbentuk seperti serbuk.

Hasil EDX dari sampel rasio 75 dapat dilihat sebagai berikut:

Tabel 4.2 Hasil Komposisi Sampel Rasio 75

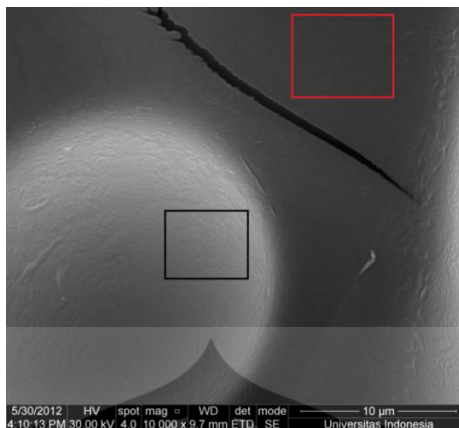
Elemen	% massa atom	
	Hasil EDX 1 (area gelap)	Hasil EDX 2 (area terang)
Si	37.48	35.26
Al	2,14	1.26



Gambar 4.9 Sampel rasio 75 area 1 (kotak merah) dan area 2 (kotak hitam)

Tabel 4.3 Hasil Komposisi Sampel rasio Si/Al 100

Elemen	% massa atom	
	Hasil EDX 1 (area gelap)	Hasil EDX 2 (area terang)
Si	62.82	37.54
Al	2.55	1.8



Gambar 4.10 Sampel rasio 100 area 1 (kotak merah) dan area 2 (kotak hitam)

Dari hasil EDX terlihat bahwa sampel memiliki kandungan Si dan Al yang besar seperti yang diharapkan. Baik sampel rasio 100 maupun rasio 75 memiliki kadar Si dan Al lebih besar pada area gelap dibandingkan area terang. Terang dan gelap ini menunjukkan perbedaan ketinggian. Area gelap menunjukkan area tersebut posisinya lebih di dalam dibandingkan area terang yang lebih ke arah permukaan.

Sampel rasio 100 memiliki kadar Si dan Al yang lebih besar dibanding sampel rasio 75, baik area gelap maupun area terang. Jumlah Si pada reaktan sampel rasio 100 lebih besar dibanding reaktan sampel rasio 75, sehingga memang wajar jika kadar Si pada gel rasio 100 lebih banyak dibandingkan rasio 75. Namun hal ini tidak berlaku untuk kadar Al. Jumlah Al pada reaktan sampel rasio 100 dan 75 adalah sama, akan tetapi kadar Al pada gel rasio 100 lebih besar dibanding gel rasio 75.

Area gelap sampel rasio 100 memiliki kandungan Si 62,82%, sedangkan area gelap sampel 75 memiliki kandungan Si 37,48%. Perbedaan yang begitu besar, hamper 2 kali lipat, tidak sebanding dengan perbedaan jumlah Si pada reaktan antara sampel rasio 100 dan 75. Sehingga dapat dikatakan rasio Si/Al 100 lebih baik dalam pembentukan gel.

#### 8.4 Karakterisasi AAS

Sampel cairan diuji dengan AAS untuk mengetahui kandungan logamnya, dalam hal ini adalah kandungan Al. Berikut ini hasil AAS untuk sampel rasio 75 dan 100.

Tabel 4.4 Hasil AAS untuk Sampel Rasio 75 dan 100

Sampel	Kadar Al ( $\mu\text{g/g}$ )
Rasio 75	< 10
Rasio 100	< 10

Dari tabel di atas, dapat diketahui bahwa ion Al yang terkandung dalam cairan sangat sedikit, tidak mencapai 10  $\mu\text{g}$  per gram cairan. Hal ini menunjukkan Al memang banyak terkandung di dalam gel seperti yang diharapkan. Hal ini membuktikan bahwa ion-ion terhidrolisis sempurna, sehingga proses nukleasi dan pembentukan sol-gel menjadi lebih sempurna, sehingga mengakibatkan ion terhidrat yang tertinggal di fasa cair sangat kecil.

#### 8.5 Karakterisasi Gravimetri

Sampel cairan diuji dengan Gravimetri untuk mengetahui kandungan logamnya, dalam hal ini adalah kandungan Si. Berikut ini hasil gravimetri untuk sampel rasio 75 dan 100.

Tabel 4.5 Hasil Gravimetri untuk Sampel Rasio 75 dan 100

Sampel	Kadar Si (ppm)
Rasio 75	0,095
Rasio 100	0,099

Dari tabel di atas, dapat diketahui bahwa ion Si yang terkandung dalam cairan sangat sedikit, tidak mencapai 0,1 ppm atau 100  $\mu\text{g}$  per gram cairan. Hal ini menunjukkan Si memang banyak terkandung di dalam gel seperti yang diharapkan. Hal ini membuktikan bahwa ion-ion terhidrolisis sempurna, sehingga

proses nukleasi dan pembentukan sol-gel menjadi lebih sempurna, sehingga mengakibatkan ion terhidrat yang tertinggal di fasa cair sangat kecil.

Dapat dilihat pula bahwa antara sampel rasio 100 dan rasio 75 memiliki kandungan Si yang hampir sama pada cairan sampel walaupun kandungan Si pada reaktan rasio 100 lebih banyak dibandingkan rasio 75. Hal ini menunjukkan rasio reaktan Si/Al 100 lebih efektif ketimbang rasio Si/Al 75.



## BAB 5 KESIMPULAN

### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang didapat dari penelitian ini:

1. Sintesis *sol-gel* aluminosilikat dengan rasio mol Si/Al 100 paling optimum menghasilkan *sol-gel* yang lebih cepat dan kualitas yang lebih baik
2. Waktu *gel-aging* yang optimum pada proses sintesis *sol-gel* aluminosilikat adalah 3 hari

### 5.2 Saran

Saran yang diajukan untuk penelitian ini:

1. Tawas dan waterglass harus dijaga kebersihannya agar tidak menimbulkan warna pada larutan
2. Setelah penggunaan Jet Bubble Column, sebaiknya dicuci dengan pengadukan air demin terlebih dahulu sebelum digunakan lagi agar tidak ada larutan sampel yang tertinggal di pipa dan pompa
3. Penelitian ini perlu dikembangkan lebih lanjut karena dapat mempercepat rute sintesis ZSM-5



## DAFTAR PUSTAKA

- 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.
- Campbell, M. I. 1988. *Catalyst at Surface*, New York, Chapman and Hall.
- 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.
- 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 Characterizat on of Nanosized ZSM-5 Using Kaolin and Investigation of Kaolin Content*. University of Tabriz.
- Khopkar. 2002. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI Press. Jakarta.
- 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.
- 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
- Vogel, A.I. 1994. *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik Edisi 4*. EGC. Jakarta
- Yue-Ming, H. & Wang-Ming, H. 2004. Rapid synthesis of ZSM-5 zeolite catalyst for amination of ethanalamine. *Journal of Zhejiang University - Science A*, 5, 705-708.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Perhitungan Kebutuhan Reaktan

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

Basis H<sub>2</sub>O = 2500 ml

Mol H<sub>2</sub>O = (2500 g) / (18 g/mol) = 138,89 mol

Diketahui : 1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : x SiO<sub>2</sub> : 8Na<sub>2</sub>O : 4000 H<sub>2</sub>O

Mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = (1/400) x mol H<sub>2</sub>O = 0,035 mol

Massa tawas = 23,3 g

Mol SiO<sub>2</sub> = 200 x mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 7 mol

Massa SiO<sub>2</sub> = 420 g

Diketahui: kandungan SiO<sub>2</sub> dalam *waterglass* adalah 46,7%

Massa *waterglass* = 420 g x (100/46,7) = 899,36 g

Diketahui: massa jenis *waterglass* 2,04 g/ml

Volume *waterglass* = 899,36/2,04 = 374,7 ml

Perhitungan untuk rasio 75, 50, dan 25 dilakukan dengan langkah yang sama, sehingga didapatkan:

Rasio Si/Al Reaktan	Bahan Kimia yang disiapkan		
	Tawas (g)	Waterglass (ml)	H <sub>2</sub> O (ml)
Si/Al =25	23,3	93,68	2500
Si/Al =50	23,3	187,35	2500
Si/Al =75	23,3	281	2500
Si/Al =100	23,3	374,7	2500

## Lampiran 2. Tabel Konduktivitas per Sampel

- Sampel rasio 100

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

- Sampel rasio 75

Hari ke-	Konduktivitas ( $\mu\text{S/cm}$ )
0	19.8
1	25.9
2	29.1
3	17.97
4	23.2
5	25.6
6	26.2
7	26.6

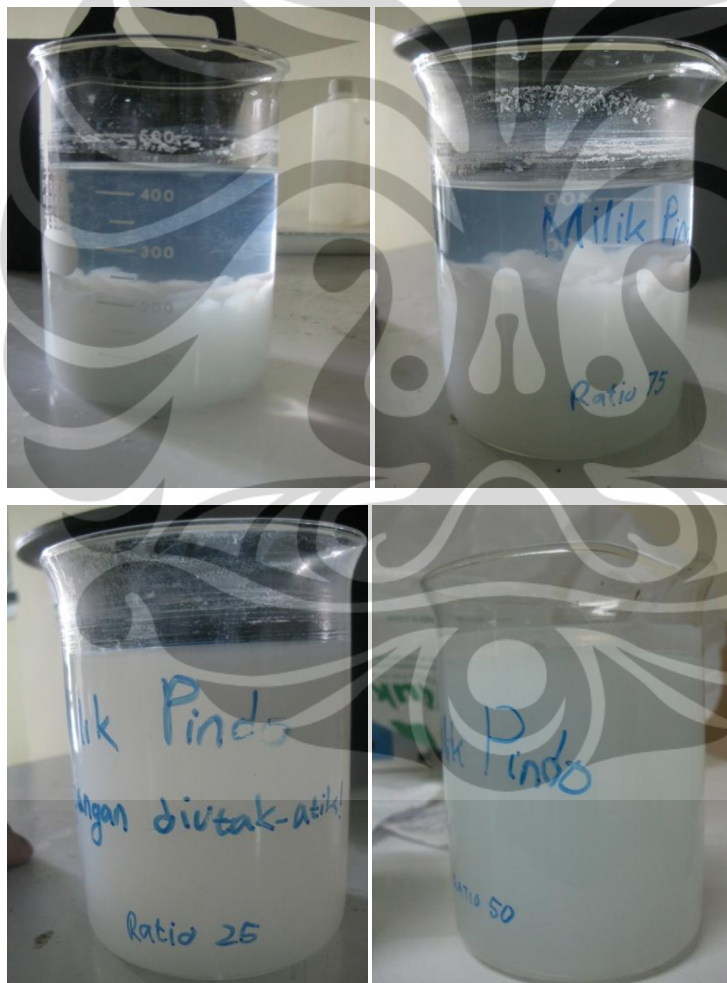
- Sampel rasio 50

Hari ke-	Konduktivitas ( $\mu\text{S/cm}$ )
0	18.7
1	24.6
2	22.3
3	20.6
4	24.1
5	22.4
6	24.5
7	24.8

- Sampel rasio 25

Hari ke-	Konduktivitas ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
0	17.1
1	13.49
2	15.48
3	8.84
4	12.99
5	13.36
6	14.8
7	15.9

### Lampiran 3. Foto-Foto Sampel



**Lampiran 4. Foto Jet Bubble Column**