



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT
ALUMINA SILIKA BERPORI DAN APLIKASINYA UNTUK
PEMISAHAN GAS METANOL-ETANOL**

SKRIPSI

KURNIYASARI

0706263246

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 KIMIA

DEPOK

JANUARI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT
ALUMINA SILIKA BERPORI DAN APLIKASINYA UNTUK
PEMISAHAN GAS METANOL-ETANOL**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

KURNIYASARI

0706263246

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI S1 KIMIA

DEPOK

JANUARI 2012


HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Kurniyasari

NPM : 0706263246

Tanda Tangan : 

Tanggal : Januari 2012

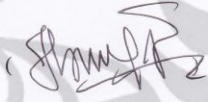
HALAMAN PENGESAHAN

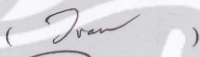
HALAMAN PENGESAHAN

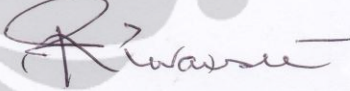
Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Kurniyasari
NPM : 0706263246
Program Studi : S1 Kimia
Judul Skripsi : Sintesis Dan Karakterisasi Membran Komposit Alumina Silika Berpori Dan Aplikasinya Untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol

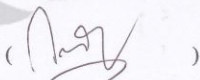
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi S1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia


DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Yuni Krisyuningsih K. ()

Pembimbing II : Dr. Ivandini Tribidasari A. ()

Penguji : Dr. Riwandi Sihombing ()

Penguji : Ir. Widyastuti Samadi, M.Si. ()

Penguji : Drs. Riswiyanto, M.Si. ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 09 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah rabbil'alamin, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul "Sintesis Dan Karakterisasi Membran Komposit Alumina Silika Berpori Dan Aplikasinya Untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol" tepat pada waktunya.

Tugas Akhir ini merupakan salah satu tugas dan persyaratan untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu penulis selama penelitian dan penulisan skripsi, antara lain:

1. Dr. Ridla Bakri, selaku Ketua Departemen Kimia.
2. Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi dan Dr. Ivandini Tribidasari Anggraningrum, selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga dan pikiran untuk membimbing penulis dalam penyusunan skripsi ini.
3. Prof. Usman Sumo Friend Tambunan, selaku pembimbing akademik.
4. Ir. Widyastuti Samadi, M.Si, selaku Koordinator Pendidikan Departemen Kimia.
5. Bapak dan Ibu Dosen Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia, terima kasih atas ilmu yang telah diberikan.
6. Keluarga besar penulis, yang telah memberikan dukungan baik materiil maupun immaterial.
7. Teman-teman penelitian anorganik: Silvy, Savitri, Mumu, Santy, Widya, Rafi, Widi, dan teman-teman penelitian lantai 3 dan lantai 4 serta kak Temmy. Terima kasih atas kerjasama, diskusi, saran dan serta suka duka bersama yang diberikan selama penelitian.

8. Teman-teman penerus anorganik: Tegar, Budi, Irna, Hadi, dan Syahreza. Semangat dan sukses untuk penelitiannya.
9. Teman-teman seangkatan 2007 tidak dapat disebutkan satu persatu, atas kebersamaanya selama menuntut ilmu dari tahun pertama hingga tahun terakhir.
10. Sahabat-sahabat penulis: Savitri, Silvy, Mita, Rohman, Tegar, Rifan, Johannes. Terima kasih untuk waktu luang dan dukungan yang kalian berikan.
11. Pihak-pihak yang telah membantu proses penelitian: tim afiliasi, pak Sutrisno 'Babeh', pak Hedi, mbak Ina, mbak Cucu, mbak Elva, mbak Emma, mbak Tri, mas Hadi, pak Marji, dan semua karyawan Departemen Kimia FMIPA UI.
12. Bapak Jajat Sudrajat (Teknisi Lab. RPKA, Departemen Teknik Kimia FTUI), Bapak Wisnu Ari Adi (BATAN, Serpong), Mas Adi dan Mas Ferdian (CPMFA, Departemen Teknik Metalurgi FTUI), Bapak Bambang (Salemba), Bapak Anton dan Mbak Rini (LIPI Metalurgi, Serpong) serta Bapak Suradi dan Bapak Jatmika (Lab. Tekmira, Bandung) atas bantuan dan kerjasamanya selama penelitian demi kelancaran penulisan skripsi.
13. Semua pihak yang telah membantu penulis yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Akhir kata penulis harapan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Penulis

2012

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

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

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

Nama : Kurniyasari
NPM : 0706263246
Program Studi : S1
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
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 :

Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Alumina Silika Berpori dan Aplikasinya untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, 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 : 09 Januari 2012
Yang menyatakan,



(Kurniyasari)

ABSTRAK

Nama : Kurniyasari
Program Studi : S1 Kimia
Judul : Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Alumina Silika Berpori dan Aplikasinya untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol

Sintesis nanozeolit dilakukan dengan teknik *seeding*. *Seed* yang digunakan merupakan koloidal zeolit Y dengan tetraethyl orto silicate (TEOS) sebagai sumber silika, aluminium isopropoxide $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ sebagai sumber aluminium dan tetramethylammoniumhydroxide (TMAOH) sebagai *template* organik. Proses dilakukan dengan sistem refluks pada suhu 100°C selama 192 jam dengan kondisi optimum pertumbuhan zeolit pada pH 9 dan waktu *aging* selama 18 jam pada suhu 100°C dengan menambahkan koloidal seed ke dalam koloidal prekursor FAU. Untuk pemisahan gas, disintesis membran nanozeolit Y menggunakan silika berpori seperti, aerogel silika sebagai *support*, dengan komposisi zeolite Y/aerogel silika 2:1. Karakterisasi dengan XRD, SEM-EDX, FTIR dan PSA menunjukkan bahwa zeolit hasil sintesis merupakan zeolit FAU tipe Y dengan rasio Si/Al 3.2 dan berukuran 2 nm. Sedangkan karakterisasi XRD dan FTIR untuk membran nanozeolit menunjukkan bahwa membran yang dihasilkan bersifat nonpolar dan mengalami transformasi menjadi alumina silika berpori lain yang belum diketahui rasio Si/Al nya akibat penambahan aerogel silika yang belum terbebas dari *template* (pelarut organik) yang digunakan. Membran selanjutnya diuji untuk aplikasi pemisahan gas metanol-etanol dan dideteksi menggunakan GC-FID. Hasil pemisahannya menunjukkan bahwa membran hanya efektif digunakan pada analisa pertama dan kedua.

Kata Kunci : *seeding*, nanozeolit, aerogel silika, membran, metanol-etanol

xiv + 60 halaman : 23 gambar ; 7 tabel ; 8 lampiran

Daftar Pustaka : 25 (1974 – 2011)

ABSTRACT

Name : Kurniyasari
Programme Study : Chemistry
Title : Synthesis and Characterization of Porous Alumina Silica Composite Membrane and Its Application for Methanol-Ethanol Gas Separation

Nanozeolite synthesized by seeding method. Colloidal crystals of zeolite Y used as seeds were synthesized with tetraethyl orthosilicate (TEOS) as silica source and aluminium isopropoxide $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ as a source of aluminum and tetramethylammonium hydroxide (TMAOH) as organic template. The process carried out in reflux system at 100°C for 192 hours with optimum growth condition of the zeolite at pH 9 and aging time for 18 hours at 100°C with adding of colloidal seed into colloidal precursors FAU. For gas separation application, membrane nanozeolite Y synthesized using porous silica such as, a aerogel silica, as a support, with the composition of zeolite Y/aerogel silica 2:1. Characterization by XRD, SEM-EDS, FTIR and PSA showed that the zeolite synthesis is FAU type Y zeolite with ratio Si/Al 3.22 and a size of 2 nm. Whereas, the characterization of XRD and FTIR for the membrane nanozeolite show that the resulting membrane is nonpolar and has formed a new structure of the unknown ratio of Si/Al was due to the addition of aerogel silica that have not been liberated from the template (organic solvent) is used. Further tested for membrane gas separation applications of methanol-ethanol and detected using GC-FID. The results of separation showed that the membrane is only effective on the first and second analysis.

Keywords : seeding, nanozeolite, aerogel silica, membrane, methanol-ethanol

xiv + 60 pages: 23 pictures ; 7 tables ; 8 attachments

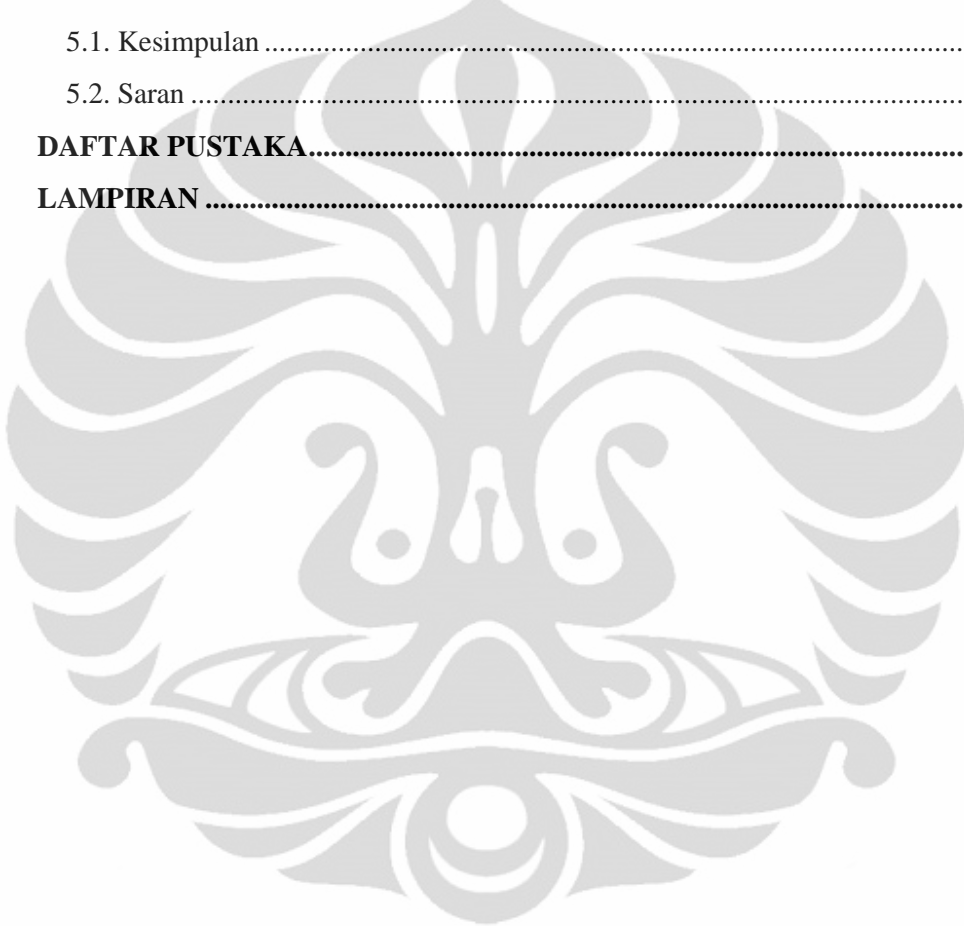
Bibliography : 25 (1974 – 2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	2
1.3. Tujuan Penelitian	2
1.4. Hipotesis	2
1.5. Manfaat Penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Nanozeolit.....	4
2.2. <i>Faujasite</i>	4
2.3. Aerogel Silika	5
2.4. Proses Sol-Gel.....	5
2.5. Material Berpori sebagai Membran Nanozeolit.....	8
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	10
3.1. Alat dan Bahan.....	10
3.1.1. Alat.....	10
3.1.2. Bahan	10
3.2. Prosedur Penelitian	11
3.2.1. Pembuatan Larutan	11
3.2.1.1. Pembuatan Larutan NaOH 0.1 M dan 1 M.....	11
3.2.1.2. Pembuatan Larutan NH ₄ OH 0.1 M.....	11

3.2.1.3. Pembuatan Larutan HNO ₃ 6M.....	12
3.2.1.4. Pembuatan Larutan 20% vol H ₂ O/Etanol	12
3.2.1.5. Pembuatan Larutan 70% vol TEOS/Etanol	12
3.2.2. Sintesis <i>Seed</i>	12
3.2.3. Sintesis Nanozeolit Y dengan Teknik <i>Seeding</i>	13
3.2.4. Sintesis Aerogel Silika.....	14
3.2.5. Sintesis Membran Nanozeolit.....	15
3.2.6. Karakterisasi Material.....	19
3.2.6.1. XRD.....	20
3.2.6.2. FTIR.....	20
3.2.6.3. SEM-EDX.....	20
3.2.6.4. BET.....	20
3.2.6.5. PSA.....	20
3.2.7. Aplikasi Membran Nanozeolit untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol	21
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1. <i>Seed</i>	24
4.1.1. Sintesis <i>Seed</i>	24
4.1.2. Karakterisasi <i>Seed</i>	25
4.1.2.1. XRD.....	25
4.1.2.2. FT-IR	25
4.1.2.3. SEM-EDS	27
4.2. Nanozeolit Y.....	28
4.2.1. Sintesis Nanozeolit Y.....	28
4.2.2. Karakterisasi Nanozeolit Y.....	29
4.2.2.1. XRD.....	29
4.2.2.2. FT-IR	31
4.2.2.3. SEM-EDS	33
4.2.2.4. PSA (Particle Size Analyzer).....	33
4.3. Aerogel Silika	34
4.3.1. Sintesis Aerogel Silika.....	34
4.3.2. Karakterisasi Aerogel Silika	36
4.3.2.1. XRD.....	36
4.3.2.2. FTIR.....	36
4.3.2.3. BET.....	37

4.4.	Membran Nanozeolit	38
4.4.1.	Sintesis Membran Nanozeolit	38
4.4.2.	Karakterisasi Membran Nanozeolit Y.....	40
4.4.2.1.	XRD	40
4.4.2.2.	FTIR.....	42
4.5.	Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol	44
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....		48
5.1.	Kesimpulan	48
5.2.	Saran	48
DAFTAR PUSTAKA.....		49
LAMPIRAN		53

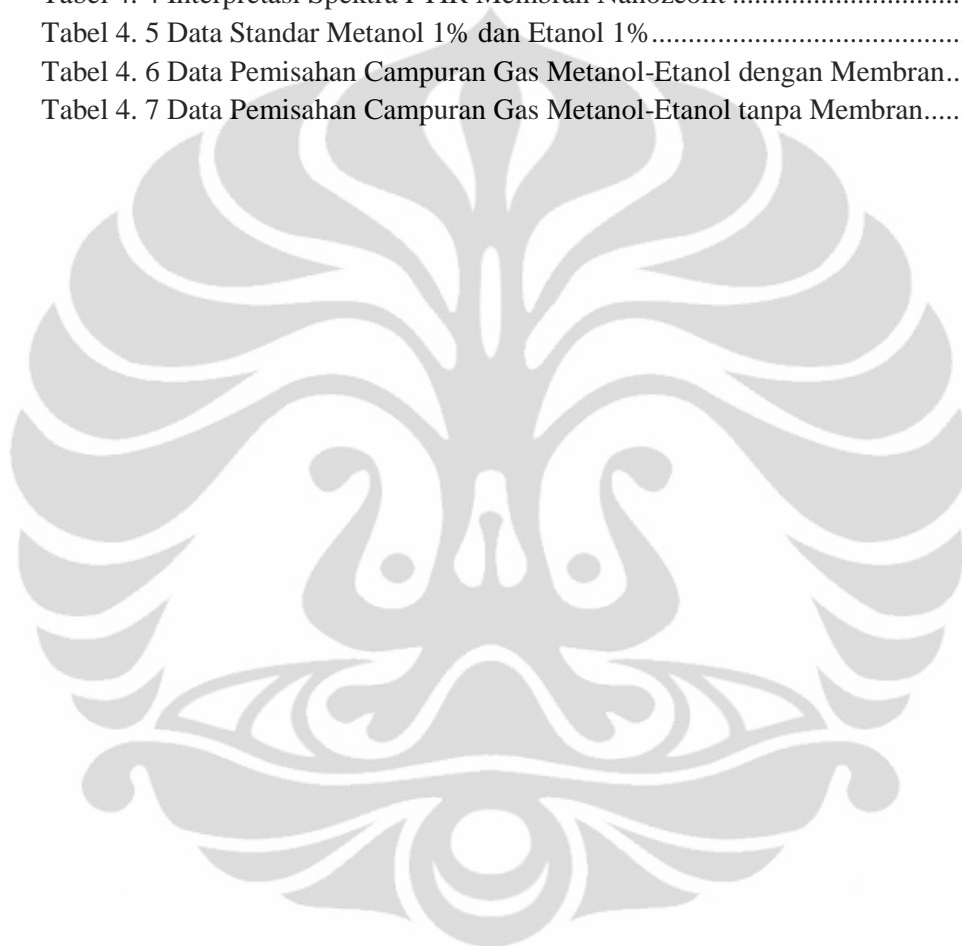


DAFTAR GAMBAR

Gambar 3. 1 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Seed	16
Gambar 3. 2 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y	17
Gambar 3. 3 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Aerogel Silika.....	18
Gambar 3. 4 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Membran Nanozeolit.....	19
Gambar 3. 5 Skema Kerja Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol.....	22
Gambar 4. 1 Bagan Alir Penelitian	23
Gambar 4. 2 Pola XRD seed hasil sintesis.....	25
Gambar 4. 3 Perbandingan Spektra FTIR seed sebelum dan sesudah kalsinasi	26
Gambar 4. 4 SEM powder seed hasil sintesis dengan perbesaran	28
Gambar 4. 5 Pola XRD Nanozeolit Y.....	29
Gambar 4. 6 Pola XRD Zeolit Y Standar	30
Gambar 4. 7 Pola Spektra FTIR Produk Nanozeolit Y.....	32
Gambar 4. 8 SEM powder Nanozeolit Y dengan perbesaran	33
Gambar 4. 9 Distribusi Ukuran Partikel Nanozeolit Y Hasil Sintesis	34
Gambar 4. 10 Pola XRD Aerogel Silika.....	36
Gambar 4. 11 Pola Spektra FTIR Aerogel Silika	37
Gambar 4. 12 Isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ dari Aerogel Silika	38
Gambar 4. 13 Distribusi Ukuran Pori Aerogel Silika	38
Gambar 4. 14 Pola pembuatan Membran Nanozeolit.....	39
Gambar 4. 15 Pola XRD Membran Nanozeolit Hasil Sintesis	40
Gambar 4. 16 Perbandingan Pola XRD Aerogel Silika, Nanozeolit Y dan Membran Nanozeolit Hasil Sintesis	41
Gambar 4. 17 Spektra FTIR Membran Nanozeolit.....	42
Gambar 4. 18 Kurva DSC/TG dari Aerogel Silika	43

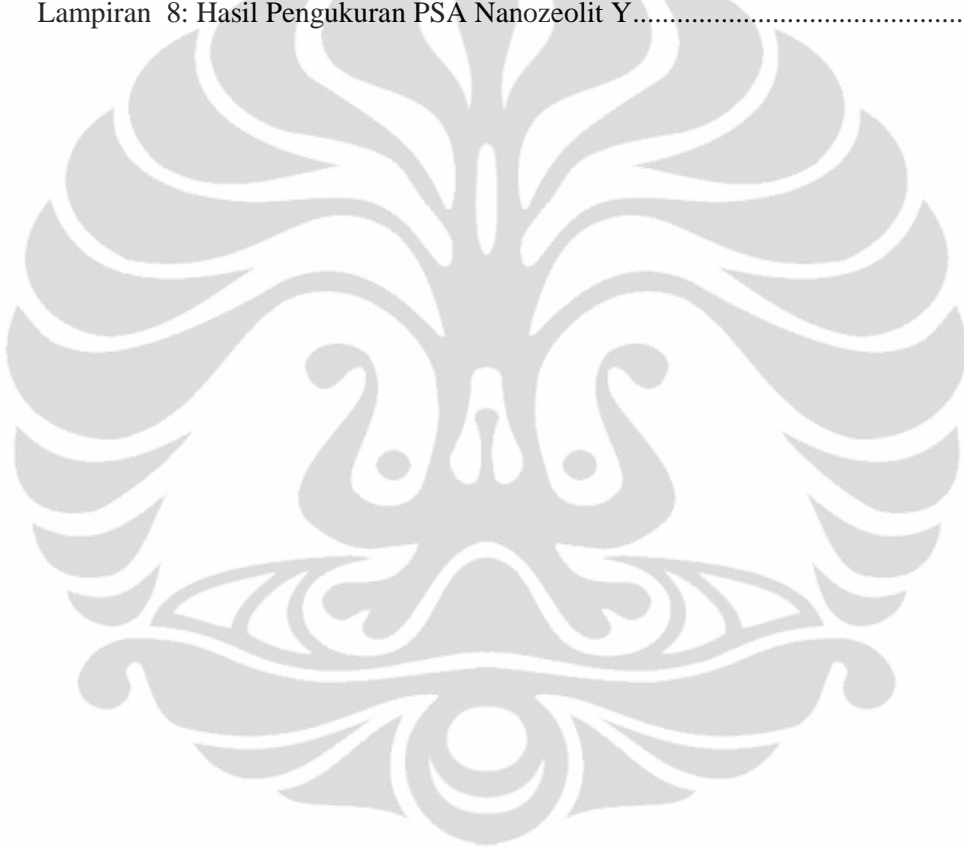
DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Interpretasi Spektra FTIR pada Seed	27
Tabel 4. 2 Perbandingan nilai sudut 2 theta Zeolit Y Standar dengan Zeolit Y Hasil Sintesis	30
Tabel 4. 3 Interpretasi Spektra FTIR Produk Nanozeolit Y	32
Tabel 4. 4 Interpretasi Spektra FTIR Membran Nanozeolit	44
Tabel 4. 5 Data Standar Metanol 1% dan Etanol 1%	45
Tabel 4. 6 Data Pemisahan Campuran Gas Metanol-Etanol dengan Membran	45
Tabel 4. 7 Data Pemisahan Campuran Gas Metanol-Etanol tanpa Membran	45



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Rasio Si/Al <i>Seed</i>	53
Lampiran 2: Grafik Analisis Kualitatif Rasio Si/Al Nanozeolit Y	54
Lampiran 3: Rasio Si/Al Nanozeolit Y pada Area 1.....	55
Lampiran 4: Rasio Si/Al Nanozeolit Y pada Area 2.....	56
Lampiran 5: Rasio Si/Al Nanozeolit Y pada Area 3.....	57
Lampiran 6: <i>Area-Volume Summary</i> Aerogel Silika	58
Lampiran 7: <i>BJH Pore Size Distribution Adsorption</i> Aerogel Silika	59
Lampiran 8: Hasil Pengukuran PSA Nanozeolit Y.....	60



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Zeolit adalah kristal aluminosilikat yang mengandung pori-pori dan saluran berdimensi molekul air yang secara luas digunakan dalam zeolit sebagai resin pertukaran ion, saringan molekuler (*molecular sieves*), sorbent dan katalis. Umumnya zeolit mengandung silika, aluminium dan oksigen dalam kerangkanya serta kation, air dan / atau molekul lain yang terperap dalam pori-porinya yang bebas keluar masuk.

Dengan memanfaatkan pori-pori yang ada di struktur zeolit, aplikasinya dalam sintesis nanopartikel mulai dikembangkan dengan disintesisnya nanozeolit dan menggunakan pori-pori dalam zeolit sebagai pencegah terjadinya agregasi nanopartikel dengan menumbuhkan nanopartikel tersebut di dalam pori-pori nanozeolit (Krisnandi *et al.*, 2010).

Aplikasi penggunaan pori-pori nanozeolit yang sedang berkembang adalah sebagai membran pemisahan gas. Membran pemisahan gas banyak digunakan untuk rekoveri hidrogen, pemisahan udara dan pengolahan gas alam. Keberhasilan sistem membran dalam aplikasi ini berasal dari zeolit operasional yang sederhana, efisiensi ruang dan berat, skalabilitas mudah, dan konsumsi daya rendah.

Membran zeolit adalah jenis membran anorganik mikropori yang telah digunakan dalam berbagai macam aplikasi seperti pemisahan isomer, campuran gas dan penguapan campuran alkohol-air. Membran zeolit memiliki potensi besar dalam pemisahan dan katalisis karena keunikan struktur pori dan kemampuan adsorpsinya, serta keunggulan sifat termal, mekanik dan kimia dibandingkan dengan membran polimer (Sistani, *et al.*, 2010).

Penelitian yang telah dilakukan adalah sintesis dan karakterisasi membran komposit alumina silika berpori dan aplikasinya untuk pemisahan gas metanol-etanol. Penelitian ini mengacu pada hasil penelitian yang dilakukan oleh

Mutammimal Ahkam yang menggunakan kawat kassa baja stainless sebagai *support* membran nanozeolit Y untuk aplikasi pemisahan gas metanol-etanol (Ahkam, 2011). Nanozeolit Y disintesis berdasarkan prosedur yang dilaporkan oleh Lassinati *et.al*, yang mensintesis nanozeolit Y dengan teknik *seeding* (Lassinati *et.al*, 1999). Penggunaan kawat kassa baja stainless sebagai *support* ternyata menghasilkan pemisahan gas metanol-etanol yang kurang efektif dikarenakan kawat kassa baja stainless yang digunakan memiliki daya afinitas yang kurang kuat terhadap nanozeolit Y yang terbentuk (Ahkam, 2011). Sehingga diperlukan bahan yang kuat tapi memiliki pori untuk *support* membran Zeolite, seperti silika berpori. Digunakannya silika berpori sebagai *support* untuk aplikasi pemisahan gas metanol-etanol diharapkan dapat memberikan hasil pemisahan yang lebih efektif.

1.2. Perumusan Masalah

Dalam pembuatan membran Zeolite harus memperhatikan daya afinitas *support* terhadap Zeolite yang terbentuk. Beberapa *support* telah digunakan, antara lain kaca preparat dan kawat kassa baja stainless, namun masih memiliki daya afinitas yang kurang kuat sehingga menghasilkan pemisahan yang kurang efektif. Sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai penggunaan *support* lainnya, seperti silika berpori.

1.3. Tujuan Penelitian

- a. Mensintesis membran nanozeolit dengan menggunakan silika berpori sebagai *support*.
- b. Mempelajari aplikasi pemisahan gas metanol-etanol menggunakan membran nanozeolit dengan *support* silika berpori.

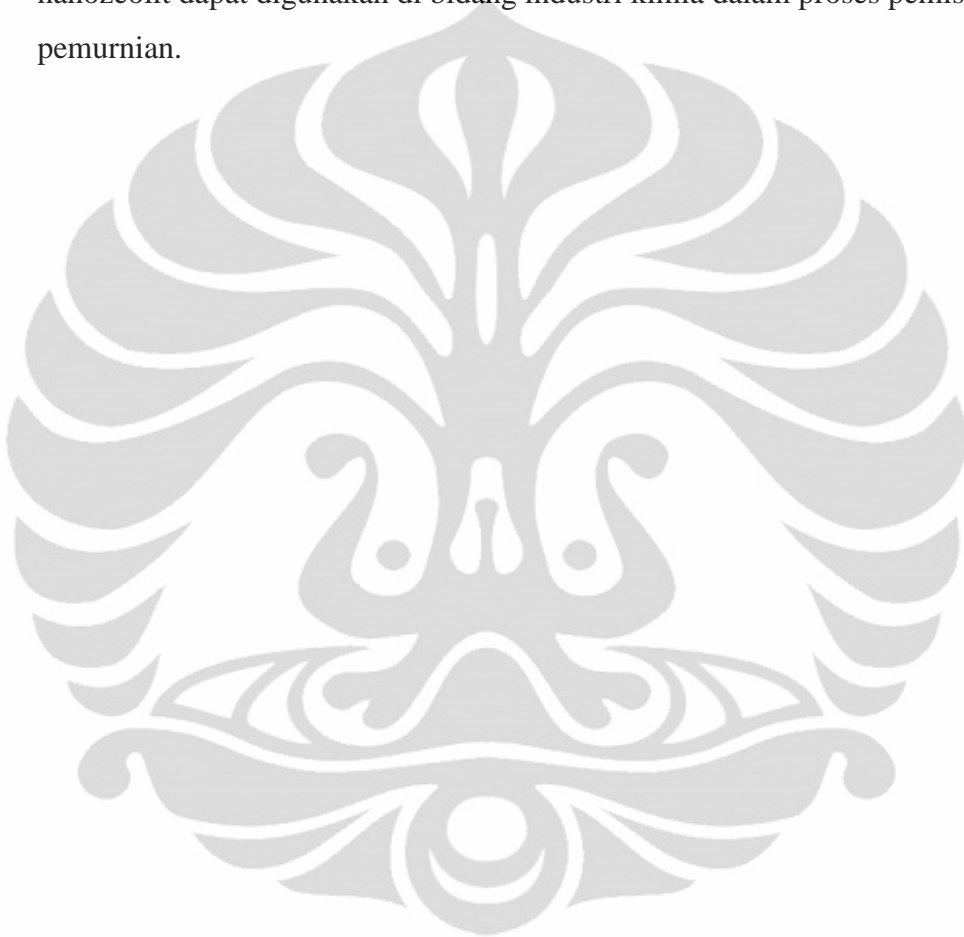
1.4. Hipotesis

- a. Terbentuknya membran nanozeolit dengan *support* silika berpori.

- b. Membran nanozeolit dengan *support* silika berpori yang terbentuk dapat digunakan untuk pemisahan gas metanol-etanol.

1.5. Manfaat Penelitian

Aplikasi pemisahan gas methanol-etanol menggunakan membran nanozeolit dapat digunakan di bidang industri kimia dalam proses pemisahan dan pemurnian.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

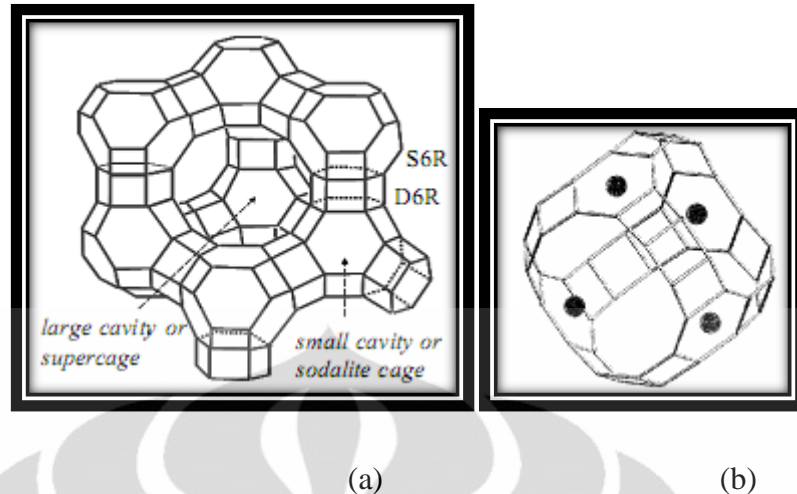
2.1. Nanozeolit

Nanozeolit merupakan zeolit yang direkayasa dalam skala nanopartikel karena nanozeolit memiliki ukuran kurang dari 200 nm. Dengan memanfaatkan pori-pori yang ada di struktur zeolit, nanozeolit dapat disintesis dengan menggunakan pori-pori dalam zeolit sebagai pencegah terjadinya agregasi nanopartikel dengan menumbuhkan nanopartikel tersebut di dalam pori-pori zeolit. Pengurangan ukuran partikel dari mikrometer menjadi nanometer merupakan perubahan penting yang mempengaruhi sifat material, terutama terhadap aplikasinya sebagai katalis dan dalam proses pemisahan (Krisnandi *et al.*, 2010).

Telah banyak tipe nanozeolit yang berhasil disintesis, seperti NaA (Ghasemi dan Younesi, 2011), ZSM-5 (Hu, et al., 2010) dan Faujasite (Holmberg, 2003)

2.2. Faujasite

Faujasite adalah satu dari beberapa zeolit yang dapat disintesis dari bahan alam. Ada 2 jenis zeolit faujasit yaitu zeolit faujasit kaya silikon (zeolit Y) yang mempunyai rasio Si/Al antara 1.5 - 3 dan zeolit faujasit kaya aluminium (zeolit X) yang mempunyai rasio Si/Al antara 1 - 1.5. Zeolit Y merupakan kristal aluminosilikat sintesis yang terdiri dari kesatuan mata rantai sangkar sodalit yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota enam yang dihubungkan dengan atom oksigen. Ketika dilakukan penyusunan sangkar-sangkar sodalit tersebut, masing-masing sangkar dihubungkan dengan cincin beranggota dua belas yang disebut jendela (*window*) dan membentuk pori besar (*cavity/supercage*) yang merupakan sangkar alpha (<http://elib.tu-darmstadt.de/diss/000095/> dalam Kasmui, *et al.*, 2007). Struktur dasar zeolit Y dan *supercage* zeolit Y disajikan dalam Gambar 2.1.



[Sumber: (<http://elib.tu-darmstadt.de/diss/000095/> dalam Kasmui, *et al.*, 2007)]

Gambar 2. 1 Zeolit Y (a) dan Pori Zeolit Y (b)

Dalam penelitian ini, nanozeolit hasil sintesis selanjutnya digunakan sebagai membran dengan menggunakan silika berpori sebagai *support*.

2.3. Aerogel Silika

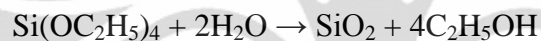
Metode konvensional dari pembuatan aerogel silika adalah proses sol-gel menggunakan monomer silikon organik, seperti tetramethylorthosilicate (TMOS), tetraethylorthosilicate (TEOS) atau polyethoxydisiloxane (PEDS) sebagai prekursor (Nayak, 2009).

2.4. Proses Sol-Gel

Proses sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Alfaruqi, 2008).

Pembentukan aerogel, pada umumnya, melibatkan dua tahapan utama, pembentukan gel basah dan pengeringan gel basah untuk membentuk aerogel. Pada dasarnya, gel basah dibuat dari kondensasi larutan natrium silikat atau

material sejenisnya. Walaupun proses ini berjalan baik, reaksi pembentukan garam dalam gel harus dihilangkan dengan pencucian yang berulang-ulang. Dengan berkembang pesatnya proses sol-gel beberapa dekade terakhir, sebagian besar aerogel silika disiapkan kini dengan menggunakan prekursor silikon alkoksida. Yang paling banyak digunakan adalah tetramethyl orthosilicate (TMOS, $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$), dan tetraethyl orthosilicate (TEOS, $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$). Namun, alkoksida lainnya, mengandung berbagai gugus fungsional organik, dapat digunakan untuk memberikan sifat-sifat yang berbeda untuk gel. Alkoksida berbasis proses sol-gel menghindari pembentukan produk sampingan garam yang tidak diinginkan, dan memungkinkan tingkat yang jauh lebih besar dari kontrol atas produk akhir. Persamaan reaksi setara untuk pembentukan silika gel dari TEOS adalah



Reaksi di atas biasanya dilakukan dalam etanol, dengan densitas akhir Aerogel tergantung pada konsentrasi monomer alkoksida silikon dalam larutan (Lawrence Berkeley Laboratories: Microstructured Materials Group, hal 7).

Menurut (Alfaruqi, 2008), proses sol-gel terbagi ke dalam 4 tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, *aging*, dan kalsinasi.

A. Hidrolisis

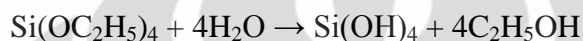
Pada tahap pertama logam prekursor dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral, atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH) dengan reaksi sebagai berikut:



Faktor yang berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis. Reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat.

Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi.

Reaksi akan selesai saat semua gugus (O-CH₂CH₃) digantikan dengan gugus (-OH). Reaksi hidrolisis menghasilkan sol yang terdiri dari Si(OH)₄ dan CH₃CH₂OH. Reaksi hidrolisis tersebut dapat dilihat pada persamaan berikut:



B. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol dengan persamaan reaksi secara umum adalah:



Dari reaksi umum di atas, reaksi yang terjadi jika menggunakan prekursor TEOS sebagai berikut:



C. Aging

Pada proses *aging* ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan.

D. Kalsinasi

Tahap terakhir ialah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan

yang tinggi. Kalsinasi berguna untuk melepaskan *template* yang digunakan saat proses sol-gel.

Aerogel silika yang telah dihasilkan selanjutnya digunakan sebagai *support* dalam pembuatan membran nanozeolit.

2.5. Material Berpori sebagai Membran Nanozeolit

Material berpori dapat dipahami sebagai komposit dengan komponen pertama adalah bagian padat dan komponen kedua adalah fasa udara di dalam pori. Keramik yang digunakan sebagai membran memiliki pori dengan rentang ukuran antara 1 μm hingga mendekati 1mm. Berbagai teknik telah dilakukan untuk membuat keramik dengan pori ukuran mikro tersebut. Beberapa diantaranya adalah dengan mempertahankan interstices antara partikel melalui drying bersuhu rendah. Selain itu dapat juga dilakukan dengan pembakaran untuk menghilangkan bahan organik dan meninggalkan pori (Rakmatullah *et al*, 2007).

Umumnya, bahan dasar pembuatan keramik selalu dalam bentuk powder. Terdapat beberapa keuntungan dari dibuatnya powder, diantaranya untuk memperkecil ukuran partikel dan memodifikasi distribusi ukurannya. Powder harus dibuat dengan ukuran sekecil mungkin karena kekuatan mekanik dari keramik berbanding terbalik dengan ukuran powder. Pembuatan powder dapat dilakukan antara lain dengan menggunakan penggerus manual seperti mortar (Rakmatullah *et al*, 2007).

Selanjutnya, dilakukan proses pencetakan. Metoda *dry* atau *semi dry pressing* dapat digunakan untuk mencetak keramik dengan bentuk-bentuk sederhana, termasuk bentuk silinder berongga dan balok yang akan dibuat pada penelitian ini. Powder kemudian dimasukkan ke dalam cetakan dan dipadatkan dengan bantuan tekanan. Dalam proses pencetakan keramik biasa digunakan *aditive* untuk mempermudah pencetakan dan untuk membantu mengontrol mikrostruktur dari material yang akan dihasilkan. Dalam proses pencetakan, additive memiliki berbagai fungsi, antara lain sebagai *binder*, *plasticizer*, *dispersants* dan *lubricants* (Rakmatullah *et al*, 2007).

Keramik hasil dari proses *semi dry pressing* dikeringkan untuk mengurangi kadar air yang terdapat di dalamnya. Pengeringan dapat dilakukan secara alami dengan didiamkan pada suhu ruang maupun dengan pemanasan (Rakmatullah *et al*, 2007).

Dalam pembuatan membran nanozeolit ini, digunakan aerogel silika sebagai *support*. Dimana nanozeolit yang sebelumnya telah terbentuk dapat terdistribusi dengan baik dalam pori-pori yang terdapat dalam aerogel silika.



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

- a. Botol polipropilen (PP)
- b. Oven
- c. Furnace
- d. Gelas beaker dan gelas ukur
- e. Pipet ukur dan pipet volumetric
- f. Labu ukur dan labu bulat
- g. Sentrifuge dan tabung sentrifuge
- h. Batang pengaduk dan pipet tetes
- i. *Hotplate* dan *magnetic bar*
- j. Kondensor dan selang
- k. Sonikator
- l. Thermostat
- m. Crucible
- n. Botol semprot
- o. XRD (Phillips PW 1710)
- p. SEM-EDX (JEOL JSM-6390)
- q. BET (Quantachrome Quadrawin Version 3.12)
- r. FTIR (Shimadzu IR Prestige-21)
- s. GC-FID (Shimadzu GC-9A)

3.1.2. Bahan

- a. Tetraetilortosilikat, TEOS
- b. Aluminium isopropoksida, $\text{Al}[\text{((CH}_3)_2\text{CHO)}_3]$
- c. Tetrametilamonium hidroksida, TMAOH

- d. Natrium metasilikat, ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)
- e. Aluminium sulfat, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$
- f. Natrium hidroksida, NaOH 0,1 M dan 1 M
- g. Larutan ammonia, NH_4OH 0,1 M
- h. Asam asetat glasial, CH_3COOH
- i. Metanol, CH_3OH
- j. Etanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
- k. Aquades, H_2O
- l. N-heksana
- m. Aluminium foil

3.2. Prosedur Penelitian

3.2.1. Pembuatan Larutan

3.2.1.1. Pembuatan Larutan NaOH 0.1 M dan 1 M

Sebanyak 0.2 gram NaOH dimasukkan ke dalam beaker gelas, kemudian dilarutkan dengan aquades dan diaduk. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 50 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Maka diperoleh larutan NaOH dengan konsentrasi 0.1 M.

Sebanyak 10 gram NaOH dimasukkan ke dalam beaker gelas, kemudian dilarutkan dengan aquades dan diaduk. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Maka diperoleh larutan NaOH dengan konsentrasi 1 M.

3.2.1.2. Pembuatan Larutan NH_4OH 0.1 M

Untuk membuat larutan NH_4OH 0.1 M, dilakukan pengenceran dari larutan NH_4OH pekat (15 M). Sebanyak 1.7 mL NH_4OH 15 M dipipet menggunakan pipet ukur ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

3.2.1.3. Pembuatan Larutan HNO₃ 6M

Sebanyak 42 mL larutan HNO₃ 65% dipipet menggunakan pipet ukur ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

3.2.1.4. Pembuatan Larutan 20% vol H₂O/Etanol

Sebanyak 80 mL larutan etanol 99.9% dipipet menggunakan pipet ukur ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

3.2.1.5. Pembuatan Larutan 70% vol TEOS/Etanol

Sebanyak 30 mL larutan etanol 99.9% dipipet menggunakan pipet ukur ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan TEOS sampai tanda batas.

3.2.2. Sintesis Seed

Seed yang digunakan untuk mensintesis koloidal zeolit FAU tipe Y dibuat dari larutan homogen dengan komposisi molar campuran 2.46 (TMA)₂O : 0.032 Na₂O : Al₂O₃ : 3.40 SiO₂ : 400 H₂O (Lassinantti *et al*, 1999). Koloidal *seed* ini dibuat dengan melarutkan 14.31 gram TEOS dalam 20 mL etanol-aquades (1 : 4) pada botol polipropilen (PP), kemudian distirer selama 30 menit (Larutan A). Pada gelas beaker, dilarutkan 8.34 gram aluminium isopropoksida dalam 20 mL etanol-aquades (1 : 4), dan distirer selama 30 menit (Larutan B). Pada gelas beaker yang lain, sebanyak 18.38 gram TMAOH dilarutkan dalam 20 mL etanol-aquades (1 : 4) dan distirer selama 15 menit (Larutan C). Larutan B kemudian ditambahkan secara perlahan ke larutan A dalam botol PP dan distirer selama 60 menit. Larutan C tersebut ditambahkan ke campuran Larutan A + B dalam botol PP secara perlahan dan distirer selama 60 menit. Kemudian ditambahkan 12.8 gram NaOH 0.1 M dan 95.27 gram aquades secara perlahan dan distirer secara kuat selama 120 menit. Pengadukan dilanjutkan secara perlahan selama 18 – 24 jam untuk proses *aging* (pemeraman) dalam botol PP. Sebelum dilakukan proses *aging*, pH diatur sampai berada pada kisaran 8 – 11 dengan menambahkan asam asetat glasial. Dan semua proses stirer dilakukan pada suhu kamar.

Setelah proses *aging*, botol PP dipasang pada seperangkat alat refluks. Proses ini berlangsung selama 192 jam dalam *water bath* pada suhu 100°C.

Setelah proses refluks, botol PP dilepas dan didinginkan pada suhu kamar. Suspensi *seed* dimurnikan dengan cara sentrifugasi dan redispersi dalam larutan ammonia 0.1 M selama 24 jam dan disimpan dalam lemari pendingin. Proses ini dilakukan sebanyak dua kali untuk mendapatkan hasil yang lebih baik dan kemurnian yang cukup tinggi. Redispersi terakhir, sol gel *seed* yang diperoleh kemudian diredispersi dalam aquades hingga konsentrasinya 1% dan pH 10 (jika $\text{pH} < 10$, dilakukan penambahan padatan NaOH), dan disimpan dalam lemari pendingin.

Untuk karakterisasi, setengah dari total volume koloidal *seed* diambil dan disentrifugasi. Sol gel *seed* yang diperoleh dikeringkan pada suhu kamar selama 24 jam dan dengan pemanasan dalam oven selama 18 jam pada suhu 100°C . Endapan yang sudah kering digerus dan dikalsinasi selama 18 jam pada suhu 300°C . Kemudian dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM-EDX. Bagan alir sintesis koloidal *seed* dapat dilihat pada Gambar 3.1.

3.2.3. Sintesis Nanozeolit Y dengan Teknik *Seeding*

Sintesis nanozeolit FAU tipe Y dengan teknik *seeding*, dilakukan dengan pembuatan larutan koloid dengan komposisi molar $14 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2 : 798 \text{ H}_2\text{O} : 3 \text{ Na}_2\text{SO}_4$ sesuai dengan jurnal acuan (Lassinati, et al., 1999). Larutan ini dibuat dengan melarutkan 58 gram Na_2SiO_3 dalam 60 mL aquades pada gelas beaker dan distirer selama 30 menit (Larutan A). Pada gelas beaker yang lain, dilarutkan 13.6 gram $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ dalam 160 mL NaOH 1 M dan distirer 30 menit (Larutan B). Larutan B ditambahkan ke dalam Larutan A dengan distirer perlahan selama 60 menit. Kemudian ditambahkan 65 mL aquades dengan distirer perlahan selama 120 menit.

Pertumbuhan nanozeolit Y dengan teknik *seeding* dilakukan dengan penambahan 10 mL koloidal *seed* ke dalam 20 mL koloidal FAU dalam botol PP disertai pengaturan pH dengan penambahan asam asetat glasial hingga pH 10. Kemudian dilakukan proses hidrotermal dalam kondisi statis dalam oven pada suhu 100°C selama 18 jam. Untuk memperoleh sol, dilakukan pemurnian dengan cara sentrifugasi dan redispersi dalam larutan ammonia 0,1 M dan disimpan dalam lemari pendingin selama 24 jam, langkah ini dilakukan sebanyak dua kali. Untuk

keperluan karakterisasi, setelah redispersi dilakukan sentrifugasi dan sol diambil, dikeringkan dalam oven 100°C selama 18 jam, endapan digerus dan disaring untuk memperbesar luas permukaan. Dilanjutkan dengan kalsinasi pada 300°C selama 18 jam, nanozeolit FAU dalam bentuk powder siap untuk dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDS, FTIR dan BET. Bagan alir sintesis dan karakterisasi nanozeolit Y dapat dilihat pada Gambar 3.2.

3.2.4. Sintesis Aerogel Silika

Sebanyak 20 gram Na_2SiO_3 dilarutkan dalam 100 mL aquades dengan proses stirer sampai homogen. Kondisi larutan diatur sampai pH 2 dengan penambahan HNO_3 6 M. Kemudian didiamkan pada suhu ruang kurang lebih selama 2 malam hingga terbentuk 2 lapisan. Endapan yang terbentuk dipisahkan dari filtratnya dengan proses penyaringan dan dicuci menggunakan aquades. Endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C hingga beratnya konstan. Maka didapatkanlah silika gel.

Sebanyak 19.6361 gram silika gel direndam dalam larutan 20% vol H_2O /Etanol selama 24 jam pada suhu 50°C diikuti oleh *aging* dengan etanol pada kondisi yang sama (pada suhu 50°C selama 24 jam). Gel yang telah di-*aging* dengan etanol kemudian di-*aging* dalam larutan 70% TEOS/Etanol selama 24 jam pada suhu 70°C. Untuk menghilangkan larutan TEOS/Etanol dari gel, gel dicuci beberapa kali dengan n-heksana, kemudian gel tersebut di-*aging* dalam n-heksana pada suhu 50°C selama 24 jam dengan empat kali penggantian n-heksana yang baru. Akhirnya, gel yang telah termodifikasi di-*aging* dalam n-heksana pada suhu ruang selama 24 jam sebelum pengeringan dengan udara. Kemudian gel dikeringkan selama 24 jam pada interval suhu 50°, 90°, 120° dan 150°C. Gel yang telah dikeringkan tersebut dinamakan aerogel silika (Nayak, 2009).

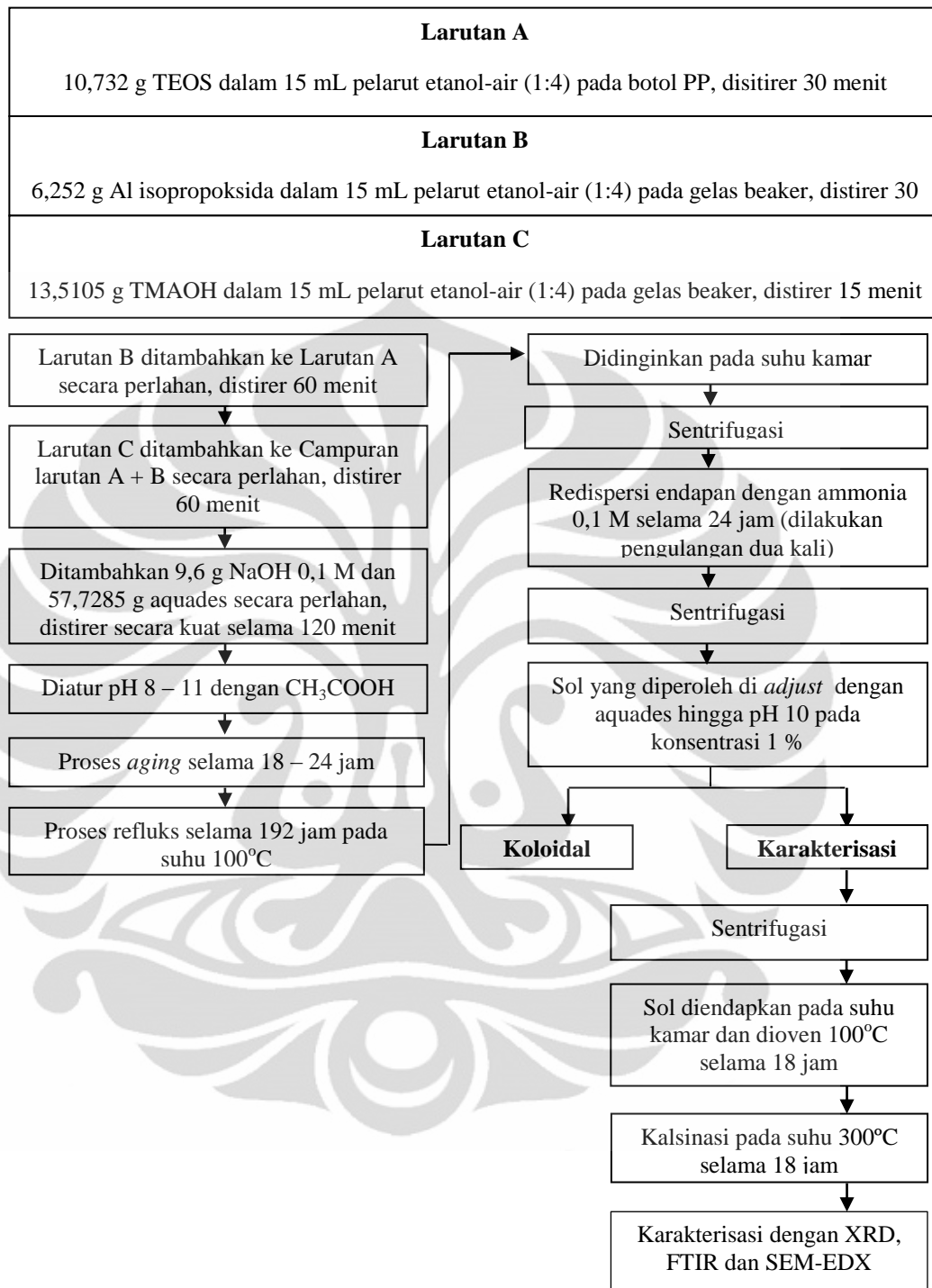
Untuk mengidentifikasi struktur gel tersebut dilakukan karakterisasi dengan XRD, *Fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) untuk mengetahui ikatan kimia *surface modifying agent* dengan aerogel, serta metode Brunauer-Emmett-Teller (BET) untuk menentukan distribusi ukuran pori-pori dan

luas permukaan spesifik dari aerogel. Bagan alir sintesis dan karakterisasi aerogel silika dapat dilihat pada Gambar 3.3.

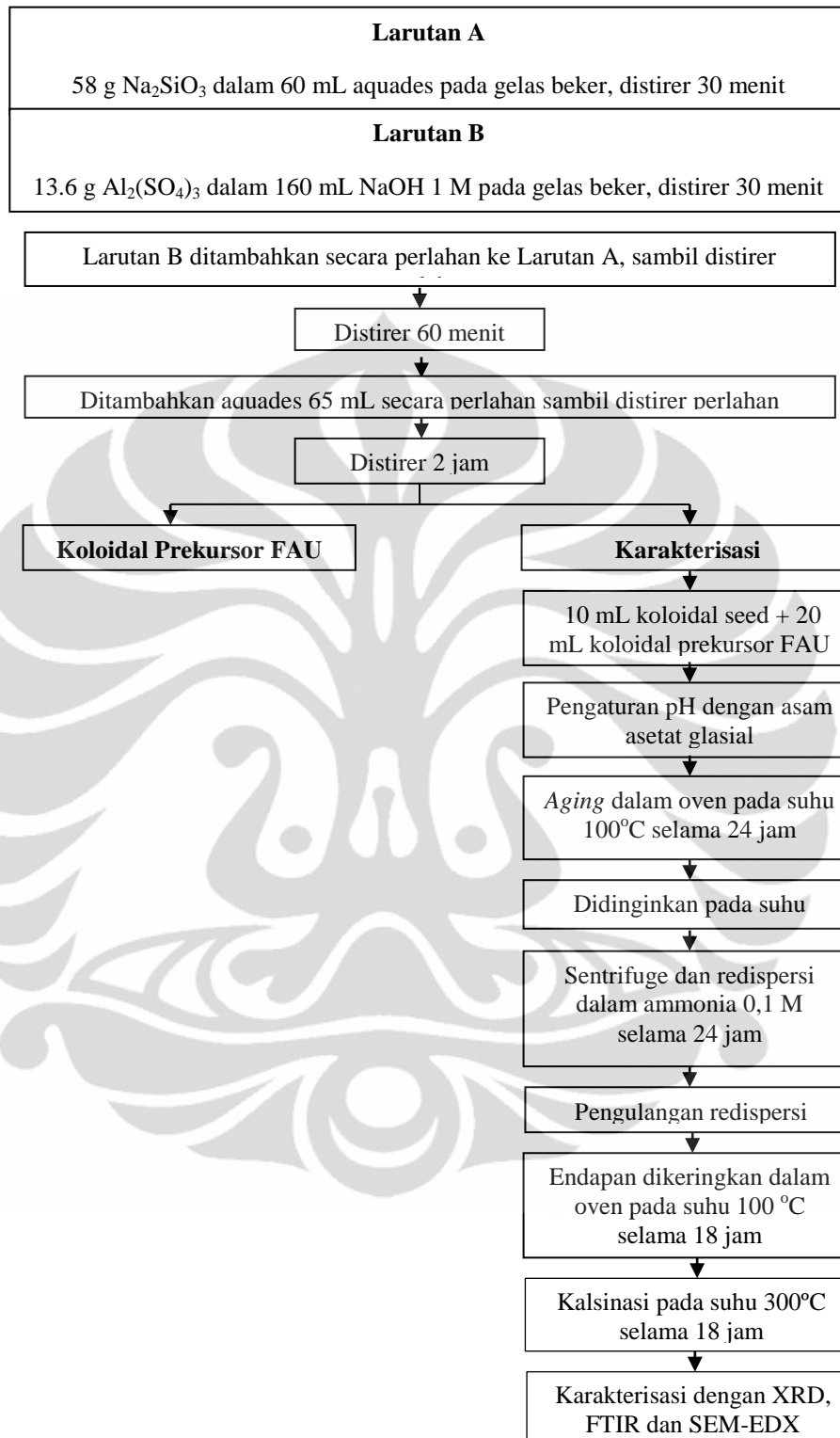
3.2.5. Sintesis Membran Nanozeolit

Sebanyak 10 mL koloidal *seed* ditambahkan ke dalam 20 mL koloidal prekursor FAU dalam botol PP dan distirer sampai homogen. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan asam asetat glasial hingga pH 10. Sebanyak 0.4 gram serbuk aerogel silika ditambahkan ke dalam suspensi tersebut dan distirer selama 2 jam. Dilanjutkan dengan proses hidrotermal dalam kondisi statis pada suhu 100°C dalam oven selama 18 jam. Kemudian, didinginkan pada suhu ruang dan dekantasi endapan dari filtratnya. Endapan yang diperoleh dikeringkan dengan pemanasan dalam oven pada suhu 100°C selama 18 jam dan dilanjutkan proses kalsinasi pada suhu 300°C selama 18 jam.

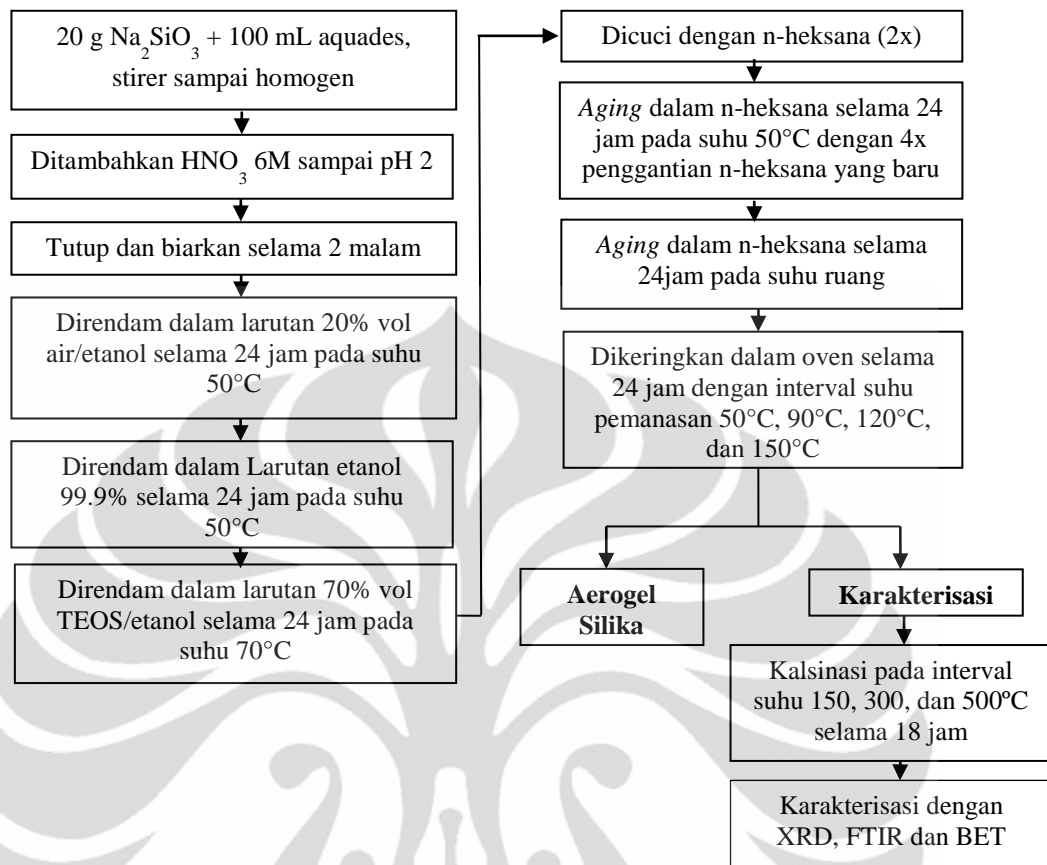
Untuk mengetahui kristalinitas dari struktur membran nanozeolit yang diperoleh, dilakukan karakterisasi dengan XRD dan *Fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam membran nanozeolit. Bagan alir sintesis dan karakterisasi membran nanozeolit dapat dilihat pada Gambar 3.4.



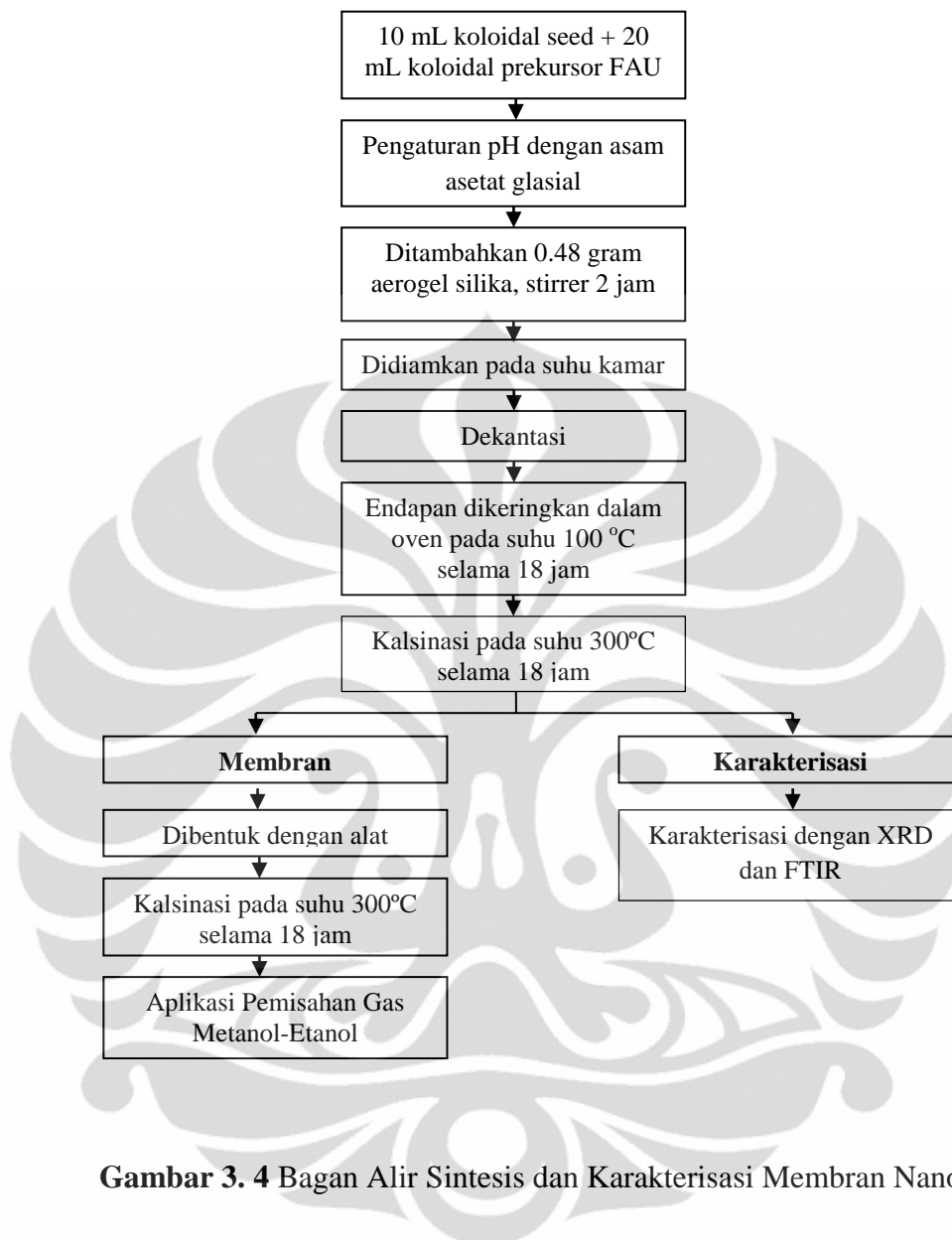
Gambar 3. 1 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Seed



Gambar 3. 2 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y



Gambar 3. 3 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Aerogel Silika



Gambar 3. 4 Bagan Alir Sintesis dan Karakterisasi Membran Nanozeolit

3.2.6. Karakterisasi Material

Koloid sampel yang telah dimurnikan, disentrifuge dan dikeringkan semalaman pada suhu 100°C dan 300°C, kemudian dihaluskan hingga diperoleh bentuk powder untuk dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, SEM-EDS, PSA dan pengukuran adsorpsi-desorpsi nitrogen.

3.2.6.1. XRD

Powder XRD (difraktometer Phillips PW 1710 menggunakan radiasi Cu-K α) diukur dengan mode BraggBrentano dilengkapi dengan cermin Gobel, yang digunakan untuk menentukan kristalinitas sampel dengan mendapatkan data XRD dengan rentang sudut 2θ dari 3°-50°. Pengukuran dilakukan di BATAN SERPONG dan laboratorium di Korea

3.2.6.2. FTIR

FTIR (Shimadzu IR Prestige-21) digunakan untuk menganalisa gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam struktur sampel. Sampel FTIR dipreparasi dengan mencampurkan sedikit powder sampel dengan KBr. Pengukuran dilakukan di laboratorium Afiliasi Departemen Kimia.

3.2.6.3. SEM-EDX

Morfologi dan ukuran material yang dihasilkan ditentukan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM, JEOL JSM-6390, dioperasikan pada 20kV). Sebelum ditempatkan di mikroskop, sampel ditaburkan secara merata di atas pita perekat dan dilapisi dengan lapisan tipis platina, dan percepatan elektron yang diberikan sebesar 20 kV. Pengukuran dilakukan di LIPI Metalurgi Serpong.

3.2.6.4. BET

Pengukuran adsorpsi-desorpsi nitrogen dilakukan menggunakan instrument Quantachrome Quadrawin Version 3.12 yang berada di laboratorium pengujian TekMiRa Bandung menggunakan gas nitrogen dengan *outgas temperature* 300 °C dan bath temperatur 77.3 K berdasarkan pada data adsorpsi tekanan parsial (P/P_0) di rentang 0.02 - 0.99 untuk menentukan luas permukaan Brunauer–Emmett–Teller (BET) dan memperkirakan distribusi ukuran mesopori menggunakan prosedur perhitungan Barrett–Joyner–Halenda (BJH). Volume pori total, V_{total} didapatkan dari isoterm desorpsi pada $P_i/P_0 = 0.99$. Volume mikropori, V_{micro} , ditentukan dengan metode t-plot. Volume mesopori, V_{meso} , diperkirakan dari persamaan: $V_{meso} = V_{total} - V_{micro}$.

3.2.6.5. PSA

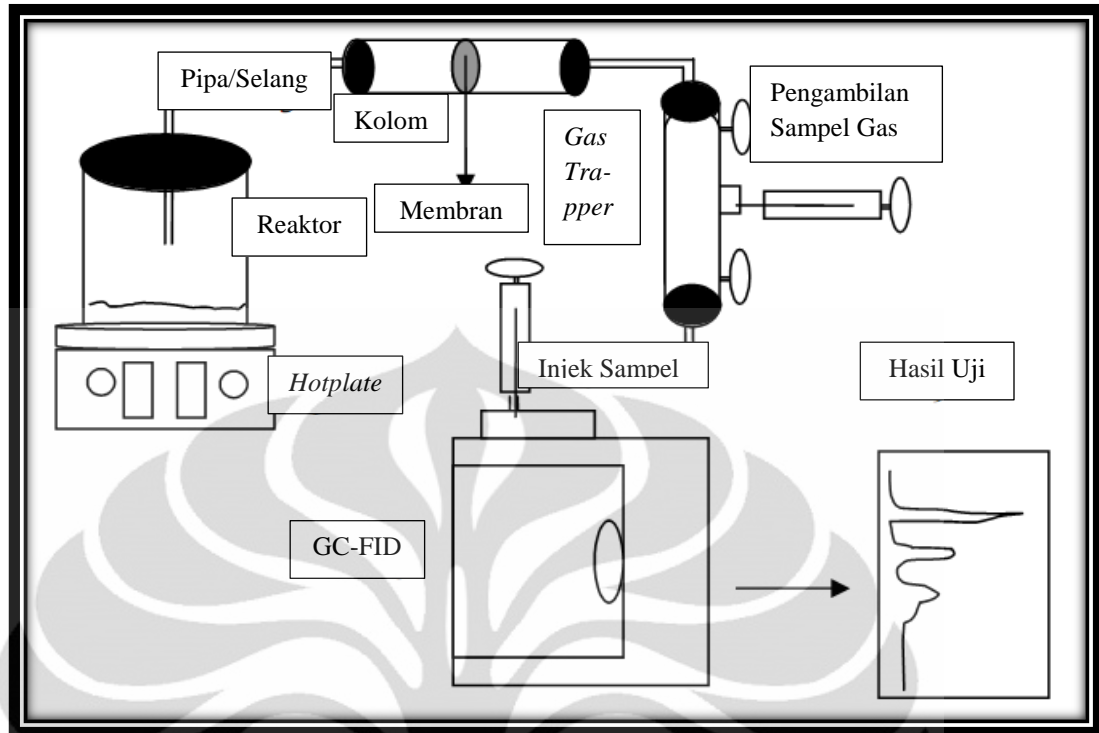
Nilai konsentrasi partikel dalam larutan sintesis ditentukan menggunakan konsentrasi suspensi padat (g suspensi padat/ g larutan sintesis) dan median diameter massa dalam larutan sintesis menggunakan DLS. Konsentrasi suspensi

padat dibagi dengan densitas framework FAU $1.9 \times 10^{-21} \text{ g/nm}^3$ dan volume partikel rata-rata dalam larutan untuk memberikan jumlah partikel per gram dari larutan sintesis (Holmberg, 2003).

3.2.7. Aplikasi Membran Nanozeolit untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol

Pada penelitian ini, campuran gas yang digunakan adalah campuran gas metanol-etanol dengan konsentrasinya masing – masing 1 %, seperti yang dilakukan sebelumnya oleh Mutammimal Ahkam.

Membran yang telah terbentuk ditempatkan pada suatu kolom yang akan dialiri oleh campuran gas. Untuk membentuk suatu campuran gas, maka larutan murni metanol-etanol terlebih dahulu diuapkan dengan cara pemanasan di atas hotplate dalam labu bulat dengan perbandingan 1:1. Setelah campuran gas melewati membran, gas tersebut ditampung dalam suatu gas trapper, dijenuhkan selama beberapa menit, kemudian sampel gas diambil menggunakan syringe gas dan diinjeksikan ke GC dengan detektor ionisasi nyala (FID), proses ini dilakukan sebanyak tiga untuk mendapatkan hasil terbaik. Sebagai pembanding, dilakukan pengukuran campuran gas metanol-etanol tanpa melalui membran nanozeolit. Skema kerja aplikasi pemisahan gas metanol-etanol dapat dilihat pada Gambar 3.5.



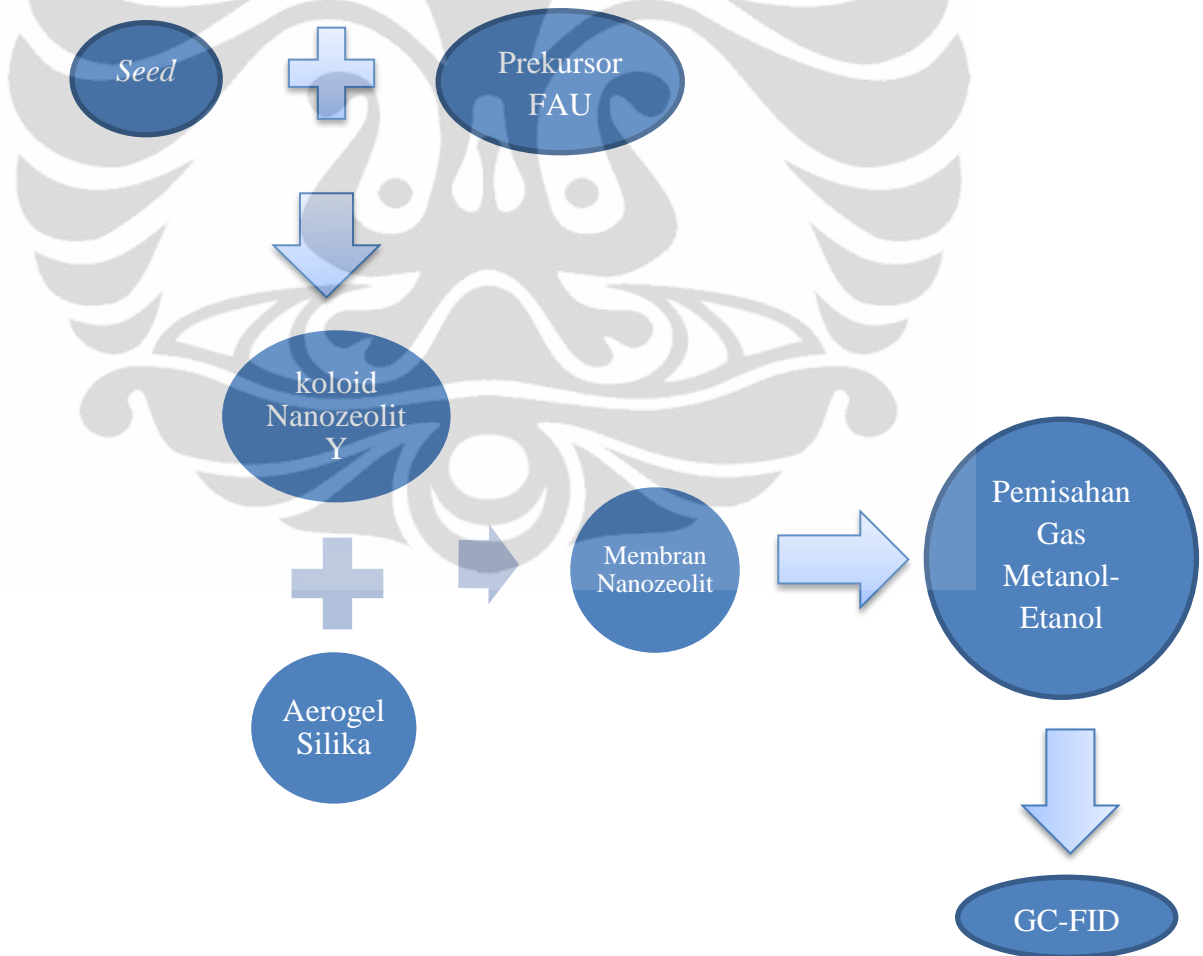
[Sumber: Ahkam, 2011]

Gambar 3. 5 Skema Kerja Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, disintesis membran komposit alumina silika mikropori yang akan digunakan dalam aplikasi pemisahan gas metanol-etanol, yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Membran nanozeolit disintesis dengan komposisi zeolite Y/aerogel silika (2:1). Zeolit Y sendiri disintesis dengan teknik *seeding* dan aerogel silika disintesis menggunakan Na_2SiO_3 sebagai prekursor melalui proses sol-gel.



Gambar 4. 1 Bagan Alir Penelitian

4.1. Seed

4.1.1. Sintesis *Seed*

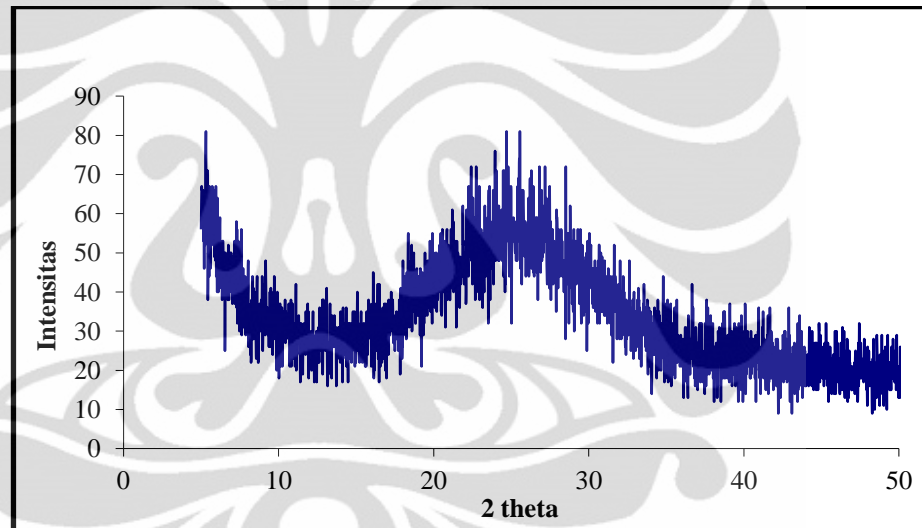
Koloidal zeolit Y dengan rasio Si/Al 1.5 – 3 yang digunakan sebagai *seed* disintesis dalam larutan homogen dengan komposisi molar campuran 2.46 (TMA)₂O : 0.032 Na₂O : Al₂O₃ : 3.40 SiO₂ : 400 H₂O (Lassinantti, *et al.*, 1999). Pada pembuatan *seed* ini digunakan tetraethyl orto silicate (TEOS) sebagai sumber silika, aluminium isopropoxide Al[(CH₃)₂CHO]₃ sebagai sumber aluminium dan tetramethylammoniumhydroxide (TMAOH) sebagai *template* organik. Tahapan penting dalam sintesis zeolit adalah pengaturan pH pada kisaran 8-12 dengan kondisi optimum pertumbuhan zeolit pada pH 9. Pada pH tersebut akan terbentuk tetrahedra Si(OH)₄ dan Al(OH)₄ yang kemudian akan membentuk kerangka zeolit melalui proses hidrotermal. Proses hidrotermal dilakukan menggunakan sistem refluks selama 192 jam pada suhu 100° agar didapatkan koloidal yang stabil untuk menghasilkan nanokristal zeolit dengan agregat yang rendah. Koloidal *seed* yang dihasilkan dimurnikan dengan cara sentrifugasi dan redispersi. Untuk zeolit Y yang disintesis menggunakan TMAOH sebagai *template*, diperlukan proses kalsinasi untuk menghilangkan *template* organik dan membuka struktur pori zeolit. Namun, dengan zeolit Y yang memiliki pori berukuran besar dimungkinkan untuk menghilangkan *template* organik (TMA⁺) dengan pertukaran ion. Larutan yang digunakan adalah NH₄OH karena bagian anionnya tidak bersifat merusak kerangka zeolit (Tovina, 2009). Proses ini dilakukan sebanyak dua kali dan redispersi terakhir dilakukan dalam aquades hingga konsentrasinya 1% dan pH 10 untuk mendapatkan hasil yang lebih baik dan kemurnian yang cukup tinggi.. Dan didapatkanlah koloidal *seed* yang akan digunakan untuk mensintesis nanozeolit Y.

Untuk keperluan karakterisasi, koloidal *seed* yang dihasilkan dikeringkan pada suhu 100°C untuk menghilangkan molekul air dan dikalsinasi pada suhu 300°C untuk menghilangkan *template* organik yang tertinggal agar pori-pori zeolit dapat terbuka.

4.1.2. Karakterisasi *Seed*

4.1.2.1.XRD

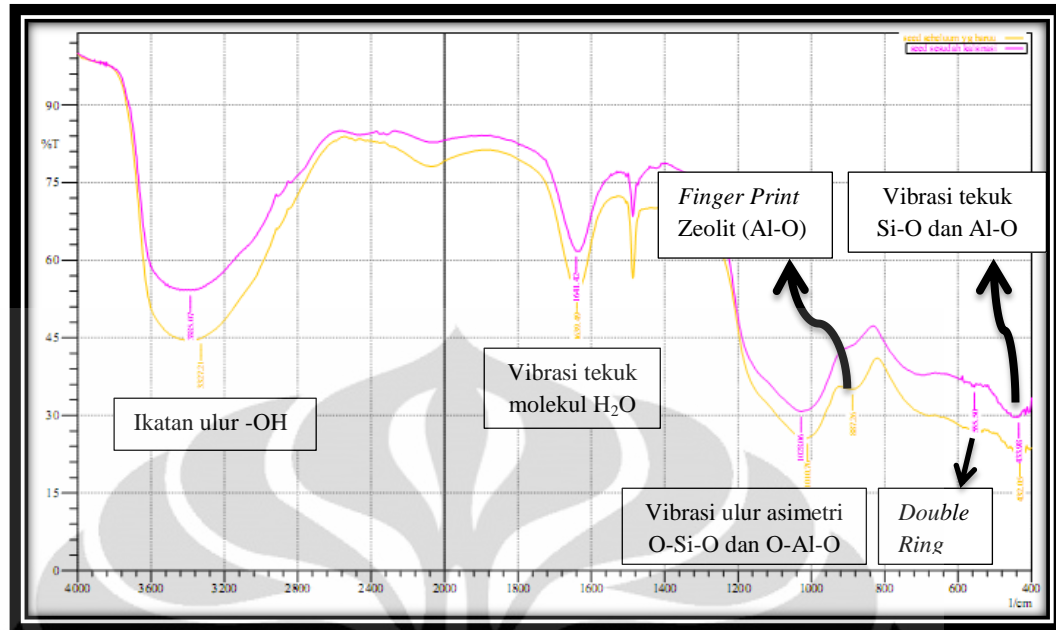
Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengetahui jenis zeolit yang terbentuk. Gambar 4.2 menunjukkan pola XRD *seed* hasil sintesis, dimana tidak ada *peak* atau terjadi pelebaran *peak* yang terbentuk. Pelebaran *peak* bisa diartikan terdapatnya material yang benar-benar amorf, butiran yang sangat kecil dan atau material yang memiliki ukuran kristal sangat kecil melekat dengan struktur matrix yang amorf. Hal tersebut menandakan bahwa *seed* yang dihasilkan masih amorph dan ukurannya berskala nano. Pola yang dihasilkan pada penelitian ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya oleh (Mutammimal Ahkam, 2011; Hany Tovina, 2009).



Gambar 4. 2 Pola XRD *seed* hasil sintesis

4.1.2.2.FT-IR

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam zeolit. Karakterisasi untuk *seed* hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi dilakukan untuk memastikan apakah *template* organik di dalam struktur *seed* telah mengalami dekomposisi akibat proses kalsinasi. Gambar 4.3 menunjukkan pola perbandingan spektra FTIR *seed* hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi.



Gambar 4. 3 Perbandingan Spektra FTIR seed sebelum dan sesudah kalsinasi

Dari Gambar 4.3, secara umum tidak ada perbedaan daerah serapan yang muncul pada *seed* sebelum dan sesudah kalsinasi. Daerah serapan sekitar $1100 - 700 \text{ cm}^{-1}$ merupakan *finger print* dari zeolit yang menunjukkan adanya vibrasi O-Si-O dan O-Al-O. Pada struktur zeolit, terdapat jalinan internal dan eksternal. Jalinan internal pada zeolit muncul pada daerah serapan sekitar $1250 - 950 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri O-Si-O dan O-Al-O dari kerangka aluminasilikat.

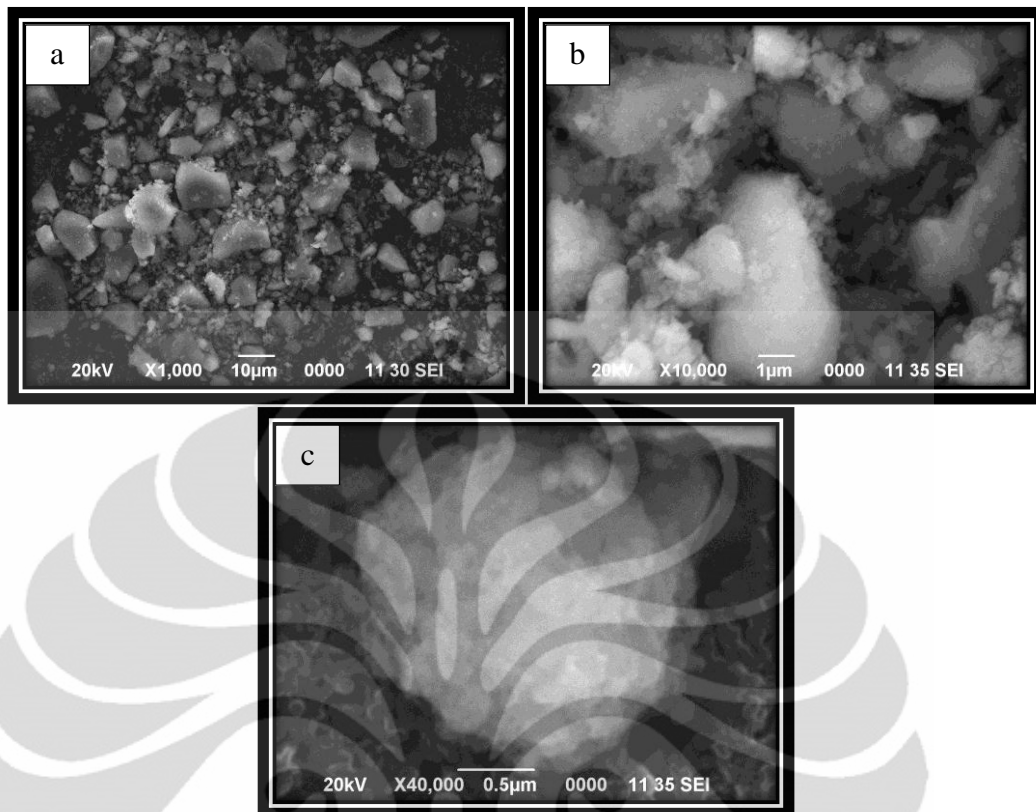
Daerah serapan $650 - 500 \text{ cm}^{-1}$ merupakan daerah *double ring*, yang merupakan jalinan eksternal antara zeolit yang satu dengan lainnya. Vibrasi tekuk dari O-Si-O dan O-Al-O pada kerangka aluminasilikat muncul pada daerah serapan $500 - 420 \text{ cm}^{-1}$. Adanya vibrasi ulur dan tekuk dari O-Si-O dan O-Al-O menunjukkan bahwa telah terbentuknya kerangka aluminasilikat pada *seed* hasil sintesis. Sedangkan serapan pada daerah $2960 - 2850$ tidak muncul, hal ini menandakan bahwa *seed* yang terbentuk telah bebas dari *template* organik yaitu TMA^+ akibat proses redispersi dengan ammonia dan telah terjadi dekomposisi pada proses kalsinasi, karena pada daerah tersebut merupakan daerah khas uluran dari C-H. Tabel 4.1 merangkum hasil pengamatan FTIR pada *seed* hasil sintesis sebelum dan sesudah kalsinasi.

Tabel 4. 1 Interpretasi Spektra FTIR pada Seed

Panjang Gelombang (cm ⁻¹)			Interpretasi
Rentang	Sebelum Kalsinasi	Sesudah Kalsinasi	
1250 – 950	1010.7	1028.06	Vibrasi ulur asimetri O-Si-O dan O-Al-O
1100 – 700	887.26	-	<i>Finger Print Zeolit (O-Al-O)</i>
820 – 650	-	-	Vibrasi ulur simetri O-Si-O dan O-Al-O
650 – 500	-	555.5	<i>Double Ring</i>
500 – 420	432.05	433.98	Vibrasi tekuk Si-O dan Al-O
1645 – 1650	1639.49	1641.42	Vibrasi tekuk molekul H ₂ O
2960 – 2850	-	-	Vibrasi ulur C-H atau CH ₂
3200 – 3600	3327.21	3385.07	Ikatan ulur O-H

4.1.2.3.SEM-EDS

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk menentukan morfologi dari permukaan *seed* yang terbentuk dan memperkirakan ukurannya. Hasil pengukuran ditunjukkan oleh Gambar 4.4. Pada gambar terlihat butiran-butiran kristal yang ukurannya dapat dikatakan seragam. Dengan perbesaran 40.000 kali, ukuran 1 unit kristal *seed* kurang dari 1 μm , dan berbentuk kotak tidak beraturan.



Gambar 4. 4 SEM powder seed hasil sintesis dengan perbesaran

a.1000x

b.10000x

c. 40000x

Sampel *seed* hasil sintesis juga dikarakterisasi dengan EDS yang bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur-unsur kimia yang terdapat didalamnya. Sehingga dapat diketahui rasio Si/Al yang terdapat pada *seed* hasil sintesis. Dari hasil karakterisasinya diperoleh rasio Si/Al sebesar 1.55. Rasio ini dapat menunjukkan bahwa *seed* yang terbentuk merupakan zeolit tipe Y yang berada pada rentang rasio Si/Al 1.5 – 3 (Chen, 2001 dalam Aida, 2007).

4.2. Nanozeolit Y

4.2.1. Sintesis Nanozeolit Y

Sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan teknik *seeding*, yaitu dengan menambahkan koloidal *seed* ke dalam koloidal prekursor FAU pada kondisi hidrotermal statis dalam oven selama 18 jam pada suhu 100°C (Lassinanti et al, 1999). Pembuatan koloidal FAU dilakukan menggunakan komposisi molar

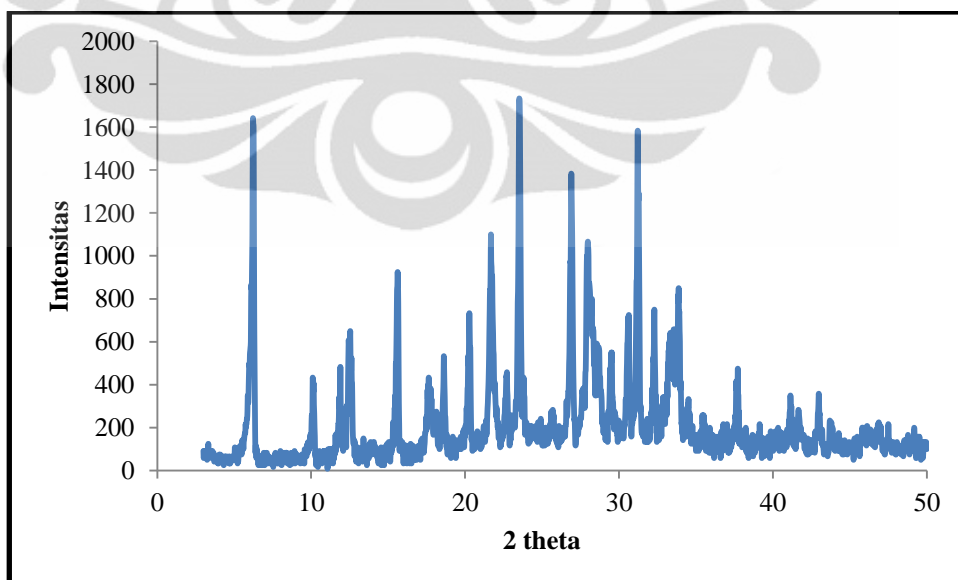
campuran $14 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2 : 798 \text{ H}_2\text{O} : 3 \text{ Na}_2\text{SiO}_4$ untuk mendapatkan zeolit FAU tipe Y dengan rasio Si/Al 1.5 - 3. Sumber Si berasal dari SiO_2 sedangkan sumber Al berasal dari Al_2O_3 . Dengan teknik *seeding* ini, zeolit yang terbentuk akan mengikuti pola yang sesuai dengan bentuk dan ukuran *seed* yang ditambahkan, yaitu nanozeolit Y dengan rasio Si/Al 1.5 - 3.

Untuk keperluan karakterisasi, dilakukan proses pemurnian dengan cara sentrifugasi dan dikeringkan dengan pemanasan pada suhu 100°C untuk menghilangkan molekul air dan kalsinasi pada suhu 300°C untuk menghilangkan sisa *template* organik yang terjerap dalam pori zeolit.

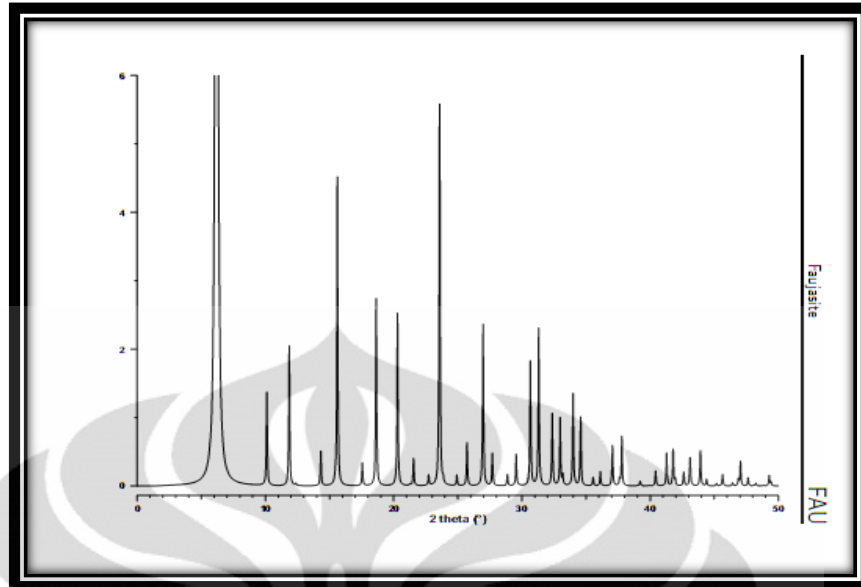
4.2.2. Karakterisasi Nanozeolit Y

4.2.2.1.XRD

Nanozeolit yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD. Hasil pengukurannya terlihat pada Gambar 4.5. Difraktogram yang dihasilkan memiliki kemiripan pola dengan pola difraktogram zeolit Y standar pada Gambar 4.6. Perbandingan nilai sudut 2 theta zeolit Y standar dengan Zeolit Y hasil sintesis dirangkum dalam Tabel 4.2.



Gambar 4. 5 Pola XRD Nanozeolit Y



[Sumber: Treacy, M.M.J., and J.B. Higgins. 2001]

Gambar 4. 6 Pola XRD Zeolit Y Standar

Tabel 4. 2 Perbandingan nilai sudut 2 theta Zeolit Y Standar dengan Zeolit Y Hasil Sintesis

2θ					
Standar Zeolit Y	zeolit Y Hasil Sintesis	Standar Zeolit Y	zeolit Y Hasil Sintesis	Standar Zeolit Y	zeolit Y Hasil Sintesis
6.19	6.22	26.97	26.90	37.06	37.02
10.11	10.10	27.70	27.98	37.79	37.62
11.86	11.90	28.87	28.68	40.43	-
14.32	-	29.55	29.54	41.29	41.14
15.61	15.62	30.66	30.60	41.79	41.66
17.56	17.64	31.31	31.22	42.62	42.98
18.64	18.62	32.37	32.30	43.11	43.12
20.30	20.28	32.98	-	43.92	43.8
21.55	21.68	33.19	33.34	47.04	-
22.73	22.72	33.99	33.88	47.64	-
23.58	23.52	34.58	34.52	49.28	49.2
24.93	24.92	35.55	35.50		
25.72	25.70	36.12	36.08		

4.2.2.2.FT-IR

Spektra IR daerah tengah dari zeolit dibagi menjadi empat daerah utama, yang masing-masing terkait pada jenis yang spesifik dari model vibrasi:

1) Rentangan Asimetrik (950 - 1250 cm^{-1}).

Daerah ini berhubungan dengan rentangan O-Si-O dan O-Al-O. Suatu rentangan asimetrik internal dari unit bangun primer memberikan pita serapan kuat pada 1020 cm^{-1} . Punuk yang lebar pada 1100 cm^{-1} disebabkan rentangan asimetrik eksternal yang disebabkan ikatan antar tetrahedral.

2) Rentangan simetrik (650 - 820 cm^{-1}).

Daerah ini berhubungan dengan rentangan simetrik ikatan O-Si-O atau O-Al-O. Vibrasi eksternal ada pada 700-780 cm^{-1} . Pita ini sangat lemah. Mode rentangan simetrik ini sensitif terhadap perubahan komposisi Si-Al kerangka zeolit. Frekuensi akan bergeser ke arah yang lebih rendah dengan meningkatnya jumlah atom tetrahedral aluminium.

3) Cincin ganda (500 - 650 cm^{-1}).

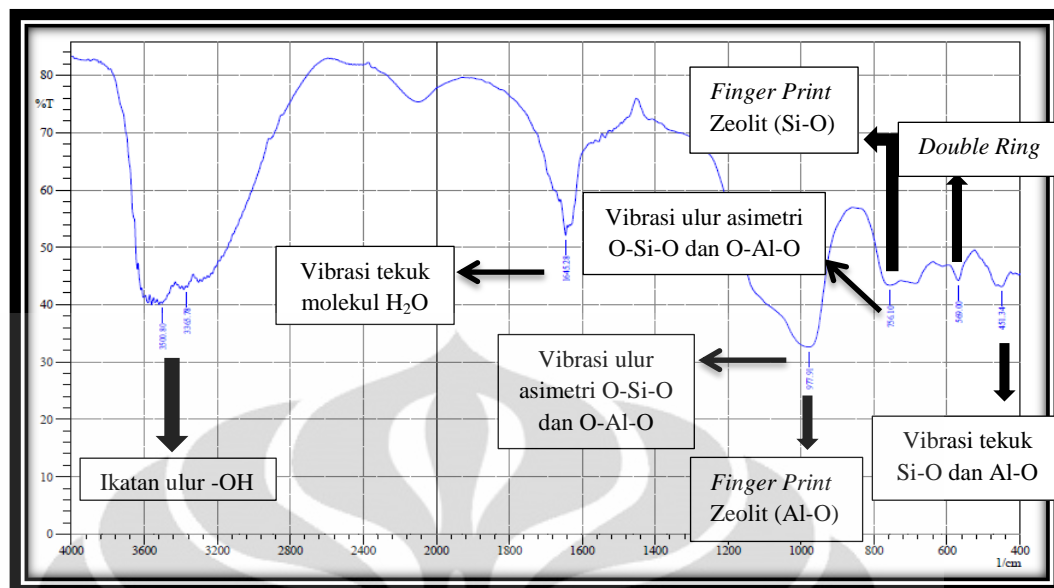
Wilayah ini berkaitan dengan vibrasi eksternal dari cincin ganda beranggota 4 atau 6 dalam struktur kerangka zeolit. Zeolit yang memiliki cincin ganda 4 atau cincin ganda 6 adalah zeolit X, Y, A, ZK-5, Ω , L dan grup Chabazite. Sedangkan zeolit yang tidak memiliki cincin ganda adalah β cage, zeolit W dan Zeolon.

4) Tipe tekukan Si-O atau Al-O (420 - 500 cm^{-1}).

Wilayah ini tidak sensitif terhadap komposisi Si-Al.

Selain empat daerah utama pada spektra IR daerah tengah, juga terdapat pita serapan dari gugus hidroksil OH. Pita serapan dari ikatan hidrogen OH pada daerah 3400 cm^{-1} , tipe ikatan dari OH terisolasi ada pada daerah 3700 cm^{-1} , dan vibrasi tekukan dari molekul air pada daerah 1645 cm^{-1} (Breck, 1974).

Hasil karakterisasi zeolit Y hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4. 7 Pola Spektra FTIR Produk Nanozeolit Y

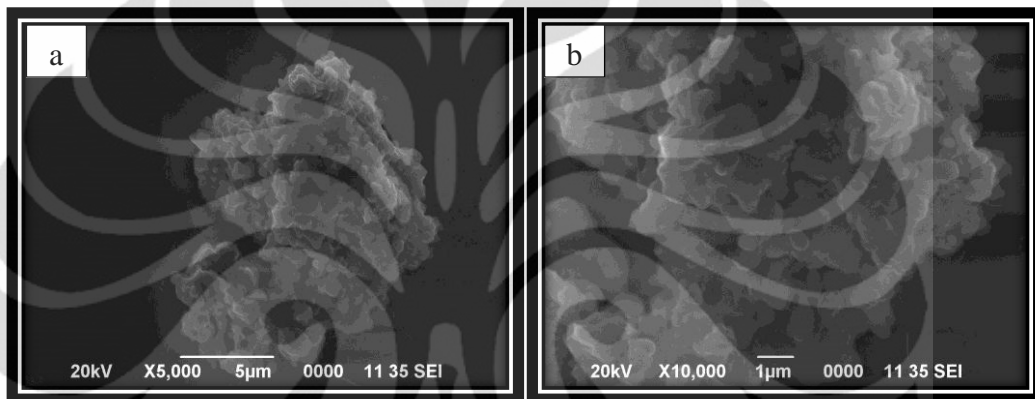
Dari spektra FTIR yang diperoleh menunjukkan bahwa pada nanozeolit terdapat ikatan O-Si-O dan O-Al-O dari kerangka aluminasilikat pada daerah pita serapan 977.91 cm^{-1} , 756.1 cm^{-1} , 569 cm^{-1} , 451.34 cm^{-1} dan juga terdapat pita serapan gugus hidroksil OH yaitu, pita serapan dari ikatan hidrogen OH pada daerah 3365.78 cm^{-1} dan 3500.8 cm^{-1} serta vibrasi tekukan dari molekul air pada daerah 1645.28 cm^{-1} . Hasil pengamatan FTIR produk nanozeolit Y dirangkum dalam Tabel 4.3.

Tabel 4. 3 Interpretasi Spektra FTIR Produk Nanozeolit Y

Panjang Gelombang (cm^{-1})		Interpretasi
Rentang	Sampel	
1250 – 950	977.91	Vibrasi ulur asimetri O-Si-O dan O-Al-O
1100 – 700	756.1 ; 977.91	<i>Finger Print</i> Zeolit (O-Si-O dan O-Al-O)
820 – 650	756.1	Vibrasi ulur simetri O-Si-O dan O-Al-O
650 – 500	569	<i>Double Ring</i>
500 – 420	451.34	Vibrasi tekuk Si-O dan Al-O
1645 – 1650	1645.28	Vibrasi tekuk molekul H ₂ O
2960 – 2850	-	Vibrasi ulur CH atau CH ₂
3200 – 3600	3365.78 ; 3500.8	Ikatan ulur O-H

4.2.2.3.SEM-EDS

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk menentukan morfologi dari pencitraan kristal nanozeolit Y yang terbentuk dan memperkirakan ukurannya. Hasil pencitraan ditunjukkan pada Gambar 4.8. Dengan perbesaran 10000x Gambar 4.8b, ukuran 1 unit kristal nanozeolit Y kurang dari 1 μm dan bentuknya menyerupai kotak-kotak hanya saja antara kristal yang satu dengan yang lainnya saling bertumpuk sehingga terlihat seperti berbentuk gumpalan.



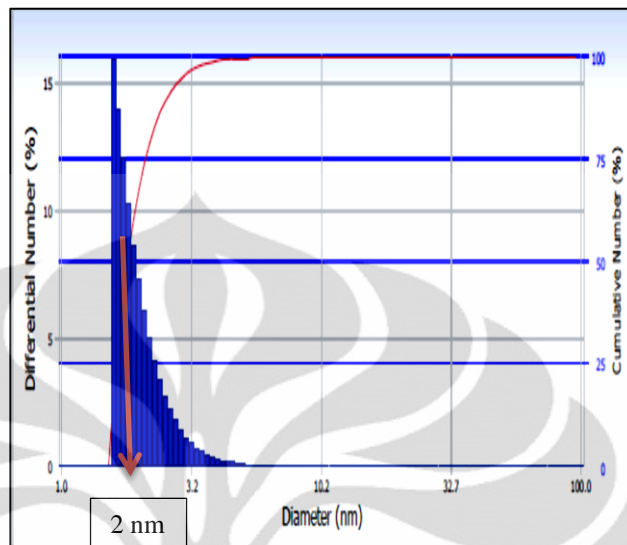
Gambar 4. 8 SEM powder Nanozeolit Y dengan perbesaran

a. 5000x b. 10000x

4.2.2.4.PSA (Particle Size Analyzer)

Karakterisasi dengan PSA (*Particle Size Analyzer*) dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel serta distribusinya di dalam larutan. Zeolit hasil sintesis yang dikarakterisasi dalam bentuk suspensi, karena agregasi partikelnya tidak terlalu besar sehingga dapat diketahui ukuran satu partikelnya. Hasil penelitian sebelumnya yang dilaporkan oleh (Tovina, 2009; Ahkam, 2011) diperoleh ukuran kristal sebesar 0.5 – 2 μm serta oleh (Lassinati et.al, 2000) diperoleh ukuran kristal *seed* sebesar 70 nm. Pengurangan ukuran partikel tersebut dari mikrometer menjadi nanometer merupakan perubahan penting yang mempengaruhi sifat material, terutama terhadap aplikasinya sebagai katalis dan dalam proses pemisahan (Krisnandi et. al, 2009). Oleh karena itu, diharapkan

zeolit yang terbentuk berukuran nanometer. Gambar 4.9 menunjukkan distribusi ukuran partikel nanozeolit Y hasil sintesis.



Gambar 4. 9 Distribusi Ukuran Partikel Nanozeolit Y Hasil Sintesis

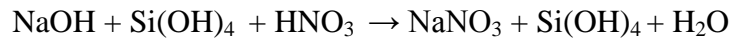
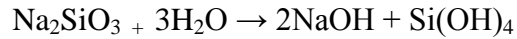
Ukuran partikel nanozeolit Y hasil sintesis terdistribusi pada rentang 1.5 – 5 nm dengan populasi paling banyak pada ukuran 2 nm. Hal tersebut menandakan bahwa zeolit Y hasil sintesis merupakan nanozeolit, karena nanozeolit adalah zeolit yang direkayasa menjadi nanopartikel dengan ukuran kurang dari 200 nm (Krisnandi et al., 2010).

4.3. Aerogel Silika

4.3.1. Sintesis Aerogel Silika

Pada penelitian ini digunakan Na-metasilicate (Na_2SiO_3) sebagai sumber silika dalam pembuatan aerogel silika yang diawali dengan sintesis silika gel.

Silika gel disintesis dengan melarutkan Na-metasilicate (Na_2SiO_3) dalam aquades. Dalam aquades, Na-metasilicate (Na_2SiO_3) akan terhidrolisis menjadi NaOH dan Si(OH)_4 . Nilai pH akhir larutan sangat basa, sehingga dilakukan pengaturan pH dengan HNO_3 6M. Kemudian di-*aging* pada suhu ruang selama 48 jam. Gel yang telah di-*aging*, disaring dan dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan natrium nitrat yang terdapat dalam gel. Reaksinya sebagai berikut:



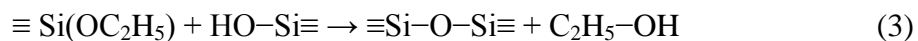
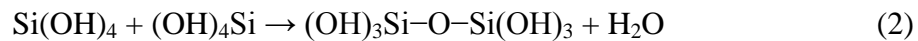
Kekuatan dan kekakuan dari silika gel basah ditingkatkan dengan *aging* dalam larutan TEOS/etanol. Sebelum *aging*, gel dicuci dengan etanol. Kekuatan dan kekakuan gel juga dapat ditingkatkan dengan pencucian dengan etanol karena pemisahan silika dari partikelnya dan terjadinya pengendapan lagi diantara partikel tersebut. Namun, telah dilaporkan (Schwertfeger, 1998) bahwa peningkatan kekuatan dan kekakuan dengan pencucian seperti itu tidak cukup untuk menghindari penyusutan selama pengeringan dan karenanya, diperlukan proses *aging* lanjutan dalam larutan TEOS. *Aging* dalam TEOS menyebabkan silika mengendap dari larutan *aging* ke jaringan silika. Pengendapan silika menyebabkan terjadinya peningkatan densitas dari gel basah dan sesuai dengan kekuatan dan kekakuan dari jaringan gel. Selama proses *aging* terjadi hidrolisis TEOS dan kondensasi silika gel. Dua reaksi di bawah ini, masing-masing dinyatakan sebagai reaksi (1) dan (2). Sisa air dalam pori-pori dan air hasil samping dari reaksi kondensasi (2) mungkin berperan dalam hidrolisis TEOS. TEOS juga terlibat dalam reaksi kondensasi dengan gugus Si-OH dalam struktur gel (reaksi-3).

Reaksinya sebagai berikut:

- Hidrolisis:



- Kondensasi:

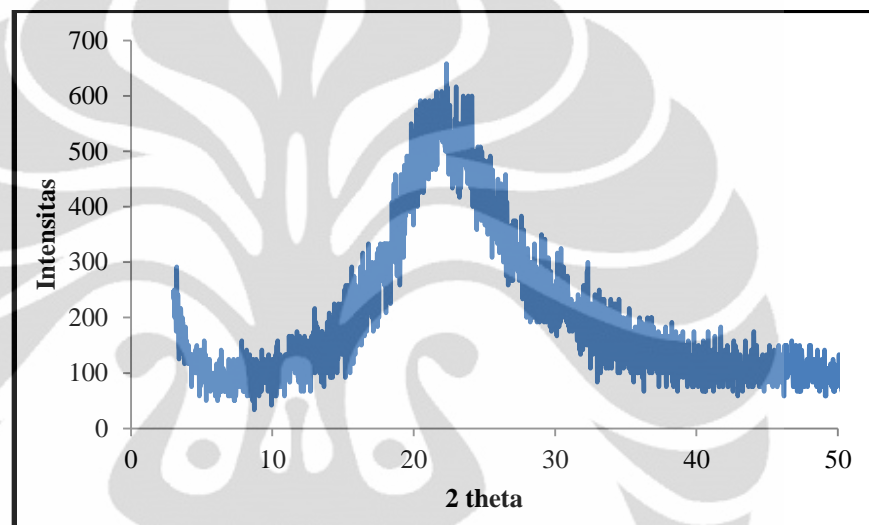


Setelah modifikasi permukaan, larutan TEOS/alkohol digantikan dengan n-heksana untuk mencegah terbentuknya retakan selama proses pengeringan gel. Tekanan kapiler dan pengeringan yang berkaitan dengan penyusutan gel berkurang karena tegangan permukaan yang rendah dari n-heksana.

4.3.2. Karakterisasi Aerogel Silika

4.3.2.1.XRD

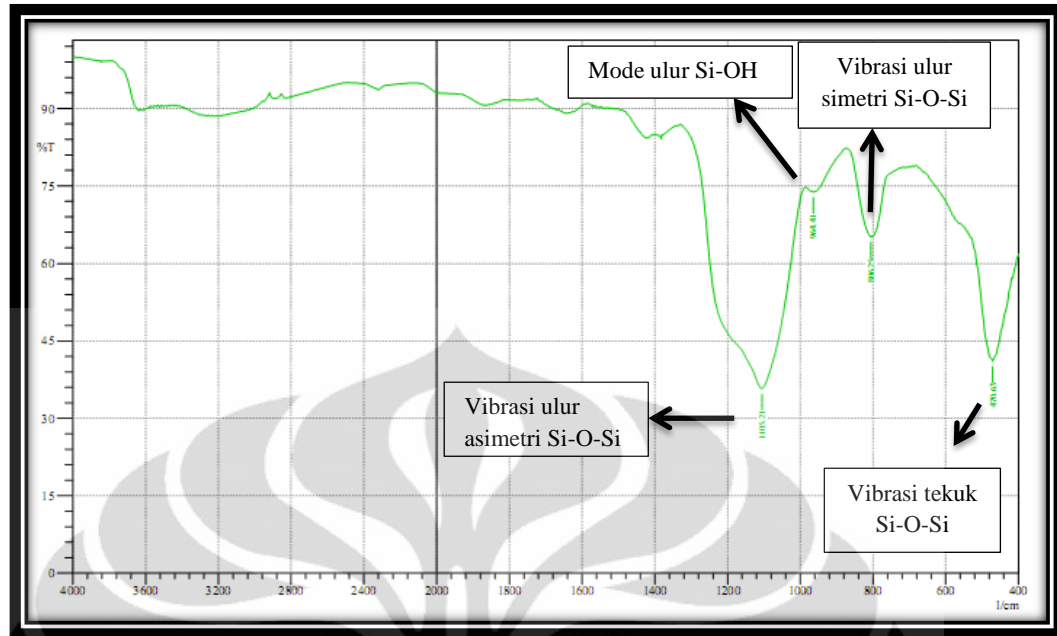
Kristalinitas aerogel silika yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 4.10. Difraktogram tersebut memperlihatkan tidak ada *peak* atau terjadi pelebaran *peak* yang terbentuk. Hal ini menandakan bahwa aerogel silika yang terbentuk masih amorf.



Gambar 4. 10 Pola XRD Aerogel Silika

4.3.2.2.FTIR

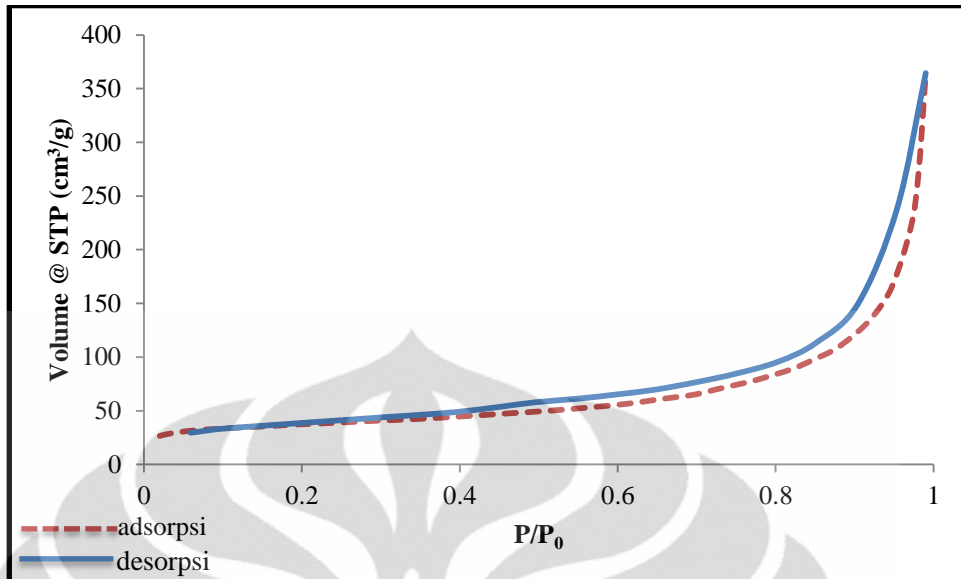
Gambar 4.11 menunjukkan spectra FTIR dari aerogel silika, dengan karakteristik pita serapannya pada 1105.21, 806.25, dan 470.63 cm^{-1} . Pita serapan 1105.21 cm^{-1} diasosiasikan dengan vibrasi ikatan ulur asimetris Si-O-Si, dan pita serapan 806.25 cm^{-1} merupakan vibrasi ikatan ulur simetris jaringan Si-O-Si. Pita serapan 470.63 cm^{-1} berhubungan dengan vibrasi ikatan tekuk jaringan Si-O-Si dan pita serapan pada 964.41 cm^{-1} yang menunjukkan mode ulur khas Si-OH dari struktur gel (Nayak, 2009).



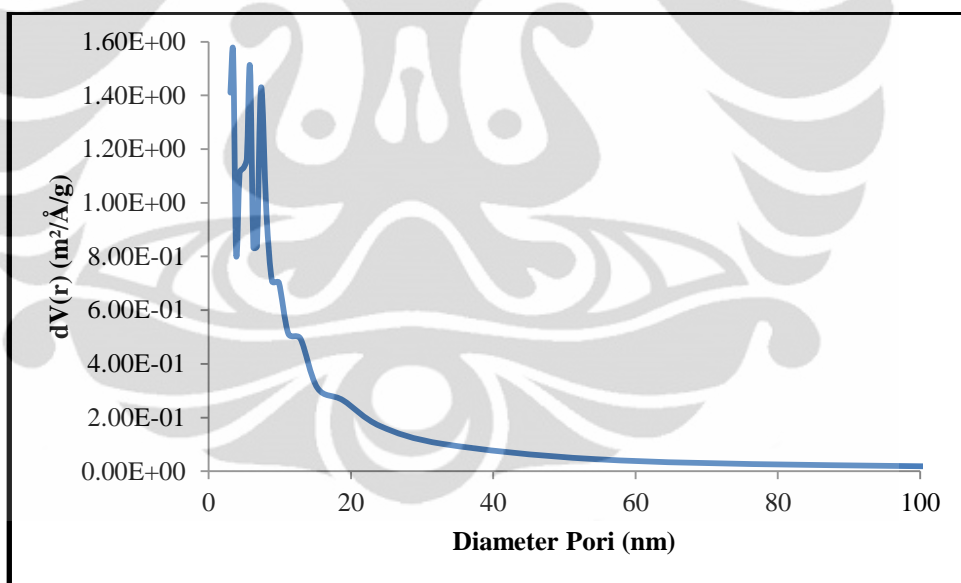
Gambar 4. 11 Pola Spektra FTIR Aerogel Silika

4.3.2.3.BET

Isoterm adsorpsi BET digunakan untuk karakterisasi permukaan suatu material yang meliputi *surface area* (SA, m²/g), diameter pori (D), dan volume pori (V_{pr}, cm³/g). Gambar 4.12 menunjukkan isotherm adsorpsi-desorpsi N₂ dari aerogel silika. Luas permukaan (BET) dan volume pori dari aerogel silika adalah 152.968 m²/g dan 0.540 cm³/g. Sedangkan distribusi ukuran pori aerogel silika didapatkan dari kurva adsorpsi yang diperlihatkan pada Gambar 4.13. Ukuran pori yang dihasilkan sebesar 36.901 Å.



Gambar 4. 12 Isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dari Aerogel Silika



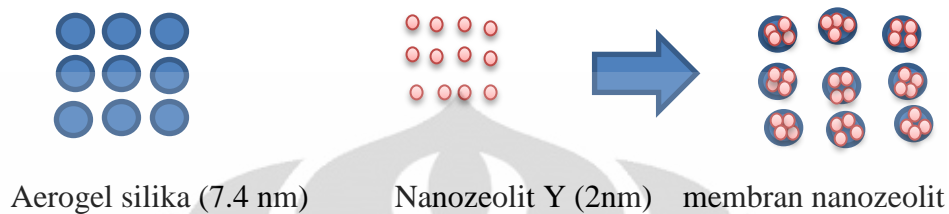
Gambar 4. 13 Distribusi Ukuran Pori Aerogel Silika

4.4. Membran Nanozeolit

4.4.1. Sintesis Membran Nanozeolit

Untuk aplikasi membran dalam pemisahan campuran gas, maka dilakukan

preparasi dan sintesis membran tersebut. Hal ini dilakukan agar membran yang terbentuk memiliki daya afinitas yang kuat terhadap support yang digunakan sebagai media untuk pertumbuhan zeolit. Langkah pembentukan membran nanozeolit dapat dilihat pada gambar 4.14.



Gambar 4. 14 Pola pembuatan Membran Nanozeolit

Aerogel silika yang dihasilkan berukuran 7.4 nm dan nanozeolit Y yang dihasilkan berukuran 2 nm. Sehingga dengan menggunakan silika berpori seperti aerogel silika sebagai *support* membran nanozeolit, diharapkan nanozeolit Y dapat terdistribusi secara merata di dalam pori-pori aerogel silika agar didapatkan luas permukaan yang lebih baik untuk meningkatkan proses pemisahan gas metanol-etanol.

Sintesis pertama dilakukan dengan metode yang dilakukan oleh (Hany Tovina, 2009) yaitu nanozeolit ditumbuhkan pada *seed* yang telah terdispersi sebelumnya pada elektroda glassy carbon yang telah termodifikasi oleh lapisan polimer. Sebagai model, digunakan lempengan silinder aerogel silika yang telah termodifikasi oleh *seed* sebagai *support* untuk pertumbuhan nanozeolit. Namun, proses tersebut tidak efektif dikarenakan lempengan silinder aerogel silika yang digunakan bereaksi dengan nanozeolit yang telah terbentuk dan dihasilkan endapan coklat seperti karamel.

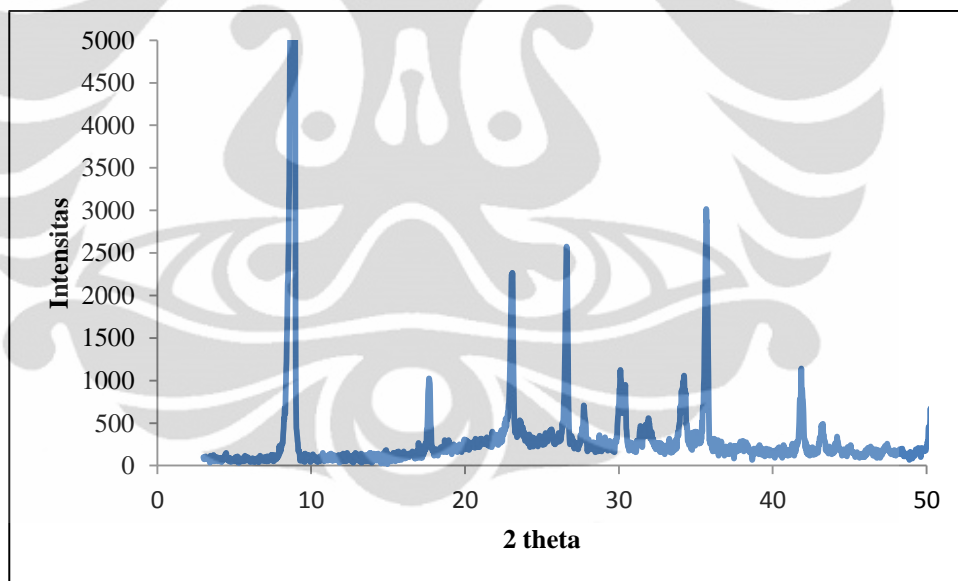
Sintesis kedua dilakukan dengan mencampurkan koloidal nanozeolit Y dan powder aerogel silika dengan komposisi zeolite Y/aerogel silika 2:1. Sebagai pembanding, koloidal nanozeolit Y yang dihasilkan dimurnikan dan dikeringkan hingga dalam bentuk powder. Powder nanozeolit yang diperoleh (subbab 4.2.1) adalah 0.96 gram sehingga aerogel silika yang ditambahkan sebesar 0.48 gram, sesuai komposisi zeolite Y/aerogel silika yang digunakan, yaitu 2:1.

Campuran yang dihasilkan merupakan koloid berwarna putih agak kekuningan. Untuk keperluan karakterisasi dan aplikasi, dilakukan pemurnian dengan cara dekantasi antara endapan dan filtratnya. Endapan yang diperoleh dikeringkan untuk mengurangi kadar air yang terdapat di dalamnya. Pengeringan dapat dilakukan secara alami dengan didiamkan pada suhu ruang maupun dengan pemanasan. Selain itu dapat juga dilakukan dengan pembakaran (kalsinasi) untuk menghilangkan bahan organik dan meninggalkan pori.

4.4.2. Karakterisasi Membran Nanozeolit Y

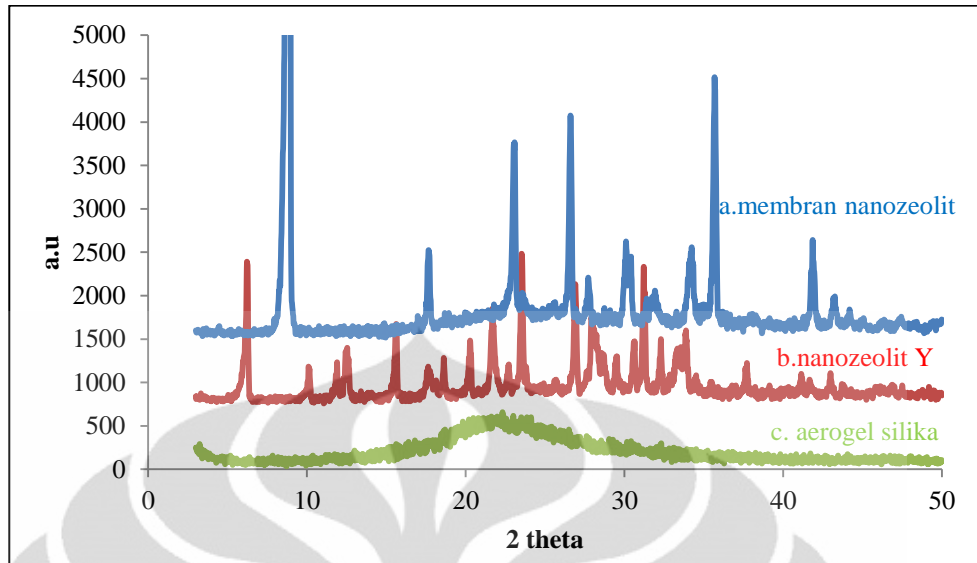
4.4.2.1. XRD

Untuk mengetahui kristalinitas dilakukan karakterisasi XRD, dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 4.15.



Gambar 4. 15 Pola XRD Membran Nanozeolit Hasil Sintesis

Membran nanozeolit yang merupakan campuran aerogel silika dengan nanozeolit Y memiliki pola difraktogram dengan kristalinitas tinggi. Perbandingan pola XRD antara aerogel silika, nanozeolit Y, dan membran nanozeolit hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.16.



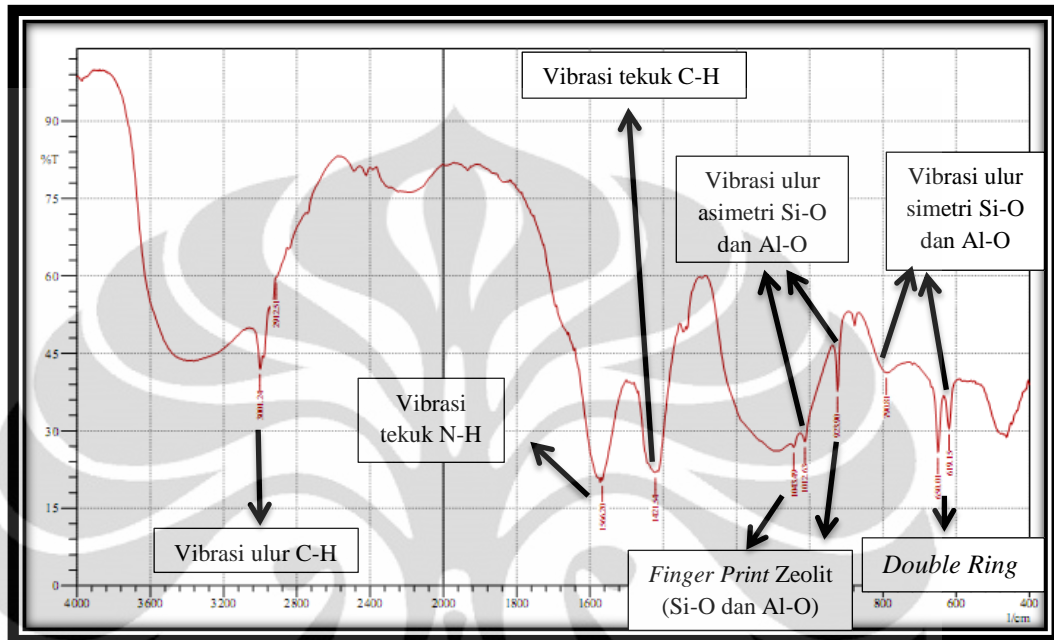
Gambar 4. 16 Perbandingan Pola XRD Aerogel Silika, Nanozeolit Y dan Membran Nanozeolit Hasil Sintesis

Pada difraktogram tersebut, terdapat beberapa *peak* ciri khas zeolite Y yang hilang seperti pada sudut 2 theta 6.19, 11.86, 15.61 dan terbentuknya *peak-peak* baru yang belum diketahui strukturnya seperti pada sudut 2 theta 8.86 dan 35.68. Hal tersebut menandakan bahwa membran nanozeolit yang terbentuk telah mengalami transformasi dari zeolite tipe Y menjadi alumina silika berpori lainnya akibat penambahan aerogel silika yang menggunakan Na_2SiO_3 sebagai prekursor, yang juga merupakan sumber Si dalam sintesis prekursor FAU tipe Y. Sehingga memungkinkan terjadinya peningkatan rasio Si/Al dari membran nanozeolit yang terbentuk maupun terjadinya reaksi antara aerogel silika yang ditambahkan dengan nanozeolit Y membentuk alumina silika berpori lainnya yang belum diketahui tipenya dikarenakan belum dilakukan karakterisasi lebih lanjut. Selain itu terdapat beberapa *peak* yang intensitasnya meningkat, seperti pada sudut 2 theta 22.72 dan 26.9 yang merupakan ciri khas dari *peak* kwarsa, dan ini akibat bertambahnya jumlah SiO_2 yang berasal dari penambahan aerogel silika.

Oleh karena itu, perlu dilakukan karakterisasi lebih lanjut seperti SEM-EDS, PSA, dan BET untuk mengetahui apakah membran yang terbentuk merupakan nanozeolit Y atau bukan.

4.4.2.2. FTIR

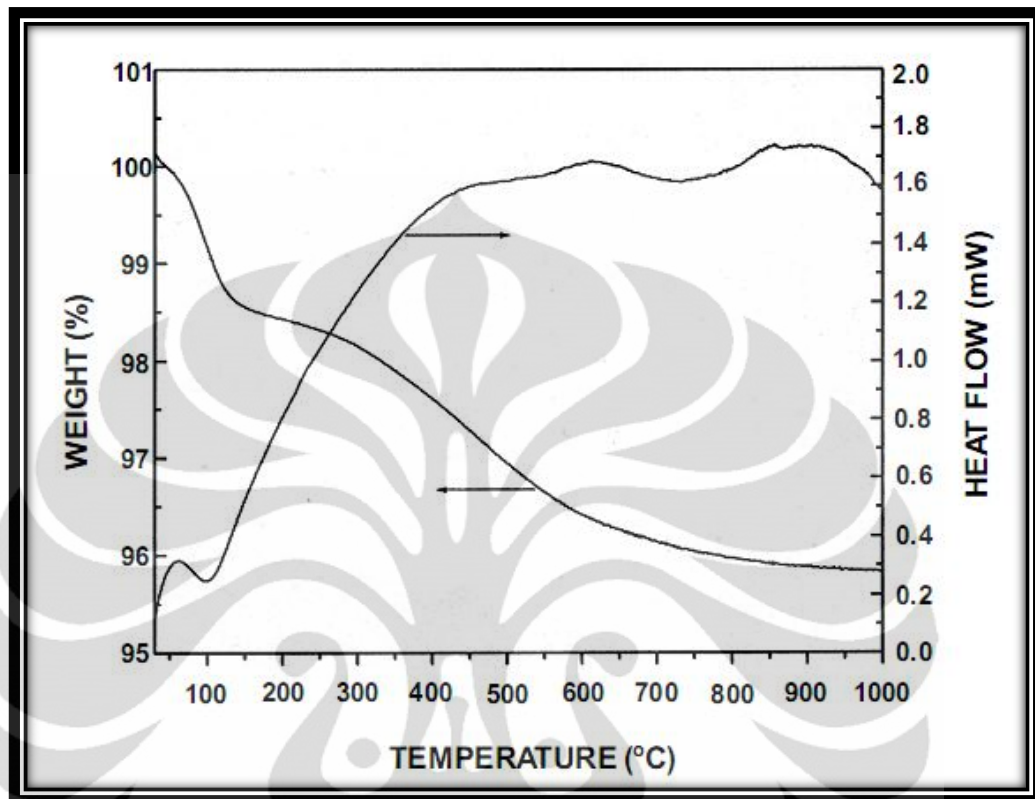
Karakterisasi dengan FTIR digunakan untuk menganalisa gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam struktur sampel. Gambar 4.17 menunjukkan spektra FTIR dari membran nanozeolit hasil sintesis, yang dirangkum dalam Tabel 4.4.



Gambar 4. 17 Spektra FTIR Membran Nanozeolit

Jika dibandingkan dengan spektra FTIR aerogel silika pada Gambar 4.11 dan spektra FTIR nanozeolit Y pada Gambar 4.7, terlihat beberapa perbedaan antara lain: pada membran nanozeolit yang terbentuk terdapat daerah pita serapan vibrasi ulur dan tekuk C-H serta vibrasi tekuk N-H, yang menunjukkan bahwa pada membran nanozeolit masih terdapat *template* (pelarut organik) yang digunakan pada proses sintesis aerogel silika, seperti yang dijelaskan pada subbab 4.4.1. Karena *template* berada di dalam pori membran nanozeolit, maka dibutuhkan suhu yang tinggi untuk mendegradasi *template* tersebut. Untuk mengetahui kestabilan termal dan proses penghilangan *template* (pelarut organik) dari aerogel silika yang digunakan, dapat dilihat dari hasil pengukuran DSC/TG aerogel silika (Nayak, 2009), yang ditunjukkan pada Gambar 4.18. Persen massa turun drastis pada suhu 150°C akibat penguapan sisa-sisa air dari aerogel dan lebih lanjut, penurunan persen massa secara signifikan teramati pada rentang suhu

300-700°C yang dapat disebabkan terjadinya proses poli-kondensasi dan dehidrasi aerogel silika seperti yang dijelaskan sebelumnya (subbab 4.3.1).



[Sumber: Nayak, 2009]

Gambar 4. 18 Kurva DSC/TG dari Aerogel Silika

Keberadaan *template* dalam produk membran nanozeolit menyebabkan membran tersebut bersifat nonpolar. Selain itu, dari spektra FTIR yang diperoleh pada gambar 4.17 menunjukkan bahwa pada membran nanozeolit hasil sintesis terdapat ikatan O-Si-O dan O-Al-O dari kerangka aluminasilikat pada daerah pita serapan 1043.49 cm^{-1} , 1012.63 cm^{-1} , 790.81 cm^{-1} , 650.01 cm^{-1} , 619.15 cm^{-1} , dan 451.34 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa membran nanozeolit hasil sintesis masih berpori walaupun membran tersebut telah mengalami transformasi dari zeolite Y menjadi alumina silika berpori lainnya dan distribusi zeolit dalam pori aerogel silika bersaing dengan *template* yang berada dalam pori aerogel silika itu sendiri.

Tabel 4. 4 Interpretasi Spektra FTIR Membran Nanozeolit

Panjang Gelombang (cm ⁻¹)		Interpretasi
Rentang	Sampel	
1250 – 950	1012.63 ; 1043.49	Vibrasi ulur asimetri Si-O dan Al-O
1100 – 700	923.9 ; 1043.49	<i>Finger Print</i> Zeolit (Si-O dan Al-O)
820 – 650	790.81 ; 650.01	Vibrasi ulur simetri Si-O dan Al-O
650 – 500	619.15 ; 650.01	<i>Double Ring</i>
500 – 420	451.34	Vibrasi tekuk Si-O dan Al-O
1470-1350	1421.54	Vibrasi tekuk C-H
1640-1550	1566.2	Vibrasi tekuk N-H
3000 – 2850	2912.51; 3001.24	Vibrasi ulur C-H

Selanjutnya, membran nanozeolit yang dihasilkan digunakan dalam aplikasi pemisahan gas metanol-etanol.

4.5. Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol

Pemisahan gas menggunakan membran didasarkan pada perbedaan kelarutan gas-gas dan difusifitas dari membran. Karakteristik dari membran berpengaruh terhadap selektifitas dan permeabilitas/flux dalam proses pemisahan gas. Faktor lain yang mempengaruhi proses membran yaitu stabilitas, ketipisan, harga membran yang murah dan dapat menghasilkan luas permukaan yang tinggi dalam modul. Pemisahan membran dicapai saat beda permeal dikarenakan adanya perbedaan jumlah kelarutan material di dalam membran dan kecepatan difusi suatu material melewati membran.

Dalam penelitian ini, membran yang digunakan merupakan nanozeolit yang *disupport* silika berpori, yaitu aerogel silika. Digunakannya *support* bertujuan untuk memperbaiki karakteristik dan meningkatkan kinerja membrane. Sebelum digunakan, powder membran nanozeolit yang didapat dari proses sintesis dicetak menggunakan cetakan pellet dengan ukuran yang disesuaikan dengan ukuran kolom yang digunakan kemudian dikalsinasi pada suhu 300°C untuk mengaktivasi membran nanozeolit/

Campuran gas yang akan dipisahkan adalah metanol-etanol. Metanol-etanol dengan perbandingan 1:1 dipanaskan pada suhu 80°C kemudian uapnya dialirkan ke suatu kolom yang di dalamnya telah dipasang membran. Gas yang telah melewati membran, ditampung dalam suatu *gas trapper* selama beberapa saat, dan diambil dengan *syringe* gas kemudian diinjeksikan ke GC-FID. Hasil analisa pemisahan gas metanol-etanol dengan membran dan tanpa membran dapat dilihat pada Tabel 4.6 dan Tabel 4.7.

Tabel 4. 5 Data Standar Metanol 1% dan Etanol 1%

Standar Metanol 1%			Standar Etanol 1%		
Analisis	Waktu Retensi	Luas Area Puncak	Analisis	Waktu Retensi	Luas Area Puncak
1	2.985	374601	1	3.688	321349
2	3.042	28021	2	3.752	112510
3	3.37	322763	3	3.99	258028

Tabel 4. 6 Data Pemisahan Campuran Gas Metanol-Etanol dengan Membran

Pemisahan Campuran Gas dengan Membran						
Waktu Retensi	Luas Area		Analisis	Waktu Retensi	Luas Area	
2.993	200215		1	-	-	
3.488	27883	78%	2	4.867	7907	22%
3.148	33982	23%	3	3.56	115331	77%
3.488	75564	29%	4	4.003	182596	71%

Tabel 4. 7 Data Pemisahan Campuran Gas Metanol-Etanol tanpa Membran

Pemisahan Campuran Gas Tanpa Membran						
Waktu Retensi	Luas Area		Analisis	Waktu Retensi	Luas Area	
3.52	100324	53%	1	4.107	89955	47%
2.517	35751	36%	2	3.955	63828	63%
1.592	29785	39%	3	3.017	46350	60%

Data pada Tabel 4.6 dan Tabel 4.7 menunjukkan perbedaan luas peak area yang dihasilkan antara pemisahan gas dengan membran dan tanpa membran. Hal tersebut berkaitan dengan ukuran pori membran, ukuran molekul metanol-etanol, serta adanya interaksi antara membran dengan molekul metanol-etanol (Ahkam, 2011).

Mengacu pada penelitian sebelumnya (Ahkam, 2011), yang mensintesis zeolit FAU tipe Y didapatkan luas permukaan antara 410 – 550 m²/g dan ukuran pori rata-rata zeolite 10,18 Å (1,018 nm). Sedangkan ukuran molekul dari metanol dan etanol berturut-turut adalah 0,376 nm dan 0,446 nm (Ivanova *et al.*, 2007). Hal tersebut menunjukkan bahwa ukuran molekul metanol dan etanol lebih kecil dibandingkan ukuran pori zeolit yang digunakan, sehingga tidak dapat terjadi proses pemisahan gas metanol-etanol melalui proses *molecular sieve* melainkan melalui proses adsorpsi akibat adanya perbedaan afinitas antara membran nanozeolit yang terbentuk dengan gas metanol-etanol.

Berdasarkan Tabel 4.6, pada analisa pertama, terjadi pemisahan metanol dengan etanol, yang ditunjukkan dengan tidak terdeteksinya waktu retensi dari etanol. Sesuai dengan prinsip “*like-dissolve like*”, senyawa yang bersifat polar akan mudah larut dalam pelarut polar, sedangkan senyawa nonpolar akan mudah larut dalam pelarut nonpolar. Dikarenakan membran yang digunakan merupakan membran nonpolar, sehingga pada proses pemisahan, etanol yang bersifat lebih nonpolar dibandingkan dengan metanol, akan tertahan lebih lama dalam membran sedangkan metanol akan melintasi membran.

Sedangkan pada analisa kedua, yang berselisih waktu 20 menit dari analisa pertama menghasilkan pemisahan yang kurang sempurna, yakni terdeteksinya waktu retensi metanol dan etanol meskipun dengan komposisi 78% metanol dan 22% etanol. Hal tersebut dapat disebabkan karena kemampuan membran untuk menahan etanol berkurang sehingga etanol yang awalnya tertahan akhirnya dapat melintasi membran walaupun dalam jumlah sedikit.

Sedangkan pada analisa ketiga dan keempat juga terjadi pemisahan yang kurang sempurna, hanya saja dengan komposisi etanol yang lebih besar daripada komposisi metanol. Yaitu untuk analisa ketiga 23% metanol, 77% etanol dan untuk analisa keempat 29% metanol, 71% etanol.

Perbedaan tersebut dapat disebabkan pada analisa pertama dan kedua menggunakan membran yang baru diaktivasi sedangkan pada analisa ketiga dan keempat, menggunakan membran yang telah disimpan selama satu minggu setelah proses aktivasi, yang memungkinkan untuk membran nanozeolit tersebut terhidrasi oleh air atau bereaksi dengan udara yang dapat menyebabkan membran menjadi tidak stabil dan bersifat agak polar dibanding sebelumnya, sehingga metanol tertahan lebih lama dalam membran sedangkan etanol dapat melintasi membran karena sifatnya yang lebih polar dibandingkan etanol.

Sedangkan berdasarkan table 4.7, terjadi perbedaan komposisi metanol-etanol antara analisa pertama, kedua dan ketiga. Hal tersebut dikarenakan untuk analisa pertama, prosesnya dilakukan pertama kali sedangkan analisa kedua dan ketiga dilakukan setelah proses pemisahan metanol-etanol dengan membran. Karena kondisi pemvakuman hanya dilakukan pada *gas trapper* dan rangkaian alat lainnya tidak, sehingga memungkinkan masih terdapatnya gas etanol yang sebelumnya tertahan oleh membran, terakumulasi pada saat proses pemisahan tanpa membran, yang menyebabkan komposisi etanol yang terdeteksi dalam campuran gas lebih besar dibandingkan komposisi metanol.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Pada penelitian ini telah disintesis membran nanozeolit dengan komposisi zeolit Y/aerogel silika 2:1. Zeolite Y disintesis dengan teknik *seeding* dan aerogel silika dengan proses sol-gel. Hasil karakterisasi dengan XRD dan FTIR menunjukkan bahwa membran nanozeolit hasil sintesis mengalami transformasi dari zeolit Y menjadi alumina silika berpori lainnya akibat masih terdapatnya *template* (pelarut organik) yang menyebabkan membran bersifat nonpolar. Selanjutnya, membran nanozeolit yang dihasilkan digunakan sebagai membran untuk aplikasi pemisahan campuran gas metanol-etanol. Hasil pemisahannya menunjukkan bahwa membran hanya efektif digunakan pada analisa pertama dan kedua.

5.2. Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disarankan sebagai berikut:

1. Disintesis jenis zeolite lain yang ukuran porinya lebih kecil daripada zeolite Y.
2. Digunakan metode lain yang lebih efektif dalam pembuatan membran nanozeolit Y menggunakan silika berpori sebagai *supportnya*, seperti variasi komposisi dan variasi suhu kalsinasi.
3. Diperlukan karakterisasi lebih lanjut seperti SEM-EDS, BET dan PSA terhadap produk membran nanozeolit untuk mengidentifikasi jenis dan ukuran pori zeolite yang terdapat pada membran.
4. Dirancang ulang desain reaktor yang lebih sederhana untuk memaksimalkan proses pemisahan.
5. Dilakukan optimasi pada proses pemisahan agar diperoleh hasil pemisahan yang optimum.

DAFTAR PUSTAKA

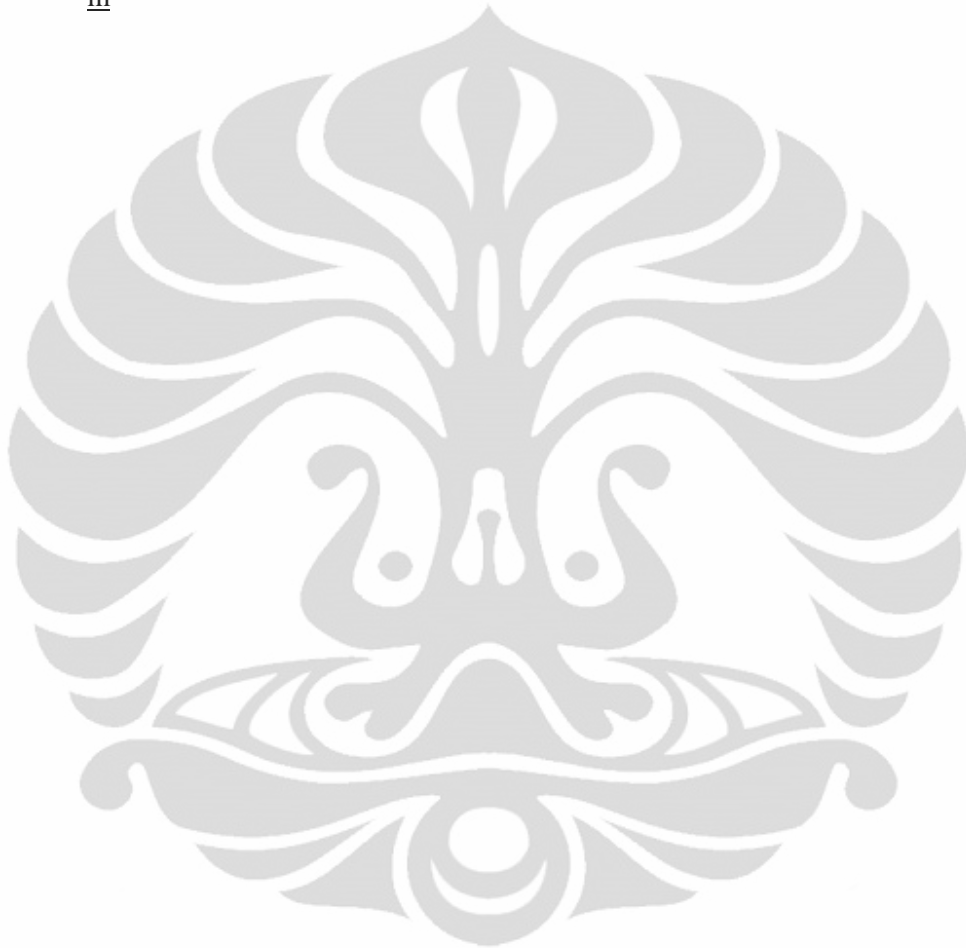
- Ahkam, Mutammimal. (2011). *Skripsi: Sintesis Dan Karakterisasi Membran Nanozeolit Y Untuk Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA, UI.
- Burhanudin Ahmad dan I Gede Gangga WW. *Pengaruh Pemanasan Terhadap Campuran Membran Polietersulfon-Zeolit Untuk Pemisahan Karbondioksida* Semarang :Jurusan Teknik Kimia, Fak. Teknik, Universitas Diponegoro.
- Christidis, George E. and Hara Papantoni. (2008). *Synthesis of FAU Type Zeolite Y from Natural Raw Materials: Hydrothermal SiO₂-Sinter and Perlite Glass*. Greece: Technical University of Crete, Department of Mineral Resources Engineering, 73100 Chania.
- DW Breck. (1974). *Zeolite Molecular Sieves*. New York: Wiley,
- Ghasemi, Zahra., and HabibollahYounesi. (2010). *Preparation and Characterization of Nanozeolite NaA from Rice Husk at Room Temperature without Organic Additives*. Iran. Department of Environmental Science Faculty of Natural Resources and Marine Sciences, Tarbiat Modares University.
- Holmberg, Brett A., Huanting Wang, and YushanYan. (2004). *High silica zeolite Y nanocrystals by dealumination and direct synthesis*. USA: Department of Chemical and Environmental Engineering, College of Engineering–Center for Environmental Research and Technology (CE–CERT), University of California.
- Holmberg, Brett A., Huanting Wang, Joseph M. Norbeck, and YushanYan. (2003). *Controlling size and yield of zeolite Y nanocrystals using tetramethylammonium bromide*. USA: College of Engineering-Center for Environmental Research and Technology (CE-CERT) and Department of Chemical and Environmental Engineering, University of California.

- Ivanova, E. and M. Karsheva. (2007). *Ethanol Vapours Adsorption By Natural Clinoptilolite*. Bulgaria : Journal of the University of chemical Technology and Metallurgy, 42, 4, 2007, 391-398.
- Kasmui, Zaenal Muhlisin dan Woro Sumarni. (2007). *Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler*.
- Kita, Hidetoshi, Tsutomu Inoue, Hidetoshi Asamura, Kazuhiro Tanaka and Kenichi Okamoto. (1996). *NaY zeolite membrane for the pervaporation separation of methanol–methyl tert-butyl ether mixtures*. Japan: Department of Advanced Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Yamaguchi University, Tokiwadai.
- Krisnandi, Y. K., T. A. Ivandini, Hany T. (2011). Makara : *Synthesis of Na-Y Nanozeolite on Glassy Carbon by Seeding Method*. (reviewed).
- Krisnandi, Y. K., T. A. Ivandini, Hany T. dan Aminah. (2010). Jusami : *Preparation of Electrochemically Immobilized Iron on Thin Film FAU Nanozeolite Modified Glassy Carbon*. (accepted).
- Lassinantti, M., Jonas Hedlund and Johan Sterte. (1999). *Faujasite Type Films Synthesized By Seeding*. Microporous and Mesoporous Materials 38 (2000) 25 – 34.
- Nayak, J. P. and J. Bera. (2009). *Preparation of Silica Aerogel by Ambient Pressure Drying Process using Rice Husk Ash as Raw Material*. India: Department of Ceramic Engineering National Institute of Technology, Trans. Ind. Ceram. Soc., 68 (2) 1-4 (2009).
- Rakhmatullah, Dwi Karsa A., Gitandra Wiradini, Nugroho Pratomo Ariyanto. (2007). *Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Kemurnian Bioetanol*. Bandung : Program Studi Teknik Fisika. Fakultas Teknologi Industri. ITB.


- Rosjidi, Mochammad dan Hens Saputra. (2009). *Pembuatan Membran Zeolit Tipe MFI pada Support Alpha Alumina dan Karakterisasinya*. Jakarta : Perekayasa pada Pusat Teknologi Industri Proses.
- Scholes, Colin A., Sandra E. Kentish and Geoff W. Stevens (2008). *Carbon Dioxide Separation through Polymeric Membrane Systems for Flue Gas Applications*. Australia: Recent Patents on Chemical Engineering, 1, 52-66
- Silica Aerogels*. Lawrence Berkeley Laboratories: Microstructured Materials Group.
- Sistani, Simin; Ehsani, Mohammad Reza. (2010). *Microwave Assisted Synthesis of Nano Zeolite Seed for Synthesis Membrane and Investigation of its Permeation Properties for H₂ Separation*. Iran: Iran. J. Chem. Chem. Eng Vol. 29, No. 4.
- Sunardi. (2004). *Diktat Kuliah Cara-cara Pemisahan*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
- Tovina, Hany. (2009). *Skripsi : Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang ditumbuhkan pada Permukaan Glassy Carbon*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
- Treacy, M.M.J., and J.B. Higgins. (2001). *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites Fourth Revised Edition*. Published on behalf of the Structure Commission of the International Zeolite Association.
- Warsito, S., Sriatun dan Taslimah. (2008). *Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit Y*. Semarang : Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, F MIPA, UNDIP.
- White, Jeremy C., Prabir K. Dutta, Krenar Shqau, And Henk Verweij. (2010). *Synthesis of Ultrathin Zeolite Y Membranes and their Application for Separation of Carbon Dioxide and Nitrogen Gases*. Ohio: Department of Chemistry, and Department of Materials Science and Engineering, The Ohio State University.

Zhu, Guangqi., Yanshuo Li, Han Zhou, Jie Liu, and Weishen Yang. (2008). *FAU-type zeolite membranes synthesized by microwave assisted in situ crystallization*. China: State Key Laboratory of Catalysis, Dalian Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences.

<http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/VirtTxtJml/Spectrpy/InfraRed/infrared.htm>



Lampiran 1: Rasio Si/Al Seed

 PUSAT METALURGI LIPSI	REPORT OF ANALYSIS	Lap.No: 546-1/PPK-4.06/KS/XI/2011 Halaman : 3 dari 8
---	---------------------------	---

13. Persentase Semi Quantitative Analysis

13.1. Pada Area 1 Perbesaran 10.000 x

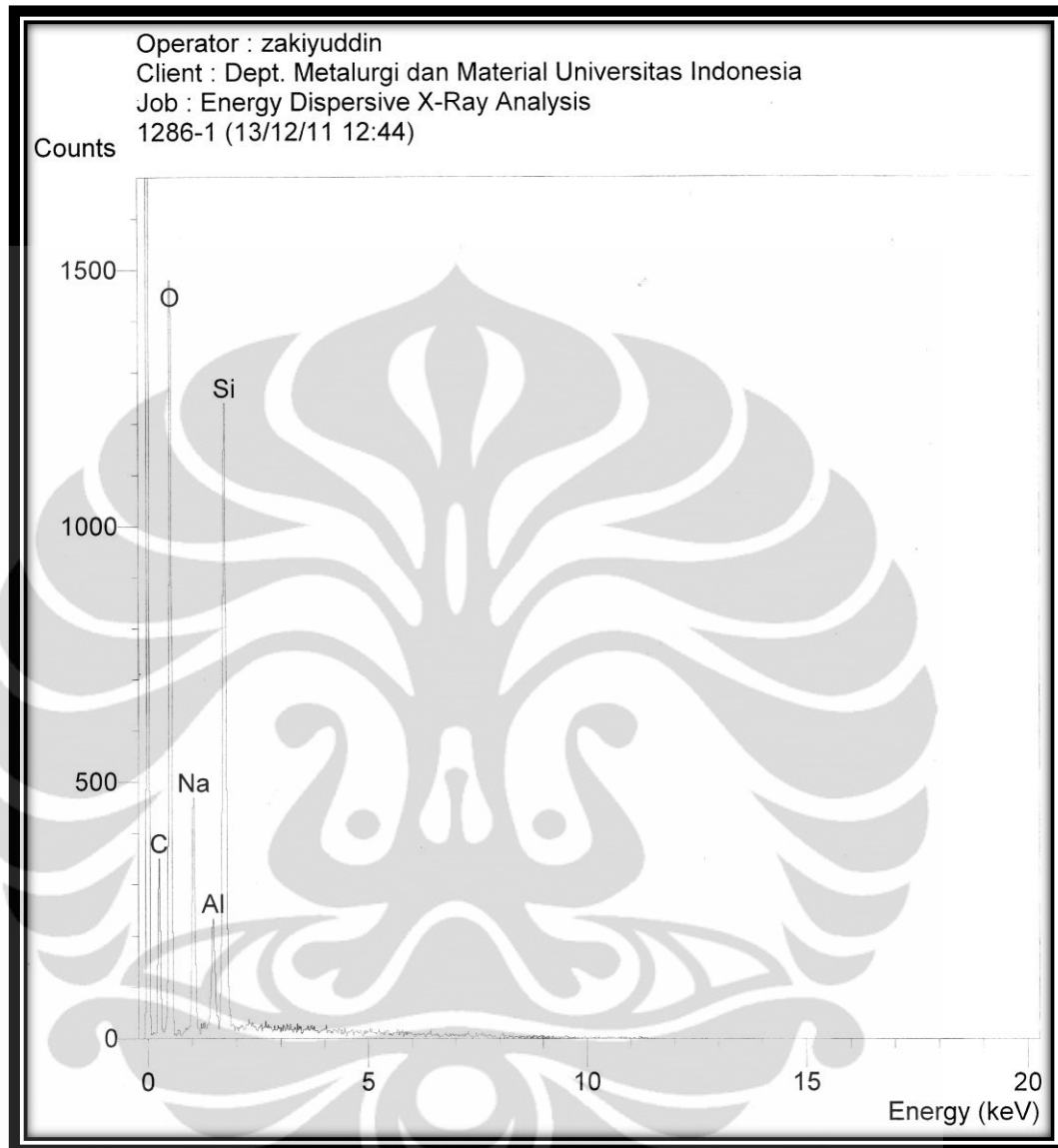
Unsur Element	Persentase Massa / % Mass Percentage / %
C	14.32
O	47.61
Na	3.63
Al	12.96
Si	20.13
Ti	0.57
Zn	0.87

13.2. Pada Area 2 Perbesaran 10.000 x

Unsur Element	Persentase Massa / % Mass Percentage / %
C	46.64
O	38.12
Na	1.74
Al	4.74
Si	6.79
Cu	1.10
Zn	0.85

13.3. Pada Area 3 Perbesaran 10.000 x

Unsur Element	Persentase Massa / % Mass Percentage / %
C	22.86
O	45.81
Na	3.32
Al	10.24
Si	15.49
Cu	1.36
Zn	0.91

Lampiran 2: Grafik Analisis Kualitatif Rasio Si/Al Nanozeolit Y

Lampiran 3: Rasio Si/Al Nanozeolit Y pada Area 1

```

SEMQuant results. Listed at 13:22:11 on 13/12/11
Operator: zakiyuddin
Client: Dept. Metalurgi dan Material Universitas Indonesia
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
Spectrum label: 1286-1

System resolution = 59 eV

Quantitative method: ZAF ( 4 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

Standards :
C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Na K Jadeite 18/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11

Elmt Spect. Element Atomic
Type % %
C K ED 2.31 3.73
O K ED 51.92 62.84
Na K ED 10.83 9.12
Al K ED 8.09 5.80
Si K ED 26.84 18.51
Total 100.00 100.00

* = <2 Sigma

```

Lampiran 4: Rasio Si/Al Nanozeolit Y pada Area 2

```
SEMQuant results. Listed at 13:22:04 on 13/12/11
Operator: zakiyuddin
Client: Dept. Metalurgi dan Material Universitas Indonesia
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
Spectrum label: 1286-2

System resolution = 59 eV

Quantitative method: ZAF ( 4 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

Standards :
C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Na K Jadeite 18/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11

Elmt Spect. Element Atomic
Type % %
C K ED 5.42 8.49
O K ED 52.34 61.50
Na K ED 10.29 8.41
Al K ED 7.81 5.44
Si K ED 24.13 16.15
Total 100.00 100.00

* = <2 Sigma
```

Lampiran 5: Rasio Si/Al Nanozeolit Y pada Area 3

```
SEMQuant results. Listed at 13:21:55 on 13/12/11
Operator: zakiyuddin
Client: Dept. Metalurgi dan Material Universitas Indonesia
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
Spectrum label: 1286-3

System resolution = 59 eV

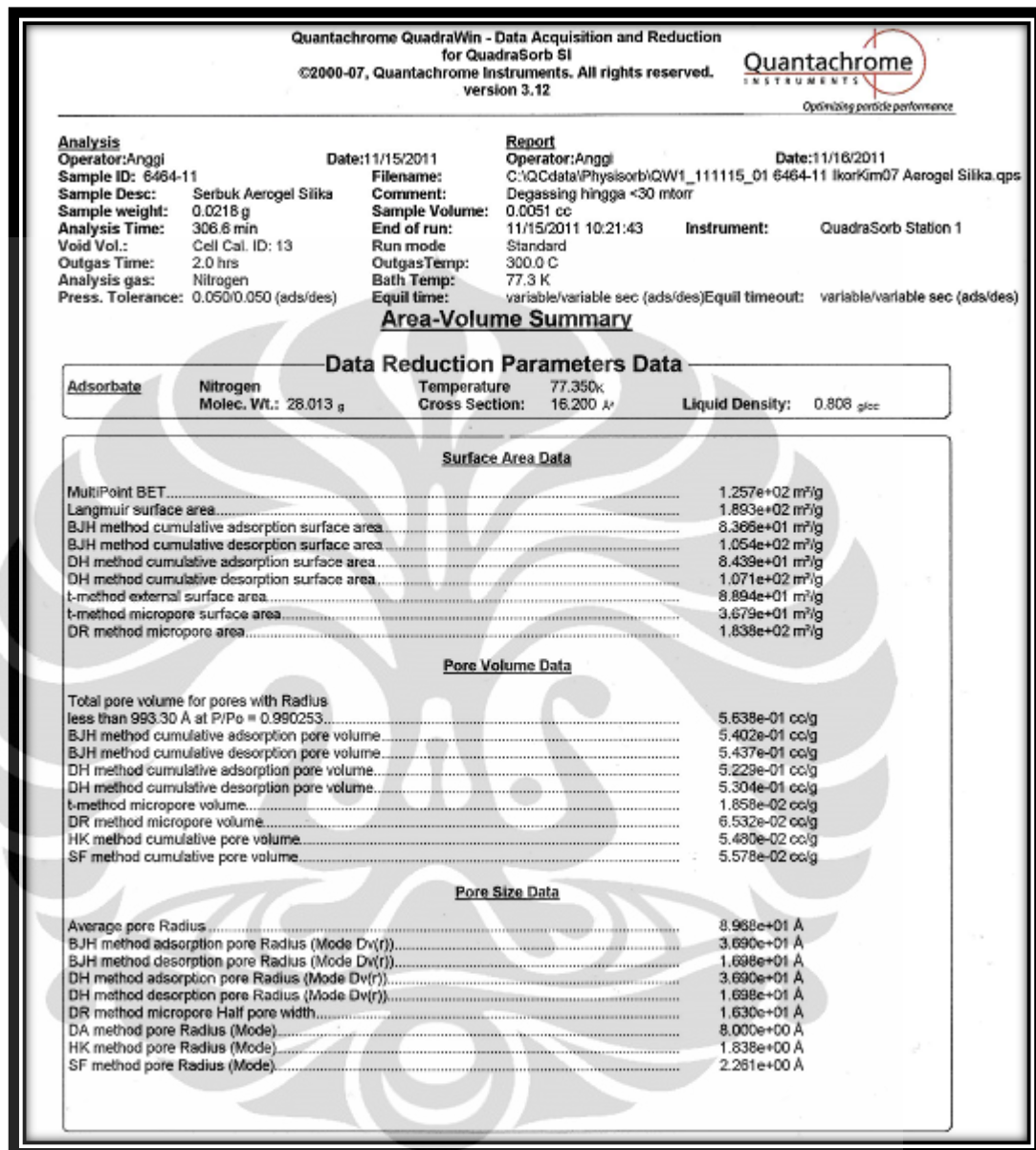
Quantitative method: ZAF ( 4 iterations).
Analysed all elements and normalised results.

Standards :
C K Carbon Low 13/09/06
O K AL2O3 20/05/11
Na K Jadeite 18/05/11
Al K AL2O3 20/05/11
Si K Jadeite 18/05/11

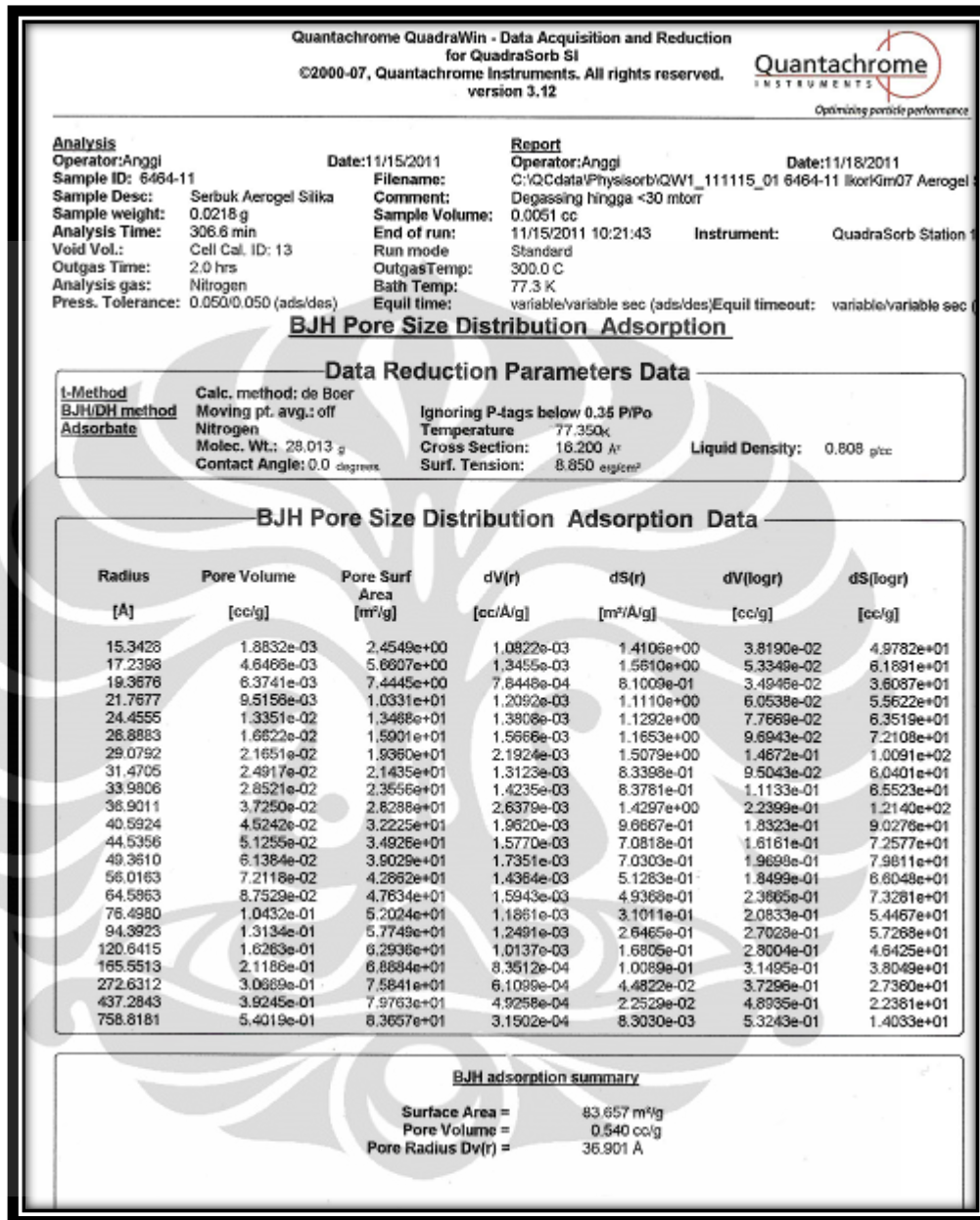
Elmt Spect. Element Atomic
Type % %
C K ED 3.19 5.11
O K ED 51.38 61.86
Na K ED 10.74 9.00
Al K ED 8.15 5.82
Si K ED 26.55 18.21
Total 100.00 100.00

* = <2 Sigma
```

Lampiran 6: Area-Volume Summary Aerogel Silika



Lampiran 7: BJJ Pore Size Distribution Adsorption Aerogel Silika



Lampiran 8: Hasil Pengukuran PSA Nanozeolit Y

