

## Bab 1

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan mineral alumina silikat hidrat yang tersusun atas tetrahedral-tetrahedral alumina ( $\text{AlO}_4^{5-}$ ) dan silika ( $\text{SiO}_4^{4-}$ ) yang membentuk struktur bermuatan negatif dan berongga terbuka/berpori. Zeolit telah banyak digunakan sebagai penukar kation (*cation exchangers*), pelunak air (*water softening*), penyaring molekul (*molecular sieves*), sebagai bahan pengering (*drying agents*), adsorben, dan sebagai katalis atau pengemban katalis pada berbagai reaksi kimia [1].

Zeolit berdasarkan sumbernya dapat dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam biasanya mengandung kation-kation  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , dan  $\text{Mg}^{2+}$  [1]. Sedangkan zeolit sintetis biasanya hanya mengandung kation-kation  $\text{K}^+$  dan  $\text{Na}^+$ . Salah satu jenis dari zeolit sintetis adalah zeolit silikalit-1 [1].

Sintesis zeolit secara umum harus menggunakan sumber silika, sumber aluminium, templet dan sintesis dilakukan secara hidrotermal [2]. Sumber silika yang biasa dipakai untuk sintesis zeolit yaitu TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*) [3], Silika LUDOX [4],  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  [5], yang mana sumber-sumber silika tersebut memiliki harga yang relatif mahal sehingga perlu dicari alternatif untuk menggantikan sumber silika komersial tersebut dengan sumber silika yang relatif murah. Salah satu alternatif silika yang relatif murah tersebut adalah silika yang diisolasi dari limbah agrikultural, seperti limbah sekam padi [6], limbah daun bambu, dan limbah tongkol jagung [7]. Muh.Khaidir [8] telah melaporkan bahwa di dalam rumput gajah mengandung banyak lignin dan silika. Namun, sampai saat ini belum ada peneliti yang menggunakan rumput gajah sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit. Seperti yang dijelaskan dalam firman Allah SWT yang berbunyi:

*“Dialah, yang telah menurunkan air hujan dari langit untuk kamu, sebahagiannya menjadi minuman dan sebahagiannya (menyuburkan) tumbuh-tumbuhan, yang pada (tempat tumbuhnya) kamu menggembalakan ternakmu”* (Q.S. An-nahl 16:10).

*“Sesungguhnya kami benar-benar telah mencurahkan air (dari langit), kemudian kami belah bumi dengan sebaik-baiknya, lalu kami tumbuhkan biji-bijian di bumi itu, anggur dan sayur-sayuran, zaitun dan kurma, kebun-kebun (yang) lebat, dan buah-buahan serta rumput-rumputan, untuk kesenanganmu dan untuk binatang-binatang ternakmu”* (Q.S. Abasa 80:25-32).

Sering kali manusia sebagai khalifah di muka bumi ini, tidak berpikir atas segala macam jenis tumbuhan atau tanaman yang telah diciptakan oleh Allah SWT, padahal semua tumbuhan yang telah diciptakan Allah SWT tidak ada satupun yang sia-sia, melainkan mempunyai sesuatu nilai manfaat bagi manusia dan makhluk lainnya di muka bumi.

Oleh karena itu, rumput gajah dimanfaatkan sebagai sumber silika karena lebih mudah diperoleh, ketersediaannya sangat banyak, dan juga dapat menambah nilai guna dari rumput gajah selain digunakan untuk pakan ternak.

Dalam penelitian ini dilakukan isolasi silika dari rumput gajah dengan menggunakan metode sol-gel melalui tahap pembakaran di *furnace*, perendaman abu rumput gajah dalam NaOH, penetralan dengan penambahan asam sampai pH 7 untuk mendapatkan padatan silika. Selanjutnya, silika yang telah berhasil diisolasi dari rumput gajah digunakan sebagai prekursor untuk sintesis zeolit.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas maka permasalahan yang perlu dirumuskan adalah sebagai berikut:

1. Apakah silika dapat diisolasi dari rumput gajah?
2. Bagaimana karakteristik silika hasil isolasi dari rumput gajah?
3. Apakah silika hasil isolasi dari rumput gajah dapat digunakan untuk sintesis zeolit?
4. Bagaimana karakteristik zeolit hasil sintesis menggunakan silika dari rumput gajah?

## 1.3 Batasan Masalah

Untuk meneliti permasalahan yang telah dirumuskan, penelitian ini akan dibatasi pada beberapa masalah berikut:

1. Silika yang diisolasi dari rumput gajah adalah silika xerogel.
2. Silika hasil isolasi dari rumput gajah dikarakterisasi dengan SEM-EDX untuk mengetahui persentase kadar  $\text{SiO}_2$ , XRD, dan FTIR.
3. Jenis zeolit yang akan disintesis, yaitu zeolit silikalit-1 dimana sintesis akan dilakukan dengan menggunakan metode sintesis hidrotermal.
4. Zeolit silikalit-1 akan dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

## 1.4 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang diajukan, tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengisolasi silika dari rumput gajah.
2. Untuk mempelajari karakteristik silika hasil isolasi dari rumput gajah.
3. Untuk mensintesis zeolit silikalit-1 menggunakan silika hasil isolasi dari rumput gajah.
4. Untuk mempelajari karakteristik dari zeolit silikalit-1 hasil sintesis.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat menambah nilai guna rumput gajah sehingga lebih bermanfaat dan tidak hanya digunakan untuk pakan ternak, dan memberikan informasi untuk pendidikan, pertanian dan bidang lainnya yang memiliki kaitan keperluan dengan sintesis dan karakterisasi zeolit silikalit-1 menggunakan silika dari rumput gajah.



Zeolit merupakan bahan multi guna karena memiliki sifat-sifat fisika dan kimia yang unik sehingga pemanfaatan zeolit mengalami perkembangan yang cukup tinggi, seperti digunakan untuk keperluan dalam industri dan pertanian.

### **2.1 Zeolit**

Zeolit didefinisikan sebagai senyawa aluminosilikat yang memiliki struktur kerangka tiga dimensi dengan rongga di dalamnya. Struktur kerangka zeolit tersusun atas unit-unit tetrahedral  $(AlO_4)^{-5}$  dan  $(SiO_4)^{-4}$  yang saling berikatan melalui atom oksigen membentuk pori-

pori zeolit. Ion silikon bervalensi 4, sedangkan aluminium bervalensi 3. Hal ini yang menyebabkan struktur zeolit kelebihan muatan negatif yang diseimbangkan oleh kation-kation logam alkali atau alkali tanah seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^+$  atau  $\text{Sr}^+$  maupun kation-kation lainnya. Kation-kation tersebut terletak di luar tetrahedral, dapat bergerak bebas dalam rongga-rongga zeolit dan bertindak sebagai *counter ion* yang dapat dipertukarkan dengan kation-kation lainnya, sifat-sifat inilah yang menjadi dasar bahwa zeolit dapat digunakan sebagai penukar kation.

Berdasarkan sifat fisika dan sifat kimia zeolit tersebut zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penukar ion, penyaring molekuler, adsorben dan katalis [9].

Zeolit menurut proses pembentukannya dibagi 2, yaitu :

a. Zeolit alam (*natural zeolit*)

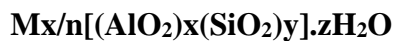
Zeolit alam biasanya mengandung kation-kation  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  atau  $\text{Mg}^{2+}$ .

b. Zeolit sintetis (*synthetic zeolit*)

Zeolit sintetis biasanya hanya mengandung kation-kation  $\text{K}^+$  atau  $\text{Na}^+$ .

### 2.1.1 Rumus Umum

Rumus umum zeolit adalah:



$\text{Mx/n}$  = kation bermuatan

[ ] = kerangka aluminosilika

X = jumlah  $\text{AlO}_4$

Y = jumlah  $\text{SiO}_4$ ,  $y > x$

Z = jumlah  $\text{H}_2\text{O}$

Kerangka zeolit berupa rongga yang berisi kation  $\text{M}^+$  sebagai kation penyumbang muatan  $\text{AlO}_4$  [10].

### 2.1.2 Sifat Unik Zeolit

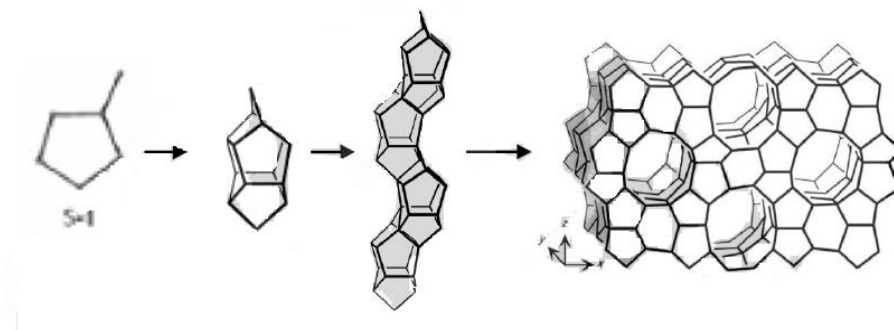
Sifat-sifat unik tersebut meliputi dehidrasi, adsorben, katalisator, dan penukar ion. Zeolit mempunyai sifat *dehidrasi* (melepaskan molekul  $\text{H}_2\text{O}$ ) apabila dipanaskan. Kristal zeolit yang telah terdehidrasi merupakan adsorben yang selektif dan mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi, sifat zeolit sebagai adsorben tersebut dimungkinkan karena struktur zeolit yang berongga, sehingga zeolit dapat menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil

atau sesuai dengan ukuran rongganya. Kemampuan zeolit sebagai katalis berkaitan dengan pusat-pusat aktif yang dimiliki zeolit dalam saluran antar zeolit, sedangkan adanya kation logam alkali dan alkali tanah menyebabkan zeolit dapat digunakan sebagai penukar ion, karena kation-kation tersebut dapat bergerak bebas di dalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama [11].

## 2.2 Zeolit Silikalit-1

Zeolit silikalit-1 merupakan tipe zeolit MFI yang hampir sama dengan ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobil-5*) hanya saja zeolit silikalit-1 kadar aluminiumnya nol [12]. Zeolit silikalit-1 memiliki unit pembangun sekunder 5-1 atau disebut juga unit pentasil. Unit pentasil tersebut kemudian saling berhubungan membentuk rantai pentasil, tahap selanjutnya rantai pentasil ini akan membentuk kerangka zeolit silikalit-1. Penyusunan kerangka zeolit silikalit-1 diperlihatkan pada **Gambar II.1** [13].

Zeolit silikalit-1 memiliki pori berukuran (5,1-5,5 Å), dan channel 3 dimensi. Selain itu zeolit ini memiliki selektivitas yang unik, sifat asam, serta memiliki kestabilan termal yang tinggi [13].



**Gambar II.1** Skema penyusunan kerangka zeolit silikalit-1 [13].

## 2.3 Rumput Gajah

Rumput gajah memiliki batang dan daun raksasa, daunnya berbulu kasar, batangnya keras, produktivitas tinggi. Pada daun muda, pangkal daunnya memiliki bercak berwarna hijau muda, helai daun bergaris dengan dasar yang lebar dan ujungnya runcing. Rumput ini secara umum merupakan tanaman tahunan yang berdiri tegak, berakar dalam, dan tinggi dengan rimpang yang pendek. Tinggi batang dapat mencapai 2-4 meter bahkan mencapai 6-7 meter. Tumbuh berbentuk rumpun dengan lebar rumpun hingga 1 meter [14]. Berikut taksonomi dari rumput gajah:

Kingdom : *Plantae* (Tumbuhan)

Subkingdom : *Tracheobionta* (Tumbuhan berpembuluh)

Super Divisi : *Spermatophyta* (Menghasilkan biji)  
Divisi : *Magnoliophyta* (Tumbuhan berbunga)  
Kelas : *Liliopsida* (berkeping satu / monokotil)  
Sub Kelas : *Commelinidae*  
Ordo : *Poales*  
Famili : *Poaceae* (suku rumput-rumputan)  
Genus : *Pennisetum*  
Spesies : *Pennisetum purpureum Schumacher* [14]

Keunggulan rumput gajah antara lain mampu beradaptasi diberbagai macam tanah, merupakan tumbuhan perenial, produksinya tinggi, nilai gizinya tinggi dan tingkat pertumbuhannya tinggi. Kandungan nutrien rumput gajah terdiri atas: bahan kering (BK) 19,9%; protein kasar (PK) 10,2%; lemak kasar (LK) 1,6%; serat kasar (SK) 34,2%; abu 11,7%; dan bahan ekstrak tanpa nitrogen (BETN) 42,3% [14].



**Gambar II.2** Rumput gajah [14].

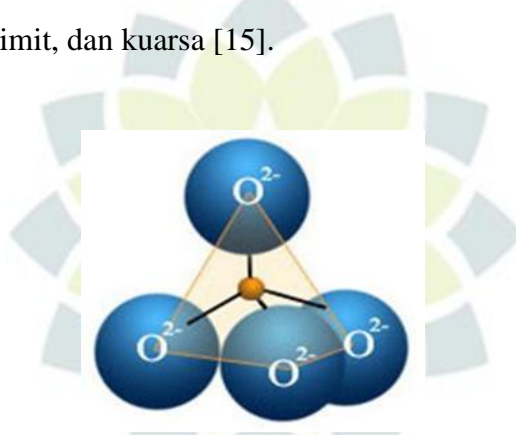
Muh Khadir [8] melaporkan bahwa di dalam rumput gajah mengandung banyak lignin dan silika. Silika tersebut dapat diisolasi dari rumput gajah kemudian digunakan sebagai prekursor untuk sintesis zeolit.

#### **2.4 Silika (SiO<sub>2</sub>)**

Silikon dioksida atau silika adalah salah satu senyawa kimia yang paling umum. Pada umumnya silika adalah dalam bentuk amorf terhidrat, namun bila pembakaran berlangsung terus-menerus pada suhu di atas 650 °C maka tingkat kristalinitasnya akan cenderung naik dengan terbentuknya fasa *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* [15]. Bentuk struktur *quartz*,

*crystobalite*, dan *tridymite* yang merupakan jenis kristal utama silika memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda [16].

Struktur Kristal *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* memiliki nilai densitas masing-masing sebesar  $2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ ,  $2,27 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ , dan  $2,23 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ . Berdasarkan perlakuan termal, pada suhu  $< 570 \text{ }^\circ\text{C}$  terbentuk *low quartz*, untuk suhu  $570\text{-}870 \text{ }^\circ\text{C}$  terbentuk *high quartz* yang mengalami perubahan struktur menjadi *crystobalite* dan *tridymite*, sedangkan pada suhu  $870\text{-}1470 \text{ }^\circ\text{C}$  terbentuk *high tridymite*, pada suhu  $> 1470 \text{ }^\circ\text{C}$  terbentuk *high cristobalite*, dan pada suhu  $1723 \text{ }^\circ\text{C}$  terbentuk silika cair. Silika dapat ditemukan di alam dalam beberapa bentuk meliputi kuarsa dan opal, silika memiliki 17 bentuk kristal, dan memiliki tiga bentuk kristal utama yaitu kristobalit, tridimit, dan kuarsa [15].



**Gambar II.3** Struktur silika tetrahedral [16].

Kristal silika memiliki dua ciri utama, seperti terlihat pada **Gambar II.3** yaitu:

1. Setiap atom silikon berada pada pusat suatu tetrahedron yang terdiri dari empat atom oksigen.
2. Setiap atom oksigen berada ditengah-tengah antara dua atom silikon [17].

#### 2.4.1 Karakteristik Silika dan Sifat-Sifatnya

Nama lain	: Silikon dioksida
Rumus molekul	: $\text{SiO}_2$
Berat jenis	: $2,6 \text{ g/cm}^3$
Massa molar	: $60,08 \text{ g mol}^{-1}$
Bentuk	: Padat
Daya larut dalam air	: Tidak larut
Titik lebur	: $1600\text{-}1725 \text{ }^\circ\text{C}$
Titik didih	: $2230 \text{ }^\circ\text{C}$
Koordinasi geometri	: Tetrahedral

Silika gel merupakan salah satu bahan kimia berbentuk padatan yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben. Hal ini disebabkan oleh mudahnya produksi dan juga beberapa kelebihan yang lain, yaitu : sangat inert, hidrofilik, mempunyai kestabilan termal dan mekanik yang tinggi serta relatif tidak mengembang dalam pelarut organik jika dibandingkan dengan padatan resin polimer organik. Kualitas yang berkaitan dengan pemanfaatannya ditentukan oleh berbagai faktor, yaitu struktur internal, ukuran partikel, porositas, luas permukaan, ketahanan dan polaritasnya [17].





Silika gel merupakan silika amorf yang terdiri atas globula–globula  $\text{SiO}_4$  tetrahedral yang tersusun secara tidak teratur dan beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar. Rumus kimia silika gel secara umum adalah  $\text{SiO}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$  dimana struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation  $\text{Si}^{4+}$  yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion  $\text{O}^{2-}$  [17].

## 2.5 SEM-EDX

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang dilengkapi dengan sistem EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*) merupakan bagian dari seperangkat alat instrumen yang digunakan untuk mempelajari mikrostruktur permukaan secara langsung dari bahan atau sampel padat seperti keramik, logam dan komposit, yang diamati secara tiga dimensi.

SEM merupakan alat instrumen yang terdiri dari sumber elektron yang ditembakkan (*electron Gun*), tiga lensa elektrostatik dan kumparan *scan* elektromagnetik yang terletak di antara lensa kedua dan ketiga serta tabung foto multiplier untuk mendeteksi cahaya pada layar *scanner* ke TV. SEM menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk menghasilkan bayangan. Berkas elektron dihasilkan dengan memanaskan filamen melalui tegangan tinggi, kemudian dikumpulkan melalui lensa kondensor elektromagnetik dan difokuskan oleh lensa objektif. Ketika arus dialirkan pada filamen maka terjadi perbedaan potensial antara kutub katoda dan anoda yang akhirnya akan menghasilkan elektron. Elektron yang dihasilkan selanjutnya akan melewati celah pelindung pada anoda dan lensa magnetik dan lensa objektif. Berkas elektron tersebut dipercepat oleh medan listrik dan menumbuk sampel atau *specimen* pada *stage* melalui *scanning coil* menghasilkan elektron sekunder (*secondary elektron*), elektron hambur balik (*backscattered elektron*) yang dipantulkan dari sampel kemudian dideteksi dan dikuatkan oleh tabung multiplier yang kemudian ditransmisikan dari *scanner* ke TV, sehingga bentuk dan ukuran sampel terlihat dalam bentuk sinaran (*imaging beam*).

Untuk mengenali jenis atom di permukaan yang mengandung multi atom dan untuk menganalisis secara kuantitatif dari persentase masing-masing elemen, digunakan teknik EDX. Sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan tersebut, namun tidak semua SEM punya fitur ini. EDX dihasilkan dari Sinar X karakteristik, yaitu dengan menembakkan Sinar X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya, setelah ditembakkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung [17].

## 2.6 Difraksi Sinar-X (XRD)

*X-ray diffraction* (XRD) merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material, termasuk untuk material zeolit [18].

## **2.7 FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)**

*Spectroscopy Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsional yang ada pada suatu senyawa, sehingga dapat digunakan untuk menentukan suatu senyawa yang belum diketahui identitasnya.

Prinsip dasar spektroskopi inframerah yaitu interaksi antara vibrasi atom-atom yang berikatan/gugus fungsi dalam molekul yang mengabsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik inframerah. Absorpsi terhadap radiasi inframerah dapat menyebabkan eksitasi energi vibrasi molekul ke tingkat energi vibrasi yang lebih tinggi. Untuk dapat mengabsorpsi, molekul harus mempunyai perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar pada bilangan gelombang  $12800-10\text{ cm}^{-1}$ . Umumnya daerah radiasi inframerah terbagi dalam daerah inframerah dekat ( $12800-4000\text{ cm}^{-1}$ ), daerah inframerah tengah ( $4000-200\text{ cm}^{-1}$ ) dan daerah inframerah jauh ( $200-10\text{ cm}^{-1}$ ). Daerah yang paling banyak digunakan untuk berbagai keperluan adalah  $4000-690\text{ cm}^{-1}$ , daerah ini biasa disebut sebagai daerah inframerah tengah [19].

## **2.8 XRF (*X-Ray Fluorescence*)**

XRF merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel. XRF umumnya digunakan untuk menganalisis unsur dalam mineral dan batuan.

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi akibat efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron

dalam atom target terkena sinar berenergi tinggi, bila energi tersebut lebih besar daripada energi ikatan elektron dalam orbital atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitalnya dan akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti dengan pelepasan energi yang berupa sinar-X yang khas. Sinar-X yang dipancarkan oleh bahan selanjutnya akan diteruskan ke detektor dan akan diubah menjadi sinyal yang intensitasnya sesuai dengan jumlah analit yang terdapat dalam sampel [16].

