

## SINTESIS ZEOLIT SILIKALIT-1 MENGGUNAKAN LIMBAH TONGKOL JAGUNG SEBAGAI SUMBER SILIKA

GINAWANTI MAULIDA GUNAWAN<sup>1</sup>, DEDE SUHENDAR<sup>1\*</sup>, CITRA DELIANA DEWI SUNDARI<sup>2</sup>, ATTHAR LUQMAN IVANSYAH<sup>3</sup>, SONI SETIADJI<sup>1</sup>, DAN YUSUF ROHMATULLOH<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung,  
Jl. A. H. Nasution No. 105 Cibiru Kota Bandung

<sup>2</sup>Program Studi Pendidikan Kimia, Fakultas Tarbiyah dan Keguruan, UIN Sunan Gunung Djati Bandung,  
Jl. A. H. Nasution No. 105 Cibiru Kota Bandung

<sup>3</sup>Program Studi Magister Sains Komputasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung  
Jl. Ganesha No. 1 Lb. Siliwangi, Coblong, Kota Bandung

\*alamat email korespondensi: dede.suhendar@uinsgd.ac.id

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
Riwayat Naskah : Diterima pada 24 November 2017 Diterima setelah direvisi pada 27 Desember 2017 Diterbitkan pada 29 Desember 2017	Tongkol jagung merupakan limbah agrikultural yang banyak mengandung silika yang pemanfaatannya belum maksimal. Silika dari tongkol jagung dapat menjadi solusi alternatif untuk menggantikan sumber silika komersial. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi, mensintesis, dan mengkarakterisasi zeolit silikalit-1 dari limbah tongkol jagung. Metode sol-gel digunakan untuk mengisolasi silika yang selanjutnya digunakan untuk sintesis zeolit silikalit-1 dengan metode hidrotermal. Komposisi silika ditentukan oleh <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> . Silika yang dihasilkan sebesar 34,55%. Pengotor utama silika yang dihasilkan dari hasil ekstraksi adalah amorf. Data <i>Fourier Transform InfraRed (FTIR)</i> menunjukkan adanya siloksan dan kelompok silanol didalam silika. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> menunjukkan bahwa zeolit silikalit-1 telah berhasil disintesis dengan ukuran kristal sebesar 15,28 nm. Data <i>Fourier Transform InfraRed (FTIR)</i> menunjukkan adanya gugus D5R pentasil pada zeolit yang dihasilkan. <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i> menunjukkan morfologi dari zeolit silikalit-1 berbentuk bola-bola kecil yang merupakan benih kristal heksagonal yang sepenuhnya belum terbentuk.
Kata Kunci: Tongkol jagung; silika; sol-gel; hidrotermal; silikalit-1.	
<i>Keywords: Corn cobs; silica; sol-gel; hydrothermal; silicalite-1.</i>	<i>Corn cobs are a lot of silica-containing agricultural waste which has not been maximized. Silica from corn cobs can be an alternative solution to replace commercial silica sources. This study aims to isolate, synthesize, and characterize silicalite-1 zeolite from corn cobs waste. Sol-gel method is used to isolate the silica which is then used for the synthesis of zeolites silicalite-1 with the hydrothermal method. Silica composition is determined by the X-Ray Fluorescence (XRF). Silica produced by 34.55%. Main impurities of silica resulting from the extraction is Na<sub>2</sub>O of 7.48%. X-ray Diffraction (XRD) showed that the isolated silica is amorphous. Data Fourier Transform Infrared (FTIR) showed a siloxane and silanol groups in silica. X-ray Diffraction (XRD) showed that the zeolite silicalite-1 has been successfully synthesized with a crystal size of 15,28 nm. Data Fourier Transform Infrared (FTIR) showed a group D5R Pentasil zeolites produced. Scanning Electron Microscope (SEM) shows the morphology of the zeolite silicalite-1 in the form of small balls which is a hexagonal crystal seed is not fully formed.</i>

### PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu negara yang kaya akan sumber daya alam yang melimpah. Hal ini terbukti dengan keadaan tanah Indonesia yang sangat subur. Negara Indonesia memiliki peran penting sebagai produsen bahan pangan di mata dunia, khususnya sebagai produsen Jagung. Jagung merupakan sumber daya alam yang dapat diperbaharui dimana keberadaannya sangat melimpah di Indonesia

sebagai negara agraris [1]. Berdasarkan data perhitungan dari Badan Pusat Statistik pada tahun 2013, diketahui bahwa paling tidak sebanyak 13.811.642 Ton tongkol jagung akan menjadi limbah. Jagung merupakan tumbuhan yang memiliki banyak manfaat, antara lain sebagai makanan pokok di sebagian wilayah yang ada di Indonesia, sebagai bahan baku utama pembuatan tepung maizena, minyak dan lain-lain [2]. Namun, dari 100 kg jagung yang termanfaatkan,

dihasilkan limbah tongkol jagung sebanyak 18 kg yang belum dimanfaatkan dengan maksimal.

Di sisi lain, kandungan senyawa kimia pada tongkol jagung secara umum antara lain selulosa, hemiselulosa, lignin, dan silika [2], yang mana silika pada tongkol jagung dapat diisolasi dan diolah lebih lanjut untuk meningkatkan nilai guna tongkol jagung, salah satunya adalah dengan memanfaatkan silika dari tongkol jagung untuk sintesis zeolit. Zeolit adalah aluminosilikat terhidrasi dari alkali dan alkali tanah. Sekitar 40 zeolit alam telah diidentifikasi selama 200 tahun terakhir; yang paling umum adalah *analcime*, *chabazite* [3], *clinoptilolite* [4], *erionite* [5], *ferrierite* [6], *heulandite* [7], *mordenite* [8], dan *phillipsit* [9]. Varietas yang paling umum ditambang dari zeolit alam *chabazite* dan *clinoptilolit* [10]. Lebih dari 150 zeolit telah disintesis; yang paling umum adalah zeolit A, zeolit X [11], zeolit Y [12], dan ZMS-5 [13] karena sifat-sifat adsorpsi zeolit tersebut unik untuk aplikasi katalis, pertukaran ion, dan sifat saringan molekuler [14]. ZSM-5 merupakan keluarga dari zeolit dengan jenis struktur MFI dan salah satu jenis zeolit yang pertama kali dibuat oleh divisi katalis *Mobil Oil Corporation* pada tahun 1972 [13]. ZSM-5 mempunyai sifat fisik dan kimia sangat dipengaruhi oleh berbagai keadaan antara lain faktor kisi dan faktor pori. ZSM-5 adalah zeolit dengan perbandingan Si lebih banyak dari pada Al, atau dapat dikatakan merupakan zeolit yang kaya akan Si, zeolit ZSM-5 mempunyai sifat sangat hidrofobik, menyerap molekul yang tidak polar atau berinteraksi lemah dalam air dan molekul yang sangat polar serta baik digunakan sebagai katalisator untuk hidrokarbon. Sedangkan zeolit Silikalit-1 adalah jenis zeolit ZSM-5 namun tanpa mengandung Al sama sekali atau dapat dikatakan tidak mempunyai sisi kation sama sekali. Zeolit silikalit-1 sangat hidrofobik sehingga dapat mengeluarkan atau memisahkan suatu molekul organik dari suatu campuran air [15].

Pada umumnya, sintesis zeolit menggunakan sumber silika komersial seperti Ludox dan TEOS dengan metode hidrotermal menggunakan suhu tinggi. Ditinjau dari segi nilai ekonomi, sintesis zeolit yang menggunakan bahan komersial tersebut membutuhkan biaya yang relatif mahal sehingga diperlukan suatu alternatif untuk mengganti sumber silika komersial tersebut dengan bahan yang mudah didapat dan memiliki harga yang relatif lebih murah. Salah satu solusi alternatif untuk menggantikan silika komersial tersebut adalah dengan menggunakan silika dari limbah agrikultural seperti sekam padi, ampas tebu, daun bambu, dan tongkol jagung. Vaibhav

*dkk* telah berhasil mengisolasi silika dari sekam padi dan daun bambu [16], dan Velmurugan *dkk* telah berhasil mengisolasi silika dari limbah tongkol jagung dengan menggunakan metode sol-gel [17]. Namun, sampai saat ini belum ada peneliti yang menggunakan silika dari limbah tongkol jagung sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit Silikalit-1.

Penelitian ini dilakukan sintesis zeolit silikalit-1 menggunakan limbah tongkol jagung sebagai sumber silika. Sintesis zeolit silikalit-1 menggunakan limbah tongkol jagung sebagai sumber silika dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal.

## EKSPERIMEN

Sintesis zeolit silikalit-1 dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal, yang mana silika yang diperlukan merupakan hasil isolasi dari limbah tongkol jagung. Dalam sintesis zeolitsilikalit-1, digunakan pula TPABr sebagai SDA untuk pengarah struktur zeolit silikalit-1.

### Material

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah tongkol jagung, NaOH (p.a), TPABr, dan akua DM.

### Instrumentasi

Karakterisasi silika dan zeolit silikalit-1 digunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *X-Ray Diffraction (XRD)* Philips PW 1835, *Fourier Transform InfraRed (FTIR) Spectroscopy Cary 600*, dan *Scanning Elektron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)* Jeol JCM-6000.

### Prosedur

#### Preparasi Sampel

Limbah tongkol jagung dicuci sampai bersih, dikeringkan dan dipotong sampai ukuran  $\pm 2$  cm, kemudian dikalsinasi pada suhu 650°C selama 5 jam. Abu hasil kalsinasi kemudian ditambah dengan larutan NaOH untuk mengisolasi silika. Silika hasil kalsinasi kemudian disintesis menjadi zeolit Silikalit-1 di dalam *autoclave* selama 24 jam dengan suhu 180°C.

#### Isolasi Silika dari Tongkol Jagung

Abu tongkol jagung hasil pembakaran, selanjutnya dilarutkan ke dalam 1 M larutan NaOH dan dipanaskan pada suhu 85°C disertai pengadukan selama 1 jam untuk melarutkan silika

yang terdapat dalam abu tongkol jagung dalam bentuk larutan natrium silikat. Selanjutnya, larutan natrium silikat disaring menggunakan penyaring *buchner*. Perolehan silika dari larutan natrium silikat dilakukan dengan menambahkan 3 M larutan asam sulfat sampai pH larutan mencapai pH 7 dan kemudian larutan pH 7 tersebut dibiarkan (di-aging) selama 24 jam. Endapan silika yang dihasilkan dicuci dengan air panas secara berulang dan dikeringkan di oven pada suhu 110°C selama 12 jam. Selanjutnya, endapan silika tersebut dikarakterisasi dengan XRF untuk mengetahui komposisi SiO<sub>2</sub> pada sampel silika tersebut dan XRD untuk mengetahui derajat kristalinitas padatan SiO<sub>2</sub> yang dihasilkan. Akhirnya, SiO<sub>2</sub> hasil isolasi digunakan sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit Silikalit-1.

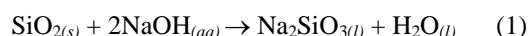
#### *Sintesis Zeolit Silikat-1 menggunakan Metode Hidrotermal*

Silika hasil isolasi ditimbang sebanyak 1,65 g, kemudian dilarutkan dalam 17,5 mL larutan NaOH, larutan ini disebut campuran A. TPABr ditimbang sebanyak 2,76 g, kemudian dilarutkan dalam 17,5 mL larutan NaOH, campuran ini disebut campuran B. Kemudian campuran B dituangkan ke dalam campuran A sehingga diperoleh campuran C dengan perbandingan aSiO<sub>2</sub> : bTPABr : cNaOH: dH<sub>2</sub>O, dimana nilai a, b, c, dan d adalah 1 : 0,7 : 1,14 : 141,92. Campuran C kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 2 jam. Selanjutnya, campuran C hasil pengadukan selama 2 jam tersebut dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dipanaskan di dalam oven pada suhu 180°C selama 24 jam. Setelah 24 jam, *autoclave* dikeluarkan dari oven dan didinginkan sampai suhu ruang. Selanjutnya, larutan hasil sintesis disaring menggunakan penyaring *buchner*. Padatan yang diperoleh di kertas saring kemudian dicuci menggunakan akua DM beberapa kali. Kemudian, padatan tersebut dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C selama 24 jam. Selanjutnya, padatan dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 5 jam untuk menghilangkan TPABr dan pengotor-pengotor organik lainnya. Selanjutnya, zeolit Silikalit-1 dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengkonfirmasi tipe zeolit yang terbentuk; SEM untuk melihat morfologi Silikalit-1 yang terbentuk; dan FT-IR untuk mengkonfirmasi mode vibrasi pada Silikalit-1. Sub-bab untuk prosedur jika terdiri dari beberapa perlakuan atau metode.

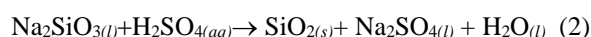
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Hasil Analisis Silika dari Tongkol Jagung dengan XRF*

Isolasi silika dari limbah tongkol jagung dilakukan dengan metode *sol-gel* seperti yang telah dilakukan oleh Velmurugan *dkk.* Silika hasil isolasi dianalisis dengan XRF untuk mengetahui persentase kemurnian SiO<sub>2</sub> dan unsur-unsur serta senyawa yang terkandung di dalamnya. Dari hasil analisis menggunakan XRF, diketahui silika hasil isolasi mempunyai tingkat kemurnian sebesar 50,1%. Akan tetapi kandungan silika hasil sintesis dari tongkol jagung yang didapat pada penelitian ini berbeda bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya, dimana kandungan silika dari hasil sintesis tongkol jagung adalah 60,20% [17]. Hal ini disebabkan karena tongkol jagung yang digunakan sebagai sampel mempunyai jenis yang berbeda disetiap daerah. Silika yang terdapat pada tongkol jagung berasal dari tanah dimana tanaman jagung tersebut ditanam sehingga persentase silika dari tongkol jagung satu dengan yang lainnya pasti akan berbeda disetiap daerah tergantung dari tanaman jagung tersebut ditanam, dan disebabkan karena masih terkandung pengotor berupa Na<sub>2</sub>O yang disebabkan karena pencucian silika dengan akua DM panas selama proses isolasi kurang banyak, yang mana unsur natrium (Na) tersebut berasal dari penambahan natrium hidroksida (NaOH) untuk memperoleh natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) pada proses isolasi silika tongkol jagung dengan reaksi sebagai berikut:

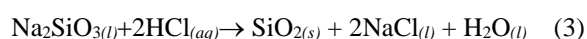


Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> yang dihasilkan pada reaksi diatas selanjutnya bereaksi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan menghasilkan endapan SiO<sub>2</sub> sesuai dengan reaksi sebagai berikut :



Penambahan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bertujuan untuk memberikan suasana asam, karena SiO<sub>2</sub> baru akan terbentuk pada kondisi pH < 10 [18]. Dari hasil reaksi tersebut didapatkan produk berupa garam natrium sulfat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) yang dapat hilang dengan proses pelarutan menggunakan air. Semakin sering proses pencucian dilakukan maka akan diperoleh silika murni sebagai produk hasil sintesis silika tongkol jagung [16].

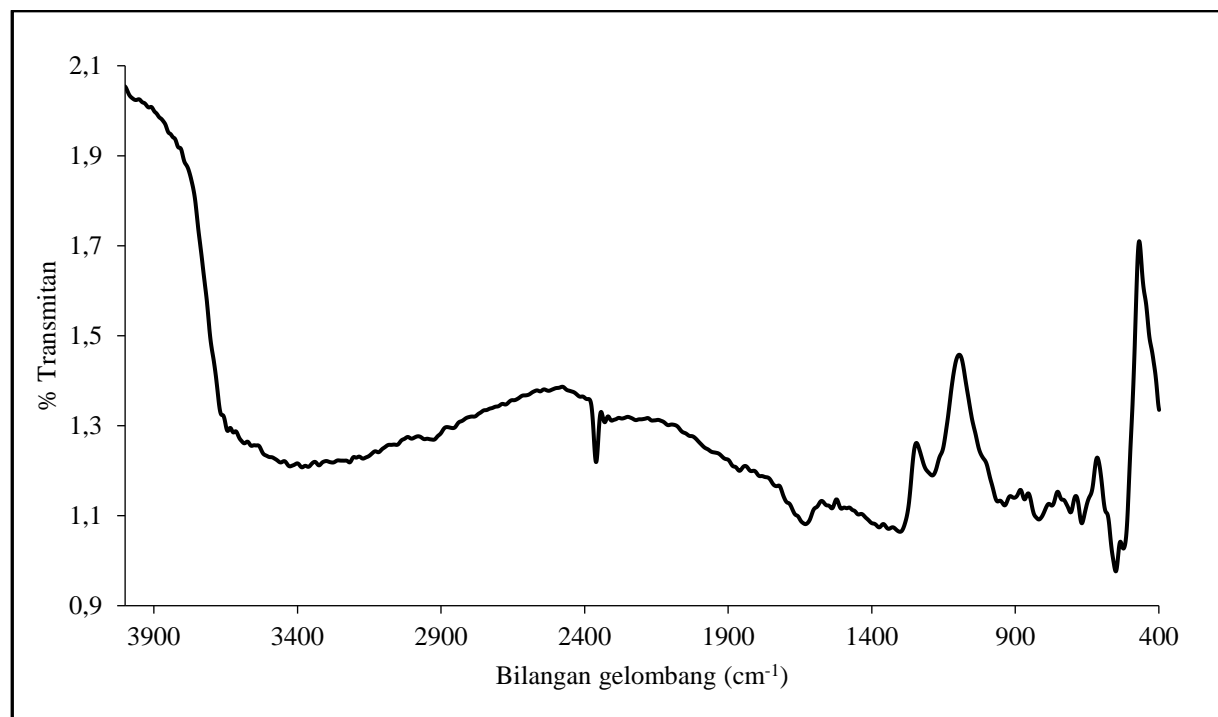
Selain menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl juga dapat digunakan sebagai asam untuk mengendapkan silika seperti pada reaksi berikut:



Dari hasil reaksi tersebut, didapatkan produk berupa NaCl yang dapat hilang dengan proses pelarutan menggunakan air. Penambahan HCl pada proses pembentukan silika gel akan menyebabkan reaksi kondensasi terhadap ion silikat serta menyebabkan terjadinya protonasi gugus siloksi (Si-O) menjadi silanol (Si-OH) [19].

#### Hasil Analisis Silika dengan FT-IR

Penggunaan spektroskopi FT-IR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsional suatu senyawa, selain itu, bisa juga digunakan untuk mengidentifikasi senyawa dan menentukan struktur molekul. Pada silika hasil isolasi dari limbah tongkol jagung terdapat beberapa vibrasi gugus seperti yang ditunjukkan oleh **Gambar 1** yang memperlihatkan hasil analisis FT-IR dari silika tongkol jagung.



**Gambar 1.** Spektra FT-IR silika hasil sintesis tongkol jagung

Dari **Gambar 1** diperoleh beberapa gugus yang dapat dilihat pada **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Spektrum hasil FTIR silika tongkol jagung

Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang referensi (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi
550,043	400-600	Si-O-Si
668,259	620-900	Si-OH
1189,062	1100-1200	Si-O-Si
3458,256	3500-3600	O-H

Pola serapan dari silika hasil sintesis pada **Gambar 1** menunjukkan bahwa serapan dengan pita lebar pada daerah bilangan gelombang 3458,256 cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan dari vibrasi gugus hidroksi -OH pada gugus silanol (Si-OH). Pita serapan di daerah 1189,062 cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan dari vibrasi ulur asimetri dari gugus Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si). Serapan pada bilangan gelombang 668,259 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari gugus -OH pada silanol (Si-OH), dan vibrasi tekuk gugus siloksan (Si-O-Si) ditunjukkan dengan pita serapan pada bilangan

gelombang 550,043 cm<sup>-1</sup>. Dari data tersebut kita dapat mengetahui bahwa secara umum pita serapan yang muncul pada spektra silika hasil sintesis adalah gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si) [17].

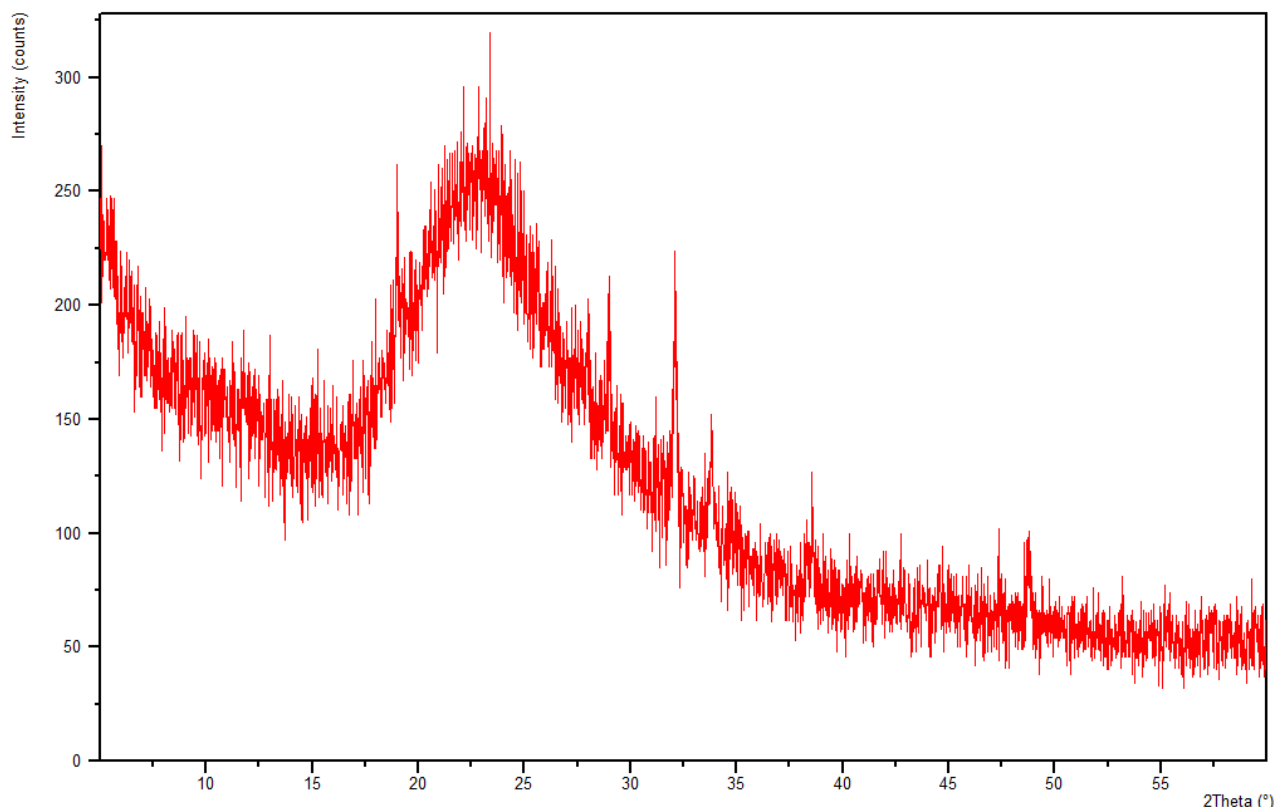
#### Hasil Analisis Silika dengan XRD

Analisis kualitatif difraksi sinar-X bertujuan untuk mengkonfirmasi senyawa yang telah terbentuk adalah silika (SiO<sub>2</sub>) atau bukan. Dari hasil analisis pola difraksi sinar-X dapat dilihat struktur dan fase kristal yang terdapat pada silika. Silika sendiri memiliki beberapa fase, diantaranya yaitu *amorf* dan kristal tergantung pada temperatur pengabuan [20]. Dari hasil analisis pola difraksi sinar-X dapat dilihat struktur dan fase kristal yang terdapat pada silika tongkol jagung.

Pada **Gambar 2** terlihat bahwa silika dari tongkol jagung telah berhasil diisolasi. Namun, dari pola difraksi yang dihasilkan terlihat bahwa hasil sintesis silika tongkol jagung masih banyak terdapat pengotor, hal ini dibuktikan dengan masih terdapatnya puncak-puncak pola difraksi yang

tidak diinginkan. Puncak pola difraksi pada rentang  $2\theta$  30-40 menunjukkan pola difraksi dalam bentuk kuarsa. Adanya bentuk kuarsa dikarenakan ketika penambahan asam, pH larutan masih dalam suasana basa [21]. Selain itu, masih terdapatnya pengotor ini disebabkan karena proses pencucian silika selama proses sintesis dan pencucian setelah terbentuk silika gel perlu dilakukan lebih banyak lagi. Di sisi lain, fasa kristal dalam silika tongkol

jagung sangat bergantung pada temperatur pengabuan, pada umumnya silika yang disintesis dari abu tongkol jagung terdapat dalam bentuk amorf dan akan tetap dalam keadaan tersebut apabila proses pengabuan tongkol jagung pada temperatur 500-700°C.



**Gambar 2.** Difraktogram silika tongkol jagung

Hasil karakterisasi silika tongkol jagung menggunakan XRD menunjukkan silika hasil isolasi dari tongkol jagung dalam bentuk amorf, seperti yang dijelaskan oleh Velmurugan *dkk.* Difraksi puncak pada  $2\theta = 23,5$  menegaskan pembentukan silika *amorf* [17]. Dari hasil tersebut setelah dibandingkan dengan *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) puncak  $2\theta$  yang dihasilkan pada penelitian ini menunjukkan adanya kesesuaian puncak khas silika yaitu pada  $2\theta = 23,5$  sehingga silika yang dihasilkan dari tongkol jagung adalah silika *amorf*. Terbentuknya silika dalam bentuk amorf dikarenakan pada penelitian ini dilakukan proses pengabuan pada suhu 650°C [17].

#### **Hasil Analisis Zeolit dengan XRD**

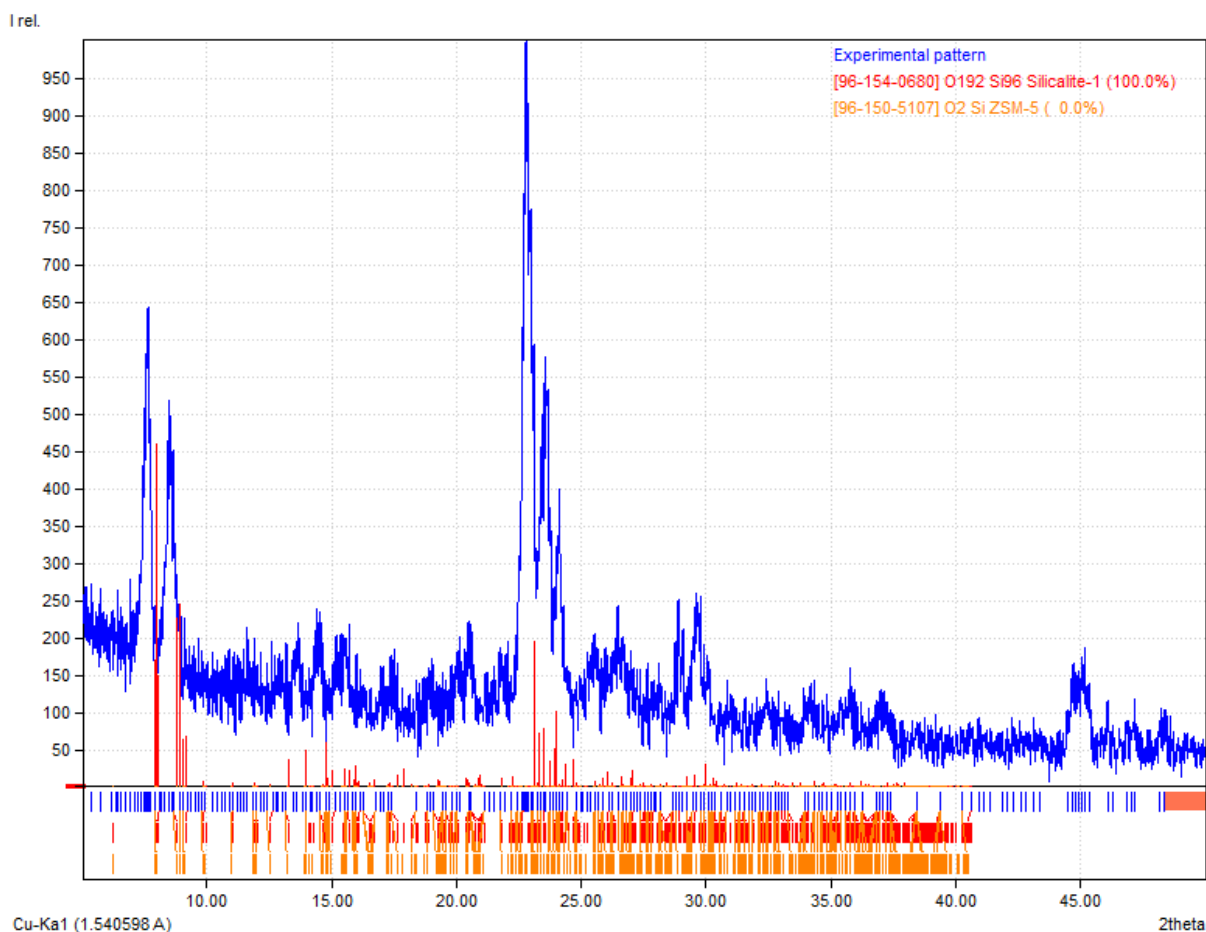
Hasil karakterisasi difraksi sinar-X zeolit silikalit-1 dengan suhu inkubasi 180°C selama 24 jam menghasilkan puncak khas  $2\theta$  pada 7,61°,

8,53°, 22,76°, 23,64°, 24,08°, 25,56°, 26,51°, 28,97°, 29,65°, 44,74°, 46,16° dan puncak tinggi yang tajam pada 7,61°, 8,53°, dan 22,76° seperti yang ditunjukkan **Gambar 3**.

Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan padatan hasil sintesis pada sampel mengindikasikan terbentuknya struktur zeolit, karena adanya kesesuaian pola difraktogram dengan penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Chelsey Anderson *dkk* [22]. Rasio mol zeolit silikalit-1 adalah  $\text{SiO}_2 : \text{TPABr} : \text{NaOH} : \text{H}_2\text{O}$  sebesar 1 : 0,7 : 1,14 : 141,92 dengan memperhitungkan kemurnian  $\text{SiO}_2$  sebesar 50,1%. Dalam sintesis zeolit silikalit-1 rasio mol yang digunakan memiliki perbedaan rasio mol dengan penelitian sebelumnya. Walaupun terdapat perbedaan rasio mol, namun zeolit silikalit-1 dapat terbentuk. Hal tersebut dikarenakan untuk sintesis zeolit khususnya zeolit silikalit-1 dengan menggunakan TPABr sebagai pengarah struktur, tidak diperlukan perbandingan rasio antara

Si/TPABr yang tepat atau dapat dikatakan rasio Si/TPABr dapat digunakan dalam beberapa variasi

rasio seperti yang ditunjukkan oleh **Tabel 2**.



**Gambar 1.** Difraktogram Zeolit Silikalit-1

**Tabel 1.** Perbandingan rasio antara Si/TPABr pada beberapa penelitian

Penelitian	SiO <sub>2</sub>	TPABr	Tipe Zeolit
Christopher M. Lew	3	1	Silikalit-1
Mehdipourghazi	5	1	MFI
	50	1	MFI
Chelsey Anderson	20	1	Silikalit-1

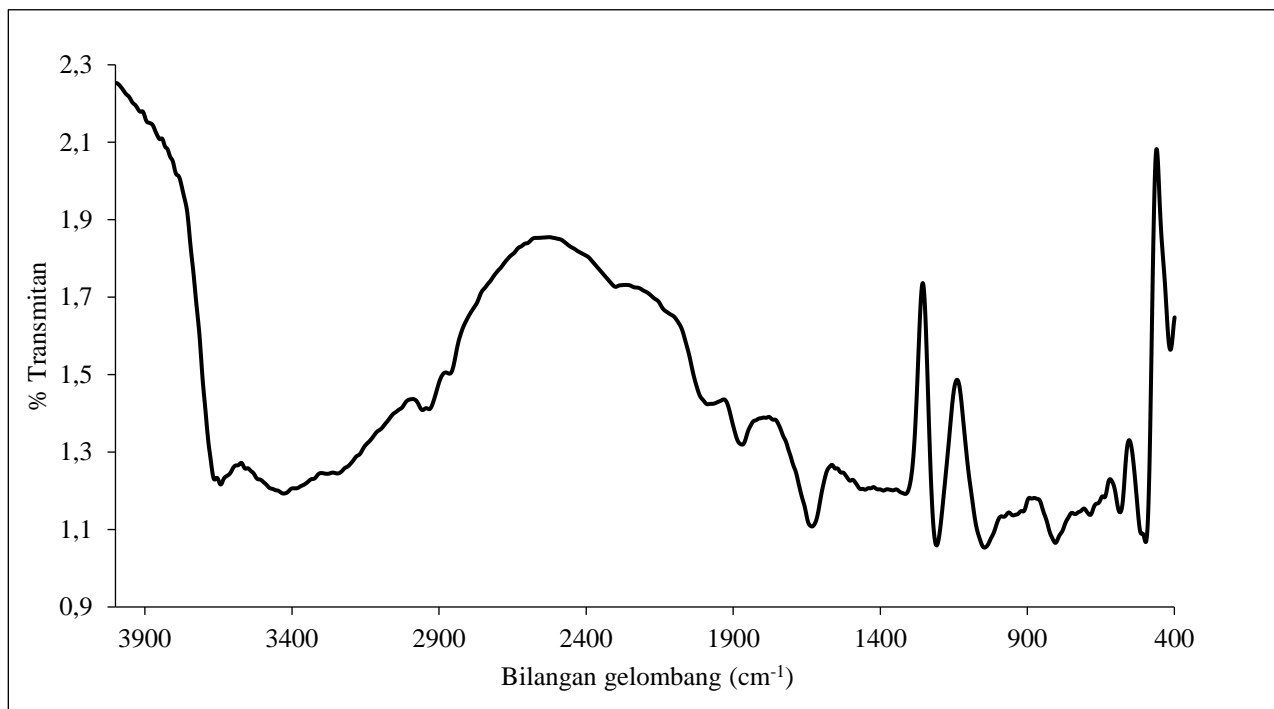
Penelitian yang dilakukan oleh Lew *dkk* yang berhasil mensintesis zeolit dengan perbandingan rasio Si/TPABr 3:1 [23] dan penelitian yang dilakukan oleh Mehdipourghazi *dkk* yang berhasil mensintesis zeolit tipe MFI dengan perbandingan Si/TPABr 5:1 dan 50:1 [24] serta penelitian yang dilakukan oleh Anderson *dkk* yang telah berhasil mensintesis zeolit silikalit-1 dengan perbandingan Si/TPABr 20:1 [22]. Pada penelitian ini perbandingan rasio Si/TPABr untuk mensintesis zeolit silikalit-1 yaitu 1,3:1. Pola difraktogram yang diperoleh juga sesuai dengan pola difraktogram standar untuk zeolit silikalit-1 yang diperoleh dari database [25]. Difraktogram memperlihatkan puncak-puncak yang tajam dan pemisahan yang baik. Hal ini menunjukkan bahwa

zeolit silikalit-1 hasil sintesis mempunyai kristalinitas yang cukup tinggi dan menunjukkan tidak adanya fasa kristalin lain dalam zeolit silikalit-1 hasil sintesis [26]. Puncak difraksi juga dapat memperkirakan ukuran kristal dengan menggunakan metode *Scherrer* yaitu, jika puncak difraksi yang dihasilkan semakin lebar maka ukuran kristal semakin kecil dan jika puncak difraksi yang dihasilkan mendekati seperti garis vertikal maka Kristal memiliki ukuran yang besar [27]. Ukuran kristal zeolit silikalit-1 dapat dihitung dengan persamaan *Scherrer* dan untuk zeolit silikalit-1 hasil sintesis memiliki ukuran kristal sebesar 15,28 nm. Pada **Gambar 3** dapat dilihat bahwa difraksi yang dihasilkan mendekati seperti garis vertikal yang sehingga zeolit silikalit-1 hasil sintesis diperkirakan mempunyai ukuran kristal yang besar.

#### **Hasil Analisis Zeolit dengan FT-IR**

Penggunaan spektroskopi FT-IR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsional suatu senyawa. Analisis FT-IR dilakukan pada rentang bilangan 400-3500 cm<sup>-1</sup>. Pada zeolit silikalit-1

hasil sintesis terdapat beberapa vibrasi gugus seperti yang ditunjukkan oleh **Gambar 4**.



**Gambar 2.** Spektra FT-IR zeolit silikalit-1 hasil sintesis

Dari **Gambar 4** diperoleh beberapa gugus yang dapat dilihat pada **Tabel 3**.

**Tabel 2.** Spektrum hasil FT-IR zeolit silikalit-1

Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang referensi (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi
497,580	450-500	Si-O
584,853	550-600	D5R Pentasil
804,483	800-850	Si-O-T
1045,880	1000-1100	Si-O-T
1208,418	1107-1225	Si-O-T

Pola serapan dari silika hasil sintesis pada **Gambar 3** menunjukkan bahwa serapan dengan pita lebar pada daerah bilangan gelombang 497,580 cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan dari vibrasi gugus Si-O. Pita serapan di daerah 584,853 cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan dari vibrasi tekuk D5R pentasil. Serapan pada bilangan gelombang 804,483 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-T, pita serapan pada 1045,880 cm<sup>-1</sup> menunjukan adanya vibrasi ulur Si-O-T, dan pada pita serapan 1208,418 cm<sup>-1</sup> menunjukan vibrasi tekuk Si-O-T [28].

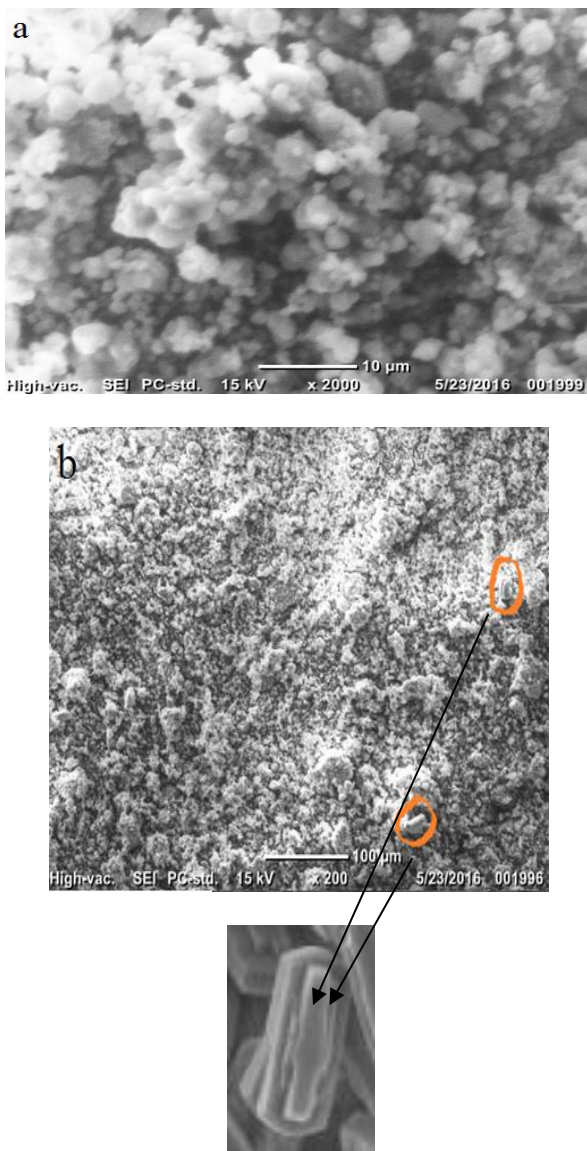
#### Hasil Analisis Zeolit dengan SEM

Karakterisasi dengan menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi dari zeolit silikalit-1 yang terbentuk. Pencitraan dengan

menggunakan SEM pada zeolit silikalit-1 dilakukan sampai pembesaran 2000× pada 10 µm dengan tegangan 15 kV. Pada pembesaran sampai 2000× memperlihatkan bentuk kristal yang menyerupai bola-bola kecil yang mana setiap bentuk kristal satu dengan yang lainnya saling bertumpuk sehingga terlihat seperti gumpalan seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 5**.

Pencitraan zeolit silikalit-1 pada pembesaran 2000× (a) hampir sama dengan hasil SEM pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Jia Hua dan Yu Han [29] dengan waktu inkubasi 12 jam pada suhu 80°C diikuti dengan waktu inkubasi 4 jam pada suhu 120°C. Namun pencitraan yang dilakukan pada pembesaran sampai 200× (b) terlihat kristal heksagonal. Pencitraan serupa ditunjukkan oleh penelitian yang dilakukan Anderson *dkk*, dengan waktu inkubasi 72 jam pada suhu 150°C [22]. Perbedaan hasil yang diperoleh disebabkan oleh lamanya waktu inkubasi pada sintesis zeolit silikalit-1. Pada penelitian ini waktu inkubasi untuk sintesis zeolit silikalit-1 adalah 24 jam pada suhu 180°C, sehingga kemungkinan zeolit silikalit-1 belum sepenuhnya terbentuk dikarenakan waktu inkubasi yang kurang lama [22].





**Gambar 3.** Morfologi zeolit silikalit-1(a) pembesaran 2000 $\times$ , (b) pembesaran 200 $\times$  [22]

## SIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Silika dapat diisolasi dari limbah tongkol jagung dengan persentasi kemurnian sebesar 50,1%,
2. Silika hasil isolasi dari limbah tongkol jagung mempunyai fasa amorf yang telah dikonfirmasi dengan hasil XRD dan pita serapan yang muncul pada spektra silika hasil sintesis adalah gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si),
3. Silika hasil isolasi dari limbah tongkol jagung dapat dijadikan sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit silikalit-1 yang telah dikonfirmasi dengan hasil karakterisasi XRD dan FT-IR yang menunjukkan puncak khas zeolit silikalit-1.

4. Morfologi zeolit silikalit-1 yang ditunjukkan oleh hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa Kristal heksagonal zeolit silikalit-1 belum sepenuhnya terbentuk.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong atas analisis metode *X-Ray fluorescence* (XRF); Laboratorium Instrumen Kimia FST UIN SGD Bandung atas diskusi interpretasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR); Laboratorium Fisika FST UIN SGD Bandung atas diskusi SEM-EDX; Laboratorium Pusat Survei Geologi (PSG) dan Pusat Penelitian Bahan Tambang Teknik Mineral Batubara (PUSLITBANG TekMIRA) atas diskusi metode *X-Ray Diffraction* (XRD).

## REFERENSI

- [1] Sri Haryanti, "Jumlah dan distribusi stomata pada daun beberapa spesies tumbuhan dikotil dan monokotil," *Buletin Anatomi dan Fisiologi*, vol. 18, 2010.
- [2] Luana Erviana, "Isolasi Silika Dari Tongkol Jagung," Surabaya, 2013.
- [3] Hyunjung Lee and Prabir K Dutta, "Synthesis of Free-Standing Chabazite-Type Film," *Microporous and Mesoporous Materials*, pp. 151-159, 1999.
- [4] Yoshiaki Goto, "Synthesis of Clinoptilolite," *American Mineralogist*, pp. 330-332, 1977.
- [5] S Ueda, M Nishimura, and M Koizumi, "Synthesis of Offretite-Erionite Type Zeolite from Solution Phase," pp. 105-110, 1985.
- [6] Tae Jin Kim, Seung Wha Ahn, and Suk Bong Hong, "Synthesis of Zeolite Ferrierite in the Absence of Inorganic Cation," *Microporous Materials*, pp. 35-40, 1996.
- [7] Shervin Khodabandeh and Mark E Davis, "Synthesis of a heulandite-type zeolite by hydrothermal conversion of zeolite P1," pp. 105-110, 1996.
- [8] Pramod K Bajpai, "Synthesis of Mordenite Type Zeolite," pp. 2-8, 1986.
- [9] D Kusnida and M K Adisaputra, *Mineral Philipsite*. Bandung: Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan, 2009.
- [10] Antonis Zorpas and Vassilis J Ingerzakis, "NATURAL ZEOLITES: Industrial and Enviromental Application," *HANDBOOK OF*



- ZEOLITES: STRUCTURE, PROPERTIES AND APPLICATIONS*, pp. 23-33, 2009.
- [11] Takaaki Wajima, Kazuhara Yoshizuka, Takashi Hirai, and Yasuyuki Ikegami, "Synthesis of Zeolite X from Waste Sandstone Cake Using Alkali Fusion Method," *Materials Transactions*, vol. 49, no. 3, pp. 612-618, 2008.
- [12] Gustavo Garcia, Edgar Cardenas, Saul Cabrera, Jonas Hedlund, and Johanne Mouzon, "Synthesis of Zeolite Y from diatomite as silica source," *Microporous and Mesoporous Materials*, pp. 29-37, 2016.
- [13] W Panpa and S Jinawath, "Synthesis of ZSM-5 Zeolite and Silicalite from rice husk ash," pp. 389-394, 2009.
- [14] Yi-Hung Chen and Neng-Chou Shang, "The Application Of zeolites in Ozonation Processes For The Enhanced Removal Of Organic Pollutant from Aqueous Solution," *HANDBOOK OF ZEOLITES: STRUCTURE, PROPERTIES AND APPLICATIONS*, pp. 363-365, 2009.
- [15] Karna Nicole Barquist, "Synthesis and environmental adsorption applications of functionalized zeolite and iron oxide/ zeolite composites," pp. 13-28, 2009.
- [16] Vineet Vaibhav, U Vijayalakshmi, and S Mohana Roopan, "Agricultural Waste as a Source for The Production of Silica Nanoparticles," *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomedical Spectroscopy*, 2014.
- [17] Palanivel Velmurugan et al., "Extraction, characterization, and catalytic potential of amorphous silica from corn cobs by sol-gel method," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, p. 6, 2015.
- [18] Mahwish Saleem, Masooma Rustam, Hassan Javed Naqvi, Sidra Jabeen, and Amna Akhtar, "Synthesis Of Precipitated Silica From Corn Cobs By Using Organic Acids," *Sci.Int.*, pp. 265-269, 2014.
- [19] Nuwair, "kajian Impedansi dan Kapasitansi Listrik Pada Membran Telur Ayam Ras," *Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 2009.
- [20] World Health Organization, "Crystalline silica, quartz," *National Institute of Occupational Safety and Health dan World Health Organization*, Geneva, vol. 92, pp. 1020-6167, 2000.
- [21] Umeda J, Imai H, and Kondoh K, "Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal Behavior of Rice Husk in Citric Acid Leaching Treatment," *Transactions of JWRI*, vol. 38, pp. 13-18, 2009.
- [22] Chelsey Anderson, Nina Bass, and Amanda Clark, "Synthesis Of Silicalite-1 Aggregates," 2011.
- [23] Maulana Yusuf, Dede Suhendar, and Eko Prabowo Hadisantoso, "Studi Karakterisasi Silika Gel Hasil Sintesis Dari Abu Ampas Tebu Dengan Variasi Konsentrasi Asam Klorida," pp. 16-28, 2014.
- [24] Rasy Dwi Mujiyanti, Nuryono, and Eko Sri Kunarti, "Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propanol," *Sains dan Terapan Kimia*, pp. 150-167, 2010.
- [25] Jaehong Shim, Palanivel Velmurugan, and Byung-Taek Oh, "Extraction and physical characterization of amorphous silica made from corn cobs ash at variable pH condition via sol-gel processing," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, pp. 249-253, 2015.
- [26] Christopher M Lew, Zijian Li, Stacey I Zones, Minwei Sun, and Yushan Yan, "Control of size and yield of pure-silica-zeolite MFI nanocrystals by addition of methylene blue to the synthesis solution," *Microporous and Mesoporous Materials*, pp. 10-14, 2007.
- [27] Mohsen Mehdipourghazizadeh, Ahmad Moheb, and Hossein Kazemian, "Incorporation of boron into nano-size MFI zeolite structure using a novel microwave-assisted two-stage varying temperatures hydrothermal synthesis," *Microporous and Mesoporous Materials*, pp. 18-24, 2010.
- [28] MFI: Silicalite-1. Synthesis Commission of International Zeolite Association. [Online]. <http://www.iza-online.org/synthesis/default.htm>
- [29] Yusri S, *Sintesis dan Karakterisasi Zeolit ZSM-5 Mesopori Dengan Secondary Template dan Studi Awal Katalisis Oksidasi Metana*. Jakarta: FMIPA UI, 2012.