



Preparasi dan Karakterisasi Nanozeolit dari Zeolit Alam Gunungkidul dengan Metode *Top-Down*

Yogo Setiawan , F. Widhi Mahatmanti, dan Harjono

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Diterima Januari 2018

Disetujui Pebruari 2018

Dipublikasikan Mei 2018

Keywords:

zeolite
nanoparticle
milling
top-down

Abstrak

Zeolit merupakan material berpori yang berbentuk tetrahedral antara alumina dan silikat berhidrat. Zeolit dengan ukuran nanopartikel memiliki kemampuan yang lebih baik dan lebih efektif. Telah dilakukan penelitian pembuatan nanozeolit dari zeolit alam yang bertujuan untuk mengetahui perbandingan karakteristik hasil preparasi nanozeolit yang dipreparasi dari zeolit alam Gunungkidul. Zeolit yang digunakan diayak dengan ukuran 230 *mesh* dan diaktivasi dengan HCl 1M selama 4 jam dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 3 jam yang selanjutnya dilakukan *milling* selama 10 jam dengan metode *top-down*. Hasil preparasi yang dikarakterisasi menggunakan PSA, XRD, SAA, dan SEM. Berdasarkan hasil analisis PSA diperoleh ukuran zeolit alam nanopartikel sebesar 188,3 nm. Hasil analisis XRD diperoleh jenis material ZA, ZAA, dan ZAN adalah *mordenite*, dan kristalinitas menurun seiring dengan proses aktivasi dan *milling*, sehingga pada ZAN dalam keadaan fase *amorf*. Ukuran kristal yang diperoleh berturut-turut yaitu 184, 165, dan 32 nm. Hasil analisis SAA pada ZA, ZAA dan ZAN dihasilkan luas permukaan sebesar 19,3290; 18,9070; dan 18,980 m²/g dan ukuran pori 126,434; 125,813; dan 132,878 Å. Hasil morfologi SEM nanozeolit berbentuk bulat-bulat kecil yang berukuran 63,7 nm. Zeolit alam nanopartikel dengan metode *top-down* memiliki karakteristik yang signifikan terhadap ukuran partikel dan tidak signifikan terhadap luas permukaan partikel dengan efisiensi lamanya waktu *milling*.

Abstract

Zeolite is a porous material in the form of tetrahedral between alumina and silicate dihydrate. Zeolite with nanoparticle size has better ability and more effective in its function. Nanozeolite research has been made from natural zeolite which aims to find out the comparison of nanozeolite preparation characteristics prepared from natural zeolite of Gunungkidul. The zeolite used was sized with 230 mesh size and activated with 1M HCl for 4 hours and calcined at 600°C for 3 hours followed by milling for 10 hours with Top-down method. The results of the preparations were characterized using PSA, XRD, SAA, and Scanning SEM. Based on the results of PSA analysis, the size of natural zeolite nanoparticles was 188.3 nm. The result of XRD analysis obtained material ZA, ZAA, and ZAN is mordenite, and crystallinity decrease along with activation process and milling, so that ZAN is in amorphous phase. The obtained crystal sizes are 184, 165, and 32 nm, respectively. Analysis SAA results in ZA, ZAA and ZAN surface area of 19.3290, 18.9070, and 18.980 m²/g and pore size 126.434, 125.813, and 132.878 Å. Results of morphology SEM nanozeolite small round-shaped measuring 63.7 nm. Top-down nature nanoparticle zeolite has significant characteristic to particle size and insignificant to surface area of particle with time efficiency of milling.

© 2018 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:
Gedung D6 Lantai 2 Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229
E-mail: yogosetiwan14@gmail.com

p-ISSN 2252-6951
e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral diatas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Breck, 1974).

Zeolit pada umumnya digunakan sebagai absorben, katalis, penukar kation dan media penyaring. Penggunaan zeolit alam di Indonesia belum optimal, sedangkan Indonesia secara geografis terletak pada jalur gunung berapi yang memiliki potensi zeolit yang besar. Zeolit alam terdapat di Jawa, NTT, Irian, Sumatra, Sulawesi, dan Kalimantan. Zeolit paling banyak terdapat di Pulau Jawa seperti di Wonosari dan Klaten (Distamben Jawa Barat, 2002). Zeolit dengan perlakuan proses fisik melalui proses aktivasi memiliki kristalinitas dan kemampuan adsorpsi yang lebih baik daripada tanpa diaktivasi (Putranto *et al.*, 2015). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Farias *et al.* (2009), peningkatan konsentrasi HCl pada aktivasi zeolit alam menurunkan kristalinitas zeolit. Selain itu, dengan memperkecil ukuran partikel dapat meningkatkan daya adsorpsi yang terjadi karena semakin kecil ukuran partikel maka semakin besar luas permukaan (Wibowo & Putra, 2013).

Salah satu teknik rekayasa material adalah nanoteknologi. Perkembangan nanoteknologi sangat berkembang pesat di Indonesia. Berdasarkan Aryanto *et al.* (2007), nanoteknologi merupakan sebuah desain, produksi karakterisasi dan aplikasi struktur, alat dan sistem dengan mengontrol bentuk dan ukuran pada skala nanometer. Dalam nanoteknologi, material dapat didesain sesuai dengan kebutuhan dan keinginan. Efisiensi dan optimalisasi dari material juga meningkat saat berada pada ukuran nano. Hal tersebut terjadi karena adanya peningkatan sifat-sifat dan performa material yang direkayasa (Nuryadi, 2009). Pembuatan nanopartikel dengan ukuran kurang dari 100 nm sekaligus mengubah sifat atau fungsi dari material. Secara garis besar, sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan metode *top-down* (fisika) dan *bottom up* (kimia). Metode fisika (*top-down*) dilakukan dengan cara memecah padatan menjadi partikel-partikel kecil berukuran nano. Sintesis nanopartikel dengan metode *top-down* merupakan sintesis secara fisik (Amedola *et al.*, 2011).

Budi *et al.* (2013), mensintesis nanopartikel Fe_2O_3 dengan metode *top-down* melalui penggabungan dua teknik yaitu teknik *ball milling* dan *ultrasonic milling*. Serbuk Fe_2O_3 yang diproses dengan planetari *ball-mill* selama 40 jam memiliki ukuran partikel sekitar 350 nm. Sintesis nanopartikel zeolit yang dilakukan oleh Sirait *et al.* (2014), dengan metode *ball milling* terhadap ukuran partikel 200 mesh yang telah diaktivasi menggunakan HCl 2M selama waktu *milling* 10 jam menghasilkan nanopartikel berukuran rata-rata 75 nm. Semakin kecil ukuran partikel maka daya atau kemampuan dari zeolit akan semakin meningkat dengan energi kinetika yang dihasilkan (Ruiz-Baltazar & Perrez, 2015).

Berdasarkan beberapa penelitian yang telah ada, dalam penelitian ini dilakukan preparasi nanozeolit berbahan dasar zeolit alam Gunungkidul menggunakan metode *top-down*. Ukuran zeolit yang lebih kecil diharapkan lebih efektif dalam aplikasinya. Material berada pada ukuran nano dapat meningkatkan performa dan memodifikasi sifat atau fungsi material.

Metode

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven merk *memert*, pH-meter, neraca analitik, ayakan 230 mesh, *magnetic stirrer*, desikator, furnace, *X-Ray Diffraction* (XRD) Rigaku Miniflex 600, *Particle Size Analyzer* (PSA) Beckman Coulter, *Scanning Electron Microscope* (SEM) FEI *Inspect-S50*, *Surface Area Analyzer* (SAA) *Quantacrome Nova 1200E*, dan HEM E-3D PM 200 *Retsch*. Bahan yang digunakan adalah zeolit alam Gunungkidul, aquademin, HCl *p.a Merck* dan etanol 70% teknis.

Preparasi zeolite digunakan zeolit alam yang berasal dari Gunungkidul, zeolit sebanyak 50 g digerus dan diayak dengan ayakan berukuran 230 mesh. Zeolit hasil ayakan, dicuci dengan aquademin selama 24 jam. Zeolit yang telah direndam, dikeringkan pada suhu 120°C selama 4 jam. Zeolit yang sudah kering hasil pencucian dilakukan aktivasi dan kalsinasi. Proses aktivasi secara kimia dengan larutan HCl 1M dengan perbandingan 1:10 (b/v) yaitu 40 g/400 mL distirer selama 2 jam menggunakan *magnetic stirrer*. Zeolit disaring dan dimurnikan dengan aquademin hingga netral (pH=7). Zeolit hasil aktivasi kimia dikeringkan dengan oven pada suhu 120°C selama 4 jam. Zeolit yang dihasilkan dilakukan kalsinasi pada suhu 600°C selama 3 jam.

Zeolit hasil aktivasi dan kalsinasi diambil sebanyak 5 g dimasukkan kedalam tabung *planetary*, dimana tabung tersebut sebelumnya di cuci dengan etanol 70%. Dimasukan sebanyak 11 buah bola dengan rasio 1:8. Zeolit *dimilling* selama 10 jam dengan kecepatan 1000 rpm dengan HEM E-3D PM 200 *Retsch*.

Karakterisasi dilakukan dengan zeolit hasil lolos ayakan 230 *mesh* yang sudah dicuci dengan aquademin (ZA), setelah diaktivasi dan kalsinasi (ZAA), dan hasil *ball milling* (ZAN) dilakukan karakterisasi dengan menggunakan SEM, SAA, dan XRD untuk mengetahui morfologi, luas permukaan, volume pori, kristalinitas, jenis mineral dan ukuran kristal, dan ukuran partikel ZAN digunakan PSA.

Hasil dan Pembahasan

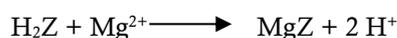
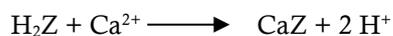
Preparasi zeolit alam nanopartikel yang berasal dari Gunungkidul dilakukan melalui 3 tahap yaitu dengan pencucian, aktivasi (kimia dan fisik) dan *milling*. Hasil proses perlakuan tersebut dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Pengamatan hasil perlakuan zeolit

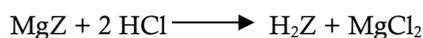
Jenis zeolit	Karakteristik fisik	
	Bentuk	Warna
Zeolit alam awal	Butiran kasar	Abu-abu
ZA	Butiran halus	Putih keabu-abuan
ZAA	Butiran halus	Coklat kemerahan
ZAN	Butiran lembut	Coklat keputihan

Zeolit alam asal Gunungkidul berwarna abu-abu, zeolit dilakukan penggerusan dan diayak dengan ayakan berukuran 230 *mesh*. Zeolit dilakukan pengayakan pada ukuran tersebut bertujuan untuk mempermudah proses *milling*. Berdasarkan Muhriz *et al.* (2013), semakin kecil ukuran partikel serbuk yang digunakan, maka proses penggilingan menjadi semakin efektif dan efisien. Pencucian dengan aquademin bertujuan untuk menghilangkan pengotor dalam zeolit, karena aquademin merupakan pelarut polar yang tidak mengandung mineral sehingga dapat melarutkan pengotor-pengotor bersifat polar yang menempel pada permukaan zeolit (Kesuma *et al.*, 2013).

Aktivasi zeolit alam dilakukan secara kimia dengan larutan HCl, aktivasi dengan larutan HCl bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang masih terdapat pada zeolit, seperti ion Fe^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Na^+ dan K^+ . Aktivasi secara kimia juga berfungsi untuk memodifikasi zeolit terhadap rasio Si/Al. Persamaan reaksi yang terjadi saat proses aktivasi secara kimiawi dapat dilihat pada persamaan sebagai berikut:



Sedangkan mekanisme reaksi aktivasi zeolit terdapat pada persamaan sebagai berikut:



(Aidha, 2013)

Proses aktivasi yang dilakukan dapat meningkatkan kemampuan fungsional suatu material (Antaria *et al.*, 2015). Aktivasi asam menyebabkan terjadinya dekationisasi yang menyebabkan bertambahnya luas permukaan zeolit karena berkurangnya pengotor yang menutupi pori-pori zeolit. Luas permukaan yang bertambah diharapkan meningkatkan kemampuan zeolit dalam proses penjerapan (Weitkamp & Puppe, 1999). Hal tersebut menegaskan proses aktivasi dapat mengefektifkan/ meningkatkan fungsi dari zeolit. Efektifitas zeolit tersebut karena banyaknya pori-pori zeolit yang terbuka dan permukaan padatnya menjadi bersih dan luas (Heraldry *et al.*, 2003).

Proses aktivasi secara fisik dilakukan dengan proses kalsinasi dengan suhu 600°C selama 2 jam. Kalsinasi pada suhu 600°C bertujuan untuk menguapkan basa Bronsted dan H_2O serta mengatur tata letak atom yang bertukar sehingga terbentuk oksida logam yang stabil dan terikat kuat pada zeolit (Jestyssa & Maygasari, 2010). Zeolit dengan kalsinasi menghasilkan warna yang berbeda dengan zeolit tanpa kalsinasi. Hal ini diakibatkan kandungan air pada zeolit dengan kalsinasi sangat sedikit dibanding dengan tanpa kalsinasi (Sirait *et al.*, 2014). Zeolit dengan proses kalsinasi menghasilkan warna kemerah-merahan, sedangkan tanpa kalsinasi berwarna abu-abu keputihan.

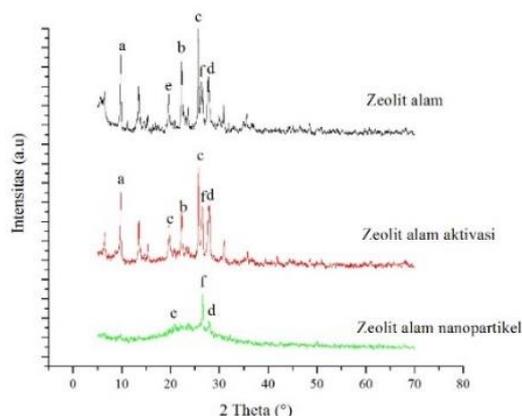
Kalsinasi mempengaruhi kualitas zeolit yang dihasilkan dari proses *milling* yang dilakukan menggunakan HEM-E3D (*High Energy Milling*) dengan rasio 1:8 yaitu rasio berat bola penggiling terhadap sampel. Penggilingan (*milling*) merupakan salah satu metode sintesis partikel dengan penggerusan material

dari tingkat ruah menjadi dimensi yang lebih kecil lagi (Muhriz *et al.*, 2013). Proses *milling* dilakukan selama 10 jam, hal tersebut bertujuan untuk mengefektifkan tumbukan partikel yang terjadi, karena semakin lama waktu *milling* akan meningkatkan ukuran partikel yang dihasilkan (Widjanarko & Suwasito, 2014). Semakin lama waktu penggilingan maka semakin kecil ukuran partikel yang terbentuk (Mustafa, 2015). Hasil analisa PSA dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel yang dihasilkan dari preparasi zeolit. Berdasarkan hasil yang diperoleh ukuran partikel ZAN dari analisa PSA dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisa *Particle Size Analyzer* (PSA)

Sampel	Distribusi ukuran (nm)
Zeolit Nanopartikel (ZAN)	188,3
Zeolit (Mukhtar <i>et al.</i> , 2013)	1889,0
Zeolit Nanopartikel (Mukhtar <i>et al.</i> , 2013)	271,5

Berdasarkan Tabel 2. hasil penelitian yang dilakukan oleh Mukhtar *et al.* (2013), ukuran partikel nanozeolit hasil *ball milling* sebesar 271,5 nm pada penggilingan 4 jam. Metode *top-down* secara *milling* mengakibatkan terjadinya aglomerasi jika proses *milling* dilakukan secara berlebihan dengan adanya agregasi partikel kecil yang membentuk aglomerasi. Ukuran yang diperoleh lebih kecil dibandingkan dengan hasil yang dilakukan oleh Mukhtar. Berdasarkan penelitian Hariyadi (2010), yang menghasilkan partikel lebih kecil dengan semakin meningkatnya waktu *milling* yang digunakan. Analisis kristalinitas, jenis material (zeolit), dan ukuran kristal digunakan instrument XRD. Analisis dilakukan pada zeolit ZA, ZAA dan ZAN. Hasil difraktogram zeolit hasil XRD yang terdapat pada Gambar 1.



Gambar 1. Difragmatogram analisis zeolit: a. *mordenite*, b. *afganite*, c. *mordenite*, d. *laumonite*, e. *forneseite*, dan f. *gmelinite*

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 1. tampak pola difraksi dengan harga 2θ dan harga d yang hampir sama dengan intensitas berbeda. Intensitas yang berbeda ini menunjukkan pengaruh tingkat kristalinitas dari zeolit. Tingkat kristalinitas ZA, ZAA, dan ZAN mengalami penurunan terutama pada ZAN yang sangat terlihat perbedaannya, namun tidak mengubah struktur zeolit. Pada ZAN dapat dikatakan bahwa kristalinitasnya sangat kecil dan mendekati fase amorf. Menurut Pardoyo *et al.* (2009), bahwa dengan perlakuan asam tidak mengubah struktur zeolit namun, menurunkan kristalinitas zeolit tersebut dengan semakin besar konsentrasi asam yang dilakukan maka semakin menurun tingkat kristalinitas. Hal ini disebabkan oleh berubahnya struktur silika dan membentuk gugus silanol $-\text{Si-OH}$. Dengan berubahnya struktur atom maka zeolit menyebabkan dekrystalisasi akan mengakibatkan meningkatnya struktur kristal yang tidak teratur sehingga kristalinitas menurun. Berdasarkan difraktogram diperoleh 2θ untuk mengetahui jenis material zeolit yang ditabulasi pada Tabel 3.

Berdasarkan hasil 2θ difraktogram zeolit pada Tabel 2, nilai 2θ tersebut dicocokkan dengan 2θ dari Treacy dan Higgins (2007) Collaction of Powder Diffraction Standards for Zeolite. diperoleh fase mineral pada ZA berada dua fase mineral yaitu *mordenite* $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{24}|\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$ dan *afghanite* $[\text{Na}_{17,4}\text{K}_{3,4}\text{Ca}_{10,7}](\text{SO}_4)_{6,3}\text{Cl}_{5,7}\text{F}_{0,1}|\text{Si}_{24}\text{Al}_{23,7}\text{O}_{96}]$. Pada fase mineral ZAA berada di dua fase mineral yaitu *mordenite* $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{24}|\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$ dan *laumonite* $[\text{Ca}_4(\text{H}_2\text{O})_{18}|\text{Si}_{16}\text{Al}_8\text{O}_{48}]$. Sedangkan pada ZAN berada pada fase mineral *gmelinite* $[(\text{Na}_2,\text{Ca})_4(\text{H}_2\text{O})_{24}|\text{Si}_{16}\text{Al}_8\text{O}_{48}]$, *laumonite* $[\text{Ca}_4(\text{H}_2\text{O})_{18}|\text{Si}_{16}\text{Al}_8\text{O}_{48}]$ dan *fornesite* $[(\text{Na},\text{K})_{46}\text{Ca}_{10}\text{Cl}_{10,48}(\text{SO}_4)_{8,54}(\text{H}_2\text{O})_{12,6}|\text{Si}_{42}\text{Al}_{42}\text{O}_{168}]$. Berdasarkan nilai 2θ dan puncak yang dihasilkan lebih mirip dengan tipe material *mordenite*, dapat dikatakan bahwa pada zeolit ZA, ZAA dan ZAN merupakan

zeolit mineral tipe *mordenite*. Difraktogram ZAA dan ZAN mengalami pergeseran puncak dibandingkan dengan difraktogram ZA. Hal tersebut dikarenakan proses aktivasi dapat mempengaruhi komponen penyusun dari material, dan juga membebaskan pengotor dalam matriks zeolit (Anggara *et al.*, 2013).

Tabel 3. Hasil 2θ difraktogram zeolit

No	Indeks	Sampel	2θ		Fase mineral	Referensi
			Hasil analisis	Standar		
1	a	ZA	9,7824	9,77	<i>Mordenite</i>	Treacy dan Higgins (2007)
	b		22,2481	22,25	<i>Afghanite</i>	
	c		25,6360	25,63	<i>Mordenite</i>	
2	a	ZAA	9,7690	9,77	<i>Mordenite</i>	
	c		25,6942	25,63	<i>Mordenite</i>	
	d		27,9905	27,97	<i>Laumonite</i>	
3	e	ZAN	20,8128	20,79	<i>Forneseite</i>	
	F		26,6085	26,59	<i>Gmelinite</i>	
	d		27,9749	27,97	<i>Laumonite</i>	

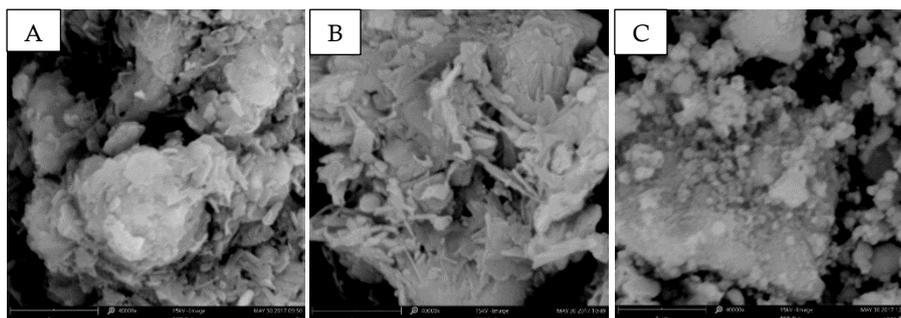
Hasil analisa ukuran kristal zeolit berdasarkan persamaan Scherer, dihasilkan ukuran kristal ZA, ZAA dan ZAN berturut-turut yaitu 185, 165, dan 32 nm. Hasil yang diperoleh mendekati hasil penelitian yang dilakukan oleh Sirait *et al.* (2014), yaitu zeolit alam dengan proses *milling* selama 10 jam dihasilkan ukuran kristal sebesar 74 nm. Dibandingkan dengan hasil yang dilaporkan Sirait, ukuran kristal hasil *milling* yang diperoleh lebih kecil, dikarenakan pada proses *milling* yang dilakukan oleh Sirait tanpa dilakukannya proses aktivasi dan kalsinasi, sehingga material tidak mudah terpecahkan menjadi struktur yang lebih kecil lagi. Luas permukaan dan distribusi pori sangat berperan terhadap fungsional zeolit. Berdasarkan hasil analisis SAA, yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil analisis SAA zeolit preparasi

Jenis zeolit	Luas permukaan (m ² /g)	Volume pori total (cc/g)	Rerata jari-jari (Å)
ZA	19,3290	0,1224	126,434
ZAA	18,9070	0,1189	125,813
ZAN	18,9800	0,1261	132,878

Berdasarkan Tabel 4. diperoleh bahwa luas permukaan ZA lebih baik dibandingkan dengan ZAA dan ZAN. Hal tersebut karena dimungkinkan pada saat proses aktivasi terjadinya aglomerasi sehingga menutupi pori-pori zeolit yang menyebabkan pengukuran SAA tidak satu partikel (Muhriz *et al.*, 2013). Sedangkan volume pori dan rerata jari pori paling besar diperlihatkan pada ZAN, hal tersebut karena ZAN berada pada fase amorf, dimana fase amorf lebih banyak rongga dan ruang-ruang yang memiliki ketidak teraturan yang tinggi. Hasil tersebut sesuai dengan hasil penelitian Agusetiani *et al.* (2012), dimana hasil *milling* menghasilkan volume pori dan ukuran pori yang jauh lebih besar dibandingkan dengan zeolit tanpa *milling* dan memiliki luas permukaan zeolit tanpa *milling* lebih besar dibandingkan dengan setelah *milling*. Hal tersebut dikarenakan terjadinya aglomerasi pada zeolit. Sedangkan berdasarkan hasil Muhriz *et al.* (2013), hasil *milling* menghasilkan luas permukaan, volume pori dan ukuran pori yang semakin kecil dibandingkan sebelum *milling*.

Berdasarkan hasil analisis grafik isoterm ZA, ZAA, dan ZAN adanya *loop* histerisis pada daerah pertengahan yang menunjukkan bahwa isoterm ini merupakan isoterm tipe IV. Isoterm tipe IV merupakan isoterm yang khas untuk material mesopori, yang memiliki ukuran pori 20-500 (Perry dan Green, 1997). Berdasarkan Lowell & Joan (1982), tipe grafik adsorpsi desorpsi tersebut mirip dengan tipe A, histerisis tipe ini disebabkan oleh peoses kondensasi partikel sehingga kelengkungan jari-jari sama dengan panjang pori. Sedangkan menurut Tagliabue *et al.* (2007), zeolit alam sebelum diaktivasi merupakan material mikropori, yang memiliki rentang linier P/P₀ antara 0,05-0,3. Analisis SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dari zeolit. Hasil analisis SEM dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Morfologi hasil SEM: a. ZA, b. ZAA, c. ZAN

Berdasarkan Gambar 2.A morfologi zeolit alam berbentuk bulat dan masih terdapat banyak pengotor yang menyelubungi permukaan zeolit. Pada Gambar 2.B Zeolit yang sudah teraktivasi dan dikalsinasi menghasilkan zeolit yang lebih bersih dibandingkan dengan zeolit awal. Sedangkan Gambar 2. C morfologi zeolit hasil *milling* berbentuk bulat-bulat lebih kecil dengan morfologi amorf dan terdapatnya aglomerasi pada zeolit. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Budi *et al.* (2013) bahwa perlakuan *milling* memiliki morfologi ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan sebelum *milling*. Sedangkan berdasarkan Mukhtar *et al.* (2013), hasil morfologi zeolit alam berbentuk kotak dan setelah *milling* morfologi dengan bentuk bulat-bulat dengan adanya aglomerasi. Hasil analisis SEM diperoleh ukuran partikel ZA, ZAA dan ZAN yaitu 587; 537,5; dan 63,7 nm. Hasil analisis ukuran partikel mendekati dengan hasil yang dilakukan oleh Sirait *et al.* (2014), proses *milling* selama 6 jam dihasilkan ukuran partikel sekitar 75 nm. Hasil Sirait lebih berukuran besar dibandingkan dengan hasil yang telah dilakukan penelitian, hal tersebut karena waktu *milling* yang dilakukan berbeda. Semakin lama proses *milling* maka akan menurunkan ukuran partikel.

Simpulan

Berdasarkan dari hasil penelitian, diperoleh ukuran zeolit alam nanopartikel sebesar 188,3 nm. Hasil analisis XRD diperoleh jenis material ZA, ZAA, dan ZAN adalah *mordenite*, dengan kristalinitas menurun seiring dengan proses aktivasi dan *milling*, sehingga pada ZAN dalam keadaan fase amorf. Ukuran kristal yang diperoleh berturut-turut yaitu 184, 165, dan 32 nm. Hasil analisis SAA pada ZA, ZAA dan ZAN dihasilkan luas permukaan sebesar 19,3290; 18,9070; dan 18,980 m²/g dan ukuran pori 126,434; 125,813; dan 132,878 Å. Hasil morfologi SEM nanozeolit berbentuk bulat-bulat kecil yang berukuran 63,7 nm.

Daftar Pustaka

- Agusetiani, L., Pardoyo., dan A. Subagio. 2012. Pembuatan Nanozeolit dari Zeolit Alam Secara Top-down Menggunakan *High Energy Milling* dan Aplikasinya untuk Penyerapan Ion Fe³⁺. *Jurnal Chem Info*, 1(1):174-181
- Aidha. N.N. 2013. Aktivasi Zeolit Secara Fisika dan Kimia untuk Menurunkan Kadar Kesadahan (Ca dan Mg) dalam Air Tanah. *Jurnal Kimia Kemasan*, 35(1): 58-64
- Amedola, V., M. Meneghetti., G. Granozzi., S. Agnoli., S. Polizzi., P. Riello., A. Boscaini., C. Anselmi., G. Fracasso., M. Colombatti., dan C. Innocenti. 2011. Top-down Synthesis of Multifunctional Iron Oxide Nanoparticles for Macrophage Labelling and Manipulation. *J. Mater. Chem*, 21: 3803–3813
- Anggara, A.P, S. Wahyuni., dan A.T. Prasetya. 2013. Optimalisasi Zeolit Alam Wonosari dengan Proses Aktivasi secara Fisika dan Kimia. *Indo. J.Chem.Sci.*, 2(1): 72-77
- Antaria, S., M. Slintung., M.S. Pallu., dan M.P. Hatta. 2015. Test of Raw Water Processing Model Using Natural Zeolite from South Sulawesi as Filtration for Heavy Metal Lead (Pb). *International Journal of Innovative Research in Advanced Engineering (IJIRAE)*, 2(2): 101-112
- Aryanto, Y., Amini, S., dan Rosyid, M. F. 2007. *IPTEK Nano di Indonesia: Terobosan, Peluang, dan Strategi, edisi 1*. Yogyakarta: Diglossie
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. John Wiley & Sons. New York

- Budi, T.W., Suryadi, dan N.T.Rochman. 2013. Pembuatan Partikel Nano Fe₂O₃ dengan Kombinasi *Ball-milling* dan *Ultrasonic-Milling*. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY. Solo.* 48-51 ISSN: 0853-0823
- Farias, T., L.C. Menorval., J. Zajac., dan A. Rivera. 2009. Adsolubilization of Drug onto Natural Clinoptilolit Modified by Adsorption of Cationic Surfactants. *Jurnal of Colloids and Surfaces: Biointerfaces*, 76(2010): 421-426
- Heraldy, E., Hisyam S.W., dan Sulistiyono. 2003. Characterization and Activation of Natural Zeolite from Ponorogo Indonesian. *J. Chem*, 3(2): 91-97
- Jestyssa, A.H., dan D.A. Maygasari. 2010. Optimasi Proses Aktivasi Katalis Zeolit Alam dengan Uji Proses Dehidrasi Etanol. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses, Undip.* ISSN: 1411-4216
- Kesuma, R., F.B. Sitorus., dan Adhitiyawarman. 2013. Karakterisasi Pori Adsorben Berbahan Baku Kaolin dan Zeolit Dealuminasi. *Jurnal JKK*, 2(1): 19-23
- Lowell. S., dan Joan. E.S. 1982. *Powder Surface Area and Porosity*. Long Island University. USA
- Muhriz, M., A. Subagio., dan Pradoyo. 2011. Pembuatan Zeolit Nanopartikel dengan Metode High Energy Milling (Zeolite Nanoparticle Fabrication using High Energy Milling Method. *Jurnal Sains dan Matematika*. 19(1): 11-17
- Mustafa, S dan S.B. Widjanarko. 2015. Pengecilan Ukuran Metode Ball Milling dan Pemurnian Kimia Terhadap Kemurnian Tepung Porong (*Amorphophallus muelleri blume*). *Jurnal Pangan dan Agroindustri*, 3(2): 560-570
- Nuryadi, R. 2009. Nanoteknologi Untuk Solusi Krisis Energi. *Artikel Seminar Nanoteknologi*. Semarang.
- Pardoyo, Listiana, dan Adi. D. 2009. Pengaruh perlakuan HCl pada Kristalinitas dan Kemampuan Adsorpsi Zeolit Alam Terhadap Ion Ca²⁺. *Jurnal Sains & Matematika (JSM)*, 17(2): 100-104
- Perry, R.H. dan Green, D.W., 1997. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. McGraw-Hill
- Putranto, V.H., Kusumastuti, E., dan Jumaeri. 2015. Pemanfaatan Zeolit dari Abu Sekam Padi dengan Aktivasi Asam untuk Penurunan Kesadahan Air. *Jurnal MIPA UNNES*, 38(2): 150-159
- Sirait, M., N. Bukit., dan U. Simarmata. 2014. Sintesis Nanozeolit Alam Menggunakan Metode Ball Milling. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 16(1): 7-11
- Tagliabue, M., D. Farrusseng., S. Valencia., S. Aguado., U. Ravon., C. Rizzo., A. Corma., dan C. Mirodatos. 2009. Natural Gas Treating by Selective Adsorption: Material Science and Chemical Engineering Interplay. *Chemical Engineering Journal*, 155(3): 553-566
- Treacy, M.M.J., dan Higgins, J.B., 2007. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. 5th ed. Amsterdam: Elsevier
- Weitkamp, L., dan Puppe, L. 1999. *Catalysis and Zeolite*. Springer, New York
- Wibowo, A.Y., dan A. Putra. 2013. Pengaruh Ukuran Partikel Batu Apung Terhadap Kemampuan Serapan Cairan Limbah Logam Berat. *Jurnal Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas*, 2(3): 155-161
- Widjanarko, S.B., dan T.S. Suwasito. 2014. Pengaruh Lama Penggilingan dengan Metode Ball Mill Terhadap Rendemen dan Kemampuan Hidrasi Tepung Porong (*Amorphophallus muelleri blume*). *Jurnal Pangan dan Agroindustri*, 2(1): 79-85