

Sintesis dan Karakterisasi Katalis Aluminosilikat dari Kaolin

Shakanti 'Aqilah Zafirah, Windhy Mutiara Salsabillah, Sintha Soraya Santi*,
Nurul Widji Triana, Susilowati

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur, Surabaya

*Koresponden email: sintha.tk@upnjatim.ac.id

Diterima: 22 November 2025

Disetujui: 1 Desember 2025

Abstract

This study aims to synthesize and characterize aluminosilicate catalysts derived from Indonesian kaolin through the hydrothermal method with variations in surfactant type and aging temperature. Kaolin served as the main source of silica and alumina, while CTABr (cationic) and PEG (non-ionic) acted as structure-directing agents that guided the formation of the catalyst pore framework. The synthesis was carried out at aging temperatures of 25°C, 40°C, 50°C, 65°C, and 70°C to investigate their effects on the functional groups and crystallinity of the catalysts. FTIR analysis revealed the presence of main Si–O–Si and Al–O–Si functional groups in all samples, with additional organic peaks attributed to the surfactants. Samples synthesized with CTABr showed sharper spectral peaks, indicating a more ordered structure. XRD analysis showed that the aluminosilicate catalyst synthesized with CTABr at 50°C exhibited the highest diffraction intensity (2615 cts), representing higher crystallinity compared to the PEG-based sample, which remained amorphous. SEM observations demonstrated that PEG produced smoother and more porous particle morphology, while CTABr resulted in agglomerated particles. Overall, the combination of CTABr surfactant and 50°C aging temperature yielded the best synthesis result with a stable semi-crystalline structure. This research highlights the great potential of local kaolin as a sustainable and efficient raw material for aluminosilicate catalyst production.

Keywords: *kaolin, aluminosilicate, hydrothermal, surfactant, aging temperature*

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk menyintesis dan mengkarakterisasi katalis aluminosilikat berbasis kaolin Indonesia melalui metode hidrotermal dengan variasi jenis surfaktan dan suhu aging. Kaolin digunakan sebagai sumber utama silika dan alumina, sedangkan surfaktan CTABr (kationik) dan PEG (non-ionik) berperan sebagai pengarah struktur dalam pembentukan kerangka pori katalis. Proses sintesis dilakukan dengan variasi suhu aging 25°C, 40°C, 50°C, 65°C, dan 70°C untuk mempelajari pengaruhnya terhadap struktur gugus fungsi dan kristalinitas katalis. Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa semua sampel memiliki gugus fungsi utama Si–O–Si dan Al–O–Si, dengan tambahan gugus organik khas surfaktan. Sampel dengan CTABr menunjukkan intensitas spektrum yang lebih tajam, menandakan pembentukan struktur yang lebih teratur. Analisis XRD memperlihatkan bahwa katalis dengan surfaktan CTABr pada suhu aging 50°C memiliki intensitas puncak tertinggi (2615 cts), menandakan tingkat kristalinitas yang lebih baik dibandingkan PEG yang cenderung amorf. Pengamatan SEM menunjukkan bahwa penggunaan PEG menghasilkan morfologi partikel yang lebih halus dan berpori, sedangkan CTABr menghasilkan partikel yang lebih menggumpal. Secara keseluruhan, kombinasi surfaktan CTABr dan suhu aging 50°C memberikan hasil sintesis terbaik dengan struktur semi-kristalin yang stabil. Penelitian ini menunjukkan bahwa kaolin lokal berpotensi besar sebagai bahan baku katalis aluminosilikat yang efisien dan ramah lingkungan.

Kata Kunci: *kaolin, aluminosilikat, hidrotermal, surfaktan, suhu aging*

1. Pendahuluan

Indonesia memiliki cadangan kaolin yang melimpah, menjadikannya sebagai sumber daya potensial untuk dikembangkan sebagai bahan baku katalis. Kaolin merupakan mineral yang kaya akan kandungan silika (SiO_2) dan alumina (Al_2O_3), dengan persentase kandungan Al_2O_3 sebesar 22% dan SiO_2 sebesar 57%, sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku katalis berbasis aluminosilikat[1]. Kandungan silika dan alumina yang tinggi menjadikan kaolin sebagai bahan baku yang berpotensi dalam sintesis material aluminosilikat seperti zeolit. Namun demikian, struktur yang terdapat pada kaolin masih berada dalam bentuk inert atau tidak reaktif. Sehingga dilakukan proses aktivasi melalui kalsinasi kaolin untuk menghasilkan metakaolin dengan struktur yang lebih reaktif. Metakaolin harus ditransformasi menjadi

material aluminosilikat merupakan proses yang kompleks dengan melibatkan tahapan pelarutan dalam medium basa, pembentukan gel natrium aluminosilikat, proses aging, serta pemanasan hidrotermal menggunakan metode konvensional. Proses tersebut harus dengan parameter yang baik agar dapat memperoleh material aluminosilikat dengan kristalinitas dan kemurnian fase yang tinggi[2]. Katalis aluminosilikat merupakan material katalik dengan luas permukaan besar, porositas baik, stabilitas termal yang tinggi, serta sifat asam yang dapat di sesuaikan, sehingga banyak digunakan dalam proses – proses industri kimia, seperti perengkahan, isomerasi, dan deoksigenasi, sebagaimana dijelaskan oleh Feliczak Guzik[2].

Selain itu, katalis aluminosilikat juga sangat penting dalam meningkatkan efisiensi reaksi dan selektivitas produk pada industri kimia. Dalam industri pengilangan minyak, katalis ini digunakan untuk proses peretakan hidrokarbon, yang bertujuan memecah molekul besar menjadi produk yang lebih kecil dan bernilai lebih tinggi, seperti bahan bakar. Selain itu, aluminosilikat juga mendukung reaksi isomerisasi n-parafin, mengubah molekul linier menjadi bentuk bercabang untuk meningkatkan kualitas bahan bakar. Reaksi penting lainnya, seperti oligomerisasi dan disproporsionasi olefin, juga memanfaatkan katalis ini untuk menghasilkan produk dengan struktur dan sifat yang diinginkan[3]. Mekanisme kerja katalis secara umum diawali dengan proses adsorpsi, yaitu ketika katalis menarik dan mengikat reaktan pada permukaannya. Hal ini membuat molekul-molekul reaktan saling berdekatan dan tersusun dalam posisi yang lebih sesuai untuk bereaksi. Selanjutnya, katalis dapat membentuk kompleks sementara dengan reaktan, yang mengubah susunan ikatan dalam molekul sehingga mempermudah pemutusan atau pembentukan ikatan baru. Keberadaan kompleks sementara ini menurunkan energi aktivasi yang dibutuhkan agar reaksi berlangsung. Setelah reaksi selesai, produk akhir dilepaskan dari permukaan katalis, sementara katalis kembali ke bentuk awalnya dan siap digunakan kembali dalam reaksi selanjutnya [4].

Namun demikian, sebagian besar kebutuhan katalis di Indonesia masih dipenuhi melalui impor. Oleh karena itu, pemanfaatan sumber daya lokal seperti kaolin untuk produksi katalis menjadi langkah strategis dalam mendukung kemandirian industri nasional. Salah satu pendekatan yang digunakan dalam sintesis katalis ini adalah metode hidrotermal. Metode ini memungkinkan pembentukan struktur pori pada katalis aluminosilikat terkontrol melalui kombinasi parameter sintesis seperti suhu aging dan jenis surfaktan. Pengaruh parameter tersebut terhadap hasil sintesis telah dibahas dalam penelitian Nugraha et, al[5], yang menunjukkan bahwa struktur dan kristalinitas aluminosilikat sangat dipengaruhi oleh jenis surfaktan yang digunakan. Sintesis hidrotermal dalam pembuatan katalis aluminosilikat bertujuan untuk menghasilkan nanopartikel aluminosilikat mesostruktur yang memiliki sifat dan struktur unggul. Proses sintesis dimulai dengan mencampurkan larutan prekursor dengan surfaktan yang berfungsi sebagai zat pembentuk struktur serta pengontrol ukuran butiran. Penambahan aluminium nitrat bertujuan sebagai sumber alumina dan juga berfungsi sebagai katalis asam untuk menginduksi hidrolisis silika. Dengan metode hidrotermal ini, menghasilkan katalis dengan porositas yang teratur tanpa mengalami agregasi partikel, serta menghasilkan katalis aluminosilikat dengan ukuran partikel yang dapat dikontrol, stabilitas aluminium yang tinggi, dan kerangka kondensasi yang baik[6].

Variasi kondisi sintesis seperti pada jenis surfaktan dan suhu aging diyakini dapat mempengaruhi struktur hasil sintesis, baik dari segi gugus fungsi maupun kristalinitasnya. Surfaktan dalam sintesis ini berfungsi sebagai agen pengarah struktur (*structure-directing agent*), seperti halnya surfaktan CTABr (kationik) dan PEG (non-ionik) yang dapat digunakan sebagai *templating agent* untuk mengarahkan pembentukan pori dan struktur silikat. Surfaktan CTABr (kationik) cenderung membentuk struktur yang lebih terarah. CTABr membantu pembentukan pori-pori yang berukuran mesopori (2-50 nm), yang sesuai dengan ukuran molekul reaktan seperti metanol dan trigliserida sehingga meningkatkan reaksi di dalam dan di permukaan katalis. Berat CTABr yang terlalu tinggi menyebabkan pecahnya struktur dan pembentukan pori yang tidak homogen sehingga kurang baik untuk aktivitas katalis[7]. Sedangkan PEG (non-ionik) lebih fleksibel dalam membentuk ukuran pori. PEG membantu meningkatkan kelarutan surfaktan di dalam fase minyak atau air, mencegah terjadinya penggumpalan partikel katalis selama sintesis sehingga partikel tetap terdispersi dengan baik. PEG juga dapat meningkatkan efektivitas katalis dengan menciptakan situs aktif tambahan[8].

Variasi suhu aging juga dapat mempengaruhi proses pembentukan struktur gel sebelum hidrotermal dilakukan. Aging pada suhu ruang sering dipilih untuk mencegah terbentuknya fase kristal yang tidak diinginkan, sekaligus menjaga proses pembentukan kerangka aluminosilikat agar lebih terkendali. Kondisi ini dapat menghasilkan kristalinitas tinggi, rasio Si/Al yang optimal, serta meningkatkan kemurnian produk akhir[9]. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menyintesis katalis aluminosilikat dari kaolin dengan memvariasikan jenis surfaktan (CTABr dan PEG) serta suhu aging (25°C, 40°C, 50°C, 65°C, dan 70°C), serta mengkaji pengaruhnya terhadap struktur gugus fungsi dan kristalinitas hasil sintesis.

2. Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam proses sintesis meliputi *magnetic stirrer* untuk pengadukan larutan, oven laboratorium untuk proses aging dan hidrotermal, serta autoklaf digunakan untuk wadah hidrotermal dalam suhu tinggi, kertas saring untuk memisahkan padatan katalis dari larutan setelah penetralan pH. Sedangkan bahan utama yang digunakan meliputi kaolin (57% Silika dan 22% Aluminium) yang akan diambil alumina dan silikanya, ludox sebagai sumber silika, NaOH sebagai pengatur pH, aquadest sebagai pelarut, serta surfaktan CTABr dan PEG sebagai agen pengarah struktur. Proses sintesis menggunakan rasio molar $10\text{Na}_2\text{O} : 100\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O}$, dengan rasio molar SiO_2 terhadap surfaktan sebesar 3,85[10].



Gambar 1. Rangkaian Alat Magnetic Stirrer

Keterangan : 1. Beaker glass, 2. Larutan, 3. Batang pengaduk, 4. Hot plate, 5. Tampilan digital, 6. Pengatur panas, 7. Pengatur rotasi

Prosedur Sintesis

Membuat larutan prekursor dengan mencampurkan NaOH sebanyak 1,6 gram dengan 19 ml aquadest. Pencampuran dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Kemudian, ditambahkan kaolin sebanyak 1,9 gram. Lalu, meneteskan 36 ml ludox dan 20 ml aquadest secara bergantian. Larutan tersebut diaduk selama 8 jam dengan temperatur ruang, lalu dilakukan proses aging pada suhu bervariasi (25°C , 40°C , 50°C , 65°C , dan 70°C) selama 6 jam. Proses dilanjutkan dengan tahap hidrotermal pertama pada suhu 80°C selama 12 jam. Setelah itu, surfaktan dimasukkan sebanyak 19 gram lalu dilakukan hidrotermal tahap kedua pada suhu 150°C selama 24 jam. Produk hasil sintesis disaring, dicuci hingga mencapai pH netral, lalu dikeringkan pada suhu 65°C selama 20 menit. Sampel hasil akhir kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) untuk mengetahui gugus fungsi, serta XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan struktur Kristal dari katalis yang terbentuk[10].

3. Hasil dan Pembahasan

Sintesis Katalis Aluminosilikat

Sintesis katalis aluminosilikat dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan bahan dasar kaolin. Reagen yang digunakan terdiri dari larutan Ludox HS-40 (sebagai sumber silika), NaOH sebagai alkali, dan dua jenis surfaktan yaitu CTABr dan PEG sebagai agen pengarah pori. Campuran reagen diaduk hingga homogen membentuk gel, kemudian dilakukan proses aging pada suhu 25°C hingga 70°C selama 6 jam. Setelah aging, campuran dikeringkan dan dihidrotermal kembali pada suhu 150°C selama 24 jam untuk menghilangkan surfaktan dan membentuk struktur mesopori. Variasi jenis surfaktan dan suhu aging ditujukan untuk mempelajari pengaruhnya terhadap karakteristik gugus fungsi dan kristalinitas katalis yang dihasilkan.

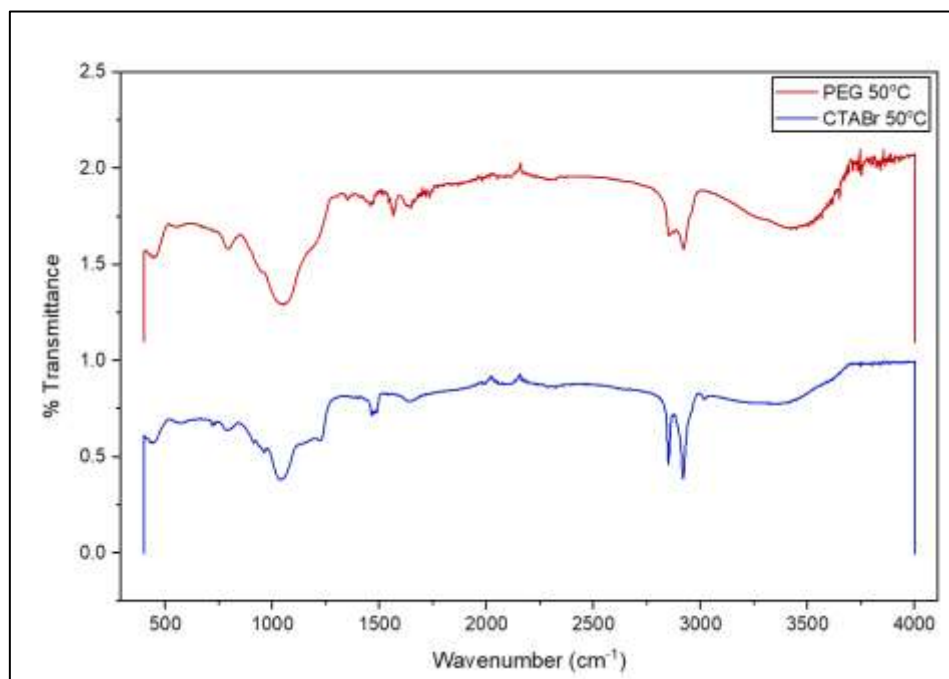


Gambar 2. Katalis Aluminosilikat

Sumber: Laboratorium Pengantar Teknik Kimia I UPNVJT, 2024

Spektra FTIR Katalis Aluminosilikat

Pada **Gambar 3** dan **Tabel 3**, terdapat perbandingan spektra FTIR dari katalis aluminosilikat yang disintesis menggunakan surfaktan CTABr dan PEG pada suhu aging 50°C. Secara umum, kedua sampel menunjukkan pita serapan yang mirip, yakni pada rentang bilangan gelombang 400–1200 cm^{-1} , yang menunjukkan adanya gugus Si–O–Si dan Al–O–Si sebagai kerangka utama dari kaolin. Namun, ada perbedaan yang terlihat dalam intensitas dan jumlah gugus organik tambahan.



Gambar 3. Spektra FTIR dari Sampel Katalis Aluminosilikat dengan Surfaktan CTABr pada suhu 50°C dan PEG pada suhu 50°C

Sumber: Hasil Uji Laboratorium Divisi Karakterisasi Material ITS, 2025

Sampel yang menggunakan surfaktan CTABr menunjukkan puncak C–H yang kuat di sekitar 2917–2920 cm^{-1} dan 2849–2851 cm^{-1} , menunjukkan adanya interaksi kuat antara surfaktan kationik dan permukaan kaolin. Sementara itu, sampel menggunakan surfaktan PEG menunjukkan intensitas yang lebih rendah serta munculnya pita tambahan pada 1715–1739 cm^{-1} (C=O) dan 1500–1600 cm^{-1} (C=C aromatik), yang menunjukkan adanya sisa-sisa organik dari PEG. Hasil ini menunjukkan bahwa CTABr mampu membentuk struktur pori yang lebih terarah dan stabil, sedangkan PEG cenderung mengalami penurunan sebagian pada suhu 50°C, sehingga menghasilkan struktur yang kurang teratur. Dengan demikian, sampel yang menggunakan surfaktan CTABr memberikan hasil yang terbaik karena memiliki puncak yang lebih tajam dan jelas, sedangkan sampel yang menggunakan surfaktan PEG menunjukkan hasil yang kurang baik dengan spektrum yang melemah dan mengandung residu organik.

Tabel 3. Karakterisasi Puncak Spektra FTIR

Puncak (cm ⁻¹)	Identifikasi Gugus Fungsi	Keterangan Umum	CTABr	PEG
3300 – 3400	– OH (hidroksil)	Gugus hidroksil dari permukaan kaolin (S–OH, Al–OH); sifat hidrofilik tetap	Teridentifikasi	Tidak teridentifikasi
3420 – 3648	– OH (hidroksil/air)	Air teradsorpsi atau hidroksil dalam struktur kaolin	Tidak teridentifikasi	Teridentifikasi
2917 – 2920 & 2849 – 2851	C–H alifatik	Vibrasi ulur C–H dari surfaktan organik	Teridentifikasi	Tidak teridentifikasi
2849 – 2950	C–H alifatik	Vibrasi ulur C–H dari senyawa organik (surfaktan PEG)	Tidak teridentifikasi	Teridentifikasi
1640 – 1650	H ₂ O teradsorpsi/terikat	Air masih terdapat dalam struktur kaolin meskipun aging	Teridentifikasi	Tidak teridentifikasi
1715 – 1739	C=O (karbonil)	Residu surfaktan atau produk modifikasi organik	Tidak teridentifikasi	Teridentifikasi
1500 – 1600	C=C aromatik	Senyawa aromatik atau interaksi surfaktan dengan kaolin	Tidak teridentifikasi	Teridentifikasi
~789 – ~440	Vibrasi struktur kaolin	Pita khas kaolin tetap muncul meski telah dimodifikasi	Teridentifikasi	Tidak teridentifikasi
400 – 1200	Si–O–Si dan Al–O–Si	Struktur dasar kaolin tetap ada di semua suhu	Teridentifikasi	Teridentifikasi
900 – 1100	Si–O–T (modifikasi struktur)	Pergeseran puncak: indikasi modifikasi struktur akibat NaOH/surfaktan	Teridentifikasi	Teridentifikasi

Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa modifikasi kaolin dengan surfaktan CTABr dan PEG berhasil ditandai dengan munculnya gugus-gugus organik baru pada spektra. Struktur dasar kaolin tetap terjaga, dibuktikan dengan keberadaan pita khas Si–O–Si dan Al–O–Si di rentang 400 – 1200 cm⁻¹ pada semua sampel. Modifikasi dengan CTABr menghasilkan puncak C–H alifatik di sekitar 2917 – 2920 dan 2849 – 2851 cm⁻¹, sedangkan PEG menunjukkan tambahan pita C–H alifatik (2850 – 2950 cm⁻¹), karbonil (1715 – 1739 cm⁻¹), dan C = C aromatik (1500 – 1600 cm⁻¹). Gugus -OH dari air teradsorpsi dan permukaan kaolin juga tetap terdeteksi, mengindikasikan bahwa sifat hidrofilik kaolin masih terjaga setelah proses aging. Adanya perubahan intensitas dan pergeseran puncak pada beberapa pita vibrasi menunjukkan interaksi antara surfaktan dengan struktur kaolin. Perbedaan spektra dari masing-masing surfaktan menunjukkan karakter modifikasi yang berbeda. Secara keseluruhan, FTIR membuktikan bahwa kedua surfaktan berhasil teradsorpsi atau berinteraksi dengan kaolin tanpa merusak struktur utamanya.

Menurut Sing [11], surfaktan seperti CTABr dapat teradsorpsi lebih kuat pada suhu lebih tinggi. Pada suhu tinggi, molekul surfaktan lebih dinamis dan fleksibel, sehingga interaksi antara surfaktan dan kaolin meningkat, yang terlihat dari puncak C–H alifatik (~2919 cm⁻¹ & ~2850 cm⁻¹) yang lebih intens pada suhu ≥65°C dan struktur mesopori lebih mudah terbentuk, terutama jika dikombinasikan dengan NaOH, karena surfaktan bisa bertindak sebagai zat pembentuk pori. Menurut Xu [12], surfaktan PEG sering digunakan dalam modifikasi kaolin. Namun, senyawa organik ini memiliki suhu degradasi termal tertentu, sehingga semakin tinggi suhu, semakin cepat surfaktan terdegradasi. PEG mulai terlepas dari kaolin pada suhu menengah (50°C ke atas), terlihat dari penurunan intensitas puncak C–H dan C=O. Menurut Miranda-Trevino [13], pada suhu tinggi, kaolin masih stabil, tetapi bisa mengalami sedikit perubahan intensitas vibrasi Si–O–Si karena interaksi dengan surfaktan. Jadi, berdasarkan teori-teori tersebut, semakin tinggi suhu aging, semakin besar kemungkinan terjadi perubahan struktur kaolin akibat interaksi dengan NaOH dan surfaktan.

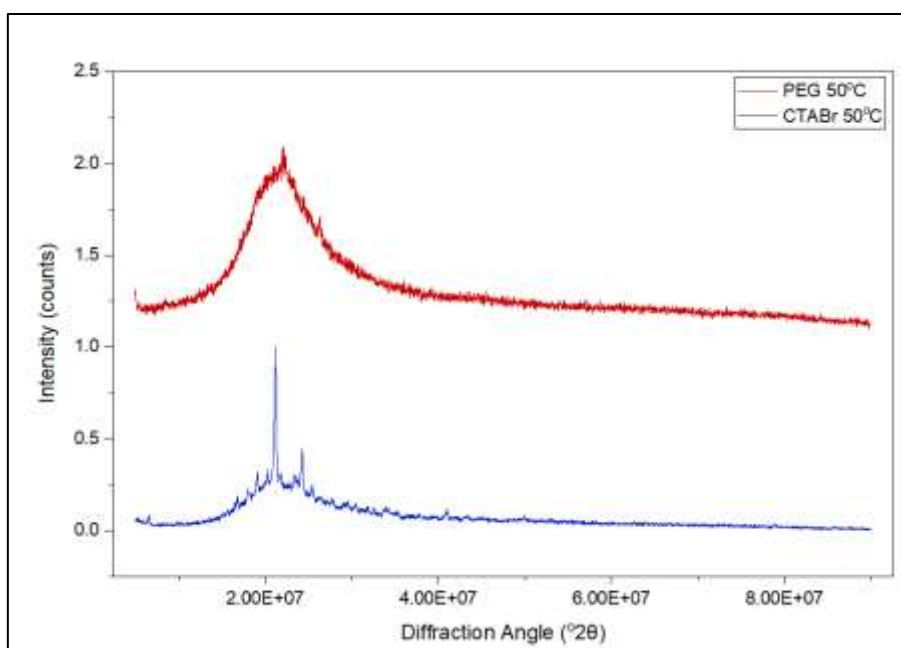
Tabel 4. Perbandingan Karakterisasi FTIR antara Surfaktan CTABr dan PEG

Parameter	CTABr	PEG
Bilangan Gelombang	3300-3400 cm^{-1} (terdapat gugus hidroksil) dan 96 cm^{-1} (terdapat Si-O / Al-O).	3420-3648 cm^{-1} (terdapat gugus hidroksil) dan 2850-2950 cm^{-1} (terdapat C-H).
Intensitas Spektrum	Lebih tajam dan intens.	Lebih lebar dan cenderung melemah pada suhu tinggi.
Gugus Fungsi Tambahan	Terdapat C-H alifatik pada pita 2919 dan 2850 cm^{-1} yang merupakan salah satu ciri khas dari surfaktan kationik.	Terdapat C=O, C=C aromatic, serta menunjukkan sisa PEG.
Pengaruh Suhu Aging	Semakin tinggi suhu aging maka semakin meningkat intensitas dan puncak FTIR, sehingga struktur juga dapat terbentuk.	Suhu tinggi dapat menyebabkan degradasi pada surfaktan PEG dan dapat mengakibatkan pelemahan intensitas.
Keterangan Umum	Surfaktan CTABr lebih efektif membentuk struktur yang teratur pada katalis aluminosilikat.	Surfaktan PEG menghasilkan modifikasi permukaan tetapi strukturnya yang tidak optimal.

Berdasarkan hasil uji FTIR pada **Tabel 4**, diketahui bahwa baik CTABr maupun PEG sama-sama menunjukkan keberadaan gugus fungsi utama seperti -OH , H-O-H , dan Si-O-Si , namun CTABr menghasilkan spektrum yang lebih tajam dan intens. Hal ini menandakan struktur aluminosilikat yang lebih teratur dan terbentuk lebih baik saat menggunakan CTABr, sedangkan pada PEG, intensitas spektrum cenderung melemah pada suhu tinggi dan menunjukkan adanya sisa gugus organik dari PEG yang dapat memengaruhi kestabilan material.

Pola XRD Katalis Aluminosilikat

Gambar 4 menunjukkan pola difraksi sinar-X (XRD) dari katalis aluminosilikat yang dibuat menggunakan surfaktan CTABr dan PEG dengan suhu aging 50°C. Terlihat bahwa sampel yang menggunakan surfaktan CTABr memiliki puncak difraksi yang lebih tajam dan kuat dibandingkan sampel yang menggunakan PEG, menunjukkan bahwa struktur kristalnya lebih teratur. Puncak intensitas tertinggi pada sampel CTABr mencapai 2615 counts (cts), sedangkan pada sampel PEG hanya sekitar 963 cts. Hal ini menunjukkan bahwa CTABr lebih baik sebagai zat pengarah struktur karena mampu membantu pembentukan fase semi-kristalin yang lebih teratur melalui gaya tarik-menarik antara muatan positif surfaktan dan muatan negatif permukaan kaolin.



Gambar 4. Spektra XRD dari Sampel Katalis Aluminosilikat dengan Surfaktan CTABr pada suhu 50°C dan PEG pada suhu 50°C

Sumber: Hasil uji laboratorium Terpadu UII, 2025

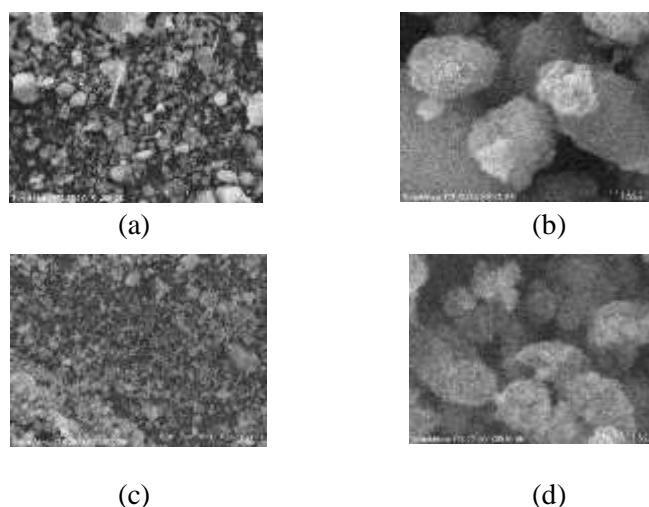
Sebaliknya, pola difraksi pada sampel PEG menunjukkan puncak yang lebih lebar dan intensitas yang lebih rendah, menandakan bahwa material cenderung masih berbentuk amorf dan belum memiliki keteraturan struktur yang terlihat. Hasil terbaik diperoleh saat menggunakan surfaktan CTABr pada suhu aging 50°C karena menghasilkan pola difraksi yang paling tajam dengan tingkat kristalinitas tertinggi, sedangkan hasil terburuk adalah pada sampel yang menggunakan surfaktan PEG, yang cenderung membentuk struktur amorf dengan intensitas rendah. Perbedaan ini menunjukkan bahwa jenis surfaktan sangat memengaruhi keberhasilan pembentukan struktur kristalin pada katalis aluminosilikat dalam kondisi sintesis hidrotermal.

Tabel 4. Karakterisasi Puncak Spektra XRD

Puncak	Identifikasi Struktur Kristal	Keterangan Umum	CTABr (°C)	PEG (°C)
Lebar, intensitas rendah	Amorf	Struktur tidak teratur, belum ada kristalisasi	25°C – 2223 cts	25°C – 992 cts
Intensitas meningkat perlahan	Semi-kristalin (awal)	Ada indikasi peningkatan keteraturan lokal	40°C – 1049 cts	40°C – 984 cts
Puncak lebih tajam dan intens	Semi-kristalin (awal kristalisasi nyata)	Awal terbentuknya struktur kristalin	50°C – 2615 cts	50°C – 963 cts
Puncak paling tajam dan intens	Semi-kristalin (derajat lebih tinggi)	Derajat kristal dan keteraturan meningkat pada suhu tinggi	70°C – 1750 cts	65°C – 1008 cts

Berdasarkan **Tabel 4** hasil analisis XRD, katalis aluminosilikat dengan kedua jenis surfaktan, CTABr dan PEG, menunjukkan pola difraksi yang berupa struktur amorf pada suhu rendah yaitu 25°C dan 40°C, dengan intensitas maksimum yang relatif rendah. Pada suhu 50°C, terjadi peningkatan intensitas yang berarti pada sampel dengan surfaktan CTABr sebesar 2615 cts, selain itu puncak difraksi menjadi lebih tajam, menunjukkan awal terbentuknya struktur kristal. Sementara itu, pada surfaktan PEG, meskipun intensitas difraksi sedikit meningkat pada suhu 65°C (1008 cts), puncak difraksi tetap lebar dan kurang tajam. Hasil terbaik dicapai oleh katalis dengan surfaktan CTABr pada suhu 50°C, yang menghasilkan intensitas maksimum tertinggi dan puncak paling tajam, menunjukkan adanya perkembangan struktur semi-kristalin yang lebih jelas. Pada suhu 70°C, meskipun masih menunjukkan struktur semi-kristalin, intensitas difraksi pada CTABr justru menurun menjadi 1750 cts, mengindikasikan kemungkinan terjadinya reorientasi atau gangguan pada struktur. Pola ini tidak terjadi pada katalis PEG, yang cenderung tetap mempertahankan struktur amorf di seluruh rentang suhu. Dengan demikian, kombinasi surfaktan CTABr dan suhu sintesis 50°C memberikan kondisi terbaik untuk pembentukan struktur kristalin dalam katalis aluminosilikat.

Berdasarkan hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa peningkatan suhu sintesis berpengaruh terhadap pembentukan struktur material. Menurut Marks [14], menjelaskan bahwa puncak difraksi yang lebih tajam dan intens menunjukkan peningkatan keteraturan dalam struktur katalis, yang merupakan indikasi awal dari proses kristalisasi. Namun, tidak ditemukan pola khas dari struktur kristalin tertentu yang umumnya memiliki puncak pada daerah $2\theta = 7-10^\circ$, 23° , dan 27° . Ini menunjukkan bahwa meskipun ada indikasi awal kristalisasi, struktur kristal belum terbentuk sepenuhnya. Oleh karena itu, kemungkinan dibutuhkan proses lanjutan seperti tahap hidrotermal atau kalsinasi pada suhu lebih tinggi untuk membantu pembentukan struktur kristalin yang lebih teratur. Menurut Deringer, et al. [15] yang menunjukkan bahwa struktur amorf silika (a-Si) juga mempertahankan koordinasi tetrahedral mirip kristal, namun tanpa keteraturan jangka panjang dan menghasilkan puncak difraksi amorf khas pada domain bilangan gelombang sekitar 2 \AA^{-1} (sama dengan $\sim 22^\circ 2\theta$ menggunakan radiasi Cu K α). Ciri-ciri ini sesuai dengan sifat amorf, dimana tidak terjadi pembentukan bidang kristal yang teratur. Penggunaan surfaktan PEG dan suhu rendah sintesis ($< 100^\circ\text{C}$) kemungkinan besar menyebabkan inhibisi terhadap kristalisasi struktur silikat.



Gambar 5. Morfologi SEM dari sampel katalis aluminosilikat suhu 50°C dengan (a) dan (b) perbesaran 1.000x dan 3.000x menggunakan CTABr, serta (c) dan (d) perbesaran 1.000x dan 3.000x menggunakan PEG
Sumber: Hasil uji laboratorium SEM ITS, 2025

Beberapa **Gambar 5** diatas menunjukkan morfologi permukaan pada sampel katalis aluminosilikat pada suhu 50°C yang menggunakan surfaktan CTABr dan PEG dengan perbesaran masing-masing yaitu 1.000x dan 30.000x. **Gambar (a)** menunjukkan pengamatan pada perbesaran 1.000x dengan surfaktan CTABr bahwa morfologi partikel dari sampel katalis aluminosilikat terdapat gumpalan yang besar akibat aglomerasi yang dominan, sehingga partikel-partikel tersebut tampak menempel satu sama lain yang mengakibatkan distribusinya tidak merata. **Gambar (b)** menunjukkan pengamatan pada perbesaran 30.000x dengan surfaktan CTABr bahwa permukaan partikel pada sampel katalis aluminosilikat semakin terlihat jelas, tetapi pori-pori yang diharapkan masih tidak tampak jelas sehingga morfologi tetap kurang mendukung untuk terbentuknya luas permukaan yang besar. **Gambar (c)** menunjukkan pengamatan pada perbesaran 1.000x dengan surfaktan PEG bahwa morfologi partikel dari sampel katalis aluminosilikat relative memiliki bentuk seragam, sehingga tingkat aglomerasi tersebut rendah, serta partikel pada morfologi permukaan terlihat halus dan tersebar merata. **Gambar (d)** menunjukkan pengamatan pada perbesaran 30.000x dengan surfaktan PEG bahwa morfologi partikel pada permukaan sampel katalis aluminosilikat tampak semakin jelas dengan adanya retakan mikro dan pori-pori yang dapat meningkatkan luas permukaan aktif katalis.

Berdasarkan hasil dari uji analisa SEM yang dilakukan pada sampel katalis aluminosilikat menunjukkan bahwa morfologi partikel pada surfaktan PEG cenderung lebih halus, seragam, dan berpori. Sedangkan pada surfaktan CTABr, morfologi partikel cenderung menggumpal dan tidak merata. Dengan demikian, penggunaan surfaktan PEG menghasilkan struktur katalis yang lebih stabil dan berpotensi memiliki luas permukaan lebih besar dibandingkan dengan surfaktan CTABr.

4. Kesimpulan

Penelitian ini berhasil mensintesis dan mengkarakterisasi katalis aluminosilikat dari kaolin Indonesia menggunakan metode hidrotermal. Variasi jenis surfaktan dan suhu aging terbukti mempengaruhi struktur gugus fungsi dan kristalinitas katalis. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa penggunaan surfaktan PEG menghasilkan intensitas pita FTIR dan pola XRD yang lebih terlihat dibandingkan CTABr. Suhu aging optimal berada pada 50-65°C, di mana terjadi pembentukan struktur aluminosilikat yang paling teratur dan kristalin. Kombinasi CTABr dan suhu aging 50°C menghasilkan katalis dengan karakteristik terbaik dalam penelitian ini. Penelitian ini menunjukkan bahwa kaolin lokal berpotensi dikembangkan sebagai bahan baku katalis aluminosilikat yang efisien dan ramah lingkungan.

5. Saran

Disarankan peneliti selanjutnya melakukan uji kinerja dalam reaksi kimia tertentu, seperti perengkahan hidrokarbon untuk menguji efektivitas dan selektivitas katalis secara nyata. Selain itu, peneliti selanjutnya juga dapat menggunakan jenis surfaktan lain, variasi konsentrasi surfaktan, serta waktu dan

suhu aging yang lain untuk mendapatkan kombinasi sintesis yang lebih optimal dan menghasilkan katalis dengan struktur yang lebih stabil dan aktif.

6. Referensi

- [1] D. Hartanto, L. Sin, S. Mutia, D. Sugiarto, and I. Kris, "Can kaolin function as source of alumina in the synthesis of ZSM-5 without an organic template using a seeding technique? Can kaolin function as source of alumina in the synthesis of ZSM-5 without an organic template using a seeding technique?," no. June, 2016, doi: 10.11113/mjfas.v12n2.476.
- [2] S. Chandrasekhar and P. N. Pramada, "Microwave assisted synthesis of zeolite A from metakaolin," *Microporous and Mesoporous Materials*, vol. 108, no. 1–3, pp. 152–161, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.micromeso.2007.04.003.
- [3] A. Corma and M. T. Navarro, "From Micro to Mesoporous Molecular Sieves: Adapting Composition and Structure for Catalysis."
- [4] C. Dai, K. Du, C. Song, and X. Guo, "Recent progress in synthesis and application of zeolite-encapsulated metal catalysts," in *Advances in Catalysis*, vol. 67, Academic Press Inc., 2020, pp. 91–133. doi: 10.1016/bs.acat.2020.10.001.
- [5] R. E. Nugraha *et al.*, "Effect of Ni/Al-MCM-41 Impregnation Method on Catalytic Deoxygenation of Reutealis Trisperma Oil," 2023.
- [6] S. R. Zhai, "Hydrothermal synthesis of mesostructured aluminosilicate nanoparticles assisted by binary surfactants and finely controlled assembly process," vol. 353, pp. 1606–1611, 2007, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2007.01.032.
- [7] Taharuddin, Darmansyah, A. Mulia, and S. Ardi, *Sintesis Dan Aplikasi Cordierite Sebagai Katalis Pada Pembuatan Biodiesel Dengan Proses Transesterifikasi (Pengaruh Berat CTAB Pada Sintesis Cordierite)*. 2016.
- [8] N. L. P. K. V. Nirmalayanti, "Skrining Berbagai Jenis Surfaktan Dan Kosurfaktan Sebagai Dasar Pemilihan Formulasi Nanoemulsi," vol. 1, pp. 158–166, 2021.
- [9] T. Okubo, M. Ogura, Y. Kawazu, and H. Takashi, "Aluminosilicate Species in the Hydrogel Phase Formed during the Aging Process for the Crystallization of FAU Zeolite," *Chemistry of Materials*, May 2003.
- [10] R. E. Nugraha *et al.*, "The effect of structure directing agents on micro/mesopore structures of aluminosilicates from Indonesian kaolin as deoxygenation catalysts," *Microporous and Mesoporous Materials*, vol. 315, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.micromeso.2021.110917.
- [11] K. Sing *et al.*, "Reporting Physisorption Data For Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity," 1985.
- [12] R. Xu and Y. Xu, *Modern Inorganic Synthetic Chemistry*. China: Elsevier, 2017.
- [13] J. C. Miranda-trevino and C. A. Coles, "Kaolinite properties , structure and influence of metal retention on pH," vol. 23, pp. 133–139, 2003, doi: 10.1016/S0169-1317(03)00095-4.
- [14] O. Marks, D. Smith, and M. Chris, "Separation of Broad Crystalline and Amorphous X-Ray Diffraction Peaks," *Advances in X-Ray Analysis* ., 2019.
- [15] V. L. Deringer *et al.*, "Realistic Atomistic Structure of Amorphous Silicon from Machine-Learning-Driven Molecular Dynamics," *Journal of Physical Chemistry Letters*, vol. 9, no. 11, pp. 2879–2885, Jun. 2018, doi: 10.1021/acs.jpcclett.8b00902.