

Penghalusan Struktur Sangkar Kristal Mordenit dan Klinoptilolit Alam dengan Metode Rietveld

Supandi Suminta

Pusat Penelitian Iptek Bahan-BATAN
Puspitek Blok IID No. 8, Serpong 15314, E-mail: supandi_1@yahoo.com

ABSTRAK

Struktur sangkar kristal mineral zeolit alam campuran fasa klinoptilolit dan mordenit dari daerah Bayah (Banten) telah berhasil dianalisis dengan metode Rietveld. Data intensitas difraksi cuplikan zeolit tersebut diukur dengan Difraktometer Sinar-X (XRD) di P3IB-BATAN. Penghalusan parameter struktur sangkar fasa klinoptilolit dan mordenit dalam zeolit telah dilakukan. Hasil penghalusan kedua fasa tersebut masing-masing menunjukkan bahwa zeolit Bayah mempunyai struktur sangkar fasa klinoptilolit bentuk poli kation K-Mg, dengan simetri grup ruang C2/m No. 12, sistim kristal monoklinik dan struktur sangkar fasa mordenit bentuk poli kation Ca-Na, dengan simetri grup ruang Cmcn No. 63, sistim kristal ortorombik. Rumus kimia kristalografi fasa klinoptilolit dan mordenit dalam sel satuan berturut-turut adalah : $(K_{5,17}Mg_{0,16})(Al_6Si_{30}O_{72}) \cdot 24H_2O$ dan $[(Na_{5,63}Ca_{1,13})(Al_8Si_{40}O_{96}) \cdot 22H_2O$. Kualitas kesesuaian (goodness-of-fit) berhasil dicapai sebesar $Rwp = 10,34\%$.

Kata kunci : Struktur sangkar, mordenit, klinoptilolit , penghalusan, metode rietveld

ABSTRACT

THE REFINEMENT OF FRAMEWORK STRUCTURES OF NATURAL MORDENITE AND CLINOPTILOLITE CRYSTALS USING RIETVELD METHOD. Framework structures of clinoptilolite and mordenite phases in natural zeolit from Bayah have been successfully analysed using Rietveld Method. The diffraction intensity data were collected using X-Ray Diffractometer (XRD) at P3IB-BATAN. The refinement of the clinoptilolite and mordenite phases have been carried out and the results show that there are poly cation K-Mg clinoptilolite phase, with space group symmetry of C2/m No.12, monoclinic crystal system and poly cation Ca-Na mordenite phase, with space group symmetry of Cmcn No.63, orthorombic crystal system. Chemical formulas of clinoptilolite and mordenite phases are $(K_{5,17}Mg_{0,16})(Al_6Si_{30}O_{72}) \cdot 24H_2O$ and $[(Na_{5,63}Ca_{1,13})(Al_8Si_{40}O_{96}) \cdot 22H_2O$ per unit cell respectively. Fitting quality (goodness-of-fit) gave a value of $Rwp = 10,34\%$.

Key words : Frameworks structure, mordenite, clinoptilolite, refinement, reitveld methods

PENDAHULUAN

Sejak tahun 1984 para ahli mineralogi [1] telah mengklasifikasikan zeolit ke dalam golongan tersendiri. Mineral ini mempunyai bentuk struktur sangkar (*framework*) disertai rongga (*cavity*) dan saluran (*channel*) yang biasanya ditempati oleh air dan logam alkali atau alkali tanah dan terbentuk di alam secara alamiah atau dapat pula disintesa. Bentuk struktur yang unik ini memungkinkan zeolit mempunyai

sifat utama yaitu; sebagai absorber, penukar ion, penyaring molekul dan katalis. Sifat penukar ion disebabkan oleh struktur sangkar zeolit mengandung atom Al dan Si (Al^{3+} dan Si^{4+}), berkoordinasi dengan atom O (oksigen) dalam bentuk $(AlO_4)^{5-}$ dan atau $(SiO_4)^{4-}$ (tetrahedra alumina silikat), sehingga atom Al akan bermuatan negatif dan selalu dinetralkan oleh kation alkali atau alkali tanah untuk membentuk senyawa zeolit yang stabil.

Rumus kimia zeolit dalam kristalografi dalam sel satuan :

$(M)_{x/n} [(AlO_2)_x (SiO_2)_y] \cdot wH_2O$
dimana n adalah valensi logam (M), x dan y adalah jumlah tetrahedra alumina silikat dalam sel satuan, sedangkan rasio x/y atau SiO_2/Al_2O_3 nilainya bervariasi 1 s.d 5, dan w adalah jumlah molekul air. Berdasarkan kristalografi dalam sel satuan, rumus kimia struktur sangkar klinoptilolit dan mordenit berturut-turut adalah :

$(M)_{6/n} [(AlO_2)_6 (SiO_2)_{30}] \cdot 28H_2O$ atau $(M)_{6/n} (Al_6 Si_{30} O_{72}) \cdot 28H_2O$ (klinoptilolit)
 $(M)_{8/n} [(AlO_2)_8 (SiO_2)_{40}] \cdot 22H_2O$ atau $(M)_{8/n} (Al_8 Si_{40} O_{96}) \cdot 22H_2O$ (mordenit)
bila fasa klinoptilolit dalam bentuk polikation K-Mg, maka rumus struktur sangkar klinoptilolit dalam sel satuan menjadi : $(K)_4 (Mg) (Al_6 Si_{30} O_{72}) \cdot 28H_2O$ dan bila fasa mordenit dalam bentuk monokation Na, maka rumus struktur sangkar mordenit dalam sel satuan menjadi $Na_8 (Al_8 Si_{40} O_{96}) \cdot 22H_2O$, Dyer A [2,13].

Kedua jenis zeolit ini mengandung silikat tinggi dan membingungkan para peneliti, karena mempunyai profil pola struktur hampir mirip. Yang membedakan kedua jenis ini adalah jumlah atom Si dan Al. Untuk klinoptilolit jumlah atom Si = 30, Al = 6 dan O = 72, grup ruang $C2/m$ No. 12 dengan kisi Bravais *base-centered* monoklinik. Sedangkan mordenit memiliki jumlah atom Si = 40, Al = 8 dan O = 96, grup ruang $Cmcm$ No. 63 dengan kisi Bravais *base-centered* ortorombik. Zeolit mordenit telah berhasil disintesa berkali-kali. Yang menarik perhatian adalah bahwa zeolit ini telah ditemukan mempunyai sifat penyaring molekul (*molecular-sieving*) yang dikembangkan oleh D.W. Breck [3]. Sedangkan zeolit klinoptilolit sulit disintesa. Zeolit ini hanya didapatkan di alam dengan kemurnian yang tinggi. Berdasarkan sifat penukar ion zeolit klinoptilolit telah dikembangkan oleh D.W. Breck [3] yang diaplikasikan ke dalam penyerapan limbah radio aktif hasil fisi seperti : Cs-137 dan Sr-90. Sifat penukar ion dari zeolit telah dikembangkan pula oleh Thamzil Las, dkk [4] yang menginformasikan bahwa zeolit

yang telah dimurnikan asal Bayah tergolong ke dalam jenis zeolit yang mengandung campuran dua fasa yakni fasa klinoptilolit dan mordenit dengan kemurnian $\pm 78,19\%$ sisanya silikat, felspar dan pengotor lainnya $\pm 21,81\%$.

Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa zeolit asal desa Suwakan kecamatan Bayah Selatan telah dikembangkan oleh supandi,dkk [5]. Dari penelitian tersebut diinformasikan bahwa zeolit alam ini mengandung campuran fasa klinoptilolit dan mordenit dengan komposisi fraksi berat masing-masing 59,26% (klinoptilolit) dan 40,74% (mordenit). Namun penelitian tersebut tidak mencerminkan daerah seluruh Bayah yang luas meliputi beberapa desa diantaranya desa Pasir Gombong kecamatan Bayah utara.

Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi jenis zeolit alam secara kualitatif dan kuantitatif dengan metode Rietveld dan akan dicoba menggunakan sumber target Co-K α $\lambda = 1,788965 \text{ \AA}$. Zeolit bentuk poli/monokation setiap fasa akan ditentukan pula. Dengan teridentifikasinya zeolit ini diharapkan para pengguna atau peneliti dapat memilih jenis zeolit yang sesuai dengan sifatnya untuk diaplikasikan pada percobaan selanjutnya, seperti jenis zeolit klinoptilolit baik untuk penukar ion dan mordenit untuk katalisator. Perlu diketahui bahwa tiap daerah di Indonesia memiliki cadangan jenis zeolit berbeda.

BAHAN DAN METODA

Bahan

Sampel yang dipilih untuk diteliti adalah beberapa sampel dari daerah Bayah dan standar zeolit. Dalam penelitian ini digunakan serbuk standar zeolit mordenit dan zeolit alam diperoleh dari PT. Prodmin Inter Nusa pada lokasi desa Pasir Gombong, Kecamatan Bayah Utara, Kabupaten Lebak Propinsi Banten. Bongkahan sampel zeolit ini sebelum dianalisis, dilakukan peremukan, penghalusan, pengayakan dan pemanasan sampai dengan suhu $200^\circ C$ selama 3 jam. Kemudian dilakukan pencucian dengan cara refluks selanjutnya

dimurnikan dengan metode ekstraksi menggunakan methil iodida [4]. Bahan yang telah dimurnikan kemudian disebut zeolit Bayah murni.

Alat dan Pengambilan data

Difraktometer Sinar-X (XRD) P3IB-BATAN yang digunakan adalah buatan Shimadzu Type ZD-610 yang dilengkapi: 1. Generator Sinar-X; Goniometer jenis VG-100 R type horizontal; 3. Sistem pencacah dan 4. Sistem pencacah dan pemroses data yang berisi program dalam komputer (sistem DP-610). Kurang lebih 1 sampai dengan 2 gram serbuk zeolit murni dan standar mordenit diletakkan di atas *sample holder* dari pelat aluminium dengan ukuran 2 x 1,2 cm, diratakan dan sesekali ditekan pelan-pelan dengan spatula. Setelah sampel nampak merata dan kompak, kemudian *sample holder* tersebut diletakkan di atas kedudukan sampel pada alat XRD. Pengambilan data dilakukan pada kondisi *mode step* (untuk analisis program RIETAN) dengan parameter operasi seperti pada Tabel 1 berikut ini: Selanjutnya data intensitas difraksi dari sampel tersebut dianalisis dengan metode Rietveld menggunakan program RIETAN yang dipasang pada Macintosh komputer.

Analisis Rietveld

Analisis penghalusan (*refinement*) dengan Program RIETAN dilakukan dengan cara memasukkan dua jenis data yakni data parameter struktur dan intensitas difraksi sinar-X. Data parameter struktur adalah data masukan model perhitungan yang diambil dari referensi sebagai acuan. Sedangkan data intensitas berasal dari intensitas difraksi sinar-X cuplikan zeolit alam dan standar mordenit. Kemudian kedua data parameter struktur dan intensitas difraksi sinar-X dari cuplikan tersebut dianalisis dengan metode Rietveld menggunakan Program RIETAN. Penghalusan dilakukan dengan menggunakan cara *Nonlinear least-squares fitting by the Marquadt method* [6].

Analisis Crystal Maker

Gambar struktur 3D, panjang dan sudut ikatan hasil analisis penghalusan

(*refinement*) dengan Program RIETAN diperoleh dengan cara memasukkan dua jenis data yakni data hasil akhir parameter struktur dan grup ruang (*space group*) kisi *Bravais*. Data parameter struktur adalah data parameter kisi, geometri sudut, posisi atom yang diambil dari data hasil penghalusan RIETAN. Sedangkan grup ruang berasal dari referensi sebagai acuan. Kemudian kedua data tersebut dianalisis dengan program *CrystalMaker* menggunakan *Macintosh 7100/80 w Komputer7*).

Penghalusan fasa Mordenit dan Klinoptilolit

Penghalusan dilakukan dengan cara mengasumsikan bahwa zeolit Bayah mengandung campuran dua fasa yakni fasa mordenit bentuk poli kation memiliki data parameter struktur [8] : simetri grup ruang : Cmcn (No. 63), sistem kristal : *Ortorombik*, parameter kisi : $a = 18.11$, $b = 20.53$, $c = 7.528 \text{ \AA}$, sudut antar sumbu : $\alpha = 90.0$, $\beta = 90.0$, $\gamma = 90.0^\circ$, dan klinoptilolit bentuk poli kation dengan parameter struktur [9] : simetri grup ruang : C12/m1 (No. 12), sistem kristal : Monoklinik, parameter kisi : $a = 17.662$, $b = 17.911$, $c = 7.407 \text{ \AA}$, sudut antar sumbu : $\alpha = 90.0$, $\beta = 116.4$, $\gamma = 90.0^\circ$. Kemudian campuran kedua fasa tersebut dianalisis dengan metode Rietveld menggunakan program RIETAN.

Tahapan penghalusan (*refinement*) dilakukan dengan cara memasukkan *species* atom dari urutan kadar unsur tertinggi dalam zeolit pada masing-masing fasa secara *trial and error* hingga diperoleh nilai konvergen. Dari hasil akhir penghalusan dengan RIETAN secara *trial and error* ternyata diperoleh fasa mordenit dalam bentuk poli kation Ca-Na dan fasa klinoptilolit bentuk poli kation K-Mg.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis komposisi kimia zeolit Bayah Utara dengan XRF dan AAS [4, 13] disajikan pada Tabel 2.

Tabel 1. Data parameter operasi XRD Shimazu type XD-610

X-Ray Tube		SLIT		Scanning	
Target	: Co-K α	Divergence slit	: 1 deg	Scan mode	: step
Voltage	: 30 Kv	Scattered speed	: 1 deg	Scan speed	: 0.06 deg
Current	: 30 mA	Receiving slit	: 0,06 mm	Sampling pitch	: 0.05 deg
Lambda, λ	= 1, 788965 Å	Full scale	: 1 kcps	Sudut 2 θ	: 5 – 55 deg

Tabel 2. Komposisi kimia zeolit Bayah Utara hasil analisis XRF dan AAS.

Oksida	%w/w	Unsur	% w/w
SiO ₂	72,81	Si	34,04
Al ₂ O ₃	14,25	Al	7,54
K ₂ O	2,81	K	2,33
CaO	2,36	Ca	1,69
Fe ₂ O ₃	1,46	Fe	1,02
MgO	1,17	Mg	0,71
Na ₂ O	0,20	Na	0,15
MnO ₂	0,07	Mn	0,04
H ₂ O	4,89	H	0,54
		O	4,34
Rasio : SiO ₂ / Al ₂ O ₃ = 5,11			

Tabel 3. Data parameter struktur campuran zeolit Bayah, hasil penghalusan RIETAN

Kualitas fitting : Rwp = 10,34 % dan S = 1,5904											
Fasa Klinoptilolit : RI = 2,47, RF = 1,05, dan Fraksi berat = 33,13 %						Fasa Mordenit : RI = 2,68, RF = 1,23, dan Fraksi berat = 66,87 %					
Atom	Wcf	g	x	y	z	Atom	Wcf	g	x	y	Z
Mg	4	0,04	0,2(5)	0,50	0,7(3)	Ca	4	0,28	0,00	0,50	0,00
K1	4	1,04	0,24(4)	0,50	0,33(5)	Na1	4	1,00	0,00	0,50	0,00
K2	2	0,05	0,00	0,50	0,00	Na2	4	0,41	0,00	0,37(2)	0,75
Al1	2	1	0,00	0,50	0,50	Al1	4	1	0,00	0,32(1)	0,25
Al2	4	1	0,00	0,25	0,00	Al2	4	1	0,00	0,18(4)	0,25
O1	4	1	0,31(5)	0,50	0,2(1)	O1	16	1	0,14(1)	0,440(5)	0,33(1)
O2	8	1	0,28(7)	0,18(7)	0,6(1)	O2	16	1	0,12(2)	0,156(7)	0,45(1)
O3	8	1	0,2(1)	0,2(1)	0,3(2)	O3	16	1	0,30(4)	0,415(6)	0,43(1)
O4	8	1	0,27(9)	0,1(1)	0,33(6)	O4	8	1	0,08(3)	0,30(2)	0,25
O5	4	1	0,00	0,23(8)	0,50	O5	8	1	0,18(3)	0,15(1)	0,75
O6	8	1	0,03(5)	0,09(2)	-0,2(1)	O6	8	1	0,17(2)	0,307(8)	0,75
O7	8	1	0,22(5)	0,12(3)	0,7(1)	O7	8	1	0,41(2)	0,50	0,50
O8	8	1	0,01(7)	0,3(2)	0,3(2)	O8	8	1	0,25	0,25	0,50
O9	8	1	0,31(7)	0,25(7)	0,3(2)	O9	4	1	0,00	-0,01(1)	0,25
O10	8	1	0,01(8)	0,3(2)	0,3(2)	O10	4	1	0,00	0,13(1)	0,25
Si1	8	1	0,25(8)	0,42(8)	0,7(1)	Si1	16	1	0,268(7)	0,416(3)	0,543(8)
Si2	8	1	0,26(5)	0,21(7)	0,8(1)	Si2	16	1	0,19(1)	0,198(3)	0,545(8)
Si3	8	1	-0,03(3)	0,42(2)	0,26(2)	Si3	8	0,5	0,08(1)	0,38(1)	0,25
Si4	2	1	0,00	0,00	0,46(2)	Si4	8	0,5	0,08(1)	0,19(4)	0,25
Si5	4	1	0,52(5)	0,26(4)	0,00	-	-	-	-	-	-
Sumber Target : Co-K α , λ = 1, 788965 Å, a = 18,01(3) Å, b = 17,93(3) Å dan c = 7,44(3) Å, grup ruang C2/m, monoklinik, jumlah atom dalam sel satuan : Mg = 0,159, K = 5,168, Al = 6, Si = 30 dan O = 72						Sumber Target : Co-K α , λ = 1, 788965 Å, a = 18,115(8) Å, b = 20,520(9) Å dan c = 7,515(2) Å, grup ruang Cmc, ortorombik, jumlah atom dalam sel satuan : Ca = 1,13, Na = 5,63, Al = 8, Si = 40 dan O = 96					
Keterangan : g = faktor hunian, Wcf = posisi Wyckoff, x,y,z = koordinat atom, R = indeks reliabilitas, Rwp = R- bobot pola difraksi, RI = R-intensitas Bragg, RF = R-faktor struktur dan S = goodness-of-fit											

Dari Tabel 2 dapat disusun kandungan unsur alkali dan alkali tanah berturut-turut adalah :K > Ca > Fe > Mg > Na > Mn. Dengan demikian zeolit Bayah tersebut diasumsikan sebagai zeolit dalam bentuk poli kation dan mengandung alkali dan alkali tanah, kadar K tertinggi, diikuti Ca, Mg, Na dan terendah Mn.

Data parameter struktur zeolit Bayah hasil penghalusan akhir RIETAN disajikan pada Tabel 3. Data parameter struktur tersebut menggambarkan data posisi atom, parameter kisi, fraksi massa dan lain-lain hasil penghalusan RIETAN dari struktur sangkar zeolit Bayah. Dari hasil analisis diperoleh konfirmasi bahwa zeolit alam Bayah mengandung campuran dua fasa yakni fasa klinoptilolit grup ruang C2/m bersistem kisi Bravais *base-centered* monoklinik dan mordenit grup ruang Cmcn bersistem kisi Bravais *base-centered* ortorombik dengan perbandingan 33,13% : 66,87%. Ternyata bahwa pada daerah lokasi ini didominasi oleh fasa mordenit, sedangkan hasil penelitian sebelumnya pada daerah lokasi Desa Suwakan Bayah Selatan mengandung fraksi berat sebaliknya, yakni didominasi oleh fasa klinoptilolit [4, 5]. Kualitas fitting (*criteria-of-fit*) diperoleh Rwp = 10,34 % dan *goodness-of-fit*, S = 1,5904.

Dari Tabel 3 terlihat bahwa data parameter struktur fasa klinoptilolit pada atom Mg dan K (K1 dan K2), diperoleh faktor hunian (g) untuk atom Mg = 0,04 dan K (K1 = 1,04 dan K2 = 0,5) dengan jumlah atom dalam sel satuan berturut-turut adalah 0,1592 (atom Mg) dan 5,1687 (atom K), sehingga diperoleh rumus kimia kristalografi dalam sel satuan adalah $K_{5,17}Mg_{0,16}(Al_6Si_{30}O_{96}) \cdot 24H_2O$. Sedangkan data parameter struktur fasa mordenit pada atom Ca dan Na (Na1 dan Na2), diperoleh faktor hunian (g) untuk atom Ca = 0,28 dan Na (Na1 = 1,00 dan Na2 = 0,41) dengan jumlah atom dalam sel satuan berturut-turut adalah 1,1310 (atom Ca) dan 5,6268 (atom Na), sehingga fasa mordenit diperoleh rumus kimia kristalografi dalam sel satuan adalah

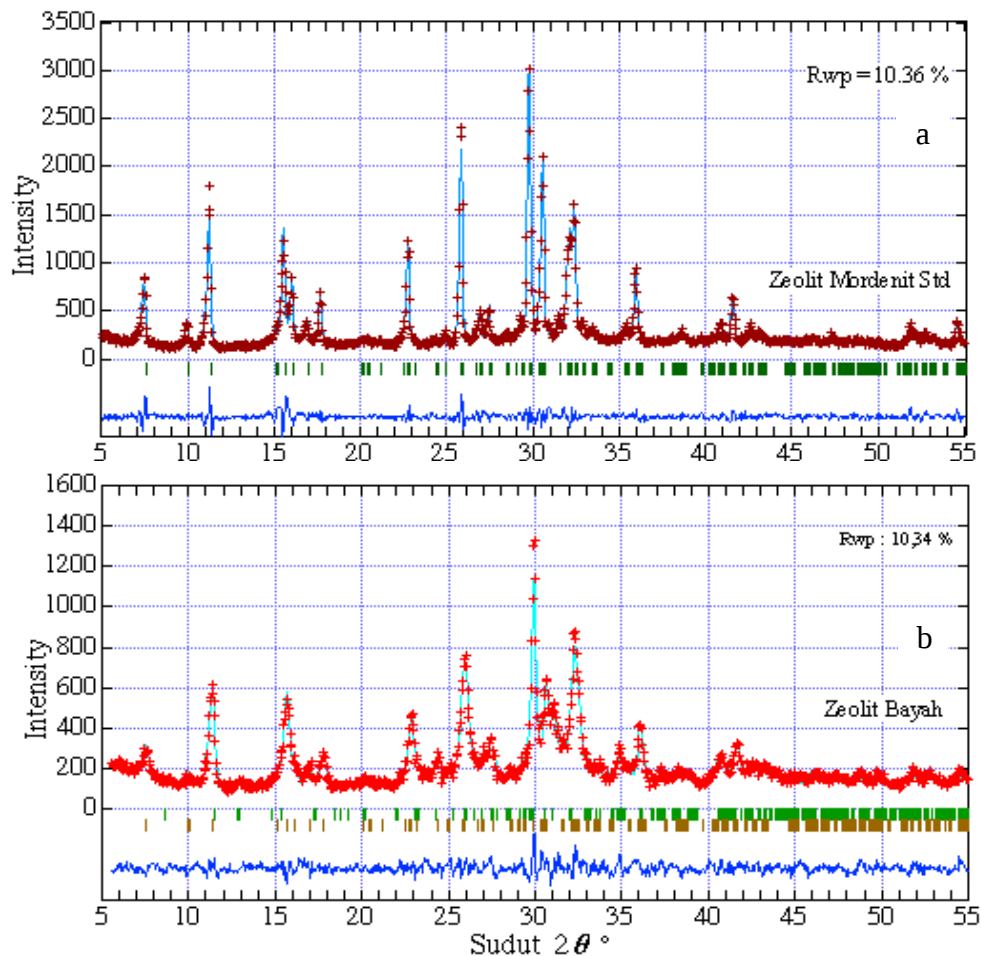
$Na_{5,63}Ca_{1,13}(Al_8Si_{40}O_{96}) \cdot 22H_2O$. Jumlah atom n dari kedua fasa zeolit tersebut adalah hasil dari perkalian *Wyckoff position* dengan faktor hunian (g) seperti yang terlihat data parameter struktur pada Tabel 3.

Untuk lebih meyakinkan dan kesempurnaan penelitian ini, pada tahap awal diukur data intensitas difraksi dari standar mordenit. Kondisi parameter operasi instrumen sama dengan cuplikan zeolit Bayah. Pengukuran standar mordenit ini bertujuan untuk membandingkan pola difraksi fasa mordenit dalam zeolit alam Bayah. Profil pola difraksi mordenit dan zeolit alam Bayah disajikan pada Gambar 1.

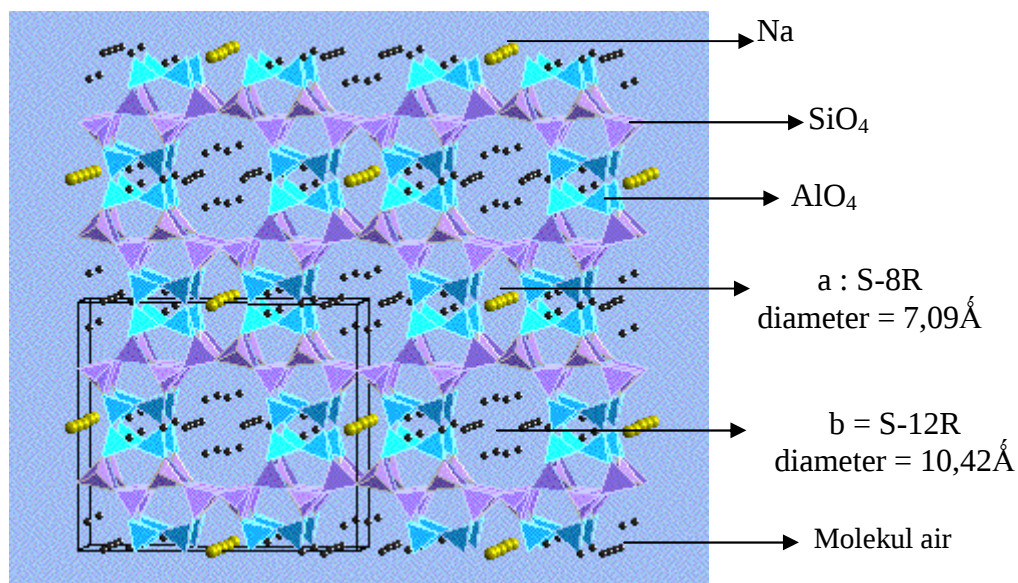
Berdasarkan asumsi tersebut hasil akhir penghalusan campuran fasa klinoptilolit dan mordenit pada bahan zeolit alam Bayah (telah dimurnikan) dan standar mordenit (Gambar 1). Bentuk profil pola difraksi pada skala $2\theta = 5^\circ - 55^\circ$ ini menggambarkan kecocokan atau kesesuaian (*fitting*) intensitas difraktogram berkas sinar-x antara pengamatan dengan perhitungan hasil penghalusan RIETAN. Tanda (+) adalah data hasil pengamatan, garis malar (—) adalah data perhitungan, garis vertikal (|) dan (|) dibawahnya adalah masing-masing posisi puncak dan indeks fasa (indeks Miller) klinoptilolit dan mordenit dan garis mendatar (—) dibawah garis vertikal adalah gambaran selisih pengamatan dengan perhitungan.

Hasil akhir penghalusan RIETAN fasa klinoptilolit bentuk poli kation K, Mg dan mordenit bentuk poli kation Ca, Na, terlihat bahwa puncak-puncak hasil perhitungan garis malar (—) mendekati kesesuaian dengan puncak-puncak hasil pengamatan marker (+), berarti bahwa proses penghalusan telah mendekati kesempurnaan yang telah memberikan nilai kesesuaian (*criteria-of-fit*), *goodness-of-fit*, S = 1,5904.

Profil pola difraksi zeolit Bayah dan standar MOR hasil penghalusan RIETAN



Gambar 1 : Profil pola difraksi zeolit alam hasil penghalusan RIETAN a) Zeolit mordenit standar dan b) Zeolit alam Bayah (sumber target Co-K α , λ = 1, 788965 Å)



Gambar 2. Struktur sangkar mordenit dalam ruang tiga dimensi hasil program *Crystal Maker* a) rongga pertama S-8R ditempati oleh logam alkali dan b) rongga kedua S-12R lebih besar ditempati oleh molekul air

Tiga puncak Bragg indeks Miller tunggal dengan intensitas cukup tinggi pada daerah skala sudut $2\theta = 5^\circ - 15^\circ$ yang dapat memberikan ciri yang nyata untuk membedakan milik fasa mordenit dan klinoptilolit, sedangkan di atas sudut $2\theta = 15^\circ$ memiliki puncak Bragg ganda yang lebar, indeks fasa (indeks Miller) ganda dan menumpuk, sehingga sulit teridentifikasi dan dengan *Background* yang tinggi. 3 (tiga) puncak Bragg milik fasa mordenit pada bidang (110) (020) dan (200) masing-masing terletak pada sudut $2\theta = 7,553^\circ$, $10,003^\circ$ dan $11,335^\circ$ yang berimpit dengan puncak Bragg milik fasa klinoptilolit terletak pada sudut $2\theta = 11,451^\circ$ bidang (020) dan 2 (dua) puncak Bragg milik fasa klinoptilolit terletak pada sudut $2\theta = 8,603^\circ$ bidang (110) dan puncak yang dapat membedakan dengan jelas antara fasa klinoptilolit dan mordenit terletak pada sudut $2\theta = 12,865^\circ$, bidang (200) milik fasa klinoptilolit.

Crystal Maker

Gambar 2 adalah bentuk struktur sangkar zeolit mordenit dalam ruang tiga dimensi (3D) hasil penghalusan (*refinement*) dengan RIETAN. Data parameter struktur : simetri grup ruang : $Cmcm$ (No. 63), sistim kristal : *Ortorombik*, parameter kisi : $a = 18.11$, $b = 20.53$, $c = 7.528 \text{ \AA}$, sudut antar sumbu : $\alpha = 90.0$, $\beta = 90.0$, $\gamma = 90.0^\circ$, koordinat atom Mordenit dalam unit sel [8, 11, 12] adalah sebagai data masukan untuk menggambar bentuk struktur sangkar dengan menggunakan program *Crystal Maker*. Pada gambar tersebut terlihat bahwa struktur sangkar mordenit mempunyai kelas SBU : 5-1 yang memiliki 2 (dua) rongga utama. Rongga pertama dibatasi 8 oksigen (S-8R), berdiameter $7,09 \text{ \AA}$, ditempati oleh logam alkali dan dan alkali tanah ($K > Ca > Fe > Mg > Na > Mn$), rongga ke dua lebih besar dibatasi 12 oksigen (S-12R), berdiameter $10,42 \text{ \AA}$, hanya ditempati oleh molekul air, seperti terlihat pada Gambar 2.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan:

1. Hasil akhir penghalusan dengan RIETAN memberikan tingkat reliabilitas Rwp sebesar 10,34% dan $S = \text{goodness-of-fit}$, $S = 1,5904$
2. Zeolit Bayah Desa Pasir Gombang Kecamatan Bayah Utara mengandung campuran 2 (dua) fasa yang didominasi oleh fasa mordenit yakni :
 - fasa mordenit bentuk poli kation Ca-Na dengan fraksi berat 66,87% dan komposisi rumus kimia adalah $Na_{5,63} Ca_{1,13} (Al_8 Si_{40} O_{96}) \cdot 22H_2O$.
 - fasa klinoptilolit bentuk poli kation K-Mg dengan fraksi berat 33,13% dan komposisi rumus kimia adalah : $K_{5,17} Mg_{0,16} (Al_6 Si_{30} O_{72}) \cdot 24H_2O$
3. Berdasarkan hasil penelitian ini dan dibandingkan dengan penelitian terdahulu, dikonfirmasi bahwa zeolit berasal dari daerah Kecamatan Bayah Kabupaten Lebak Propinsi Banten mengandung fasa zeolit dan fraksi berat berbeda pada setiap lokasi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada DR. Thamzil Las P2PLR yang telah membantu sepenuhnya dan menyediakan sampel zeolit Bayah murni. Penulis juga menyampaikan terima kasih kepada kepala P3IB, kepala Balai Spektrometer beserta kepala Kelompok, staf dan teknisi, ketua dan anggota KPTF dan semua pihak yang telah membantu dan memberikan dorongan hingga selesainya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Smith. J. V. 1988. Topochemistry of Zeolites and Related Material I, Topology and Geometry, *Chem. Rev.*, 88, 149-182

2. Dyer. A. 1988. An Introduction to Zeolite Molecular Sieve, John Wiley & Sons Ltd, Chchester
3. Breck. D. W. 1974. Zeolite Molecular Sieves. John Wiley Interscience., New York.
4. Thamzil Las, et al. 1993. Pemenfaatan Zeolit Untuk Pengolahan Limbah Radioaktif” Presentasi Ilmiah Hasil Studi Program Dockor (S-3), *Risalah Presentasi Ilmiah Badan Tenaga Atom Nasional*, Jakarta 7-9 Desember 1993, Hal. 525 – 547
5. Supandi, et al. 1998, “Analisis Struktur Zeolit Alam Bayah dengan Metode RIETAN, *Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi* (PPSM’98), PPSM-BATAN .
6. Izumi F. 1989. Rietveld Analysis System, RIETAN Part I. A Software Package for the Rietveld Analysis and Simulation of X-Ray and Neutron Diffraction Patterns, *Rigaku J-6*, No. 1, 10
7. Palmer, D. 1995. Crystal Maker Interactive Crystallography for Macintosh, Vrrsion 1-1 – User Manual, Lynxvale Ltd, 20 Trumpington Street, Cambridge, England.
8. Gramlich, V. 1971. PhD dissertation, ETH, Zurich.
9. Koyama, K. and Y.Takeuchi Z. 1977, *Kristallorg.* 145, 216-239.
10. Tsitsishvili G.V., et al. 1992, Natural Zeolit, Ellis Horwood Limited.
11. Meier W.M., 1961. The Crystal Structur of Mordenit (ptilolite), *Zeitschrift fur Kristallographie*, Bd. 115, S 439-449.
12. Alberti A., Davoli P., And Vezzalini. 1986. The Crystal Structur Refinement of a Natural Mordenit, *Zeitschrift Kristallographie* 175.
13. Las, T. 1989. Use of Natural Zeolite for Nuclear Waste Treatment, PhD *Thesis*, Dept. Applied Chemistry, University of Salford, England.