PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PENGEMBANAN KOH TERHADAP KARAKTER STRUKTUR, LUAS PERMUKAAN DAN KEBASAAN Na-ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMMAD ANSORI
NIM. 13630019

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PENGEMBANAN KOH TERHADAP KARAKTER STRUKTUR, LUAS PERMUKAAN DAN KEBASAAN Na-ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMMAD ANSORI
NIM. 13630019

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2019

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PENGEMBANAN KOH TERHADAP KARAKTER STRUKTUR, LUAS PERMUKAAN DAN KEBASAAN Na-ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMMAD ANSORI
NIM. 13630019

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 17 Desember 2019

Pembimbing I	Pembimbing II
Ahmad Ghanaim Fasha, M.Si	Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc
NIP. 19820616 200604 1 002	NIDT. 19851225 20160801 1 069

Mengetahui,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PENGEMBANAN KOH TERHADAP KARAKTER STRUKTUR, LUAS PERMUKAAN DAN KEBASAAN Na-ZEOLIT

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMMAD ANSORI
NIM. 13630019

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 17 Desember 2019

Penguji Utama	**: Himmatul Barroroh, M.Si** **NIP. 19750730 200312 2 001**	(.....)
Ketua Penguji	**: Vina Nurul Istighfarini, M.Si** **NIP. LB 63025**	(.....)
Sekretaris Penguji	**: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si** **NIP. 19820616 200604 1 002**	(.....)
Anggota Penguji	**: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc** **NIDT. 19851225 20160801 1 069**	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	: Muhammad Ansori
NIM	: 13630019
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Sains dan Teknologi
Judul Penelitian	: "Pengaruh Variasi Konsentrasi Pengembanan KOH terhadap Karakter Struktur, Luas Permukaan dan Kebasaan Na-Zeolit"

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkan sesuia peraturan yang berlaku.

Malang, 23 Desember 2019
Yang membuat pernyataan,

Muhammad Ansori
NIM. 13630019

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

MOTTO

"Orang yang hebat tidak dihasilkan melalui kemudahan, kesenangan, dan Kenyamanan. Mereka dibentuk dari kesukaran, Tantangan, dan Air Mata"

"Ini adalah sebuah karya kecil yang berisikan pelajaran tentang do'a, usaha, kesabaran, kesungguhan, keikhlasan, keberuntungan, dan keberhasilan"

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua saya, ayah dan ibuku tercinta, Bapak Su'em dan Ibu Ning Anik. Terimaksih atas doa yang selalu dipanjatkan untuk keselamatan diri, kelancaran urusan, dan keberhasilanku. Terimakasih atas dukungan dan nasehatnya untuk saya agar selalu yakin, semangat, percaya diri, dan berusaha untuk menjadi yang lebih baik. Terimakasih pula atas tetesan keringan yang telah Bapak dan ibu keluarkan demi kehidupan saya di masa lalu, sekarang, dan masa depan. Semoga diberkahi Allah. Kedua, teruntuk kakak saya tercinta, Ika Fitriya, terimakasih atas do'a, dukungan, dan nasehatnya. Teruntuk pula sahabat-sahabatku tercinta, terimakasih atas semangat, nasehat, do'a, canda tawa, dan kebersamaan selama perkuliahan, semoga persahabatan kita tak terbatas jarak maupun waktu.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil 'Alamin, puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq dan hidayah serta karunia-Nya tiada henti dan tiada batas kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PENGEMBANAN KOH TERHADAP KARAKTER STRUKTUR, LUAS PERMUKAAN DAN KEBASAAN Na-ZEOLIT**. Sholawat dan salam penulis mohonkan kepada Allah SWT supaya disampaikan kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu mengembangkan ajaran Islam di muka bumi dan memikirkan keselamatan umatnya bahkan sampai ajal menjemput. Semoga kita adalah orang-orang yang mendapat syafaatnya di akhirat nanti.

Skripsi ini dibuat untuk memenuhi salah satu syarat kelulusan yang ada di jurusan kimia. Selama proses penulisan skripsi ini penulis mendapat banyak bimbingan, nasihat, dan bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, izinkan penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua tercinta Bapak Su'em dan Ibu Ning Anik yang senantiasa memberikan perhatian, nasihat, do'a dan dukungan baik moril maupun materil, sehingga penelitian dan penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Ibu Nur Aini, M.Si, dan ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, nasihat, dan motivasi serta kesabarannya, sehingga penelitian dan penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen pembimbing yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, nasehat, dan motivasi, sehingga penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Ibu Vina Nurul Istighfarini M.Si selaku dosen konsultan yang selalu sabar untuk memberikan nasehat, sehingga penulisan naskah ini dapat terselesaikan.
5. Bapak Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc selaku Dosen Pembimbing Agama yang selelu sabar untuk memberikan bimbingan, nasehat, dan motivasi, , sehingga penulisan naskah ini terutama bagian integrasi sains dan islam dapat terselesaikan.
6. Ibu Himmatul Barroroh, M.Si selaku dosen penguji yang selalu sabar untuk memberikan nasehat, sehingga penulisan naskah ini dapat terselesaikan.
7. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Segenap dosen Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan sebagai dasar atau pedoman bagi penulis untuk menyelesaikan penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
9. Segenap Bapak dan Ibu Laboran Jurusan Kimia yang telah memberikan pelayanan selama proses penelitian.
10. Teman-teman yang telah memberikan semangat dan motivasi selama penelitian sampai penulisan naskah skripsi ini.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

11. Semua pihak yang berkontribusi dalam naskah skripsi ini yang penulis tidak mampu menyebutkan satu per satu.

Penyusunan skripsi ini masih sangat jauh dari kesempurnaan, Oleh karena itu, segalah kritik dan saran akan kami terima dengan lapang dada dan mohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penulisan. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah keilmuan kita. Demikian laporan hasil ini saya buat semoga dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Malang, 10 Oktober 2019

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**
HALAMAN PERSETUJUAN ..... **ii**
HALAMAN PENGESAHAN ..... **iii**
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN ..... **iv**
MOTTO ..... **v**
HALAMAN PERSEMBAHAN ..... **vi**
KATA PENGANTAR ..... **vii**
DAFTAR ISI ..... **x**
DAFTAR GAMBAR ..... **xii**
DAFTAR TABEL ..... **xiii**
DAFTAR LAMPIRAN ..... **xiv**
ABSTRAK ..... **xv**
ABSTRACT ..... **xvi**
الملخص ..... **xvii**

BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 7
1.3 Tujuan Penelitian 7
1.4 Batasan Masalah 7
1.5 Manfaat Penelitian 7

BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Karakteristik Zeolit Alam 8
2.2 Karakteristik Zeolit Alam Aktivasi 10
2.3 Karakteristik Pengembanan KOH pada Na-Zeolit 13
2.4 Uji Luas Permukaan Pengembanan KOH pada Na-Zeolit 17
2.5 Uji Kebasaan Pengembanan KOH pada Na-Zeolit 18
2.6 Metode Pengembanan KOH pada Na-Zeolit 20
2.7 Analisis dan Karakterisasi 22
2.7.1 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD) 22
2.7.2 Surface Area Analyzer (SAA) 24
2.7.3 CO2-TPD (*Temperature Progammed Desorption*) 25
2.8 Zeolit dalam Perspektif Alqur'an 26

BAB III METODE PENELITIAN
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan 29
3.2 Alat dan Bahan 29
3.2.1 Alat 29
3.2.2 Bahan 29
3.3 Tahapan Penelitian 30
3.4 Prosedur Kerja 30
3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam 30
3.4.2 Pengembanan KOH pada Na/Zeolit 30
3.4.3 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit 31

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5 Analisis Data.....32

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Indonesia 35
4.2 Pengembanan KOH pada Na-Zeolit 37
4.3 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit Menggunakan XRD.....38
4.4 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N_2 40
4.5 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit Menggunakan CO_2-TPD 43
4.6 Kajian Prespektif Islam terhadap Pengembanan KOH pada Na-Zeolit..45

BAB V PENETUP

5.1 Kesimpulan.....47
5.2 Saran.....47

DAFTAR PUSTAKA.....48
LAMPIRAN.....53

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 (a) Struktur Dasar Zeolit (b) Struktur Tiga Dimensi Zeolit (c) Bentuk Pori Zeolit 9
Gambar 2.2 Hasil *refinement* zeolit teraktivasi dari Bandung 10
Gambar 2.3 Difraktogram zeolit alam dan zeolit aktivasi NaCl 12
Gambar 2.4 Ilustrasi Pertukaran Ion dengan Zeolit 13
Gambar 2.5 Kerangka zeolit asam Bronsted dan asam Lewis 13
Gambar 2.6 Pola XRD zeolit alam 15
Gambar 2.7 Pola XRD zeolit modifikasi dengan KOH 15
Gambar 2.8 Reaksi Zeolit teraktivasi yang diimpregnasi dengan KOH dan dikalsinasi..... 16
Gambar 2.9 Proses kavitasi sonokimia 21
Gambar 2.10 Difraksi sinar-X pada kisi kristal 23
Gambar 2.11 Kurva dari Plot BET..... 25
Gambar 4.1 (a) zeolit sebelum aktivasi, (b) zeolit sesudah aktivasi 35
Gambar 4.2 Ilustrasi reaksi zeolit alam diaktivasi menggunakan NaCl 36
Gambar 4.3 Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar X pada zeolit alam teraktivasi 36
Gambar 4.4 Hasil pengembanan (a) Na-zeolit, (b) KOH 10%/ Na-zeolit (c) KOH 20%/Na-zeolit 37
Gambar 4.5 Ilustrasi reaksi antara Na-zeolit yang ditambahkan dengan KOH..... 38
Gambar 4.6 Hasil karakterisasi pengembanan KOH 10% dan 20% pada Na-Zeolit..... 39
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi pengembanan KOH 10% dan 20% pada Na-Zeolit menggunakan XRD posisi $2\theta = 25 - 30$..... 40
Gambar 4.8 Penentuan luas permukaan menggunakan metode BET (a) zeolit teraktivasi NaCl, (b) KOH 10%/Na-Zeolit, (c) KOH 20%/Na-Zeolit..... 41
Gambar 4.9 Hasil Karakterisasi pengembanan KOH 10% dan 20% pada Na-Zeolit Mengunakan CO_2-TPD..... 43

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Tabel karakterisasi luas permukaan, total volume pori dan diameter pori dari zeolit alam dan zeolit modifikasi NaCl	12
Tabel. 2.2	Karakterisasi luas permukaan katalis zeolit mordenit dan zeolit mordenit/KOH	17
Tabel 2.3	Karakterisasi kebasaan katalis zeolit mordenit dan zeolit mordenit/KOH	19
Tabel 4.1	Nilai total kebasaan material hasil sintesis	44

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir 53
Lampiran 2. Perhitungan 55
Lampiran 3. Hasil Refinement Zeolit Teraktivasi Na 56
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD 57
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-desorpsi N_2 61
Lampiran 6. Penentuan Luas Permukaan Menggunakan Metode BET 64
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Mengunakan CO_2-TPD 67

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Ansori, Muhammad. 2019. **Pengaruh Variasi Konsentrasi Pengembanan KOH Terhadap Karakter Struktur, Luas Permukaan, dan Kebasaan Na-Zeolit.** Pembimbing I: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si., Pembimbing II: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc., Konsultan: Vina Nurul Istighfarini, M. Si.

Kata Kunci: Zeolit, Kalium Hidroksida, Sonikasi

Zeolit merupakan salah satu material alam yang dapat dimanfatkan sebagai penyaring molekular, penyerap bahan/adsorben, dan katalisator. Akan tetapi perlu adanya aktivasi untuk meningkatkan aktifitas dari zeolit alam. Zeolit alam diaktivasi menggunakan larutan NaCl 2 M dan kalsinasi pada suhu 450 ˚C selama 3 jam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perubahan karakter, luas permukaan dan kebasaan dari pengaruh variasi pengembanan KOH 10% dan 20% pada zeolit teraktivasi NaCl. Pengembanan KOH 10% dan 20% pada zeolit teraktivasi NaCl telah berhasil disintesis menggunkan metode sonikasi. Material hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen *X-ray Diffraction* (XRD), adsorpsi-desorpsi N_2, dan *Temperature Progammed Desorption* (CO_2-TPD). Pengembanan KOH pada zeolit teraktivasi teridentifikasi adanya perubahan karakter dengan munculnya fasa KCl berdasarkan karakterisasi menggunakan XRD. Pengukuran luas permukaan menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 didapatkan luas permukaan semakin turun berturut-turut sebesar 44,6 m^2/g; 9,727 m^2/g; 5,432 m^2/g. Adanya penambahan KOH pada zeolit teraktivasi NaCl dapat menyebabkan penurunan nilai total kebasaan berdasarkan analisis menggunakan CO_2-TPD.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Ansori, Muhammad. 2019. **Effect of Variation Concentration on KOH Support on Structure Characteristics, Surface Area, and Na-Zeolite Basicity.** Advisor I: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si, Advisor II: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc., Consultant: Vina Nurul Istighfarini, M. Si.

Keywords: Zeolite, Potassium Hydroxide, Sonication

Zeolite is one of the natural materials that can be utilized as a molecular filter, absorbent / adsorbent, and catalyst. However, there is a need for activation to increase the activity of natural zeolites. Natural zeolite was activated using 2 M NaCl solution and calcined at 450 ˚C for 3 hours. This study aims to determine the change in character, surface area and basicity of the influence of variations in KOH development of 10% and 20% on zeolite activated NaCl. The development of 10% and 20% KOH in NaCl-activated zeolite was successfully synthesized using the sonication method. The synthesized material is then characterized using the X-ray Diffraction (XRD) instrument, N_2 adsorption, and Temperature Progammed Desorption (CO_2-TPD). The development of KOH on activated zeolite was identified by character changes with the appearance of the KCl phase based on characterization using XRD. Measurement of surface area using N_2 adsorption obtained surface area decreases by 44.6 m^2/g; 9,727 m^2/g; 5,432 m^2/g. The addition of KOH in NaCl-activated zeolite can cause a decrease in the value of total alkalinity based on analysis using CO_2-TPD.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

الملخص

أنصاري ، محمد. ٢٠١٩. **تأثير التباين على تركيز تطوير KOH على الشخصية الإنشائية والمساحة السطحية والبنية الأساسية للزيوليت**. المستشار الأول: أحمد غنائم فشا، ماجستير . مستشار الثاني: أحمد حنفي ، ماجستير ، ماجستير. استشاري: فينا نورالإ ستغفار ينى ، ماجستير.

الكلمات المفتاحية: الزيوليت ، هيدروكسيد البوتاسيوم ، صنيكاسي

الزيوليت هو أحد المواد الطبيعية التي يمكن استخدامها كمرشح جزيئي ، مادة ماصة / ممتصة ، ومحفز. ومع ذلك ، هناك حاجة لتفعيل لزيادة نشاط الزيوليت الطبيعي. تم تنشيط الزيوليت الطبيعي باستخدام محلول كلوريد الصوديوم المولى ٢ وتم تحميصه عند درجة حرارة ٤٥٠ مئوية لمدة ٣ ساعات. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد التغير في الشخصية والمساحة السطحية وأساس تأثير الاختلافات في تطوير KOH من ١٠ ٪ و ٢٠ ٪ على كلوريد الصوديوم تنشيط الزيوليت. تم تطوير ١٠ ٪ و ٢٠ ٪ KOHفي الزيوليت تفعيل كلوريد الصوديوم بنجاح باستخدام طريقة صوتنة. بعد ذلك ، يتم تمييز المواد المركبة باستخدام أدوات حيود الأشعة السينية (XRD)، وامتصاص N_2 ، وامتصاص درجة حرارة البرنامج .(CO_2-TPD) حدد تطور KOH على الزيوليت المنشط تغييرا في الشخصية مع ظهور مرحلة KCl بناء على التوصيف باستخدام .XRD ينخفض قياس مساحة السطح باستخدام امتصاص N_2 من المساحة السطحية التي تم الحصول عليها بنسبة ٤٤,٦ مربع / جم ؛ ٩,٧٢٢ متر مربع / جم ؛٥,٤٣٢ متر مربع / جم. يمكن أن تسبب إضافة KOH في الزيوليت الذي يتم تنشيط كلوريد الصوديوم فيه انخفاضًا في قيمة القلوية الكلية بناءً على التحليل باستخدام.CO_2-TPD

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia adalah negara yang terkenal akan sumber daya alamnya, dilihat dari kondisi geografisnya yang terdiri dari pegunungan yang banyak mengandung mineral – mineral. Salah satu mineral yang memiliki banyak kegunaan adalah zeolit. Daerah yang menjadi deposit zeolit diantaranya adalah Cipatujah, Bayah, Wonosari, di Yogyakarta, dan Malang serta Bandung (Muhamad, 1995). Dalam alquran surat al-Baqarah ayat 29 Allah SWT berfirman:

هُوَ الَّذِي خَلَقَ لَكُم مَّا فِي الأَرْضِ جَمِيعاً ثُمَّ اسْتَوَى إِلَى السَّمَاء فَسَوَّاهُنَّ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ وَهُوَ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ

"Dia-lah Allah yang menjadikan segala yang ada di bumi untuk kamu dan dia berkehendak (menciptakan) langit, lalu dijadikanya-Nya tujuh langit. Dan Dia Maha Mengetahui segala sesuatu" (Al-Baqarah: 29)

Al Qorni dalam tafsir Al Muyassar (2007) menafsirkan bahwa Allah yang Esa, Dialah yang telah menciptakan demi kalian segala apa yang ada di bumi dari segala macam nikmat yang kalian mengambil manfaat dengannya. Kemudian Allah juga berkehendak untuk menyempurnakan langit menjadi tujuh lapis dan Dia maha mengetahui atas segala sesuatu dan ilmu-Nya Subhanahu Wata'ala meliputi segala apa yang Dia ciptakan.

Asy Syaukani dalam tafsir Fathul Qodir (2008) mengatakan makna خَلَقَ لَكُم adalah: Dia menciptakan demi kalian, Allah Ta'ala menciptakan untuk kita segala

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

apa yang ada di bumi, termasuk di dalamnya barang-barang tambang, begitu pula cairan-cairan bumi dan semua hal sebagaimananya memerankan sebagai bumi.

Surat Al-Baqarah ayat 29 di atas menjelaskan bahwa Allah menciptakan bumi dan isinya adalah untuk manusia. Manusia dapat mengambil manfaat dari apa yang sudah Allah ciptakan. Salah satunya adalah pemanfaatan mineral alam zeolit. Zeolit adalah mineral yang terdiri dari kristal aluminasilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi. Ion-ion logam tersebut dapat diganti dengan kation lain tanpa merusak struktur zeolit, dan dapat menyerap air secara reversibel. Melihat struktur zeolit yang berongga, zeolit dapat dimanfaatkan sebagai peyaring molekular, penyerap bahan/adsorben, dan katalisator.

Melihat fakta tersebut, maka zeolit perlu dikembangkan dengan meningkatkan daya gunanya melalui peningkatan kereaktifannya dan keselektifannya, salah satunya dengan modifikasi zeolit. Modifikasi zeolit bertujuan untuk mengubah atau menyeragamkan kation penyeimbang, memperluas permukaan zeolit dan meningkatkan rasio Si/Al. Beberapa teknik modifikasi yang sering dilakukan antara lain proses dehidrasi, aktivasi, pertukaran ion, dealuminasi, dan kalsinasi (Ishizaki, 1998).

Daya kerja zeolit alam sebagai katalisator dapat diperbesar dengan mengaktifkan zeolit terlebih dahulu (Sutarti dan Rahmawati, 1994) salah satunya dengan aktivasi. Aktivasi bertujuan untuk menghilangkan pengotor serta memperluas permukaan dari zeolit alam. Aktivasi zeolit alam secara kimia dapat dilakukan dengan perendaman larutan asam kuat (HCl) dan basa kuat (NaOH)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

serta larutan garam seperti NaCl untuk menghilangkan kation alkali atau alkali tanah yang terdapat dalam rongga zeolit (Kartika dan Widyaningsih, 2012).

Burris dan Juenger (2015) melakukan penghilangan pengotor zeolit alam menggunakan HCl 0,01 M; 0,5 M; dan 1 M, diperoleh hasil maksimal pada HCl 0,5 M yang mana luas permukaan zeolit alam menjadi meningkat. Ola PD, dkk., (2013) melakukan aktivasi zeolit alam menggunakan HCl dan NaCl didapatkan luas permukaan dari zeolit alam diaktivasi HCl 26,902 m^2/g, sedangkan aktivasi dengan NaCl 26,721 m^2/g. Hal ini menunjukkan bahwa aktivasi zeolit alam menggunakan NaCl dapat dilakukan. Zeolit alam yang diaktivasi menggunakan NaCl tidak mengubah struktur dari zeolit dan luas permukaan secara signifikan meningkat (Lin lin, dkk., 2013).

Pemanfaatan zeolit sebagai katalis heterogen biasanya digunakan untuk reaksi eseterifikasi maupun reaksi transesterifikasi pada pembuatan biodesel. Reaksi eseterifikasi biasa menggunakan katalis heterogen berkarakter asam kuat, sedangkan reaksi transesterifikasi katalis yang digunakan adalah katalis heterogen basa (Guarieiro, 2005). Corro, dkk (2013) menjelaskan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa 4000 kali lebih cepat dibanding katalis asam. Katalis basa heterogen dapat dibuat dengan memodifikasi zeolit alam dengan impregnasi larutan basa (NaOH/KOH) untuk menempelkan sisi aktif basa pada permukaan dan pori zeolit (Noiroj dkk., 2009).

Kusuma, dkk., (2012) melakukan penelitian pembuatan biodesel menggunakan katalis KOH/zeolit alam pacitan dengan konsentrasi 100/100 g didapatkan yield biodesel 95,09%. Intarapong, dkk (2013) melakukan transesterifikasi minyak sawit dalam penggunaan katalis heterogen

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KOH/mordenit dihasilkan produk maksimum sebesar 96,7 % dengan mengimpregnasi 20% *wt* KOH pada zeolit tanpa kalsinasi. Dianursanti dkk., (2017) dengan menggunakan katalis 1,5 M KOH/zeolit pada pembuatan biodisel melalui reaksi transesterifikasi dihasilkan yield biodesel 88,13% yang sebelumnya aktivasi zeolit dengan HCl. Produk yang dihasilkan ini karena sisi aktif pada zeolit masih banyak dan diperkuat dengan kebasaan dari K_2O. K_2O merupakan senyawa basa yang memiliki aktivitas katalitik yang tinggi sehingga memiliki peran penting dalam proses transesterifikasi dalam pembuatan biodesel (Kusuma, dkk., 2012).

Sulton, (2018) melakukan penelitian pembuatan biodesel melalui reaksi transesterifikasi dengan katalis KOH/zeolit yang sebelumnya diaktivasi HCl 6 M, variasi KOH 10, 20, 30% dari berat zeolit, dilaporkan dari hasil XRD modifikasi katalis bahwa pada penambahan KOH 10% dan 20% tidak adanya puncak K_2O dan tidak dihasilkan yield biodesel. Puncak K_2O baru muncul pada penambahan KOH 30% dan dihasilkan yield biodesel 82,71% pada waktu reaksi 2 jam. Umam, (2018) juga melakukan penelitian pembuatan bidesel melalui reaksi trasesterifikasi dengan memanfaatkan katalis KOH/zeolit teraktivasi HCl 6 M, impregnasi 50% KOH dari hasil XRD masih belum bisa dipastikan adanya senyawa K_2O dan hasil yield biodesel maksimum 85 % pada waktu reaksi 7 jam akan tetapi hasil biodesel masih terdapat senyawa asam.

Hal ini dapat disebabkan karena kurangnya sifat kebasaan katalis KOH/zeolit teraktivasi HCl, kurangnya sifat kebasaan katalis kemungkinan dipengaruhi oleh zeolit yang diaktivasi HCl. Zeolit yang diaktivasi dengan larutan asam seperti HCl yang disertakan pemanasan, maka pada permukaan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

zeolit akan terdapat ion H^+ yang membentuk gugus hidroksil dengan atom oksigen. Secara katalitik ion H^+ ini akan berfungsi sebagai pusat aktif dan sering disebut inti asam yang berhubungan dengan atom-atom aluminium tetrahedral (Pranjoto, 2010). Struktur yang dihasilkan adalah asam Bronsted. Pada dasarnya zeolit mempunyai dua jenis keasaman, yaitu asam Bronsted dan asam Lewis. Keasaman Bronsted dapat diubah menjadi keasaman Lewis dengan memanaskan zeolit pada suhu yang tinggi dan zeolit yang dihasilkan akan bersifat asam, meskipun memiliki aktivitas yang tinggi akan tetapi sebagai pengemban tidak menjukkan selektifitas yang signifikan dalam reaksinya (Satterfied, 1980).

Pada penelitian ini, peneliti mensintesis katalis KOH/zeolit, akan tetapi sebelum KOH diembankan pada zeolit, zeolit diaktivasi terlebih dahulu dengan larutan garam NaCl. Hal ini dilakukan supaya zeolit yang dihasilkan mempunyai karakter netral dan ketika ditambahkan KOH, sifat kebasaannya akan lebih meningkat. Kusuma, dkk (2012) menjelaskan bahwa pertukaran ion pada zeolit yang menggunakan logam yang lebih elektropositif akan menghasilkan sifat yang lebih basa. Susilowati (2006) dengan menggunakan katalis H-zeolit tanpa impregnasi KOH menghasilkan yield biodesel 1,7% pada waktu reaksi 50 menit. Berbeda dengan Harjanti (2008), yield biodesel yang dihasilkan lebih besar yaitu 73% pada waktu reaksi 60 menit karena Harjanti menggunakan katalis Na-zeolit.

Metode yang digunakan untuk mengembankan katalis ke dalam pengemban terdapat beberapa metode diantaranya yaitu impregnasi basa (Ghasemi, dkk., 2014; Kusuma, dkk., 2012; Intarapong, dkk., 2013), hidrotermal (Wang, dkk., 2016; Tsurenko, dkk., 2012), dan sonikasi (Rakmae, dkk., 2016, Sulton, 2018, Umam, 2018 dan Satatariksa, 2018). Penelitian ini menggunakan metode sonikasi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Hal ini dikarenakan metode sonikasi dapat menghasilkan material dengan distribusi ukuran yang seragam, *surface area* yang tinggi dan waktu reaksi yang cepat serta meningkatkan kemurnian fasa (Bang dan Suslick, 2010). Regnant, (2018) melakukan pengembanan KOH pada γ-Al_2O_3 (b/b) 1:4 yang digunakan untuk reaksi transesterifikasi, dengan variasi metode dihasilkan yield biodesel pada metode impregnasi basa 77,81%, hidrotermal 77,21% dan sonikasi 80,49%.

Sulton, (2018) dan Umam, (2018) juga melakukan pengembanan katalis dengan metode sonikasi, akan tetapi hasil dari yield biodesel tidak begitu banyak. Hal ini dapat disebabakan ketika proses penyaringan pada saat memisahkan larutan KOH dengan zeolit, kemungkinan kation K^+ yang terdapat pada zeolit ikut terbawa pelarut. Berbeda dengan Regnant, ketika proses pemisahan KOH dengan γ-Al_2O_3 adalah dengan cara menguapkan dengan pemanasan. Selain berfungsi untuk menguapkan larutan, pemanasan zeolit termodifikasi juga berfungsi untuk mengikat inti aktif katalis basa menjadi kuat dan tidak lepas (Xie, dkk., 2006).

Berdasarkan penelitian sebelumnya yang telah diuraikan, belum dilampirkan secara komprehensif terkait perubahan struktur, luas permukaan dan kebasaan dari katalis heterogen yang digunakan. Oleh karena itu, peneliti melakukan penelitian pembuatan material katalis heterogen berupa zeolit yang diaktivasi dengan NaCl kemudian diimpregnasi pada larutan KOH dengan variasi 10, 20 %wt dengan metode sonikasi untuk mengetahui karakter struktur, luas permukaan dan kebasaan atau jumlah situs basa di dalam katalis. Luas permukaan dan sifat kebasaan merupakan sifat yang penting dalam aplikasi katalis. Dengan menggunakan instrumentasi adsorpsi-desorpsi N_2 dan CO_2-TPD (*Temperature*

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Progammed Desorption) untuk mengetahui luas permukaan dan situs kebasaan katalis.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana perubahan karakter struktur, luas permukaan dan kebasaan dari pengaruh variasi konsentrasi KOH 10% dan 20% wt yang diembankan pada zeolit teraktivasi NaCl?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui perubahan karakter struktur, luas permukaan dan kebasaan dari pengaruh variasi konsentrasi KOH 10% dan 20% wt yang diembankan pada zeolit teraktivasi NaCl

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Zeolit alam yang digunakan merupakan zeolit alam mordenit teraktivasi NaCl.
2. Penambahan konsentrasi KOH sebesar 10% dan 20% dari berat zeolit.
3. Metode yang digunakan adalah sonikasi

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi mengenai karakter perubahan struktur, luas permukaan dan kebasaan dari pengaruh variasi konsentrasi KOH 10% dan 20% wt yang diembankan pada zeolit teraktivasi NaCl

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Zeolit Alam

Zeolit pertama kali ditemukan oleh Cronsted, ahli mineralogi Swedia pada tahun 1756 nama zeolit berasal dari bahasa Yunani yaitu "zein" yang berarti mendidih dan "lithos" berarti batuan. Hal ini berdasarkan sifat zeolit yang mendidih atau mengembang bila dipanaskan. Zeolit dikenal mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral $[SiO_4]^{4-}$ dan unit tetrahedron $[AlO_4]^{5-}$ yang saling berikatan melalui atom oksigen, dengan membentuk pori-pori berukuran antara 2 sampai 8 Å (Breck, 1974; Chetam, 1992; Scot et al., 2003; Tsitsishvili, 1992).

Secara umum zeolit dibedakan menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit sintetis dibuat dengan bahan utama silika dan alumina yang terdapat dalam bentuk aktif sedangkan, zeolit alam terbentuk dari reaksi antara batuan tufa asam berbutir halus dan bersifat riolitis dengan air pori atau air meteorik (Tsitsishvili, 1992). Terdapat kurang lebih 40 jenis mineral zeolit diantaranya klinoptilolit, kabasit, pilipsit, skolesit, analsit, dan mordenit (Wang dan Yuelian, 2010) yang dapat ditemukan melimpah, salah satunya di Indonesia. Zeolit alam yang ada di Indonesia diketahui 60-70 % merupakan jenis mordenit dan sisanya klinoptilolit (Trisunaryanti, dkk., 2005). Zeolit alam dirumuskan secara empiris sebagai berikut (Laili, 2002):

$$\mathbf{[M_{x/n}(AlO_2)_x\ (SiO_2)_y]\ _zH_2O}$$

$M_{x/n}$: kation bermuatan n yang dapat dipertukarkan

[ ] : kerangka aluminosilika

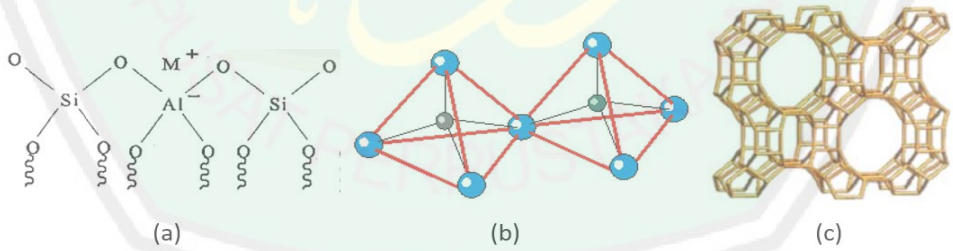
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

x : jumlah AlO_2

y : jumlah SiO_2, y > x

z : jumlah H_2O

Sebagai produk alam, zeolit alam diketahui memiliki komposisi yang sangat bervariasi, namum komponen utamanya adalah silika dan alumina. Disamping komponen ini zeolit juga mengandung berbagai unsur minor, antara lain Na, K, Ca (Bogdanov, dkk. 2009), Mg dan Fe (Akimkhan, 2012). Unsur minor tersebut terletak di luar tetrahedral dalam bentuk kation dan bergerak bebas dalam rongga-rongga zeolit, sehingga dapat dipertukarkan dengan kation lain (Tsitsishivili dan Andronikashvili, 1992). Struktur zeolit yang berongga (Gambar 2.1) dengan kation (M^+) di dalamnya yang mudah sekali lepas, membuat zeolit mampu menyerap senyawa kimia tertentu, mampu menyaring partikel ukuran halus dan mampu melakukan pertukaran ion serta mampu bertindak sebagai katalisator (Hartini, 2011):

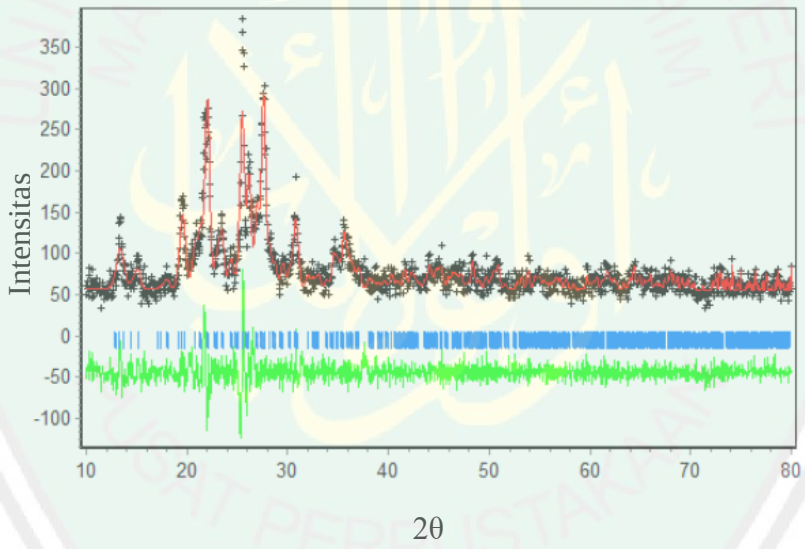


Gambar 2.1 (a) Struktur Dasar Zeolit (b) Struktur Tiga Dimensi Zeolit (Hutomo, 2012) (c) Bentuk Pori Zeolit (Riyanto, 2007)

Zeolit alam yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari Bandung, Jawa Barat. Gambar 2.2 merupakan hasil *refinement* struktur zeolit alam Bandung

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

teraktivasi HCl menggunakan progam Rietica dengan metode *le bail* Gambar 2.2 (Chasanah, 2017). Menunjukkan bahwa zeolit teraktivasi dari Bandung termasuk jenis zeolit mordenit, karena memiliki karakter struktur dengan puncak-puncak yang khas pada sudut 2θ utama yaitu 13,44; 21,85; 22,19; 25,58; 26,19; dan 27,61°. Nilai 2θ tersebut memiliki kesesuaian dengan standart mordenit pada 2θ = 13,45; 22,20; 25,6; 26,25 dan 27,6° (IZA *structure*). Keberhasilan proses refinement zeolit ditunjukkan dengan parameter nilai Rp (faktor profil) dan Rwp (faktor profil terbobot) dengan nilai Rwp < 20%. Hal ini menunjukkan bahwa zeolit teraktivasi dari Bandung memiliki topologi mordenit.



Gambar 2.2 Hasil *refinement* zeolit teraktivasi dari Bandung (Chasanah, 2017)

2.2 Karakteristik Zeolit Alam Aktivasi

Aktivasi merupakan salah satu metode yang digunakan untuk meningkatkan aktivitas dari zeolit, dengan tujuan memperbesar kemampuan zeolit sebagai adsorben, pertukaran ion ataupun katalis. Jenis aktivasi pada zeolit ada dua yaitu, aktivasi fisika dan aktivasi kimia. Aktivasi fisika dilakukan dengan pengecilan

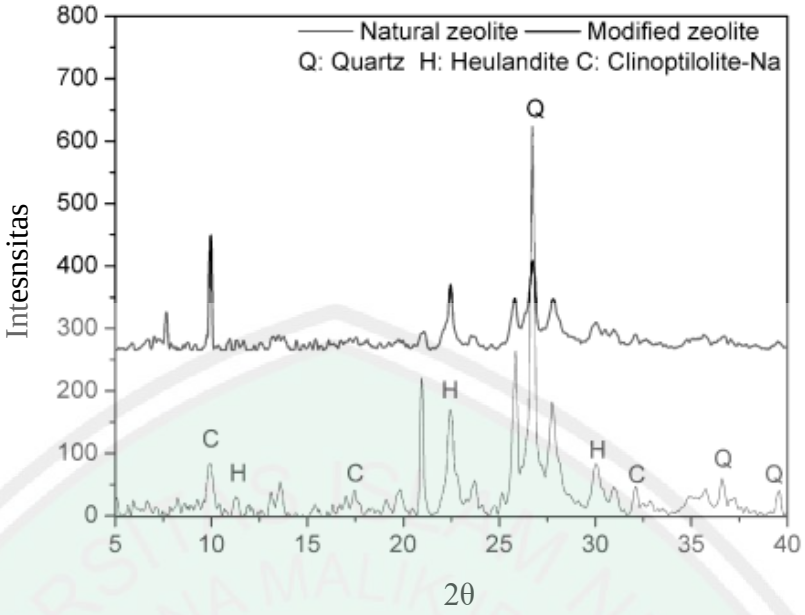
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ukuran butir melalui pengayakan, aktivasi fisik juga dapat melalui pemanasan pada suhu 300 sampai 400 ºC untuk melepaskan molekul-molekul air. Aktivasi kimia dilakukan dengan beberapa cara seperti penambahan asam atau basa kuat dan pertukaran ion.

Aktivasi kimia melalui penambaham asam atau basa kuat bertujuan untuk membersihkan permukaan pori dengan menghilangkan pengotor anorganik. Burris dan Juenger (2015) melakukan penghilangan pengotor zeolit alam menggunakan HCl 0,01 M; 0,5 M; dan 1 M, diperoleh hasil maksimal pada penggunan HCl 0,5 M dengan luas permukaan meningkat. Ngapa, (2017) meneliti tentang kajian pengaruh asam-basa pada aktivasi zeolit sebagai absorben pewarna biru metilen, dihasilkan kapasitas adsorpsi pada zeolit alam aktivasi HCl 18,385 mg/g dan zeolit aktivasi NaOH 19,988 mg/g dengan kosentrasi yang sama 3 M. Hal ini karena perlakuan dengan basa (NaOH) akan menghasilkan pembentukan senyawa silikat sehingga permukaan zeolit akan berubah menjadi negatif.

Ola PD, dkk., (2013) melakukan aktivasi zeolit alam menggunakan HCl dan NaCl didapatkan luas permukaan dari zeolit diaktivasi HCl 26,902 m^2/g, sedangkan aktivasi dengan NaCl 26,721 m^2/g. Hal ini menunjukkan bahwa aktivasi zeolit dengan garam NaCl bisa dilakukan. Lin lin, dkk, 2013 memodifikasi zeolit alam klinoptilolit dari Jinyu, China dengan aktivasi NaCl tidak merubah struktur dari zeolit (Gambar 2.3). Logam Na meningkat 192% sementara kandungan Ca, Mg dan K menurun sebesar 78%, 60%, dan 26% setelah modifikasi NaCl. Permukaan zeolit yang dimodifikasi dengan NaCl lebih kasar dan lebih teratur serta luas permukaan secara signifikan meningkat (Tabel 1.1).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



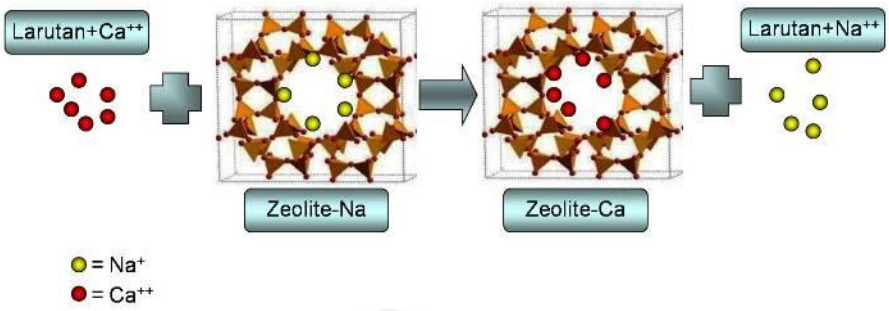
Gambar 2.3 Difraktogram zeolit alam dan zeolit aktivasi NaCl (Linlin, dkk, 2013)

Tabel 2.1 Tabel karakterisasi luas permukaan, total volume pori dan diameter pori dari zeolit alam dan zeolit modifikasi NaCl

Unit		Zeolit	
		Alam	Modifikasi
BET Luas permukaan	m^2/g	14,33	60,83
Total Volume Pori	cm^3/g	0,044	0,065
Diameter pori-pori	Nm	16,19	29,24

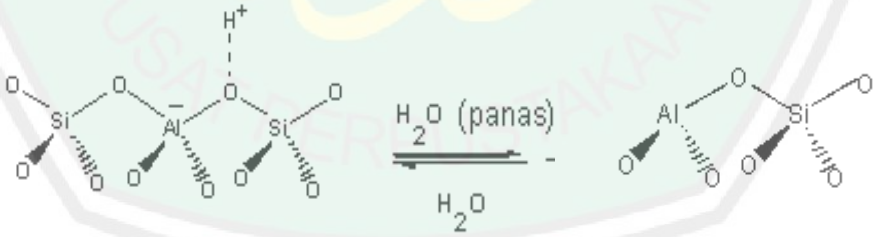
Proses aktivasi kimia dengan cara pertukaran ion, sering digunakan dikarenakan metode ini sangat sederhana dan tidak menghasilkan limbah buangan padat. Pertukaran kation dipengaruhi oleh jenis dan konsentrasi yang dijadikan larutan kation. Mekanisme pertukaran ion pada zeolit dimulai dengan absorpsi kation-kation pada zeolit seperti diilustrasikan pada Gambar 2.4. Kemudian kation tersebut berinteraksi secara kimia dengan sisi aktif pada permukaan zeolit. Oleh sebab itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai pengemban dan sekaligus sebagai katalisator.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.4 Ilustrasi Pertukaran Ion dengan Zeolit (Isizaki, 1998)

Situs asam pada zeolit disebabkan adanya situs asam Bronsted dan asam Lewis yang terdapat pada struktur kristalnya. Asam Bronsted yaitu spesies yang dapat memberikan proton H^+, ketika AlO_4^- mengikat proton maka akan timbul suatu asam Bronsted. Proton ini menempel pada atom-atom oksigen *framework* yang berikatan dengan atom-atom silikon dan alumunium. Asam Lewis adalah spesies yang yang dapat menerima sepasang elektron bebas yang dikombinasikan dengan zat kedua yang mempunyai sepasang elektron bebas. Keasaman Bronsted dapat diubah menjadi keasaman Lewis dengan memanaskan pada suhu tinggi (Bhatia, 2000)



Gambar 2.5 Kerangka zeolit asam Bronsted dan asam Lewis (Sierka and Sauer, 2001)

2.3 Karakteristik Pengembanan KOH pada Na-Zeolit

Zeolit dapat digunakan sebagai penyangga katalis untuk reaksi katalitik. Sebagai penyangga katalis, zeolit bekerja dengan memperluas permukaan

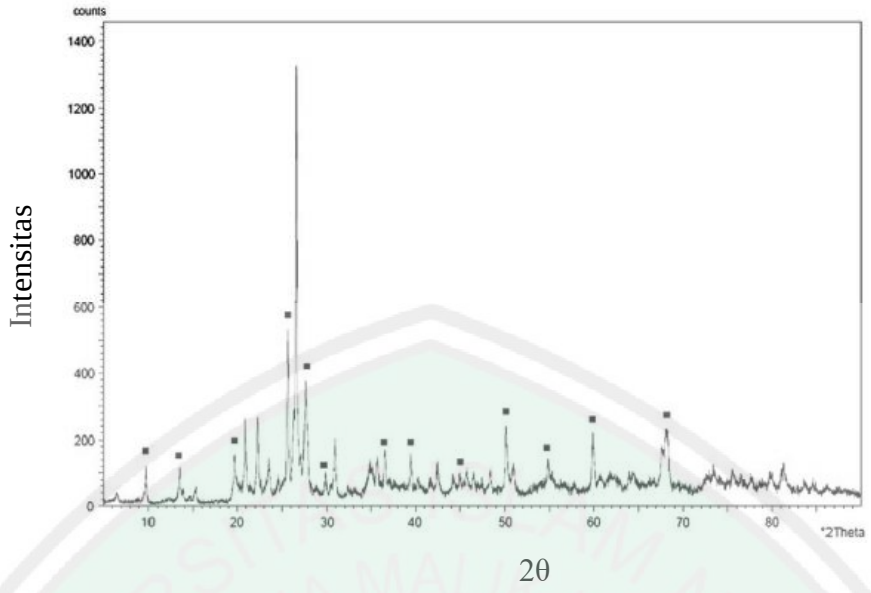
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

komponen inti aktif (asam, basa, atau logam) ke seluruh permukaan zeolit. Komponen inti aktif dapat ditempelkan ke dalam suatu bahan penyangga berpori seperti zeolit. Tujuan penempelan ini adalah untuk memperluas (memperbanyak) inti aktif (*active sites*) dan terdispersi secara merata keseluruh permukaan penyannga (Utomo, 2011).

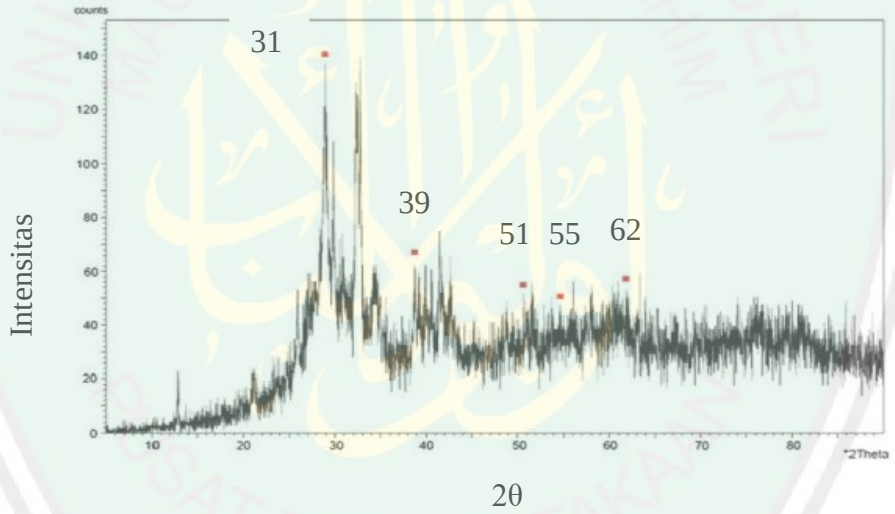
Banyak penelitian telah melaporkan zeolit yang diimpregnasikan dengan KOH efektif digunakan sebagai katalis pembuatan biodesel. Diantaranya Noiroj, dkk. (2009) melaporkan impregnasi KOH 25 *wt*% pada Al_2O_3 dan dikalsinasi 500 °C selama 3 jam, efektif digunakan dalam pembuatan biodesel. Reaksi transesterifikasi ini dilakukan pada suhu 60 °C dengan rasio molar matanol: minyak 15:1 didapatkan konversibiodesel 90,07%. Intarapong, dkk. (2013) telah mengimpregnasi KOH pada zeolit mordenit Thailand dan dikalsinasi pada 400 °C. Reaksi dilakukan pada suhu 60 °C didapatkan konversi 82,6%.

Kusuma, dkk. (2013) melakukan impregnasi KOH pada zeolit mordenit, dengan variasi konsentrasi KOH yang digunakan 25, 50, 100 g KOH dalam 100 ml, serta kalsinasi 450 °C menghasilkan karakteristik struktur seperti pada Gambar 2.6 dan 2.7.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.6 Pola XRD zeolit alam (Kusuma, dkk., 2012),



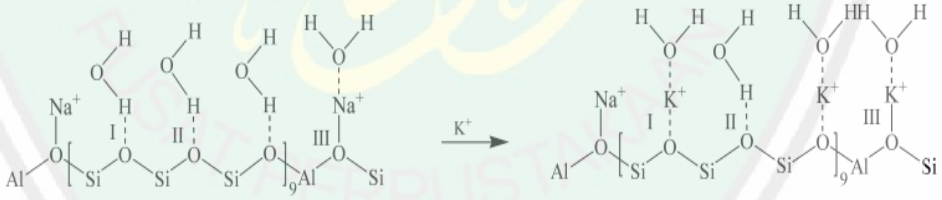
Gambar 2.7 Pola XRD zeolit modifikasi dengan KOH (Kusuma, dkk., 2012),

Hasilnya terdapat perbedaan, pada zeolit alam tanpa modifikasi puncak-puncak muncul pada 2θ(º)=12,4; 19,4; 29,9; 37,1; 45; 56; dan 60,6, sedangkan pada zeolit yang sudah dimodifikasi dengan KOH puncak muncul pada 2θ(º)=31, 39, 51, 55, dan 62. Hal ini terjadi karena adanya peningkatan K/K_2O pada zeolit yang mempengaruhi penurunan intensitas yang mengindikasikan terjadi penurunan sifat kristal dari zeolit tersebut. Terbentuknya K_2O mengindikasikan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KOH berubah menjadi K_2O selama proses kalsinasi. Adapun standar XRD K_2O memiliki puncak khas pada 2θ = 27,64°; 39,50°; 57,08° (Swason, dkk., 1972).

Kusuma, dkk. (2012) menjelaskan bahwa kosentrasi KOH yang digunakan dalam impregnasi zeolit berpengaruh terhadap produktivitas biodesel. Semakin meningkat kosentrasi KOH dalam zeolit maka semakin banyak gugus K_2O/K^+ yang terbentuk, sehingga sifat kebasaan dari zeolit juga meningkat. Gugus aktif K_2O yang bersifat basa akan bereaksi dengan metanol menghasilkan ion metoksida dalam reaksi transesterifikasi. Ion metoksida kemudian bereaksi dengan trigliserida menjadi metil ester. Kalsinasi zeolit berfungsi untuk menguapkan sisa air dan mengilangkan zat organik yang masih terdapat dipori zeolit (Hasanah, 2016). Proses kalsinasi juga dapat menyebabkan K^+ yang menempel di zeolit teroksidasi menjadi bentuk oksidanya yaitu K_2O. Reaksi yang terjadi pada zeolit yang dimpregnasi dengan KOH (Gambar 2.8) dengan menghasilkan K_2O setelah kalsinasi.



Gambar 2.8 Reaksi Zeolit teraktivasi yang diimpregnasi dengan KOH dan dikalsinasi (Pisitpong, dkk., 2013).

KOH sebelum kalsinasi adalah berupa kation K^+ yang berada dipermukaan zeolit. Kation ini mempunyai kemampuan mendesak kation-kation pengotor yang menutupi pori-pori zeolit (Intarapong, dkk., 2013). Hussain (2000) menjelaskan bahwa kation yang terikat pada sisi aktif zeolit dapat dipertukarkan sesuia dengan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

urutan kekuatan pertukaran sebagai berikut: $Cs^+ > K^+ > NH_4^+ > Na^+ > H^+ > Li^+$. Pertukaran ion pada zeolit yang lebih elektropositif akan menghasilkan sifat kebasaan yang tinggi (Hussain, 2000).

2.4 Uji Luas Permukaan Pengembanan KOH pada Na-Zeolit

Luas Permukaan adalah sifat yang penting dalam aplikasi katalis, karena akan mempengaruhi aktivitas katalis. Semakin luas permukaan suatu katalis, maka fasa aktif yang tersebar semakin banyak sehingga akan meningkatkan aktivitas katalis dan meningkatkan aktivitas produk (Putera, 2008). Luas permukaan katalis heterogen menjadi faktor yang menentukan walaupun tidak selalu sebanding dengan aktivitas katalis. Luas permukaan yang tinggi akan memberikan luas kontak yang besar antara molekul reaktan dengan katalis. Besar kontak tersebut secara langsung akan mempengaruhi proses katalisis secara keseluruan. Molekul reaktan akan bergerak bebas sebelum mengalami adsorbsi pada permukaan katalis kemudian teraktivasi dan bereaksi dengan menghasilkan produk (Rodiansono, et al., 2007). Jadi, penurunan luas permukan katalis mengakibatkan sisi aktif katalis asam maupun basa juga menurun.

Tabel. 2.2. Karakterisasi luas permukaan katalis zeolit mordenit dan zeolit mordenit/KOH (Pisitpong, dkk., 2013)

Sampel	Luas Permukaan (m^2/g)	Rasio Si/Al	Metil Ester (%)
Mordenit	315,5	9,46	0
10 wt% KOH/mordenit	170,28	-	89,0
20 wt% KOH/mordenit	92,86	9,44	96,7
30 wt% KOH/mordenit	1,4	9,13	70,1
20 wt% KOH/mordenit kalsinasi 400°C	12,7	-	82,6
20 wt% KOH/mordenit kalsinasi 500°C	6,8	11,99	38,1
20 wt% KOH/mordenit kalsinasi 600°C	4,5	-	18,1

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pada Tabel 2.2 dapat diketahui dari pengujian luas permukaan pada zeolit mordenit sebelum impregnasi memiliki *surface ares* 315,5 m^2/g sedangkan zeolit mordenit yang telah dimpregnasi dengan 10 *wt*% KOH diperoleh *surface area* 170,28 m^2/g. Semakin banyak KOH yang ditambahkan pada permukaan zeolit maka akan berpengaruh pada menurunnya luas permukaan spesifik dari katalis heterogen tersebut. Hal ini disebabkan oleh jumlah logam alkali/oksida kalium (K^+) yang semakin banyak, maka akan terjadi kompetisi pada saat berdifusi ke mulut pori (Astuti, dkk. 2007).

Hal ini dapat menjelaskan bahwa pembuatan biodesel dengan reaksi transesterifikasi, dipengaruhi oleh sifat kebasaan dan luas permukaan dari katalis yang gunakan. Semakin tinggi kebasaan dari katalis maka biodesel yang dihasilkan akan semakin banyak, meskipun luas permukaan menurun. Sehingga dapat disimpulkan dari data tersebut bahwa pada reaksi transesterifikasi biodesel faktor kebasaan lebih berpengaruh dibandingkan faktor luas permukaan.

2.5 Uji Kebasaan Pengembanan KOH pada Na-Zeolit

Pemanfaatan zeolit sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi juga telah banyak dilaporkan. Penggunaan zeolit tersebut dilakukan dengan mengimpregnasi zeolit menggunakan logam alkali atau alkali tanah, dimana semakin tinggi jumlah alkalinitas dari sisi aktif zeolit maka akan semakin tinggi pula sisi kebasaannya sehingga akan mempercepat reaksi transesterifikasi (Lukic, dkk., 2009; Boey, dkk., 2009). Wu, dkk. (2013) melakukan penelitian tentang pengaruh kebasaan zeolit dengan mengimpregnasi logam alkali tanah CaO. Zeolt yang diimpregnasi menggunakan logam alkali tanah mengalami peningkatan aktivitas kebasaan pada penambahan 30 % CaO, penambahan konsentrasi yang

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

melebihi 30 % menyebabkan terjadinya *agglomeration* sehingga tingkat kebasaan menurun. Produk optimal ketika proses transesterifikasi minyak kedelai diperoleh sebesar 98,4 % dengan menggunakan 30 % CaO yang diimpregnasi ke dalam zeolit.

Intarapong, dkk (2013) melakukan transesterifikasi minyak sawit dalam penggunaan katalis heterogen KOH/mordenit dengan variabel katalis meliputi kebasaan dan luas area rasio Si/Al dan metil ester yang dihasilkan. Intarapong, dkk (2013) melaporkan bahwa biodesel yang didapatkan dipengaruhi oleh tingkat kebasaan dari katalis (Tabel 2.2), dan luas permukaan dari zeolit yang diimpregnasi dengan KOH (Tabel 2.3).

Tabel 2.3 Karakterisasi kebasaan katalis zeolit mordenit dan zeolit mordenit/KOH (Intarapong, dkk., 2013)

Sampel	Kekuatan Basa (H_)	Kebasaan (mmol/g)			Metil Ester (%)
		CO_2-TPD		Hasil Titrasi	
		110°C	310°C		
Mordenit	H_<7,2	0,049	0,014	0,18±0,12	0
10 wt% KOH /mordenit	9,8>H_>15	0,022	0,01	2,41±0,23	89,0
20 wt% KOH/mordenit	9,8>H_>15	0,0037	0,003	5,16±0,17	96,7
30 wt% KOH/mordenit	9,8>H_>15	0	0	4,23±0,31	70,1
20 wt% KOH/mordenit kalsinasi 400°C	9,8>H_>15			4,81±0,29	82,6
20 wt% KOH/mordenit kalsinasi 500°C	9,8>H_>15	-		2,98±0,36	38,1
20 wt% KOH/mordenit kalsinasi 600°C	9,8>H_>15	-		2,21±0,19	18,1

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pada Tabel 2.3 dapat diketahui bahwa variasi konsentrasi KOH dari 10 – 30 % berpengaruh terhadap kebasaan katalis dan produk metil ester yang dihasilkan. Pada katalis 10–30 % KOH/mordenit tanpa kalsinasi diperoleh nilai kebasaan optimum pada 20 % KOH berdasarkan data titrasi, KOH 20 % tersebut juga menghasilkan yield metil ester maksimum sebesar 96,7 %.

Hasil penelitian juga memperlihatkan bahwa 20 % KOH/mordenit tanpa kalsinasi memiliki kebasaan yang lebih besar dibandingkan 20 % KOH/mordenit yang dikalsinasi pada suhu 400 °C, 500 °C, dan 600 °C. Intarapong, dkk (2013) menjelaskan bahwa perlakukan kalsinasi pada zeolit yang sudah diimpregnasi KOH justru dapat menurunkan hasil yield metil ester, hal ini karena sisi aktif dari zeolit rusak dan logam alkali K_2O/K^+ yang diembankan pada zeolit hilang.

2.6 Metode Pengembanan KOH pada Na-Zeolit

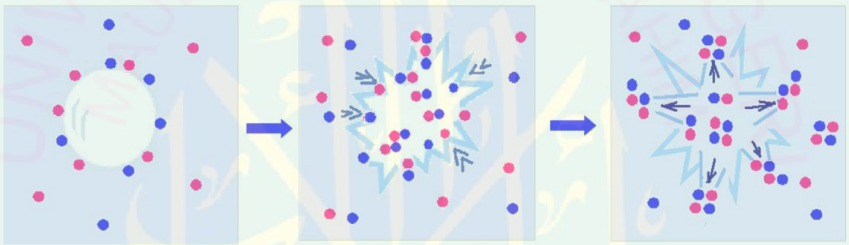
Pengembanan komponen aktif ke dalam pengemban dapat meningkatkan selektifitas katalis (Sattertfield, 1980). Metode sering digunakan untuk mengembankan katalis kedalam pengemban terdapat beberapa metode diantaranya yaitu impregnasi basa (Ghasemi, dkk., 2014; Kusuma, dkk., 2012; Intarapong, dkk., 2013), hidrotermal (Wang, dkk., 2016; Tsurenko, dkk., 2012), dan sonikasi (Rakmae, dkk., 2016, Sulton, 2018, Umam, 2018 dan Satatariksa, (2018).

Sonikasi merupakan proses kimia menggunakan teknologi suara dengan frekuensi 20 kHz – 10 MHz. Suara ultrasonik yang menjalar di dalam medium cair memiliki kemampuan menciptakan gelembung di dalam medium tersebut secara terus – menerus yang kemudian dengan cepat menjadi *implosion.* Pada tekanan dan temperatur tinggi bisa menghasilkan energi kinetik luar biasa besar

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang berubah menjadi energi panas. Energi kinetik yang besar besar bisa menyebabkan material terpecah menjadi berukuran kecil atau nano (Suslick dan Price, 1999).

Proses yang terjadi yaitu transfer massa secara mekanik dengan adanya efek pemanasan dan kavitasi. Proses kavitasi tersebut terdiri dari pembentukan, pertumbuhan, dan mengembang-ngempisnya gelembung pada larutan berair menghasilkan *hot spot* dengan suhu yang sangat tinggi mencapai 5000–25.000 K dan tekanan 1000 bar yang mendorong pembentukan nanopartikel. Proses Kavitasi dapat dilihat pada Gambar 2.5 (Bang, Jin Ho dan Suslick, 2010):



Gambar 2.9 Proses kavitasi sonokimia (Kiel, dkk. 2012).

Gambar 2.9 mengilustrasikan fenomena *acoustic cavitation* yang meliputi pembentukan, pertumbuhan dan pecahnya gelembung pada fasa larutan. Tekanan naik turun pada larutan disebabkan oleh siklus kompresi dan ekspansi gelombang ultrasonik secara terus-menerus. Ketika sejumlah tekanan negatif (turun) mengenai larutan, jarak antar molekul akan melampaui jarak kritis molekul yang dibutuhkan untuk mempertahankan susunan molekul dalam larutan. Larutan akan mengalami *break down* dan membentuk fenomena kavitasi. Tekanan negatif bekerja melawan *tensile strength* dari larutan yang bergantung pada tipe dan kemurnian larutan (Chowdhury, dkk. 2009).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Berdasarkan penelitian tersebut, metode sonikasi dipilih untuk menghasilkan kristal yang berukuran kecil. Metode sonokimia atau sonikasi (*Ultrasound Irradiation*) merupakan metode yang dapat digunakan untuk sintesis nanomaterial. Apabila dibandingkan dengan sumber energi yang tradisional, reaksi dengan ultrasonik terjadi pada kondisi fasa cairan disebabkan oleh fenomena kafitasi atau peronggaan (temperatur dan tekanan tinggi) (J.C. Colmenares, 2013). Efek kimia dari operasi ultrasonik pada fasa cair adalah terbentuknya radikal bebas seperti H· dan OH·. Reduksi sonokimia mempunyai kelebihan dibandingkan dengan metode reduksi tradisional yaitu tidak membutuhkan agen pereduksi, laju reaksi cukup cepat dan membentuk partikel dengan ukuran nano (J.H. Bang, 2010). Metode sonikasi juga mampu memberikan efek kavitasi pada kondisi yang tidak biasa, yaitu durasi yang cepat dengan temperatur dan tekanan yang sangat tinggi pada fasa larutan yang tidak dapat diterapkan pada metode lain. Selain itu, metode sonikasi juga menghasilkan material dengan distribusi ukuran yang seragam, *surface area* yang tinggi, waktu reaksi yang lebih cepat dan meningkatkan kemurnian fasa (Bang dan Suslick, 2010).

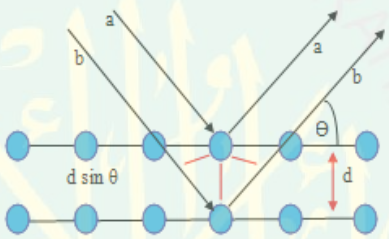
2.7 Analisis dan Karakterisasi

2.7.1 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dan menentukan struktur kristal dari suatu padatan, dengan cara hamburan sinar-X. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik berenergi tinggi, dengan kisaran energi antara 200 eV sampai 1 MeV. Alat yang digunakan disebut X-Ray Diffractometer (XRD (Nelson, 2010).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Proses difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 2.10. Sinar-X dibiaskan dan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola difraktogram mewakili satu bidang kristal yang memiliki orentasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk semua jenis material (Nelson, 2010).



Gambar 2.10 Difraksi sinar-X pada kisi kristal (Nelson, 2010)

Supaya berkas sinar yang dihamburkan atom-atom kristal secara konstruktif maka beda lintasan antara kedua berkas harus sama dengan kelipatan bilangan bulat dari panjang gelombangnya, yaitu λ, 2λ, 3λ dan seterusnya. Selisih jarak antara dua berkas sinar adalah 2 d sin θ, maka persamaan matematis untuk terjadinya interferensi konstruktif adalah sebagai berikut:

$$2d \sin \theta = \lambda \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (2.1)$$

Dengan d = jarak antar bidang, θ = sudut difraksi, panjang gelombang sinar-X. rumus diatas dikenal dengan Hukum Bragg. Keuntungan utama penggunaan sinar-X dalam karaktersasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

memiliki energi yang sangat tinggi akibat panjang gelombangnya pendek (Nelson, 2010).

2.7.2 *Surface Area Analyzer* (SAA)

Surface Area Analyzer (SAA) merupakan salah satu alat utama dalam karakterisasi material yang berfungsi untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan. Prinsip kerja SSA adalah dengan menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu konstan, biasanya suhu didih dari gas tersebut. SSA pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat dijerap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu. Secara sederhana, jika kita mengetahui berapa volume gas spesifik yang dapat dijerap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu dan kita mengetahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung.

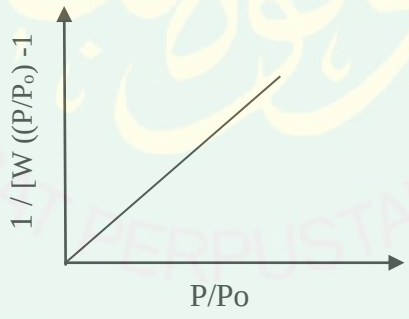
Metode yang banyak digunakan untuk mengukur luas permukaan zat padat, adalah metode BET. Prinsip dasarnya adalah mengukur luas permukaan padatan yang dilakukan dengan cara adsorpsi fisik (*physisorption*) gas yaitu menentukan jumlah molekul gas yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan padatan dengan satu lapisan zat (monolayer) yang diserap. Pengukuran isotherm adsorpsi gas banyak digunakan untuk menentukan luas permukaan dan distribusi ukuran pori dari padatan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Penggunaan nitrogen sebagai gas adsorptif dianjurkan jika area permukaan lebih tinggi dari 5 m^2/g. Jika luas permukaan yang ditempati oleh satu molekul adsorbat diketahui maka luas permukaan padatan dapat dihitung dari jumlah molekul adsorbat. Penyerapan gas ini biasanya dilakukan pada kondisi isotermis (Fransisca, 2012). Persamaan BET :

$$\frac{1}{w\left[\frac{Po}{P}-1\right]} = \frac{1}{WmC} + \frac{C-1}{WmC}\frac{P}{Po} \quad \text{..... (2.2)}$$

W adalah berat dari gas yang diadsorbsi pada tekanan P, Wm adalah berat dari jenis yang diadsorbsi pada permukaan, dan Po adalah tekanan uap saturasi. C adalah konstanta BET, dimana berhubungan dengan energi adsorb pada lapisan adsorben pertama dan mengakibatkan indikasi besarnya interaksi adsorben atau adsorbat. Dengan memplotting persamaan 2.2, intersep dari kurva, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Kurva dari Plot BET (Anggoro, 2017)

2.7.3 CO_2-TPD (*Temperature Progammed Desorption*)

Metode pengukuran menggunakan TPD (*Temperature Progammed Desorpsi*) berguna untuk mengetahui jumlah dan kekuatan situs asam atau basa dari sisi aktif yang terdapat dalam katalis padat (Alsawalha, 2014). Kaitannya

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dengan CO_2 TPD, jika CO_2 terdesorpsi pada suhu tinggi maka tingkat kebasaan katalis juga tinggi, karena CO_2 sebagai senyawa yang bersifat asam, sebaliknya jika CO_2 terdesorpsi pada suhu rendah, maka tingkat kebasaan katalis juga rendah. Pengukuran dalam pengujian CO_2-TPD dapat dilakukan di dalam sebuah reaktor kuarsa menggunakan gas helium sebagai gas *carrier*. Karakterisasi CO_2-TPD ini biasanya dilakukan di dalam sebuah unit TPD/TPR, biasanya merknya Micromeritics 2900 TPD/TPR yang dilengkapi dengan TCD (Thermal Conductivety Detector). (Istadi, 2011).

2.8 Zeolit dalam Perspektif Alqur'an

Zeolit merupakan suatu material berwana putih abu-abu yang terbentuk dari sedimentasi abu vulkanik gunung berapi. Zeolit mempunyai kandungan silika dan alumina yang tinggi. Kandungan logam alumunium pada kerangka zeolit dapat digunakan sebagai penukar ion. Zeolit juga memiliki luas permukaan yang besar sehingga mampu digunakan sebagi absorben dan katalisator. Keberadaan zeolit dengan segala manfaatnya yang terkandung di gunung berapi merupakan salah satu bukti kekuasaan Allah yang dijelaskan dalam surat Al-Fathir ayat 27:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُّخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بِيضٌ وَحُمْرٌ مُّخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ

*"Tidaklah kamu melihat bahwasannya Allah menurunkan hujan dari langit lalu kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan beraneka macam jenisnya. Dan diantara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada(pula)yang hitam pekat" (*QS. Fathir: 27*)*

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Ayat tersebut menunjukkan bahwa Allah memerintahkan manusia untuk melihat, merenungkan, dan memikirkan segala bentuk ciptaannya. Sehingga manusia dapat mengambil manfaatnnya dan semakin memperkuat keimanan mereka terhadap bukti-bukti kekuasaan Allah. Berdasarkan ayat tersebut Allah menjelaskan bukti-bukti kekuasaanNya. Diantaranya Allah telah menciptakan keaneragaman. Keaneragaman itu bukan hanya pada buah-buahan, melainkan gunung-gunung yang memiliki garis-garis yang berwarna putih, merah, dan terlihat pula warna pekat. Warna gunung yang bermacam-macam disebabkan oleh bebatuan yang bermacam-macam. Perbedaan susunan mineral-mineral dalam batuan menyebabkan warna yang beranegaragam, Jika terkandung mineral besi, maka warna dominanya merah; jika batubara warna dominannya hitam; jika perunggu warna dominnya hijua, dan sebagainya. Begitu pula dengan warna putih yang disebabkan adanya zeolit yang mengandung silika alumina. Kandungan silika alumina yang tinggi ini menyebabkan zeolit banyak digunakan sebagai absorben, penukar ion, dan katalis, berbagai manfaat zeolit ini merupakan salah satu hikmah dari proses berpikir dan perenungan manusia. Berpikir merupakan salah satu perintah Allah dan dengan berpikir adalah salah satu cara untuk terus mengingatNya

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ . الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَٰذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

"Sesunggunya dalam penciptaan langit dan bumi serta perubahan malam dan siang, terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia: Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari adzab neraka". (Q.S Ali-Imron: 190-191)

Menurut tafsir Al Jazairi (2007) maksud dari lafadz *li ulil albab* pada ayat 190 surat Ali-Imran yaitu orang yang berakal, merupakan orang-orang yang dengan akalnya mampu menangkap dan memahami tanda-tanda serta bukti dari kekuasaan Allah SWT sebagaimana usaha dalam memperkuat keimanannya. Sedangkan, ayat 191 disebutkan tanda-tanda *ulul albab* (orang yang berpikir) adalah mereka yang senantiasa mengingat Allah (berdzikir) dalam segala keadaan serta mimikirkan tentang manfaat yang ada pada segala ciptaanNya, salah satunya zeolit alam (Shihab, 2002).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September hingga November 2018 di laboratorium Anorganik, Jurusan Kimia, UIN Malang. Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium karakterisasi material, Jurusan Teknik Metalurgi dan Material, ITS Surabaya. Karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 dilakukan di Laboratorium Instrumentasi, Jurusan Teknik Kimia, ITB Bandung. Karakterisasi menggunakan CO_2-TPD dilakukan di Laboratorium Analisis Kimia, Pusat Penelitian Kimia LIPI.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, hot plate, ayakan 200 mesh, *stiirer*, oven, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), seperangkat instrumentasi *Temperature Progammed Desorption* (CO_2-TPD), *X-Ray Diffraction* bubuk (XRD), dan *Surface Area Analyzer* (SAA),

3.2.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam dan kalium hidroksida (KOH). Bahan lain yang digunakan adalah natrium klorida (NaCl), dan aquades.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 3 tahap yaitu:

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam dengan menggunakan natrium klorida
2. Pengembanan KOH pada Na/Zeolit dengan variasi KOH 10% dan 20% dari berat zeolit.
3. Karakterisasi KOH/Na-Zeolit alam dengan variasi konsentrasi KOH 10%; 20% dari berat zeolit meliputi, uji perubahan struktur (XRD), uji luas permukaan (adsorpsi-desorpsi N_2), dan uji kebasaan (CO_2-TPD)

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam (Lin lin, dkk., 2013)

Zeolit alam diayak menggunakan ayakan ukuran 200 mesh. Hasil yang didapatkan diayak kembali dengan ayakan berukuran 230 mesh. Didapatkan zeolit dengan ukuran 200 sampai 230 mesh. Setelah itu 5gram zeolit hasil ayakan direndam dalam 100 ml NaCl 2 M selama 24 jam dan di *stirrer* pada suhu 70 ºC. Campuran disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH filtrat netral. Endapan kemudian dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 110 ºC. Didapat zeolit yang sudah teraktivasi. Zeolit teraktivasi dikalsinasi sebesar 450 °C.

3.4.2 Pengembanan KOH pada Na/Zeolit

Proses pengembanan dilakukan dengan cara merendam sampel zeolit teraktivasi ke dalam larutan kalium hidroksida (KOH) dengan variasi konsentrasi 10%; dan 20% dari berat zeolit. Kalium hidroksida tersebut dilarutkan dalam 100 mL aquades. Reaksi dilakukan pada suhu kamar dibantu dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Kemudian sampel dipindahkan ke dalam sonikator bath dan diberi radiasi ultrasonik sebesar 42 KHz selama 3 jam.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Setelah selesai, katalis termodifikasi dipisahkan dari larutannnya dengan cara menguapkan dengan oven 110 °C selama 24 jam.

3.4.3 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit

Karakterisasi bertujuan untuk mengetahui data-data spesifik katalis Data-data ini nantinya digunakan untuk menganalisa karakteristik katalis heterogen yang didapat. Karakteristik yang digunakan dalam penelitian ini adalah XRD, *Surface Area Analyzer* (SAA). Karakterisasi ini dilakukan dengan tujuan untuk menentukan perubahan struktur, luas permukaan dan luas permukaan akibat pengaruh variasi konsentrasi kalium hidroksida.

3.4.3.1 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar X serbuk (XRD)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dimaksudkan untuk mengidentifikasi struktur kristal, perubahan struktur katalis heterogen yakni zeolit yang diembakan dengan larutan KOH dengan variasi konsentrasi 10, 20 % dari berat zeolit. Proses karakterisasi adalah dengan menghaluskan sampel menjadi serbuk kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres dengan pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada sempel holder dan disinari dengan sinar X dengan radiasi Cu Kα sebesar 1,541 Å dengan sudut 2θ sebesar 10-60º dan kecepatan scan 0,02º/detik.

3.4.3.2 Karakterisasi dengan adsorpsi-desorpsi N_2

Karakterisasi adsorpsi-desorpsi N_2 digunakan untuk mengetahui luas permukaan (*Surface area*) dari hasil pengembanan KOH pada Na-Zeolit. Metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan adalah metode Brunauer-Emmet-Teller (BET). Langkah pertama pada saat karakterisasi menggunakan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

adsorpsi-desorpsi N_2 adalah dilakukan proses *degassing*. *Degassing* dilakukan dengan cara memanaskan pada suhu antara 200-300 ˚C selama ≥ 6 jam daam kondisi vakum. Selanjutnya ditimbang sampel setelah degassing.

3.4.3.3Karakterisasi dengan CO_2-TPD (*Temperature Progammed Desorpsion)*

Karakterisasi TPD bertujuan untuk mengetahui kekuatan kebasaan katalis atau jumlah situs basa yang terdapat di dalam katalis. Sampel katalis (sekitar 0,005 gram) mula-mula dikalsinasi pada suhu 400 ˚C dengan adanya gas helium (inert) selama 30 menit. Kemudian Adsorpsi CO_2 (5% dalam Helium, v/v) dilakukan pada suhu kamar selama 30 menit dengan laju alir gas 30 cm^3/m. Kemudian desorpsi CO_2 dilakukan pada suhu 100-600 ˚C dengan menggunakan pemanas bertingkat dengan laju kenaikan 10 ˚C/menit, kemudian ditahan selama 20 menit pada suhu 600 ˚C. Jumlah CO_2 yang terdesorpsi di analisa dan ditentukan jumlahnya dengan Gas Chromatography (GC) yang dilengkapi dengan detector jenis TCD. Pengukuran dalam pengujian CO_2-TPD dapat dilakukan di dalam sebuah reaktor kuarsa menggunakan gas helium sebagai gas *carrier*. Karakterisasi CO_2-TPD ini biasanya dilakukan di dalam sebuah unit TPD/TPR dengan merk *Micromeritics* 2900 TPD/TPR yang dilengkapi dengan TCD (*Thermal Conductivity Detector*).

3.5 Analisis Data

1. Data XRD hasil pengembanan KOH pada Na-Zeolit dengan variasi konsentrasi KOH 10% dan 20% yang didapatkan, dibandingkan dengan standar The *Inorganic Crystal Structural Database* (ICSD) menggunakan progam origin. Analisis dilakukan untuk mengidentifikasi fasa dari material hasil sintesis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. Data yang didapatkan dari analisis menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 yaitu berupa data tekanan relatif (*P/Po*). Volume gas N_2 yang diadsorpsi dan didesorpsi per gram sampel (V), dan (*1/[w((Po/P)-1)]*). Langkah selanjunya yaitu dibuat grafik penentuan luas permukaan dari sampel yang menghubungkan tekanan relatif (*P/Po*) sebagai sumbu *x* dengan (1/[W((P/P_o)-1)]) sebagai sumbu *y*. Kemudian akan diperoleh grafik dan didapatkan sebuah persamaan $y = ax + b$ dimana melalui persamaan tersebut diperoleh nilai *slope* (*s*) dan intersep (*i*). Berat gas nitrogen yang dapat membentuk lapisan monolayer (*Wm*) didapatkan dengan menggunakan persamaan (3.1) (Anggoro, 2017).

$$Wm = \frac{1}{s+i} \quad \text{..... (3.1)}$$

Selanjutnya dihitung luas permukaan (*St*) menggunakan persamaan (3.2)

$$\mathrm{St} = \frac{Wm \; x \; N \; x \; Acs}{M} \quad \text{..... (3.2)}$$

Dengan *N* adalah Bilangan Avogadro (6,0225 x 10^{23} molekul/mol), *Wm* adalah berat gas nitrogen (g) dan Acs adalah *Molecular cross section area* dari N_2 yang besarnya adalah 16,2 x 10^{-20} m^2.

3. Data yang didapatkan dari analisis menggunakan CO_2-TPD adalah signal TCD, temperatur dan waktu. Selanjutnya dibuat grafik dengan signal TCD sebagai sumbu *y* dan temperatur sebagai sumbu *x*. Karakterisasi menggunakan TPD biasa berkaitan dengan CO_2 TPD, jika CO_2 terdesorpsi pada suhu tinggi maka tingkat kebasaan katalis juga tinggi, karena CO_2 sebagai senyawa *probe* yang bersifat asam, sebaliknya jika CO_2 terdesorpsi pada suhu rendah, maka tingkat kebasaan katalis juga rendah. Untuk mendapatkan nilai total kebasaan, langkah pertama adalah dengan mencari

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mol CO_2 (mmol) dan luas area dari volume 5% CO_2 (ml) yang bertindak sebagai data kalibrasi. Kemudian dibuat kurva antara mol CO_2 (mmol) sebagai sumbu *y* dengan luas area sebagai sumbu *x* dan didapatkan persamaan $y = ax$, dimana *y* adalah mol CO_2 (mmol) dari sampel dan *x* adalah luas area sampel dari hasil analisis. Kemudian nilai kebasaan total (mmol/g) dapat diperoleh dengan cara mol CO_2 (mmol) sampel dibagi dengan berat sampel analisis.

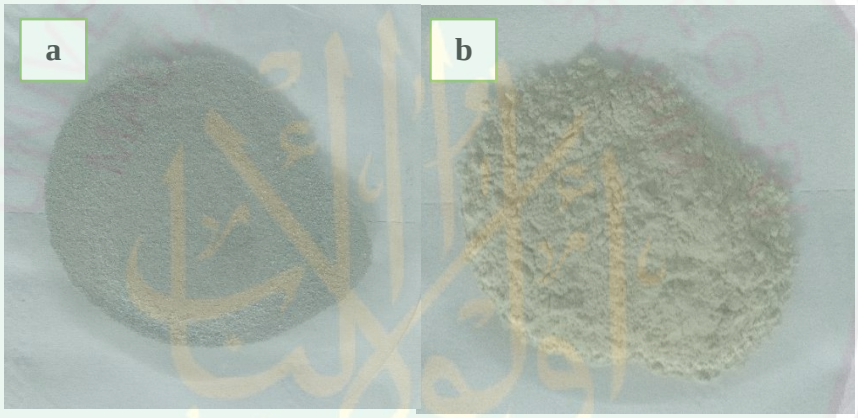
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Indonesia

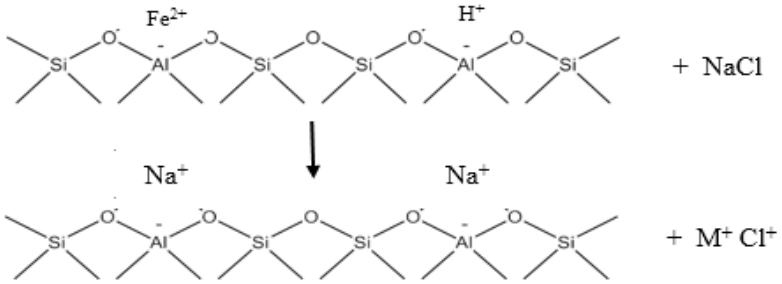
Preparasi zeolit alam dilakukan melalui pengayaan zeolit menggunakan ayakan 200 mesh untuk menyeragamkan ukuran zeolit. Sedangkan tahapan aktivasi zeolit alam dilakukan secara kimia melalui perendaman dengan larutan NaCl 2 M dan aktivasi secara fisika melalui pemanasan suhu 450℃. Hasil aktivasi zeolit ditampilkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 (a) zeolit sebelum aktivasi, (b) zeolit sesudah aktivasi

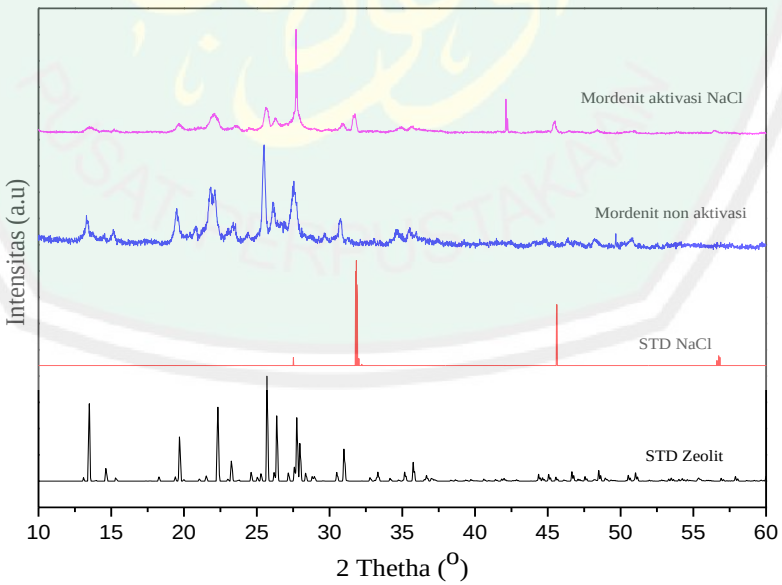
Terdapat perubahan warna zeolit sebelum aktivasi berwarna abu-abu berubah menjadi kekuningan setelah diaktivasi. Perlakuan ini dapat diasumsikan posisi kation logam pengotor seperti Fe^{2+}, Cu^{2+}, H^{+}, Ca^{+} pada permukaan zeolit telah digantikan oleh ion Na^{+} ditampilkan pada Gambar 4.2 (Bogdanov, dkk., 2009)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.2 Ilustrasi reaksi zeolit alam diaktivasi menggunakan NaCl

Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD yang menunjukkan bahwa material memiliki karakter struktur dengan puncak-puncak khas pada sudut 2θ utama yaitu 13,59; 22,09; 25,60; 26,28; dan 27,69^{o} sesuai dengan standar mordenit (ICSD 158009). Hasil XRD zeolit teraktivasi pada 2θ=43,0 terdapat puncak lain yang mengindikasikan adanya fasa lain, sedangkan 2θ =46,0 merupakan puncak dari NaCl berdasarkan standar NaCl (ICSD 18189) ditampilkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar X pada zeolit alam teraktivasi

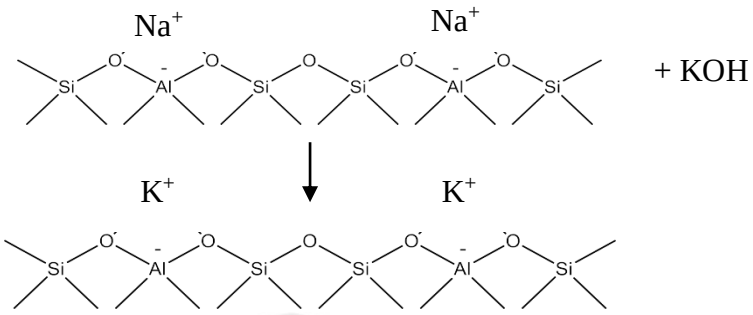
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4.2 Pengembanan KOH pada Na-Zeolit

Pengembanan KOH pada Na-Zeolit dilakukan dengan menggunakan metode sonikasi. Metode sonikasi merupakan salah satu metode yang mudah digunakan untuk menempelkan inti aktif pada katalis. Penggunaan metode ini dapat menimbulkan efek kavitasi, adanya efek kavitasi menjadikan proses penempelan inti aktif berlangsung semakin cepat dibandingkan dengan metode lain seperti perendaman biasa atau dengan bantuan *refluks.* Hal pertama yang dilakukan adalah merendam zeolit hasil aktivasi dengan larutan KOH dalam *sonicator* ***bath.*** Hasil pengembanan KOH 10% dan 20% dari berat zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.4 dan interaksi yang terjadi antara KOH dan Na-zeolit diilustrasikan pada Gambar 4.5.

Gambar 4.4 Hasil pengembanan (a) Na-zeolit, (b) KOH 10%/Na-zeolit (c) KOH 20%/Na-zeolit

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



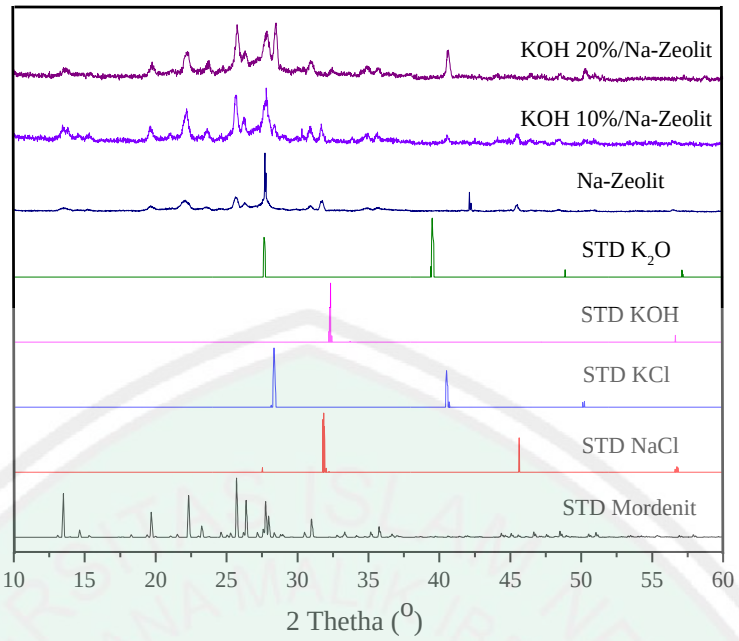
Gambar 4.5 Ilustrasi reaksi antara Na-zeolit yang ditambahkan dengan KOH

Reaksi antara KOH dengan Na-zeolit dapat menyebabkan interaksi antara keduanya, sehingga terjadi pertukaran ion Na^+ dengan ion K^+. Sulton (2018) menuliskan bahwasannya pengembanan KOH pada zeolit meningkatkan unsur K dari 11,3% menjadi 38,7%. Hussain (2000) menjelaskan bahwa kation yang terikat pada sisi aktif zeolit dapat dipertukarkan sesuai dengan urutan kekuatan pertukaran sebagai berikut: $Cs^+ > K^+ > NH_4^+ > Na^+ > H^+ > Li^+$. Pertukaran ion pada zeolit yang menggunakan logam lebih elektropositif akan menghasilkan sifat kebasaan yang tinggi. Kemudian dilakukan proses penguapan (110°C) untuk menghilangkan air dan memungkinkan keberadaan sisa KOH yang mungkin tidak bereaksi agar tetap berada pada permukaan zeolit.

4.3 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit Menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui karakteristik struktur dan fasa kristal. Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui keberhasilan dalam mensintesis material KOH/Na-Zeolit dengan melihat fasa-fasa yang terbentuk. Hasil tersebut akan diketahui material penyusun komposit hasil sintesis. Hasil karakterisasi KOH/Na-Zeolit menggunakan XRD ditampilkan pada Gambar 4.6.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



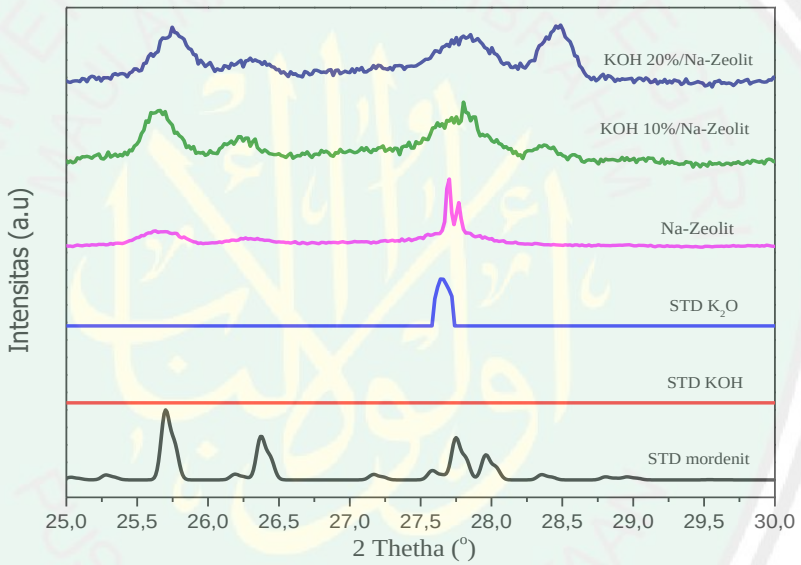
Gambar 4.6 Hasil karakterisasi pengembanan KOH 10% dan 20% pada Na-Zeolit menggunakan XRD

Gambar 4.6 merupakan hasil karakterisasi XRD pengembanan KOH 10% dan 20 % pada Na-Zeolit. Pola difraktogram XRD zeolit alam menunjukkan bahwa zeolit yang digunakan merupakan zeolit mordenit dikarenakan munculnya puncak di 2θ (°) = 13,3; 19,6; 22,2; 25,6; 26,2; 27, 6; dan 30,8 (Intrapong, dkk 2013). Hasil menunjukkan bahwa KOH 10% yang diembankan pada zeolit yang teraktivasi NaCl tidak terjadi perubahan, Sedangkan KOH 20% yang diembankan pada zeolit teraktivasi NaCl dapat menyebabkan munculnya fasa lain pada 2θ (°) = 29 dan 41 yang merupakan puncak dari fasa KCl. Fasa KCl terbentuk kemungkinan dikarenakan zeolit teaktivasi NaCl masih terdapat anion Cl^- dan ketika ditambahkan KOH, anion Cl^- bereaksi dengan kation K^+.

Pola difraktogram XRD juga menunjukkan adanya penurunan intensitas dari Na-Zeolit. Penurunan intensitas ini menunjukkan terjadinya perubahan struktur

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

zeolit, perubahan ini dapat disebabkan adanya perbedaan kation penyeimbang. Semakin bertambahnya konsentrasi KOH pada zeolit teraktivasi NaCl maka sifat kristalinitas zeolit akan menurun yang ditunjukkan pada Gambar 4.7. Pola difraktogram XRD juga menunjukkan adanya pergeseran puncak ke arah 2θ yang lebih besar. Hal ini dapat disebabkan adanya proses aktivasi dan pengembanan, sehingga mengakibatkan terjadinya pemendekan jarak kisi kristal (d), dimana semakin tinggi KOH yag diembankan pada zeolit maka pergeseran puncak nya semakin besar.



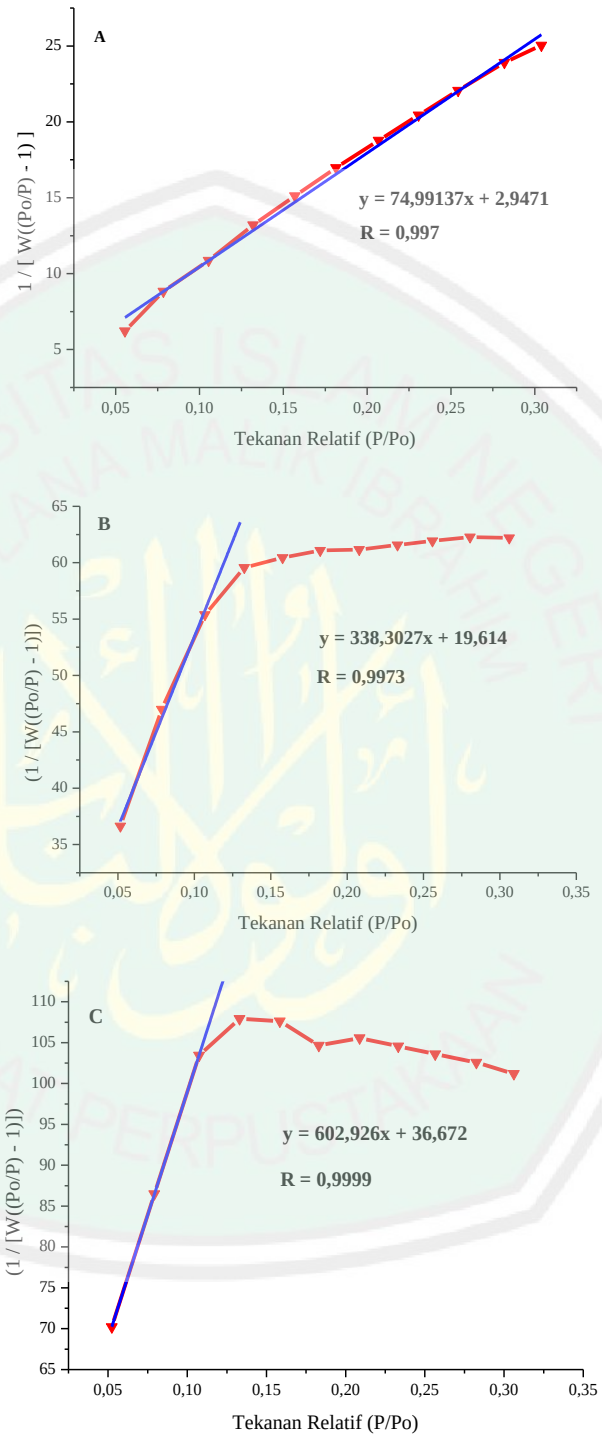
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi pengembanan KOH 10% dan 20% pada Na-Zeolit menggunakan XRD posisi 2θ = 25 – 30

4.4 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N_2

Karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 dilakukan untuk mengetahui luas permukaan dari material hasil sintesis. Metode yang digunakan dalam menentukan luas permukaan adalah metode BET Gambar 4.8. Berdasarkan kurva tersebut dapat diperoleh persamaan $y=ax + b$ dimana a adalah *slope* dan b

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

adalah *intersep*. Luas permukaan dapat diketahui melalui nilai *slope* dan *intersep* yang dihitung Lampiran 6.



Gambar 4.8 Penentuan luas permukaan menggunakan metode BET, (a) zeolit teraktivasi NaCl, (b) KOH 10%/Na-Zeolit, (c) KOH 20%/Na-Zeolit

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Gambar 4.8 merupakan penentuan luas permukaan menggunakan metode BET, terdapat perbedaan yang signifikan dari kurva yang diperoleh. Zeolit teraktivasi NaCl diperoleh kurva yang linier, akan tetapi setelah penambahan KOH pada zeolit yang teraktivasi NaCl diperoleh kurva yang tidak linier. Kurva non linier pada pengukuran BET dapat disebabkan oleh beberapa faktor antara lain (Andy Corneli, 2017): (1) Luas permukaan sampel yang sangat kecil. Penggunaan gas N_2 pada analisis BET tidak efektif untuk *surface area* rendah antara 1 m^2/g atau lebih rendah. Penggunaan gas Kripton dapat menjadi alternatif. (2) Jumlah sampel yang sangat sedikit, jumlah sampel yang sedikit akan menghasilkan *"dead space"* yang banyak. (3) *Degassing* (gas atau air) pada sampel yang tidak memadai sehingga mengganggu saat analisis. (4) Kemungkinan lain adalah sampel tidak menghasilkan isoterm linier pada rentang BET standart tekanan relatif (P/Po) = 0,05-0,35. Solusinya adalah dengan menurunkan tekanan relatif (P/Po) yang digunakan sebesar menjadi 0,05-0,01 (Gregg, 1967). Pada penelitian ini, kurva non linier dapat disebabkan karena tidak adanya proses kalsinasi setelah penambahan KOH pada zeolit teraktivasi NaCl yang dapat mempengaruhi proses *degassing* saat analisis menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2. Oleh karena itu untuk mengatasi hal tersebut, diambil data pengukuran pada tekanan relatif (P/Po) 0,05-0,10 yang masih memberikan garis linier.

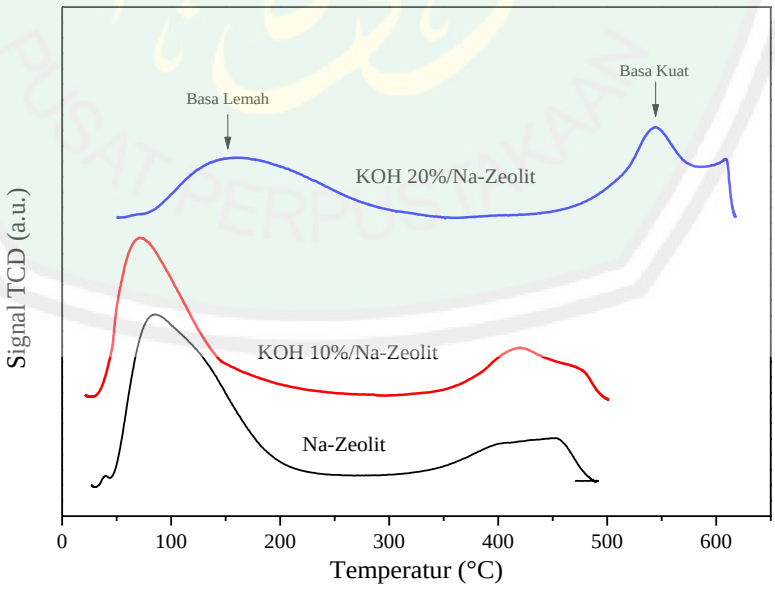
Hasil pengukuran menunjukan zeolit teraktivasi NaCl memiliki luas permukaan spesifik tinggi hingga 44,6 m^2/g. Luas permukaan yang tinggi tersebut akan mudah disisipi logam aktif di permukaan zeolit. Setelah KOH atau logam K^+ diembankan pada zeolit terjadi penurunan nilai luas permukaan spesifik menjadi 9,727 m^2/g dan 5,432 m^2/g untuk masing-masing variasi penambahan 10 % dan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

20 % KOH dari berat zeolit. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi KOH maka luas permukaan pada zeolit akan semakin menurun. Hal ini diduga dikarenakan pori-pori zeolit tertutupi KCl sesuai data XRD. Pisitpong (2013) menjelaskan bahwa zeolit mordenit sintesis memiliki penurunan luas permukaan hingga 2 kali lipat dari 315,5 m^2/g mejadi 170,28 m^2/g dan 92,86 m^2/g setelah KOH diembankan.

4.5 Karakterisasi KOH/Na-Zeolit Menggunakan CO_2-TPD

Karakterisasi CO_2-TPD bertujuan untuk mengetahui tingkat kebasaan dan situs basa dari sebuah padatan. Prinsip dasar dari CO_2-TPD adalah jika CO_2 terdesorpsi pada suhu tinggi maka tingkat kebasaan dimungkinan tinggi, begitu pula sebaliknya jika CO_2 terdesorpsi pada suhu rendah, maka tingkat kebasaan diduga rendah. Pengembanan KOH pada zeolit teraktivasi dapat menyebabkan tingkat kebasaan semakin tinggi. Hasil analisis menggunakan CO_2-TPD ditampilkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Hasil Karakterisasi pengembanan KOH 10% dan 20% pada Na-Zeolit Mengunakan CO_2-TPD

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Material hasil sintesis pada Gambar 4.8 memiliki dua puncak yang muncul pada temperatur yang berbeda. Puncak dengan temperatur rendah (100-200 ^{o}C) mengindikasikan interaksi desorpsi CO_2 dengan situs basa lemah. Sedangkan puncak pada temperatur tinggi (350-550 ^{o}C) mengindikasikan adanya interaksi CO_2 dengan situs basa kuat. Kurva tersebut dapat disimpulkan berdasarkan variasi konsentrasi pengembanan KOH pada zeolit, pengembanan KOH 20 % memiliki tingkat kebasaan yang lebih tinggi. Hal ini dikarenakan munculnya puncak di daerah temperatur yang tinggi. Puncak basa lemah pada pengembanan KOH 20 % muncul pada suhu ± 190 ˚C berbeda dengan pengembanan KOH 10% dan tanpa KOH yang muncul pada ± 100 ˚C dan puncak basa kuat pada pengembanan KOH 20% muncul pada suhu ± 550 ˚C berbeda dengan KOH 10 % dan tanpa KOH puncak muncul kisaran 400 ˚C. Istiadi (2015), menjelaskan jika CO_2 terdesorpsi pada suhu tinggi, maka tingkat kebasaan juga tinggi.

Material hasil sintesis akan dianalisis nilai total kebasaan menggunakan rumus (Nilai total kebasaan = desorption CO_2/ berat sampel). Total kebasaan merupakan jumlah dari basa lemah dengan basa kuat. Diperoleh nilai total kebasaan yang ditampilkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.1 Nilai total kebasaan material hasil sintesis

NO	Sampel	Total Kebasaan (mmol/g)
1.	Na-zeolit	1,2738
2.	KOH 10%/Na-Zeolit	0,9459
3.	KOH 20%/Na-Zeolit	0,6005

Data tersebut menunjukkan bahwa nilai kebasaan tidak berbanding lurus dengan jumlah kenaikan konsentrasi KOH yang ditambah. Zeolit teraktivasi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

memiliki total kebasaan yang lebih tinggi dibandingkan dengan KOH 10% dan 20%. Hal ini kemungkinan disebabkan karena pada zeolit teraktivasi tidak adanya tumpang tindih logam K^+ disebagian permukaan zeolit dan atau kemungkinan munculnya senyawa baru seperti NaCl dan KCl (data XRD) yang dapat mempengaruhi total kebasaan. Intarapong (2014), menuliskan dalam penelitiannya tentang pembuatan biodisel dengan bantuan katalis KOH 10, 20, 30, 40% yang diembankan pada ZrO_2, ketika katalis dikarakterisasi menggunakan CO_2-TPD dihasilkan total kebasaan paling tinggi pada KOH 20% sebesar 0,066 mmol/g, total kebasaan semakin menurun ketika KOH yang diembankan lebih dari 20%. Hal ini dikarenakan adanya tumpang tindih atau sebagian permukaan struktur dari ZrO_2 tertutupi oleh logam K^+. Pisitpong (2011), juga menjelaskan dalam penelitiannya bahwa pegembanan KOH 20% memiliki kebasaan yang lebih tinggi dari pada 5, 10, dan 15 % KOH karena munculnya puncak desorpsi CO_2 di temperatur 400 ˚C, Namun total kebasaannya semakin turun dengan bertambahnya KOH yang diembankan. Hal ini dikarenakan terjadi tumpang tindih struktur, sehingga desorpsi CO_2 tidak maksimal.

4.6 Kajian Prespektif Islam terhadap Pengembanan KOH pada Na-Zeolit

Al-Qur'an adalah kalam Allah SWT yang sekaligus kitab bagi umat islam yang digunakan sebagai salah satu sumber utama dalam pedoman hidup. Sebagai pedoman hidup, Al-Qur'an dianggap sebagai inti sari segala ilmu pengetahuan yang berisikan petunjuk, dasar hukum, politik, ekonomi, norma, serta dasar agama dan lain sebagainya. Salah satu kalam Allah yang dapat dijadikan sebagai petunjuk adalah surat al- Baqarah ayat 164.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالأَرْضِ وَاخْتِلاَفِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَالْفُلْكِ الَّتِي تَجْرِي فِي الْبَحْرِ بِمَا يَنفَعُ النَّاسَ وَمَا أَنزَلَ اللّهُ مِنَ السَّمَاء مِن مَّاء فَأَحْيَا بِهِ الأَرْضَ بَعْدَ مَوْتِهَا وَبَثَّ فِيهَا مِن كُلِّ دَآبَّةٍ وَتَصْرِيفِ الرِّيَاحِ وَالسَّحَابِ الْمُسَخِّرِ بَيْنَ السَّمَاء وَالأَرْضِ لآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَعْقِلُونَ ﴿١٦٤﴾

"*Sesunggunya dalam pencimtaan langit dan bumi silih berganti malam dan siang, bahtera yang berlayar di laut membawa apa yang berguna bagi manusia dana pa yang Allah turunkan dari langit beruoa air lalu dengan air itu. Dia hidupkan bumi sesudah mati (kering)-Nya dan Dia sebarkan di bumi itu segala jenis hewan, dan pengisaran angina dan yang dikendalikan antara langit dan bumi: sungguh (terdapat) tanda-tanda (keesaan dan kebesaran Allah) bagi kaum yang memikirkan".*

Tafsir Jalalain menjelaskan ayat ini tentang bukti dari kekuasaan Allah SWT bagi orang yang berpikir, dimana orang-orang tersebut senantiasa merenungkan tentang penciptaan langit dan bumi untuk mendapatkan bukti atas kekuasaan penciptaan-Nya. Orang-orang tersebut menyadari bahwa segala ciptaan-Nya bukanlah perkara yang sia-sia, melainkan sebagai bukti atas kesempurnaan kekuasaan Allah SWT. Salah satu upaya pengalaman ayat tersebut, dapat dilakukan melalui pengoptimalan zeolit alam dengan aktivasi dan modifikasi.

Perlakuan aktivasi dan pengembanan KOH pada zeolit alam dilakukan sebagai upaya pengoptimalan kinerja zeolit alam agar lebih efisien dalam penggunaanya. Dengan adanya aktivasi diharapkan dapat mengurangi sejumlah pengotor yang ada pada zeolit alam. Sedangkan pengembanan KOH pada zeolit dihasilkan senyawa baru, luas permukaan yang rendah serta sifat kebasaan yang tinggi. Melalui analisis data XRD, Desoprsi N_2, dan CO_2-TPD yang dilakukan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari hasil Karakterisasi variasi pengembanan KOH 10 % dan 20 % pada zeolit yang teraktivasi NaCl menunjukan adanya perubahan di setiap karakterisasi yang digunakan. Berdasarkan hasil XRD terjadi perubahan struktur dengan adanya puncak baru yaitu KCl. Berdasarkan analisis SAA menunjukkan bahwa luas permukaan semakin kecil dengan bertambahnya konsentrasi KOH yang diembankan pada zeolit terktivasi NaCl. Sedangkan analisi menggunakan CO_2-TPD total kebasaan semakin munurun dengan bertambahnya KOH yang diembankan sebesar 1,2738 mmol/g; 0,9459 mmol/g dan 0,6005 mmol/g.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui unsur dari hasil KOH yang diembankan pada Na-Zeolit.
2. Perlu dilakukan uji aktivitas dari material ini agar dapat diketahui pengaruh pengembanan KOH pada zeolit yang teraktivasi NaCl.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Akimkhan, A.M. (2012). Structural and Ion Exchange Properties of Natural Zeolite, Chapter 10. Kazakhstan: Benturov Institute of Chemical Science, Ministry of Education and Science.

Al-Qarni Aidh, *Tafsir Muyassar*, Jakarta: Qisthi Press, 2007.

Anggoro, D. Didi. 2017. Buku Teori dan Aplikasi Rekayasa Zeolit. Semarang. Undip Press.

Asy Syaukani, Al Imam Muhammad bin Ali bin Muhammad. 2008. *Fathul Qadir (Al Jami' Baina Ar-Riwayah wa Ad-Dirayah min Ilm Al-Tafsir).* Jakarta: Pustaka Azzam.

Bang, Jin Ho dan Kenneth S. Suslick. 2010. *Applications of Ultrasound to the Synthesis of Nanostructured Materials.* Advances Material 22: 1039-1059.

Breck, D. W. 1974. *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use.* New York: Jhon Wiley.

Burris, L. E., and Juenger, M. C. G. 2015. The Effect Acid Treatment on the Reactivity of Natural Zeolites used as Supplementary Commentitous Materials. *Cement and Concrete Research.* 1-9.

Chasanah, Siti N. 2017. Sintesis Dan Karakterisasi TiO_2-Vanadium (0,3%) diembankan Pada Zeolit Alam Teraktivasi Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Komposisi TiO_2-V: Zeolit. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Cheetam, D. A. 1992. *Solid State Compound.* New York. Oxford University Press.

Cornely, A. 2017. BET Surface Area. Onnelly. Wordpress.com. Diakses pada 13 Maret 2017.

Corro, Grisel, P. Umapada, and N. Tellez. 2013. Biodesel Production from Jatropa Curcas Crude Oil Using ZnO/SiO_2 Photocatalyst for Free Fatty Acids Esterification. Journal Applied Catalysis B: *Enviromental*. Vol 129: 39-47.

Dianursanti, Hayati, Z. S., and Putri, N. D. 2017. Biodesel Synthesis via Transesterification of Lipid *Chlorophyta* Cultivated in Walne Rich Carbon Medium Using KOH/Zeolite Catalyst. *Proseedings of 3rd International Symposium on Applied Chemistry.*

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Georgiev, D,. Bogdanov, B., Hristov, Y., Markovsa, I., and Angelova, K. 2009. Synthesis Zeolite Capacity in to Zeolite in Seawater. 2nd International Conference on Enveromental Engineering and Application. 17: 226-231.

Ghazemi, M., Dehkordi, A. M. 2014. Transesterification if Waste Cooking Oil to Biodesel Using KOH/gamma-Alumina Catalyst in a New Twoimpinging-Jets Reactor. *Industrial and Engineering Chemistry Research.* Vol. 53 pp. 12238-12248.

Gregg, S.J., and Sing, K.S.W. 1967. Adsorption, Surface Area, and Porosity. Academi Press

Harjanti, R. S. 2008. Pemanfaatan Zeolit alam Klinoptilolite sebagai Katalisator dalam Alkoholisis MInyak Jarak. *Jurnal Rekayasa Proses*, 2(1): 28-32.

Hartini, E. 2011. Modifikasi Zeolit Alam dengan ZnO untuk Degradasi Fotokatalisis Zat Warna. *Tensis.* Depok: Universitas Indonesia.

Hussain, A. 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Penyerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetis. *Malayisian Journal of Analitical Sciense.* Vol 7 Hal: 69-79.

Hutomo, Dennie Widya, 2012. *Sintesis Dan Karakteristik Fotokatalis Mn^{2+}-ZnO Berbasis Zeolit Alam*. Skripsi Universitas Indonesia.

Intarapong, P., Iangthanarat, S., Luengnaruemitcha, A., dan Jai, S. 2013. Activity and basic properties of KOH/mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Energy Chemistry*. 22. Vol. 22: 690-700.

Intarapong, P., Iangthanarat, S., Luengnaruemitcha, A., dan Jai, S. 2014. Biodesel Production from Palm Oil Using Potassium Hydroxide Loaded on ZrO_2 Catalyst in a Bact Reactor. *Chiang Mai j. Sci.* Vol. 41 pp. 128-137.

Ishizaki, K., Komareni, S., Nanko, M. 1998. Porous Materials. *Process Technology and Application.* Pp 123-210.

J.C. Colmenares. 2013. *Journal of Nanoscience and Nanotechbology* 13: 478-4798.

Kartika, D. dan Widyaningsih, S. 2012. Kosentrasi Katalis pada Suhu Optimum pada Reaksi Esterifikasi Menggunakan Katalis Zeolit Alam Aktif (ZAH) dalam Pembuatan Biodesel dari Minyak Jelantah. *Jurnal Natur Indonesia.* 14(3): 219-226.

Kiel, S., Grinberg, O,. Perkas, N., Cermet, J., Kepner, H., dan Gedanken, A. 2012. Formining Nanoparticles of Water Soluble Lonic Molecules and Embedding Them Into Polymer and Glas Substrates. *Beilsten Journal of Nanotechnology*. Vol, 3 pp. 267-276.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Kusuma, R I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., Soetaredjo, F. E., dan Ismadji, S. 2012. Natural zeolite from Pacitan Indonesia, as catalyst support for transesterification of Palm oil. *Applied Clay Science*. 74: 121-126.

Lin, L., Zhongfang Lei., Li Wang, Xiang Liu, Yi Zhang, Chunil Wan, Duu-Jong Lee, Joo Hwa Tay. 2013. Adsorption Mechanisms of High-Levels of Ammonium Onto Natral and NaCl-Modified Zeolites. *Journal Seperation Purification Technology*. 103: 15-20.

Muhammad, A. 1995. Bahan Galian Industri Zeolit. *Laporan Penelitian PPTM*. Bandung. 1-14.

Nelson, S. A. 2010. X-ray Crystallography. www.tulane.edu. (Diakses pada tanggal 19 Agustus 2016)

Ngapa, D. Yulius. 2017. Kajian Pengaruh Asam-Basa pada Aktivitas Zeolit dan Karakterisasinya sebagai Adsorben Pewarna Biru Metilena. *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*. Vol. 2 No. 2.

Noiroj, K., P, Intarapong, A. Luengnaruemitchai, and S. Jai-in. 2009. A Comparative Study of KOH/Al_2O_3 and KOH/NaY Catalyst for Biodesel Production Via Transesterification from Palm Oil. *Science Direct*. Vol 34: 1145-1150.

Ola, PD., Djami, G. A., dan Wogo, Em. H. 2013. The Use of Activated Natural Zeolite as an Adsorbent on Removing of Rhodamine B from Aqueous Solution. *Journal of Applied Chemical Science*. Vol. 2 issue 2: 252-258.

Pinto, A.C., Guarieiro, L.L.N., Rezende, M.J.C., Ribeiro, N.M., Torres, E.A., Lopes, W.A., de P Pereira, P.A & de Andrade, J.B. (2005). Biodesel: An Overview. Braz Chem Soc, 16(6B): 1313-1330.

Rachmawati, M., dan Sutarti, M. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Pusat Dokumentasi dan Informasi LIPI. Jakarta. Hal. 57.

Rakmae, S., Keawkumay, C., Osakoo, N., Montalbo, K, D., Leon, R, L., Kinkhunthod, P., Chanlek, N ., Roesner, F., Prayoonpokarach, S., dan Wittayakun, J. 2016 Realization of Active Species in Potassium Catalyst on Zeolite NaY Prepared by Ultrasound- assited Impregnation with Acetate Buffer and Improved Performance in Transesterification of Palm Oil. *Fuel, 184:*512-517.

Riyanto, A.F. 2007. Studi Reaksi Katalitik O-Metilasi Fenol dan Metanol Menjadi Anisol dengan Menggunakan Katalis Zeolit X dalam Fasa Cair. *Skripsi* S-1 UI. Depok: Universitas Indonesia.

Satatariksa Regnant, Y. 2018. Sintesis dan Karakterisasi $KOH/\gamma\text{-}Al_2O_3$ dengan Metode Impregnasi Basah, Hidrotermal, dan Sonikasi sebagai Katalis pada

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Skripsi*. Malang:Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Satterfield, C. N. 1980. Heterogeneous Catalyst in Practive. New York: MC Graw Hill Book Company.

Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir al-Misbah*: *Pesan, Kesan, dan Keserasian.* Alquran Vol. 5 Jakarta: Lentera Hati.

Sulton, Akbarul F, A. 2018. Modifikasi Katalis Zeolit Menggunkan Ultrasonik dengan Variasi Konsentrasi Kalium Hidroksida dan Aplikasinya untuk Pemubuatan Biodesel dari Minyak Jarak (*Ricinus Communis*). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Susilowati. 2006. Biodesel dari Minyak Biji Kapuk dengan Katalis Zeolit. *Jurnal Teknik Kimia.* Vol 1, No 1: 10-14.

Suslick, K. S., dan Price, G. J. 1999. Aplication of Ultrasound To Materials Chemistry. India: Purdue University Indianapolis.

Swanson, H. E. dkk. 1972. *Standart X-ray Diffraction Powder Patterns Section 10 Data for 84 Subtance.* Washington: Institute for Materials Research National Bureau of Standards.

Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin,* 10: 269-282.

Tskrento, V., Dudnik, E., dan Shevchenco. 2012. Nanocrystaline Zirconia Based Powder Synthesis by Hidrothermal Method. *Processing and Aplication of Ceramic.* Vol 6 pp. 151-157.

Tsitsishivili and Andronikashvili. 1992. *Natural Zeolites*. Ellis Horwood Limited, England.

Umam, Nasichul M. 2018. Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Menggunakan Katalis KOH/Zeolit dalam Pembuatan Biodesel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Univesitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Utomo, A. S. 2011. Preparasi NaOH/Zeolit sebagai Katalis Heterogen untuk Sintesis Biodesel dari Minyak Goreng Secara Transesterifikasi. *Skripsi*. Depok: Progam Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik UI.

Wang, S., and Peng, Y. 2010. Natural Zeolites as Effetive Adsorbents in Water and Wastewater Treametnt. *Chemical Engineering Journal*. 156: 11-24.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

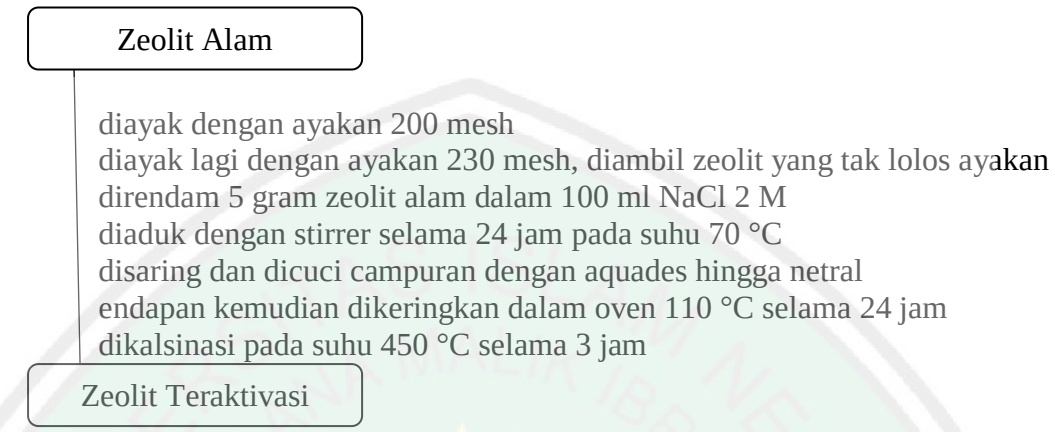
Xie, W. dan Huang X. 2006. Soybean Oil Methyl Esters Preparation Using NaX Zeolites Loaded with KOH. *Journal School of Chemistry and Chemical Engeneering.* Volume 5: 936-939.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

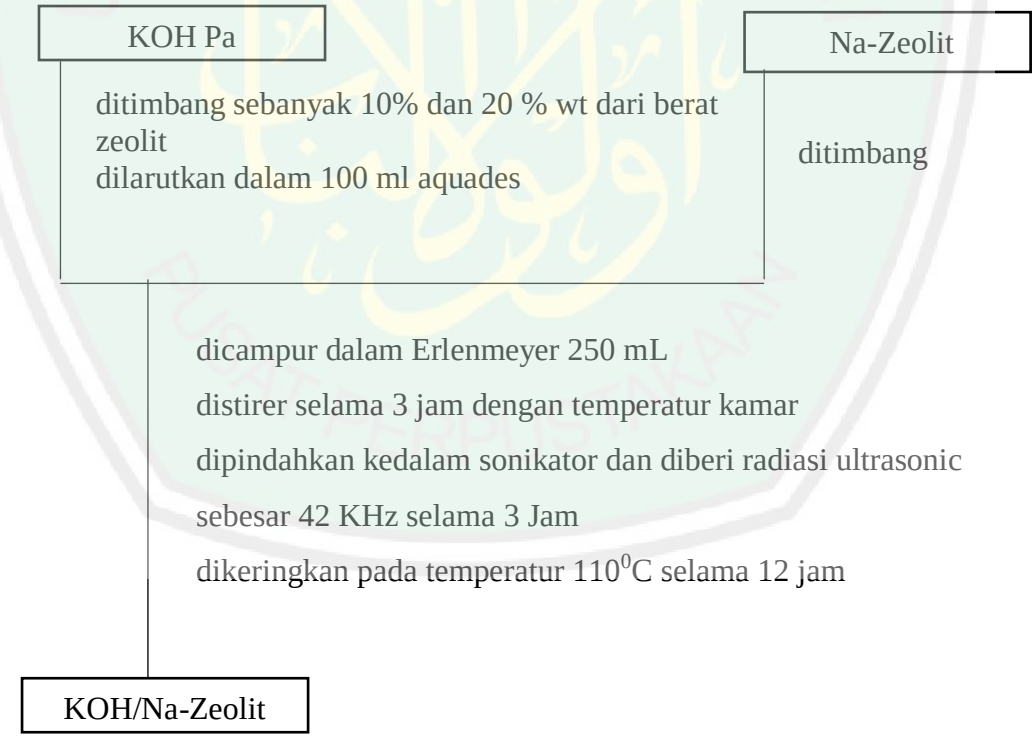
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir

Preparasi dan aktivasi Zeolit Alam



Pengembanan KOH 10% dan 20% pada Na-Zeolit



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Karakterisasi

Karakterisasi Menggunakan XRD

KOH/Na-Zeolit

ditempatkan 10 mg sampel pada sampel holder

dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X dengan radiasi Cu-Kα pada λ 1,541 Å, 40 kV, 30 Ma, 2θ=10-60^o dan kecepatan scan 0,02^o/detik

Hasil

Karakterisasi Menggunakan CO_2-TPD

KOH/Na-Zeolit

dikalsinasi sampel (0,005 gram) pada suhu 400 ˚C dengan adanya gas helium (inert) selama 30 menit

diadsorpsi CO_2 (5% dalam helium, v/v) pada suhu kamar selama 30 menit

didesorpsi CO_2 pada suhu 100-600 ˚C dengan pemanasan bertingkat dengan laju kenaikan 10 ˚C/menit

ditahan selama 20 menit pada suhu 600 ˚C

Hasil

K**arakterisasi Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N_2**

KOH/Na-Zeolit

didegassing sampel dengan pemanasan suhu antara 200-300 ˚C selama ≥ 6 jam

ditimbang sampel

dianalisis

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 2. Perhitungan

Pembuatan larutan 100 ml NaCl 2 M

Diketahui: Mr NaCl = 58,44 g/mol

$$M = \frac{n}{v}$$

$$n = M\ x\ V$$

$$n = 2\ M\ x\ 100\ ml = 200\ mmol$$

$$n = \frac{g}{Mr}$$

$$0{,}2\ mol = \frac{g}{58{,}44\ g/mol}$$

$$g = 0{,}2\ mol\ x\ 58{,}44\ g/mol$$

$$g = 11{,}688\ gram$$

Persen KOH dalam Zeolit

Diketahui massa zeolit yang digunakan sebesar 50 gram

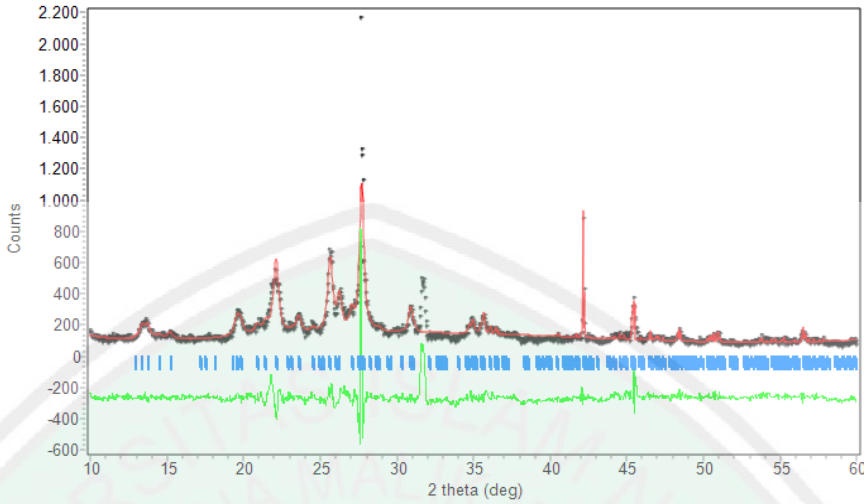
Untuk = 0% KOH = 0% x 50 g = 0 gram

10% KOH = 10% x 50 g = 5 gram

20% KOH = 20% x 50 g = 10 gram

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 3. Hasil Refinement Zeolit Teraktivasi NaCl



Gambar L.3.1 Hasil Refinement Zeolit Teraktivasi NaCl

Keterangan:

- = Puncak dari sampel
- = Puncak perhitungan dari data standar yang digunakan
- = Puncak-puncak yang harus muncul berdasarkan *input* standar
- = Kecocokan antara sampel dengan standar

Tabel L.3.1 Data kristalografi zeolit mordenit hasil *refinement* menggunakan metode Le Bail

Parameter	**Zeolit (mordenit)**
Grup Ruang	*Cmcm*
Kisi Kristal	Ortorombik
Unit Asimetrik *(Z)*	1
a (Å)	18,04
b (Å)	20,40
c (Å)	7,50
A	90
B	90
Γ	90
% Rp	12,03
% Rwp	20,63

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

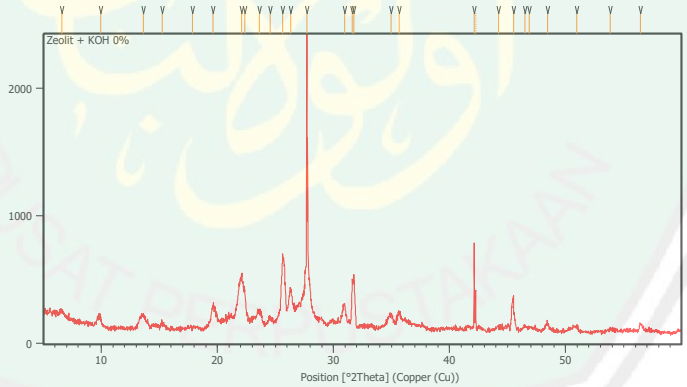
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya. Spesifikasi instrumen XRD yang digunakan dapat dilihat pada Tabel L. 4.1

Spesifikasi	
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	59.9864
Sampel	KOH/Na-Zeolit 0%; 10%; 20%

L.4.1 Difraktogram Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

1. **Na-Zeolit**



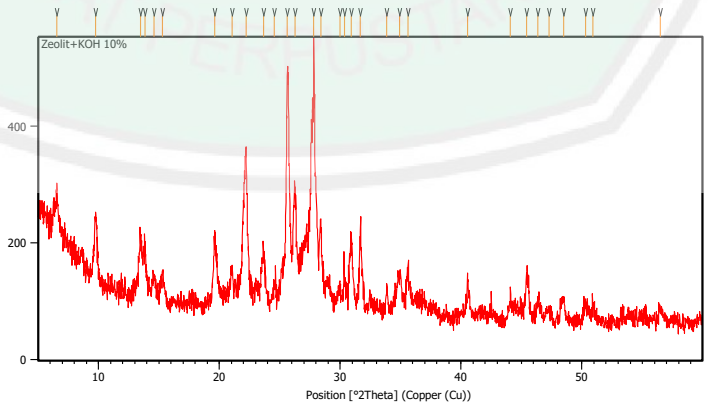
Gambar L.4.1 Difraktogram Na-Zeolit

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel L.4.2 Data XRD Na-Zeolit

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.6003	44.61	0.4015	13.39216	2.01
9.9292	72.02	0.1673	8.90842	3.24
13.5928	101.91	0.4684	6.51450	4.59
15.2242	46.13	0.3346	5.81990	2.08
17.8434	11.18	0.5353	4.97109	0.50
19.6188	177.18	0.3346	4.52505	7.98
22.0976	406.81	0.1338	4.02273	18.31
22.3538	262.49	0.1338	3.97721	11.82
23.5987	112.74	0.3346	3.77014	5.08
24.5301	57.45	0.2676	3.62906	2.59
25.6012	486.98	0.1004	3.47960	21.92
26.2885	267.57	0.2007	3.39017	12.05
27.6916	2221.36	0.0502	3.22150	100.00
30.9546	153.53	0.2676	2.88896	6.91
31.6090	282.44	0.1020	2.82828	12.71
31.7695	350.46	0.0669	2.81669	15.78
34.9451	88.90	0.4015	2.56766	4.00
35.6433	101.85	0.2007	2.51895	4.59
42.1217	685.72	0.0408	2.14354	30.87
42.2359	319.07	0.0408	2.14332	14.36
44.2094	33.03	0.4896	2.04703	1.49
45.4932	270.72	0.0612	1.99221	12.19
46.4705	45.87	0.2448	1.95256	2.07
46.8849	27.96	0.6528	1.93626	1.26
48.4651	58.21	0.2856	1.87676	2.62
50.9700	48.01	0.4896	1.79025	2.16
53.8316	21.43	0.6528	1.70164	0.96
56.4623	57.83	0.3264	1.62844	2.60

2. **KOH 10%/Na-Zeolit**



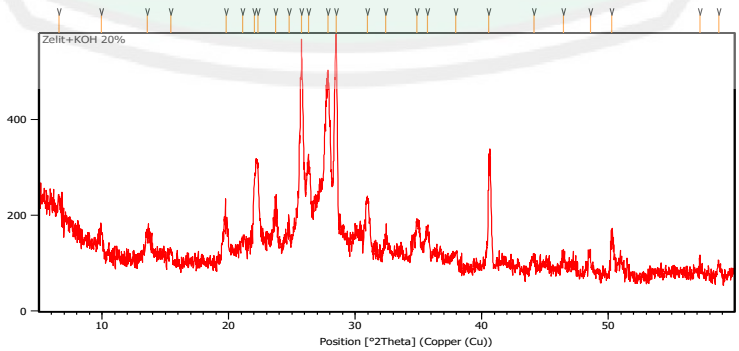
Gambar L.4.2 Difraktogram KOH 10%/Na-Zeolit

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel L.4.3 Data XRD KOH 10%/Na-Zeolit

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.5641	68.87	0.2676	13.46590	16.78
9.7673	106.04	0.1673	9.05573	25.83
13.4656	100.49	0.2007	6.57577	24.48
13.8463	86.62	0.1338	6.39581	21.10
14.5666	39.78	0.2676	6.08112	9.69
15.2742	48.19	0.2676	5.80094	11.74
19.5981	114.53	0.1673	4.52978	27.90
21.0486	66.05	0.1673	4.22079	16.09
22.2073	265.41	0.1673	4.00311	64.66
23.6639	87.27	0.1673	3.75990	21.26
24.5583	37.44	0.2007	3.62495	9.12
25.6271	392.60	0.1004	3.47615	95.64
26.2643	197.73	0.2007	3.39324	48.17
27.8177	410.50	0.0669	3.20719	100.00
28.3909	144.72	0.1338	3.14372	35.26
29.9771	39.39	0.2342	2.98090	9.59
30.3367	53.60	0.1004	2.94637	13.06
30.9168	110.75	0.2676	2.89240	26.98
31.6592	136.84	0.1338	2.82625	33.33
33.8498	30.40	0.1673	2.64820	7.41
34.9008	50.95	0.3346	2.57081	12.41
35.5882	55.54	0.1673	2.52272	13.53
40.5489	67.42	0.1338	2.22482	16.43
44.0625	37.43	0.2007	2.05522	9.12
45.4385	80.12	0.1004	1.99613	19.52
46.3648	33.77	0.2676	1.95839	8.23
47.2762	20.39	0.2676	1.92274	4.97
48.4906	39.02	0.2007	1.87738	9.50
50.2857	29.86	0.4015	1.81450	7.27
50.9237	28.65	0.2676	1.79325	6.98
56.4858	15.76	0.4015	1.62916	3.84

3. KOH 20%/Na-Zeolit



Gambar L.4.3 Difraktogram KOH 20%/Na-Zeoli

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel L.4.4 Data XRD KOH 20%/Na-Zeolit

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.5985	40.58	0.2007	13.39571	8.56
9.9213	41.67	0.3346	8.91549	8.79
13.5779	57.88	0.3346	6.52162	12.21
15.4195	27.52	0.2007	5.74663	5.81
19.7793	93.31	0.3346	4.48870	19.69
21.1069	53.61	0.4015	4.20926	11.31
22.0133	171.08	0.1338	4.03794	36.10
22.2939	205.93	0.2007	3.98775	43.45
23.7061	119.24	0.1338	3.75331	25.16
24.7573	93.66	0.1004	3.59627	19.76
25.7514	443.82	0.2342	3.45965	93.64
26.3290	224.32	0.3011	3.38504	47.33
27.8581	393.03	0.3346	3.20262	82.92
28.4733	473.96	0.1338	3.13482	100.00
30.9725	143.74	0.3346	2.88733	30.33
32.4193	65.77	0.2676	2.76170	13.88
34.8421	95.28	0.1673	2.57501	20.10
35.6904	80.71	0.2676	2.51574	17.03
37.9497	33.77	0.4015	2.37100	7.13
40.5322	205.53	0.0669	2.22569	43.36
44.1199	35.24	0.2342	2.05268	7.44
46.4382	33.08	0.2676	1.95546	6.98
48.5595	48.17	0.2007	1.87488	10.16
50.2430	80.15	0.1338	1.81594	16.91
57.2264	17.63	0.4015	1.60983	3.72
58.7071	25.53	0.3346	1.57271	5.39

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-desorpsi N_2

L.5.1 Na-Zeolit

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0

Quantachrome INSTRUMENTS
Optimizing particle performance

Analysis				**Report**			
Operator:	nova	**Date:**	2019/03/29	**Operator:**	nova	**Date:**	3/29/2019
Sample ID:	KOH0%	**Filename:**		C:\QCdata\Physisorb\KOH0%.qps			
Sample Desc:		**Comment:**					
Sample weight:	0.0666 g	**Sample Volume:**	0.01708 cc			**Sample Density:**	3.9 g/cc
Outgas Time:	3.0 hrs	**OutgasTemp:**	300.0 C				
Analysis gas:	Nitrogen	**Bath Temp:**	77.3 K				
Press. Tolerance:	0.050/0.050 (ads/des)	**Equil time:**	120/120 sec (ads/des)			**Equil timeout:**	240/240 sec (ads/des
Analysis Time:	101.6 min	**End of run:**	2019/03/29 13:55:59			**Instrument:**	Nova Station A
Cell ID:	62					**F/W version:**	0.00

Isotherm

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen				
	Molec. Wt.: 28.013 g	Temperature	77.350K		
		Cross Section:	16.200 Å²	Liquid Density:	0.808 g/cc

Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
5.55000e-02	7.5595	1.56888e-01	9.8431	2.54290e-01	12.3637
7.84090e-02	8.1224	1.81476e-01	10.4532	2.81935e-01	13.1410

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.55000e-02	7.5595	6.2194e+00	2.06808e-01	11.1101	1.8777e+01
7.84090e-02	8.1224	8.3810e+00	2.30731e-01	11.7378	2.0445e+01
1.05436e-01	8.6792	1.0865e+01	2.54290e-01	12.3637	2.2068e+01
1.31998e-01	9.2112	1.3209e+01	2.81935e-01	13.1410	2.3906e+01
1.56888e-01	9.8431	1.5126e+01	3.04001e-01	13.9537	2.5045e+01
1.81476e-01	10.4532	1.6970e+01			

BET summary

Slope =	75.660
Intercept =	2.785e+00
Correlation coefficient, r =	0.997366
C constant=	28.163
Surface Area =	44.394 m²/g

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.5.2 KOH 10%/Na-Zeolit

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0

Quantachrome INSTRUMENTS
Optimizing particle performance

Analysis			**Report**		
Operator:	nova	**Date:** 2019/03/29	**Operator:**	nova	**Date:** 3/29/2019
Sample ID:	KOH10%	**Filename:**	C:\QCdata\Physisorb\KOH10%.qps		
Sample Desc:		**Comment:**			
Sample weight:	0.0518 g	**Sample Volume:**	0.01328 cc	**Sample Density:**	3.9 g/cc
Outgas Time:	3.0 hrs	**OutgasTemp:**	300.0 C		
Analysis gas:	Nitrogen	**Bath Temp:**	77.3 K		
Press. Tolerance:	0.050/0.050 (ads/des)	**Equil time:**	120/120 sec (ads/des)	**Equil timeout:**	240/240 sec (ads/des)
Analysis Time:	104.1 min	**End of run:**	2019/03/29 13:58:27	**Instrument:**	Nova Station B
Cell ID:	72			**F/W version:**	0.00

Isotherm

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate					
	Nitrogen	Temperature	77.350K		
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å²	Liquid Density:	0.808 g/cc

Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
5.15220e-02	1.1863	1.57747e-01	2.4793	2.55869e-01	4.4420
7.85790e-02	1.4520	1.82343e-01	2.9213	2.80480e-01	5.0088

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate					
	Nitrogen	Temperature	77.350K		
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å²	Liquid Density:	0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.15220e-02	1.1863	3.6637e+01	2.07938e-01	3.4338	6.1172e+01
7.85790e-02	1.4520	4.6994e+01	2.33006e-01	3.9477	6.1572e+01
1.06898e-01	1.7290	5.5389e+01	2.55869e-01	4.4420	6.1935e+01
1.32725e-01	2.0559	5.9560e+01	2.80480e-01	5.0088	6.2269e+01
1.57747e-01	2.4793	6.0442e+01	3.06152e-01	5.6754	6.2205e+01
1.82343e-01	2.9213	6.1080e+01			

BET summary

Slope =	78.012
Intercept =	4.307e+01
Correlation coefficient, r =	0.798910
C constant=	2.811
Surface Area =	28.762 m²/g

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.5.3 KOH 20%/Na-Zeolit

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0

Quantachrome INSTRUMENTS
Optimizing particle performance

Analysis
Operator:nova Date:2019/03/29
Sample ID: KOH20%
Sample Desc:
Sample weight: 0.0682 g
Outgas Time: 3.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)
Analysis Time: 107.9 min
Cell ID: 82

Report
Operator:nova Date:3/29/2019
Filename: C:\QCdata\Physisorb\KOH20%.qps
Comment:
Sample Volume: 0.01749 cc Sample Density: 3.9 g/cc
OutgasTemp: 300.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 120/120 sec (ads/des) Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
End of run: 2019/03/29 14:02:14 Instrument: Nova Station C
F/W version: 0.00

Isotherm

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate: Nitrogen
Molec. Wt.: 28.013 g
Temperature: 77.350K
Cross Section: 16.200 Å²
Liquid Density: 0.808 g/cc

Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
5.23660e-02	0.6297	1.58397e-01	1.3993	2.56488e-01	2.6641
7.91830e-02	0.7956	1.83102e-01	1.7137	2.82500e-01	3.0717

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate: Nitrogen
Molec. Wt.: 28.013 g
Temperature: 77.350K
Cross Section: 16.200 Å²
Liquid Density: 0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.23660e-02	0.6297	7.0210e+01	2.08781e-01	1.9998	1.0557e+02
7.91830e-02	0.7956	8.6484e+01	2.33215e-01	2.3271	1.0457e+02
1.07494e-01	0.9315	1.0345e+02	2.56488e-01	2.6641	1.0360e+02
1.32981e-01	1.1371	1.0792e+02	2.82500e-01	3.0717	1.0256e+02
1.58397e-01	1.3993	1.0762e+02	3.06222e-01	3.4898	1.0120e+02
1.83102e-01	1.7137	1.0465e+02			

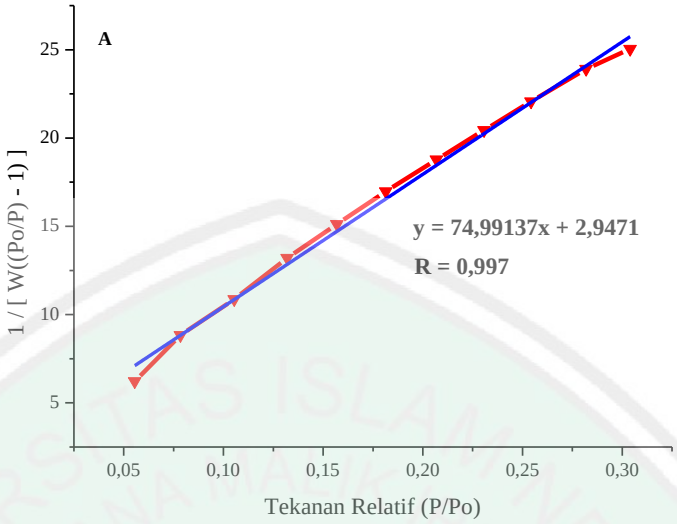
BET summary
Slope = 78.067
Intercept = 8.560e+01
Correlation coefficient, r = 0.574786
C constant= 1.912

Surface Area = 21.277 m²/g

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 6. Penentuan Luas Permukaan Menggunakan Metode BET

L.6.1 Na-Zeolit



Gambar L.6.1 Penentuan luas permukan pada Na-Zeolit

Diketahui:

Slope : 74,991

Intersep : 2,9471

Penentuan Nilai *Wm*

$$Wm = \frac{1}{\mathrm{s} + \mathrm{i}}$$

$$Wm = \frac{1}{74{,}991 + 2{,}9471}$$

$Wm =$ 0,01283 g

Penentuan Nilai Luas Permukaan (St)

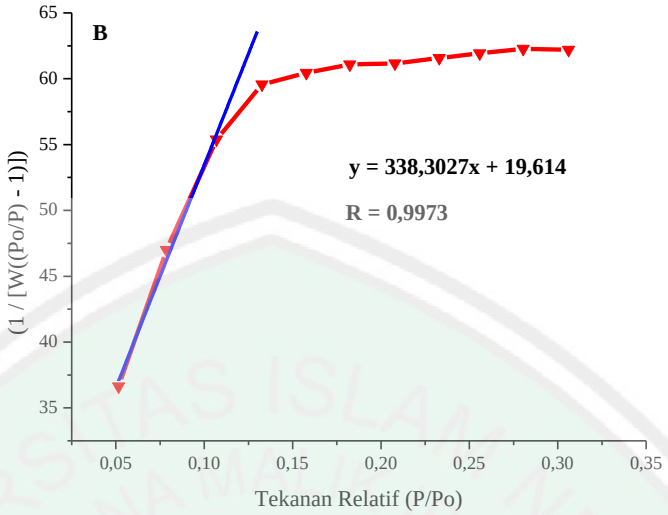
$$\mathrm{St} = \frac{Wm\ x\ N\ x\ Acs}{M}$$

$$St = \frac{0{,}01283\ g\ x\ 6{,}0225x10^{23}\ x\ 16{,}2x10^{-20}m^2}{28{,}013\ g}$$

$St = 44{,}6\ \mathrm{m}^2/\mathrm{g}$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.6.2 KOH 10%/Na-Zeolit



Gambar L.6.2 Penentuan luas permukaan pada KOH 10%/Na-Zeolit

Diketahui:

Slope : 338,302

Intersep : 19,614

Penentuan Nilai Berat gas Nitrogen (*Wm)*

$$Wm = \frac{1}{\mathrm{s} + \mathrm{i}}$$

$$Wm = \frac{1}{338{,}302 + 19{,}614}$$

$Wm =$ 0,002793 g

Penentuan Nilai Luas Permukaan (St)

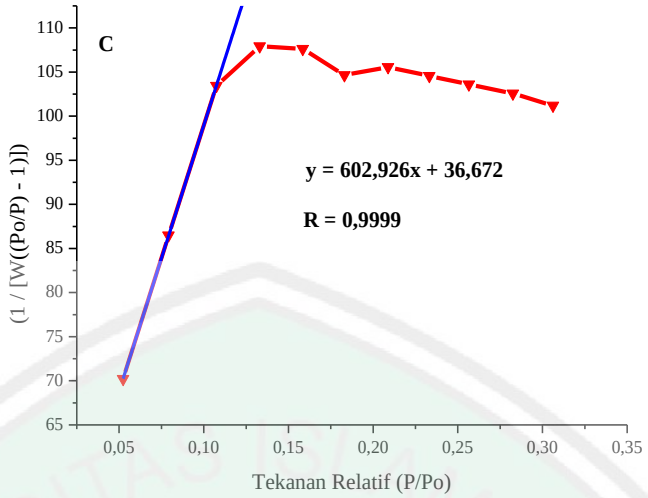
$$\mathrm{St} = \frac{Wm\ x\ N\ x\ Acs}{M}$$

$$St = \frac{0{,}002793\ g\ x\ 6{,}0225x10^{23}\ x\ 16{,}2x10^{-20}m^2}{28{,}013\ g}$$

$St = 9{,}727$ m^2/g

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.6.3 KOH 20%/Na-Zeolit



Gambar L.6.3 Penentuan luas permukaan pada KOH 20%/Na-Zeolit

Diketahui:

Slope : 602,926

Intersep : 36,672

Penentuan Nilai Berat Gas Nitrogen (*Wm)*

$$Wm = \frac{1}{s + i}$$

$$Wm = \frac{1}{602{,}926 + 36{,}672}$$

$Wm =$ 0,00156 g

Penentuan Nilai Luas Permukaan (St)

$$St = \frac{Wm\ x\ N\ x\ Acs}{M}$$

$$St = \frac{0{,}00156\ g\ x\ 6{,}0225x10^{23}\ x\ 16{,}2x10^{-20}\ m^2}{28{,}013\ g}$$

$St = 5{,}432\ m^2/g$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Mengunakan CO_2-TPD

Karakterisasi menggunakan CO_2-TPD dilakukan di Lembaga Ilmu Pegetahuan Indonesia Laboratorium Pusat Penelitian Kimia, Serpong Tanggerang Selatan.

L.7.1 Metode Karakterisasi Menggunakan CO_2-TPD.

a. Pretreatment sampel

   Sampel dipanasi pada suhu 400 °C selama 30 menit dalam kondisi gan He (inert)

b. Adsorbsi CO_2

   Adsorpsi CO_2 (5% dalam He, v/v) dilakukan pada suhu kamar selama 30 menit, kemudian di purging dengan gas He (inert) pada suhu tersebut, selama 30 menit, dengan flow rate gas adalah 30 ccm.

c. Desorpsi

   Desorpsi CO_2 dilakukan pada suhu 100-600 °C dengan kecepatan penaikan suhu 10 °C/menit, kemudian ditahan selama 20 menit pada suhu 600 °C.

L7.2 Kalibrasi Gas CO_2-TPD

a. Konsentrasi campuran gas = 5% CO_2 (He, balance v/v)

   Diketahui:

   R (L.atm/K.mol) = 0,082057338

   P (stp) = 1 atm

   T (stp) = 273,15 k

b. Mol CO_2 (mol)

   (P (stp) X (Volume 5% CO_2/1000)) / (R X T)

c. Mol CO_2 (mmol)

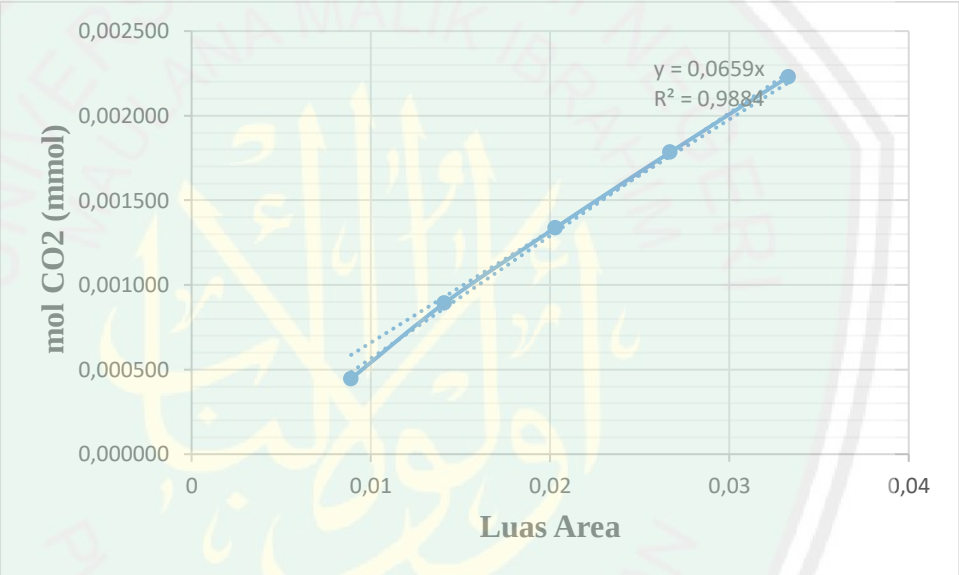
   Mol CO_2 (mol) X 1000

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

d. Data Kalibrasi

Area	Volume mixed gas (mL)	Volume 5% CO2 (mL)	mol CO2 (mol)	mol CO2 (mmol)
0,0089	0,2	0,01	4,4615E-07	0,000446
0,0141	0,4	0,02	8,92301E-07	0,000892
0,0203	0,6	0,03	1,33845E-06	0,001338
0,0267	0,8	0,04	1,7846E-06	0,001785
0,0333	1	0,05	2,23075E-06	0,002231

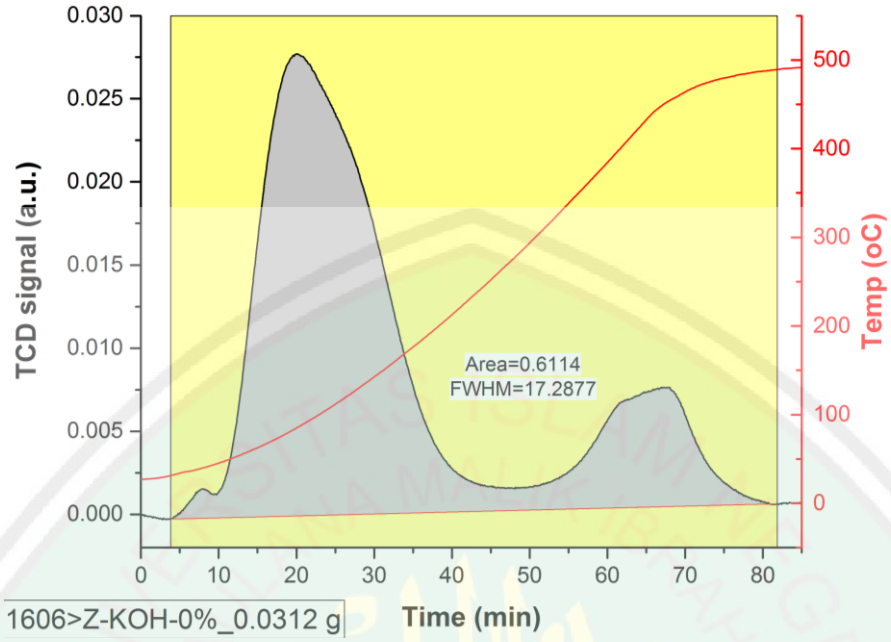
e. Kurva Kalibrasi Mol CO_2 (mmol) dengan luas area



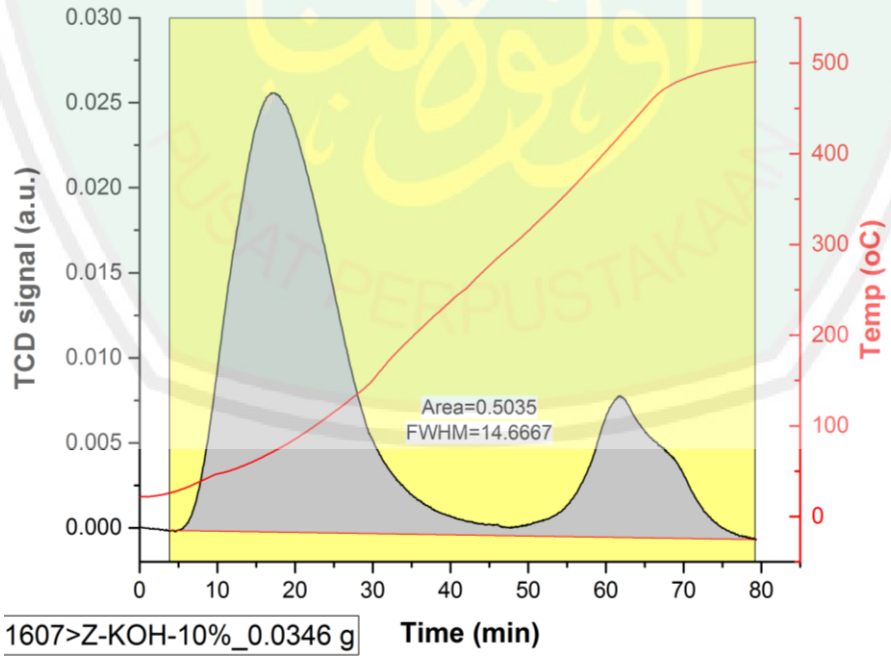
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.7.3 Kurva Hasil Karakterisasi Menggunakan CO_2-TPD

1. Na-Zeolit

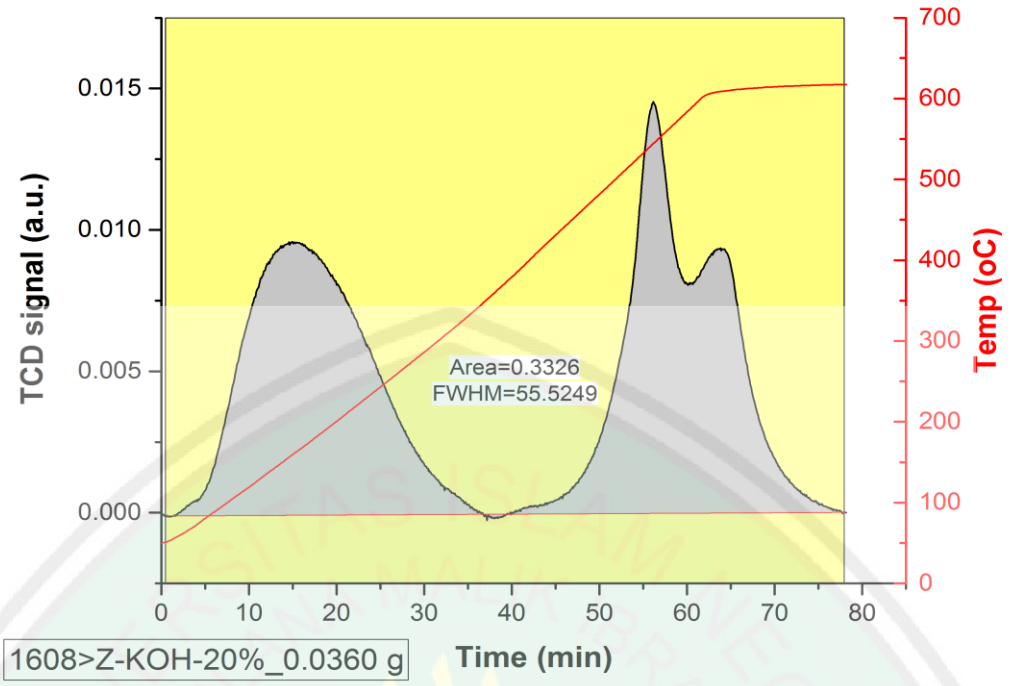


2. KOH 10%/Na-Zeolit



3. KOH 20 %/Na-Zeolit

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



L 7.4 Hasil Analisa

Sampel	Berat Sampel (g)	Luas Area Hasil Analisa	mol CO2 (mmol)	Basicity (mmol/g)
190705-1606	0.0312	0,6114	0,039741	1,2738
190705-1606	0.0346	0,5035	0,032728	0,9459
190705-1606	0.036	0,3326	0,021619	0,6005

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG