

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

**Oleh:
SEPTIVANI YESICA
NIM. 12630039**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

**Oleh:
SEPTIVANI YESICA
NIM. 12630039**

**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
2016**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
SEPTIVANI YESICA
NIM. 12630039

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 24 Oktober 2016

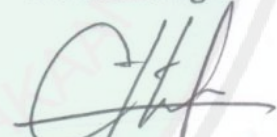
Pembimbing I



Suci Amalia, M.Sc

NIP. 19821104 200901 2 007

Pembimbing II



Ahmad Hanapi, M.Sc

NIDT. 19851225 20160801 1 069

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**



Elok Kamilah Hayati, M.Si

NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
SEPTIVANI YESICA
NIM. 12630039

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 24 Oktober 2016

Penguji Utama : A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

(.....
Ghanaim.....)

Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIPT. 20130902 2 317

(.....
Susi Nurul Khalifah.....)

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

(.....
Suci Amalia.....)

Anggota Penguji : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

(.....
Ahmad Hanapi.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Septivani Yesica

NIM : 12630039

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam
Malang dengan Variasi Waktu Pemeraman

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 09 November 2016

Yang membuat pernyataan,



Septivani Yesica
NIM. 12630039

Motto

Menurut Herodotus “Ketergesaan dalam setiap usaha akan membawa kegagalan”

Sedangkan Lessing mengatakan “Kegagalan hanya akan terjadi bila kita menyerah”

Ketahuiilah,...

“Orang-orang yang sukses di luar sana telah belajar membuat diri mereka melakukan hal yang harus dikerjakan ketika hal itu memang harus dikerjakan, entah mereka menyukainya atau tidak” (Aldus Huxley)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. kedua orang tua (Bapak Heru Widiono dan Ibu Sutini) serta keluarga besar yang senantiasa menanti, serta memberikan dukung, semangat dan do'a selama proses mengerjakan karya ini,
2. sahabat-sahabat seperjuangan (Kimia Angkatan 2012) yang saling memotivasi dan menyemangati,
3. semua pihak yang terlibat dalam proses pencapaian tugas akhir ini dari masa kuliah, KKN (Dampit), PKLI (Perum Jasa Tirta I), dll., sampai dengan penyelesaian skripsi,
4. Bapak RS. yang selalu menyemangati dan mendo'akan.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penyusun panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan laporan hasil penelitian yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Malang dengan Variasi Waktu Pemeraman**”. Sholawat serta salam tidak lupa penyusun curahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing umat Islam ke jalan yang benar yaitu jalan yang berlandaskan Alqur’an dan al Hadist.

Laporan hasil penelitian ini berisi tentang bagaimana pengaruh waktu pemeraman terhadap nanokomposit TiO₂/zeolit alam yang dihasilkan, dilihat dari karakterisasi yang dilakukan. Tahapan awal penelitian sampai pada penyusunan laporan hasil penelitian ini tidak luput dari dukungan serta bantuan dari beberapa pihak diantaranya:

1. Orang tua tercinta yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Suci Amalia, M.Sc, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun baik cara penulisan maupun materi dalam penyusunan laporan hasil penelitian ini.
4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc, selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat mengenai integrasi antara penelitian yang dilakukan dengan Alqur’an maupun hadits yang ada sebagaimana upaya pengamalan dari usaha pendekatan diri kepada Allah SWT.
5. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, selaku konsultan yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat baik mengenai metode maupun penyusunan laporan hasil penelitian.
6. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan,

pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penyusun.

7. Seluruh staf Laboratorium dan staf administrasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang atau bantuan dan arahnya selama proses penelitian.
8. Teman-teman Grup Anorganik 2012 yang saling menyemangati satu sama, lain terkait penelitian, analisis data, maupun penyusunan laporan serta diskusi mengenai reaksi.
9. Teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2012 khususnya dan semua mahasiswa Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukan.
10. Semua rekan-rekan dan pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasi.

Segala bentuk bantuan maupun dukungan yang diberikan kepada penyusun, penyusun ucapkan terima kasih.

Penyusun menyadari atas keterbatasan ilmu yang penyusun miliki, oleh karena itu kritik dan saran perbaikan penyusun harapkan dari pembaca. Terlepas dari segala kekurangan, semoga laporan hasil penelitian ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat. Aamiin.

Malang, 09 November 2016

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Zeolit Alam Malang	7
2.2 Pemanfaatan Zeolit Alam	8
2.3 TiO ₂	10
2.4 Aktivasi Zeolit Alam	13
2.5 Metode Sol-Gel	15
2.6 TiO ₂ /Zeolit	19
2.7 Waktu Pemeraman	19
2.8 Nanokomposit	20
2.9 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	21
2.10 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	22
2.11 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	25
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.2.1 Alat	27
3.2.2 Bahan	27
3.3 Rancangan Penelitian	28
3.4 Tahapan Penelitian	28
3.5 Prosedur Penelitian	29
3.5.1 Preparasi Sampel Zeolit Alam Malang	29
3.5.2 Aktivasi Zeolit Alam	29
3.5.3 XRF	29
3.5.4 Sintesis Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam dengan Variasi Waktu	

Pemeraman	30
3.5.5 Karakterisasi	30
3.5.5.1 XRD	30
3.5.5.2 SEM	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang	32
4.2 Analisis <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	34
4.3 Sintesis Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang dengan Variasi Waktu Pemeraman	35
4.4 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	37
4.5 Karakterisasi <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	41
4.6 Kajian Perspektif Islam terhadap Sintesis Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam	43
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	46
5.2 Saran	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Zeolit Alam Mordenit	8
Gambar 2.2	Struktur Dasar Zeolit	8
Gambar 2.3	TiO ₂ Anatas, Rutil, dan Brokit	12
Gambar 2.4	Analisis SEM Zeolit Alam dan Zeolit Alam Aktivasi	14
Gambar 2.5	Pembentukan Sol dan Gel	15
Gambar 2.6	Reaksi Hidrolisis TIP	16
Gambar 2.7	Reaksi Kondensasi pada Metode Sol Gel	16
Gambar 2.8	Reaksi Kondensasi TiO ₂ dan Pertumbuhan Nanopartikel TiO ₂ .	17
Gambar 2.9	Ikatan TiO ₂ dengan Zeolit sebelum dan sesudah Kalsinasi	18
Gambar 2.10	FWHM pada Puncak Difraktogram XRD	23
Gambar 2.11	Hasil XRD Zeolit Alam dan Zeolit Aktivasi NH ₄ NO ₃	24
Gambar 2.12	Difraktogram Zeolit Alam, TiO ₂ , dan TiO ₂ /Zeolit	25
Gambar 2.13	Morfologi Zeolit-TiO ₂ -Ag	26
Gambar 4.1	Pelarutan Besi oleh HCl	33
Gambar 4.2	Pendesakan Kation dalam Zeolit oleh Ion NH ₄ ⁺	33
Gambar 4.3	Reaksi Sol Gel Pembentukan TiO ₂	36
Gambar 4.4	Hasil XRD Sampel Zeolit dan Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Variasi Waktu Pemeraman	38
Gambar 4.5	Hasil Karakterisasi SEM Zeolit Alam dan TiO ₂ /Zeolit	42

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Pemanfaatan Zeolit di beberapa Sektor	10
Tabel 2.2 Perbandingan Sifat dari Struktur Kristal TiO ₂ Anatas dan Rutil	12
Tabel 2.3 Hasil Analisis XRF Zeolit Alam Malang.....	22
Tabel 4.1 Hasil XRF Zeolit Sebelum dan Sesudah Aktivasi	34
Tabel 4.2 Puncak 2θ Zeolit Alam Malang	38
Tabel 4.3 Refleksi Puncak Komposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang	39
Tabel 4.4 Ukuran Kristal Zeolit Alam dan Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit	41
Tabel 4.5 Hasil XRF Zeolit Sebelum dan Sesudah Modifikasi dengan TiO ₂ ...	43



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Kerangka Penelitian	53
Lampiran 2	Diagram Alir	54
Lampiran 3	Pembuatan Larutan	57
Lampiran 4	Perhitungan	59
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi	62
Lampiran 6	Data Standart	72
Lampiran 7	Dokumentasi	74



ABSTRAK

Yesica, S. 2016. **Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Malang dengan Variasi Waktu Pemeraman**. Skripsi. Jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata kunci: Metode sol-gel, nanokomposit, pemeraman, zeolit alam Malang, TiO₂, titanium isopropoksida.

Nanokomposit TiO₂/zeolit telah diketahui memiliki kemampuan sebagai fotokatalisis dan adsorben. Tujuan penelitian ini dilakukan yaitu untuk mengetahui karakter dari nanokomposit TiO₂/zeolit serta mengetahui waktu pemeraman terbaik.

Zeolit alam Malang diaktivasi menggunakan HCl 6 M serta NH₄NO₃ 2 M dan diperoleh H-zeolit yang selanjutnya dikarakterisasi dengan XRF (mengetahui kandungan unsur). Sebanyak 15 % (w/v) H-zeolit ditambahkan dengan koloid TiO₂ (TIP: etanol: HNO₃ 0,3 M) yang dihasilkan dari tahapan sol-gel. Selanjutnya, dilakukan proses pemeraman serta kalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam. Nanokomposit TiO₂/zeolit dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

Hasil XRF menunjukkan zeolit alam Malang mengalami penurunan persentase pengotor utama (logam Fe) dari 38,57 % menjadi 21,3 %. Berdasarkan karakterisasi XRD diketahui zeolit alam tidak mengalami perubahan struktur, namun terjadi perubahan intensitas akibat penambahan TiO₂. Komposit yang dihasilkan berukuran nano dengan rentang 50-99 nm. Hasil terbaik pemeraman adalah 12 jam dengan 2θ khas dari TiO₂ teramati jelas. Hasil SEM nanokomposit TiO₂/zeolit alam memiliki morfologi yang lebih rapat jika dibandingkan dengan morfologi zeolit alam.

ABSTRACT

Yesica, S. 2016. **Synthesis and Characterization TiO₂/Nature Zeolite of Malang Nanocomposite with Aging Time Variation**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Key words: sol-gel method, nanocomposite, aging, Malang narute zeolite, TiO₂, titanium isopropoxide.

Nanocomposite of TiO₂/zeolite had been known to have abilities as photocatalyst and adsorbent. The purposes of this study was done to know the character of TiO₂/zeolite nanocomposite and determine the best aging time.

Nature zeolite of Malang was activated by HCl 6 M and NH₄NO₃ 2 M to produce H-zeolite and characterized by XRF to determine the decrease in the number of impurities. H-zeolite 15% (w/v) mixed with TiO₂colloid (TIP: ethanol: 0,3 M HNO₃) from sol-gel stage. Then, it was aged and calcined at 500 °C for 2 hours. Characterizations of TiO₂/zeolite nanocomposite used XRD and SEM.

XRF characterization result indicated that there was reduction of the main impurities (Fe) in Malang nature zeolit from 38.57% to 21.3%. Based on the characterization of XRD was known that the structural of natural zeolite not changes, but there was the change of intensities due to addition of TiO₂. Composites which were produced, had the nanometer size with range 50-99 nm. Best aging time was 12 hours with specific peak of TiO₂ can be observed clearly. The results of SEM analysis showed thatTiO₂/zeolite nanocomposite morphology was more closely (abundant) than the morphology of nature zeolite.

الملخص

يسيكار، س. ٢٠١٦. تصنيع وتوصيف نانوكومفوسيت TiO_2 /الزيوليت الطبيعي مالانج باختلاف وقت النضوج. البحث قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة الاسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: سوجي عملية الماجستير، المشرف الثاني: أحمد حفي الما جستير، المستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير.

كلمات البحث: طريق سول-جل، نانوكومفوسيت، النضوج، الزيوليت الطبيعي مالانج، TiO_2 ، التيتانيوم إيسوبروبوكسيد.

نانوكومفوسيت TiO_2 /زيوليت له قدرة بتحفيز ضوئي وممتاز. يقام هذا البحث لميز حرف نانوكومفوسيت TiO_2 /زيوليت ويعرف أفضل الوقت النضوج. تنشيط الزيوليت الطبيعي مالانج بحمض $M^6 HCl$ و $M^2 NH_4NO_3$ حتى تحصل H-الزيوليت ثم تتوصف بأداة XRF لتعريف عنصر فيها. خلط ١٥ % (w/v) من H-الزيوليت مع الغروانية TiO_2 (التيتانيوم إيسوبروبوكسيد: الإيثانول: HNO_3 ٠,٣ M) التي تحصل من طريق سول-جل. ثم ينضج ينكلس عند درجة حرارة $500^\circ C$ لمدة ساعتين. ثم توصيف نانوكومفوسيت TiO_2 /الزيوليت بأداة XRD و SEM (تشكل).

ظهرت النتيجة التوضي XRF تعرف أن شوائب زيوليت الطبيعي مالانج أقل من قبلها مثل في معدن Fe ينقص من ٣٨,٥٧ % إلى ٢١,٣ %. ظهرت النتيجة التوضي XRD تعرف أن الزيوليت الطبيعي مالانج لا تغير هيكلها ولكن تغيرت كثافتها بسبب إضافة TiO_2 . محصول نانوكومفوسيت في الصف ٥٠-٩٩ nm أفضل النضوج. هو ١٢ ساعات ب ٥٢ مخصص من TiO_2 ظاهرة. و ظهرت النتيجة التوضي SEM تعرف أن نانوكومفوسيت TiO_2 /زيوليت له مورفولوجيا أكثر كثافة من زيوليت مالانج.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah SWT telah memberikan pengarahan kepada hamba-hambaNya untuk senantiasa merenungkan nikmat yang diberikanNya, sebagaimana firman Allah dalam surat Yunus ayat 101 yang berbunyi:

قُلْ أَنْظَرُوا مَاذَا فِي السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَا تُغْنِي الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا يُؤْمِنُونَ ﴿١٠١﴾

Katakanlah: "Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman"(QS Yunus: 101).

Menurut Abdullah (2003) dalam tafsir Ibnu Katsir, ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah SWT memerintahkan kepada manusia dengan kemampuan serta akal nya untuk senantiasa mengkaji, mengamati dan meneliti segala sesuatu yang telah diciptakan oleh Allah baik yang ada di langit maupun di bumi. Hal ini dikarenakan, segala sesuatu tersebut merupakan tanda dari keesaan dan kekuasaan Allah sekaligus tanda bagi orang-orang yang beriman yang mau memikirkannya. Tanda-tanda kenikmatan tersebut juga merupakan upaya bagi manusia agar senantiasa bersyukur dan memperkuat keimanannya.

Sebagai upaya pengamalan ayat tersebut, dapat dilakukan dengan pemanfaatan dan pengoptimalan segala sesuatu yang ada di bumi, salah satunya zeolit. Zeolit merupakan mineral kristal alumina silikat yang memiliki struktur rangka tiga dimensi yang keberadaannya cukup melimpah di antaranya dapat ditemukan di daerah Banten, Tasikmalaya, Lampung, dan Malang (Prasetyo, dkk.,

2012). Sebagai salah satu daerah penghasil zeolit, diketahui bahwa kandungan zeolit alam di daerah Malang sebesar 4,8 juta ton dengan kandungan utamanya adalah mineral mordenit (Trisunaryanti, 2005).

Jenis zeolit alam mordenit merupakan zeolit yang memiliki kandungan Si sedang dengan perbandingan Si/Al = 5 dan ukuran pori sebesar 6,7-7 Å serta dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam (Lestari, 2010 dan Hasibuan, 2012). Menurut Sutarti dan Rachmawati (1994), zeolit alam jenis mordenit merupakan material mikropori yang memiliki kemampuan dalam penyerapan dan difusi reaktan. Selain itu, zeolit secara umum memiliki kelebihan diantaranya murah, mudah didapat, serta memiliki aktivitas dan selektivitas (sebagai katalis, *ion exchange* dan adsorben) yang tinggi (Hartoyo, dkk. 2013). Beberapa kelebihan serta kemampuan yang dimiliki zeolit tersebut, menyebabkan pemanfaatan zeolit alam dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang kehidupan diantaranya pertanian, perikanan, peternakan, industri, kedokteran, dll. (Rahman dan Budi, 2004).

Beberapa penelitian mengenai pemanfaatan zeolit diantaranya digunakan sebagai adsorben zat warna *Congo Red* (Vimonses, dkk. 2009) dan sebagai material dalam sistem pengolahan air serta limbah cair (Wang dan Yuelian, 2010). Selain itu, zeolit juga dimanfaatkan sebagai penurun salinitas sumur air payau (Aziza, dkk., 2014) serta sebagai katalis dalam penyulingan minyak (Mravec, dkk., 2005) dan produksi biodiesel (Susilowati, 2006). Pemanfaatan zeolit tersebut akan dapat terus dilakukan dengan adanya pengoptimalan kinerja zeolit alam melalui aktivasi dan modifikasi.

Menurut Said, dkk. (2008) aktivasi zeolit alam dapat dilakukan secara fisis dan kimiawi yang bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, menghilangkan

senyawa-senyawa pengotor, serta menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit. Berdasarkan penelitian Lestari (2010), dengan adanya aktivasi dan modifikasi zeolit alam maka dapat memperbaiki karakter dari zeolit tersebut, antara lain kristalinitas, luas permukaan, serta dapat menghilangkan pengotor-pengotor yang ada. Menurut Suharto, dkk. (2007) aktivasi zeolit alam dapat dilakukan dengan menggunakan HCl dan NH_4NO_3 , dimana perlakuan tersebut menyebabkan adanya penurunan kadar logam Na dan K pada zeolit.

Tahapan pengoptimalan kinerja zeolit selanjutnya dapat dilakukan melalui modifikasi yaitu dengan penambahan logam semikonduktor salah satunya menggunakan logam TiO_2 . Penambahan logam TiO_2 dalam zeolit bertujuan untuk memberikan kemampuan fotokatalitik dari TiO_2 sehingga mampu meningkatkan pemanfaatan zeolit ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) diantaranya aplikasi fotodegradasi polutan dalam limbah organik (Hidayat, 2008). Selain itu, TiO_2 diketahui memiliki daya oksidatif dan stabilitas yang tinggi terhadap fotokorosi serta dapat dipergunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Fitriana, 2014; Fatimah, 2009).

Menurut Fatimah dan Wijaya (2005), sintesis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ secara fotokatalitik dapat menurunkan nilai COD (*Chemical Oxygen Demand*) dan mengurangi senyawa sianida dalam pengolahan limbah cair industri tepung tapioka. Selain itu, fotokatalis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ juga dapat digunakan dalam aplikasi degradasi senyawa *alizarin S* (Wijaya, 2006), *methylene blue* (Andari dan Wardhani, 2014), serta limbah industri tekstil (Utubira, dkk., 2006) menjadi senyawa yang lebih sederhana (CO_2 , H_2O , dan asam-asam anorganik dengan konsentrasi rendah). Menurut Hartoyo dkk. (2013), fotokatalis TiO_2 dalam zeolit

alam secara efektif dapat digunakan untuk menurunkan konsentrasi *Linear Alkyl Sulfonate* (LAS) sebesar 96,93 %.

Modifikasi zeolit alam tersebut juga dapat dilakukan dengan mengubah atau mengkondisikan ukuran material zeolit maupun komposit zeolit (TiO_2 /zeolit) menjadi berukuran nanometer. Menurut Sriyanti (2014), material atau komposit dengan ukuran nanometer tersebut diyakini memiliki sejumlah sifat fisika dan kimia yang lebih unggul dibandingkan dengan ukurannya yang besar (*bulk*). Hal ini dikarenakan, ukuran nanometer dapat meningkatkan luas permukaan, sifat mekanik, serta reaktivitas dari material yang dihasilkan (Hu, dkk., 2010).

Berdasarkan penelitian Faghihian dan Raeiesi (2014), nanokomposit TiO_2 -zeolit dengan ukuran partikel 60-120 nm secara efisien pada pH 2,5 dapat menurunkan kadar *4-chlorophenol* sebesar 80 %. Menurut Chong, dkk. (2014), nanokomposit TiO_2 -zeolit sintetik menyebabkan lebih banyak limbah yang teradsorp jika dibandingkan dengan penggunaan TiO_2 tanpa pengembunan dengan zeolit. Penelitian Haris, dkk., (2014) fotokatalis TiO_2 *doping* Cu-S dengan ukuran kristal sebesar 8,77 nm mampu mendegradasi senyawa fenol sebesar 84,24 %.

Sintesis nanokomposit TiO_2 /zeolit dalam penelitian ini menggunakan modifikasi tahapan metode sol-gel dengan variasi waktu pemeraman. Menurut Widodo (2010) terdapat beberapa parameter atau faktor yang mempengaruhi keberhasilan sintesis dengan menggunakan metode sol-gel, diantaranya reaktan yang digunakan, konsentrasi prekursor, pH, dan pemeraman. Menurut Fernandez (2011) pemeraman merupakan proses pematangan gel yang terbentuk, dimana lama proses tersebut dapat mempengaruhi ukuran serta kristalinitas dari material yang dihasilkan.

Penelitian mengenai sintesis nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$, sebelumnya pernah dilakukan dengan menggunakan zeolit sintetik, sedangkan dalam penelitian ini akan digunakan zeolit alam Malang yang akan dimodifikasi dengan TiO_2 untuk menghasilkan nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dengan variasi waktu pemeraman 12, 16, dan 20 jam menggunakan metode sol-gel. Variasi waktu pemeraman tersebut dilakukan untuk mengetahui hasil terbaik nanokomposit yang dihasilkan. Zeolit alam (sebelum dan sesudah) aktivasi dianalisis menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), untuk mengetahui kandungan unsur-unsur di dalamnya. Kemudian, hasil sintesis nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ alam dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), untuk mengetahui keberhasilan sintesis, kristalinitas maupun ukuran partikel dari komposit. Sedangkan nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ alam (hasil terbaik), selanjutnya akan dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui gambaran morfologi.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu bagaimana hasil karakterisasi dari nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ alam Malang dengan variasi waktu pemeraman yang dilakukan.

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui bagaimana hasil sintesis nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ dengan variasi waktu pemeraman berdasarkan karakterisasi yang dilakukan.

1.4 Batasan Masalah

1. Zeolit yang digunakan berasal dari daerah Sumbermanjing Wetan, Malang.
2. Karakterisasi yang dilakukan meliputi XRF, XRD dan SEM.
3. Prekursor titanium yang digunakan untuk menghasilkan senyawa TiO_2 adalah titanium isopropoksida 97 %.
4. Pembuatan TiO_2 dilakukan menggunakan metode sol gel.
5. Pengembanan TiO_2 dalam zeolit dilakukan saat TiO_2 masih berbentuk koloid.
6. Waktu pemeraman yang digunakan adalah 12, 16, dan 20 jam (suhu ruang).
7. Zeolit alam Malang yang digunakan sebanyak 15 % (w/v perbandingan dengan volume koloid TiO_2) yaitu 20,294 gram.

1.5 Manfaat

Mengetahui adanya pengaruh waktu pemeraman terhadap sintesis nanokomposit TiO_2 /zeolit terhadap ukuran kristal yang dihasilkan. Sintesis yang dilakukan diharapkan dapat meningkatkan kinerja dari zeolit alam sehingga lebih luas dalam aplikasi penggunaannya, misalkan dalam mengkatalisis suatu reaksi kimia tertentu.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

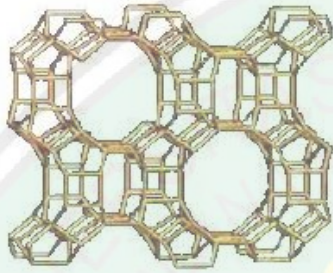
2.1 Zeolit Alam Malang

Zeolit merupakan mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori dengan rumus kimia $M_8(\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96})24\text{H}_2\text{O}$ dimana M adalah kation penyeimbang (alkali/alkali tanah) dalam rangka zeolit. Zeolit memiliki struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom oksigen (Chetam, 1992). Hingga kini 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.

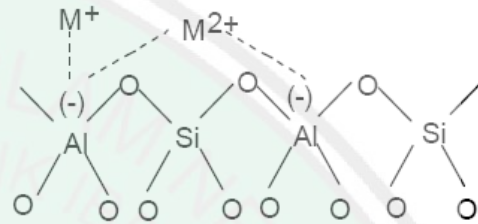
Menurut Trisunaryanti, dkk. (2005), zeolit alam yang ada di Indonesia diketahui 60-70 % merupakan jenis mordenit dan sisanya klinoptilolit. Salah-satu daerah penghasil zeolit alam di Indonesia yaitu daerah Malang yang diketahui memiliki kandungan mineral zeolit sebesar 4,8 juta ton. Menurut Botianovi (2012) melalui hasil karakterisasi XRF (kandungan unsur) dan XRD (kristalinitas) diketahui kandungan utama zeolit alam Malang adalah 13 % aluminium dan 49,9 % silika dengan jenis mordenit.

Zeolit alam jenis mordenit merupakan zeolit yang memiliki kandungan Si sedang dengan perbandingan $\text{Si}/\text{Al} = 5$ dan ukuran pori 6,7-7 Å (Lestari, 2010 dan Hasibuan, 2012). Menurut Sutarti dan Rachmawati (1994), zeolit alam jenis mordenit merupakan material mikropori yang memiliki kemampuan penyerapan dan difusi reaktan serta dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam. Selain itu, rongga dan saluran yang dimiliki zeolit mordenit mampu digunakan sebagai

adsorben, penukar ion, dan katalisator. Zeolit mordenit juga termasuk dalam zeolit yang berpori besar (terbentuk dari cincin oksigen beranggotakan 12) yang memiliki stabilitas tinggi terhadap asam serta mampu mempertahankan strukturnya hingga temperatur 800-900 °C (Prasetyo, dkk., 2012).



Gambar 2.1 Struktur zeolit alam mordenit (Utubira, dkk., 2006)



Gambar 2.2 Struktur dasar zeolit (Fatimah dan Wijaya, 2005)

2.2 Pemanfaatan Zeolit Alam

Sebagai salah satu mineral alam yang keberadaannya melimpah di alam, zeolit telah disediakan oleh Allah SWT dengan berbagai manfaat yang terkandung di dalamnya terutama untuk kehidupan manusia. Perkembangan pemanfaatan zeolit sampai saat ini telah banyak dilakukan diberbagai sektor atau bidang kehidupan, diantaranya perikanan, peternakan, industri, dan beberapa sektor lainnya (Tabel 2.1). Hal ini dikarenakan zeolit memiliki kemampuan sebagai katalis, adsorben, penukar kation, maupun pengemban logam dan lain sebagainya (Hartoyo, dkk. 2013).

Sejumlah manfaat yang terkandung dalam zeolit tersebut dapat diketahui melalui proses berpikir sebagaimana yang telah disampaikan dalam Al-Qur'an surat al-Jaatsiyah ayat 13 yang berbunyi:

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ



Artinya: 13. Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir.

Menurut tafsir al-Maraghi, ayat tersebut menjelaskan bahwa tidak ada sesuatu yang Allah ciptakan dengan sia-sia, bahkan segala ciptaanNya adalah hak yang mengandung hikmah dan manfaat yang besar bagi orang-orang yang mau mengingat Allah serta memikirkan tentang kekuasaan Allah dalam ciptaanNya. Selain itu, dalam surat Ali-Imran ayat 190-191 juga disampaikan bahwa:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: 190. Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, 191. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka.

Menurut Tafsir Al Jazairi (2007) maksud dari lafadz *li ulil albab* pada ayat 190 surat Ali-Imran adalah orang yang berakal, yaitu orang-orang yang dengan akalny mampu menangkap dan memahami tanda-tanda serta bukti dari kekuasaan Allah SWT sebagaimana usaha dalam memperkuat keimanannya.

Sedangkan, pada ayat 191 disebutkan tanda-tanda *ulul albab* (orang yang berpikir) yaitu mereka yang senantiasa mengingat Allah (berdzikir) dalam segala keadaan serta memikirkan tentang manfaat yang ada pada segala ciptaanNya, salah satunya zeolit alam (Shihab, 2002).

Tabel 2.1 Pemanfaatan zeolit di beberapa sektor

Sektor	Pemanfaatan Zeolit
Pertanian	sebagai penetral keasaman tanah, meningkatkan aerasi tanah, sumber mineral pendukung pada pupuk dan tanah, serta sebagai pengontrol yang efektif dalam pembebasan ion amonium, nitrogen, dan kalium pupuk.
Peternakan	untuk meningkatkan nilai efisiensi nitrogen, dapat mereduksi penyakit lembuh pada hewan ruminensia, pengontrol kelembaban kotoran hewan dan kandungan amonia kotoran hewan.
Perikanan	digunakan untuk membersihkan air kolam ikan yang mempunyai sistem resirkulasi air, dapat mengurangi kadar nitrogen pada kolam ikan.
Energi	sebagai katalis pada proses pemecahan hidrokarbon minyak bumi, sebagai panel-panel pada pengembangan energi matahari, dan penyerapan gas Freon.
Industri	sebagai pengisi (<i>filler</i>) pada industri kertas, semen, beton, kayu lapis, besi baja dan besi tuang, adsorben dalam industri tekstil dan minyak sawit, bahan baku pembuatan keramik.

Sumber: Rahman dan Budi (2004)

2.3 TiO₂

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan material semikonduktor yang diketahui memiliki kemampuan utama sebagai fotokatalitik. Kemampuan fotokatalitik adalah kemampuan yang dapat digunakan untuk meningkatkan laju reaksi reduksi-oksidasi (redoks) karena adanya induksi cahaya (Fitriana, 2014).

TiO₂ juga diketahui memiliki banyak kelebihan diantaranya proses katalitik dapat

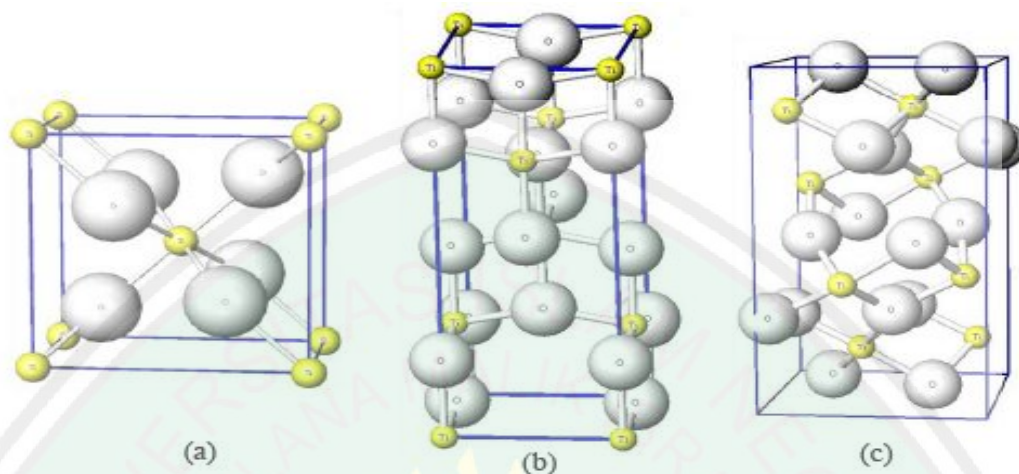
berlangsung pada suhu kamar, kebutuhan bahan kimia sangat sedikit, relatif murah, dan proses redoks dapat berlangsung simultan.

Selain itu, dibandingkan dengan logam semikonduktor lainnya yaitu ZnO, SiO₂, CdS, SnO₂ dan Fe₂O₃, logam TiO₂ lebih unggul karena memiliki energi celah pita relatif rendah (3-3,2 eV) dengan struktur fotoeksitasi (kekosongan elektron akibat adanya induksi cahaya) yang stabil sehingga lebih efisiensi terhadap energi dan konversi produk hasil yang didapat lebih banyak (Setiawati, dkk. 2006). Dengan adanya kelebihan tersebut, maka TiO₂ dapat memberikan beberapa keunggulan pada material komposit (material yang diimbangkan dengan semikonduktor TiO₂) yang dihasilkan.

Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik TiO₂ adalah bentuk kristalnya. Menurut Tjahjanto dan Gunlazuardi (2001), TiO₂ diketahui memiliki 3 macam bentuk kristal yaitu anatase, rutil, dan brookit (Gambar 2.3) dimana bentuk anatase dan rutil lebih sering ditemukan karena keberadaannya yang cukup stabil dibandingkan dengan brookit. Aktivitas fotokatalitik dari dua kristal TiO₂ yang sering ditemukan yaitu fasa anatase dan rutil, diketahui bahwa kristal anatase memiliki luas permukaan kristal dan *band gap energy* yang lebih besar dengan ukuran partikel yang lebih kecil (Licciulli, 2002).

Bentuk kristal dari anatase, rutil, serta brookit ditentukan oleh adanya perlakuan termal dimana transformasi fasa anatase menjadi rutil, anatase menjadi brookit, brookit menjadi anatase dan brookit menjadi rutil dapat terjadi. Pada pengaruh kenaikan suhu, struktur anatase memiliki kestabilan fasa hingga suhu 800 °C dan mulai mengalami transisi fasa menjadi rutil dengan fraksi tertentu pada suhu 900-

1000 °C (Castro, dkk., 2008). Sedangkan fasa brokit memiliki kestabilan pada temperatur 200-400 °C.



Gambar 2.3 TiO₂ (a) rutil, (b) anatase, dan (c) brookit (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001).

Tabel 2.2 Perbandingan sifat dari struktur kristal TiO₂ anatase dan TiO₂ rutil

Faktor Perbedaan	Anatas	Rutil
Band gap energy (E _g), Ev	3,2	3,1
Massa jenis (ρ), g/cm ³	3,830	4,240
Jarak Ti-Ti, Å	3,97 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O, Å	1,934 dan 1,980	1,949 dan 1,980
Parameter kisi	a = 3,784 c = 9,515	a = 4,593 c = 2,959

Sumber: Palupi. (2006)

Salah satu senyawa yang dapat digunakan sebagai prekursor untuk menghasilkan TiO₂ adalah titanium (IV) isopropoksida (TIP). TIP (Ti(OCH(CH₃)₂)₄) merupakan cairan reaktif berwarna jerami dengan struktur alkoksida kompleks yang mudah terhidrolisis membentuk logam TiO₂. TIP sering digunakan dalam penelitian terutama dalam pengembangannya sebagai fotokatalis dengan menggunakan metode sol gel untuk menghasilkan TiO₂ berukuran nanometer.

Menurut Slamet dan Indragini (2014), TIP digunakan sebagai prekursor untuk menghasilkan nanotitania yang dikompositkan dengan karbon aktif dan zeolit untuk degradasi senyawa 4,4-diklorobifenil. TIP 3,28 M juga digunakan untuk menghasilkan TiO_2 -zeolit yang memiliki efektivitas degradasi LAS (*Linear Alkyl Sulfonate*) 96,93 % (Hartoyo, dkk. 2013) dan 80 % pada 4-klorofenol (Faghihian dan Raeiesi, 2014). Menurut Sutanto, dkk. (2011), TIP digunakan untuk menghasilkan lapisan tipis TiO_2 untuk sistem pengolahan air bersih. Selain itu, Setiawati, dkk., (2006) menyebutkan bahwa lapisan tipis TiO_2 dari TIP diketahui mampu mereduksi konsentrasi Cr(VI) sebesar 53,39 % pada pH 2.

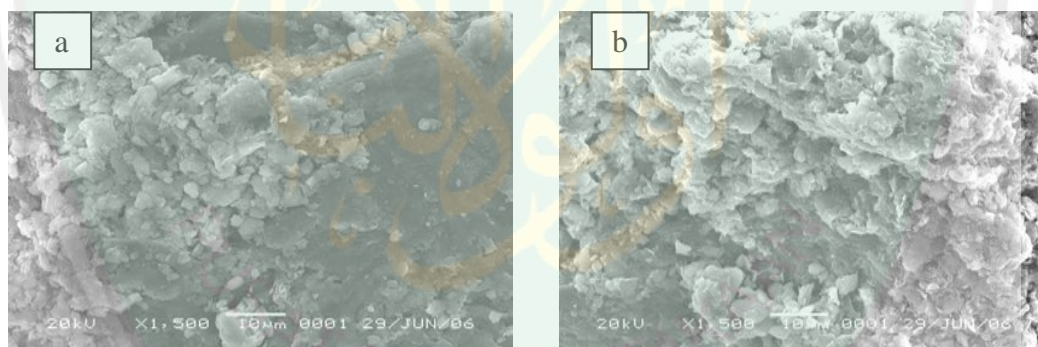
2.4 Aktivasi Zeolit Alam

Aktivasi zeolit merupakan salah satu tahapan untuk memaksimalkan aktivitas zeolit yang dapat dilakukan dengan cara fisika maupun kimia. Aktivasi secara fisika dapat dilakukan melalui pengecilan ukuran butir, pengayakan, serta pemanasan pada suhu tinggi dengan tujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik, memperbesar pori, dan memperluas permukaan. Sedangkan aktivasi kimia dilakukan melalui penambahan senyawa kimia yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor anorganik.

Menurut Kismolo, dkk.(2012) aktivasi zeolit maupun mineral lokal dapat dilakukan dengan penambahan larutan asam atau garam. Aktivasi zeolit dengan larutan garam diantaranya dapat dilakukan dengan larutan garam NH_4^+ . Menurut Affandi dan Hendri (2011), proses aktivasi zeolit secara fisika dapat dilakukan dengan pemanasan pada temperatur 300-400 °C selama ± 6 jam. Sedangkan pada aktivasi kimiawi, dilakukan dengan penambahan sejumlah pereaksi tertentu

misalnya HCl, Na₂SO₄, dan NaOH yang bertujuan untuk mendapatkan pori-pori zeolit yang bersih (aktif) atau pun bebas dari pengotor, serta dapat mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan.

Menurut Aziza, dkk. (2014) aktivasi zeolit dapat dilakukan menggunakan NH₄NO₃ 2 N dimana perlakuan aktivasi tersebut diketahui tidak mengakibatkan perubahan struktur zeolit secara signifikan. Salah satu aktivasi kimia dapat dilakukan dengan pengasaman yang dapat menyebabkan terjadinya pertukaran kation dengan ion H⁺ (Ertan dan Ozkan, 2005). Menurut Suharto, dkk. (2007) aktivasi zeolit alam juga dapat dilakukan dengan menggunakan HCl dan NH₄NO₃, dimana perlakuan tersebut mengakibatkan adanya penurunan kadar logam Na dan K pada zeolit.



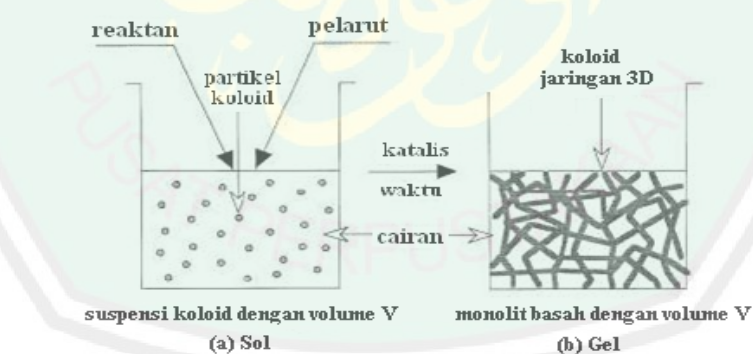
Gambar 2.4 Analisis SEM perbesaran 1.500x (a) zeolit alam, (b) zeolit alam teraktivasi menggunakan larutan amonium nitrat (Suharto, dkk., 2007)

Aktivasi zeolit alam juga dapat dilakukan dengan menggabungkan aktivasi kimia dan fisika yaitu, setelah dilakukan proses aktivasi kimia dilanjutkan dengan aktivasi fisika melalui proses kalsinasi. Berdasarkan Gambar 2.4 zeolit alam yang belum diaktivasi menunjukkan morfologi permukaan dengan karakter rapuh dan amorf sedangkan zeolit alam yang telah diaktivasi memiliki banyak rongga pori dengan ukuran yang berbeda-beda (Suharto, dkk., 2007). Menurut Ahmadi

(2009), zeolit yang telah diaktivasi menunjukkan kinerja yang lebih baik dalam memperbaiki kualitas minyak bekas penggorengan keripik tempe.

2.5 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan dengan adanya perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinu (gel) melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi. Metode sol-gel sering digunakan karena proses yang dilakukan relatif singkat, mudah dalam mengontrol kondisi reaksi, dan temperatur yang digunakan rendah (suhu kamar) (Widodo, 2010). Selain itu, metode sol-gel dapat menghasilkan serbuk metal oksida dengan ukuran nanopartikel, dan dapat menghasilkan karakteristik yang lebih baik yaitu kemurnian tinggi dan keseragaman struktur mikropori (Lim, dkk. 2010).



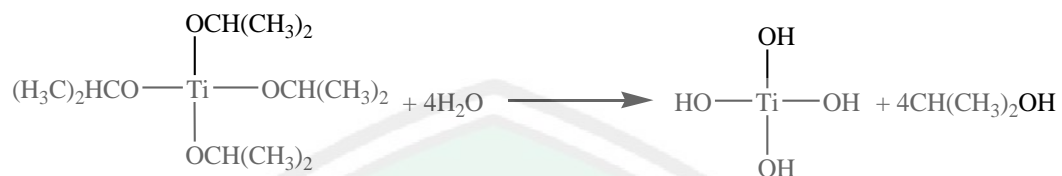
Gambar 2.5 Pembentukan (a) sol dan (b) gel (Widodo, 2010)

Tahapan pada proses metode sol-gel meliputi (Fernandez, 2011):

1. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa

menghasilkan sol koloid. Pada tahapan ini, terjadi penggantian ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH).

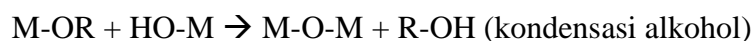


Gambar 2.6 Reaksi hidrolisis TIP (Setiawati, dkk. 2006)

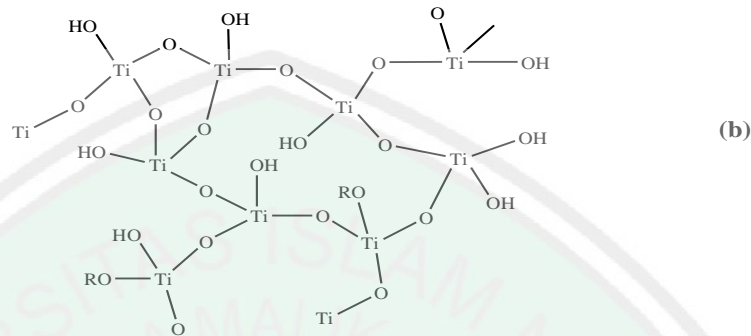
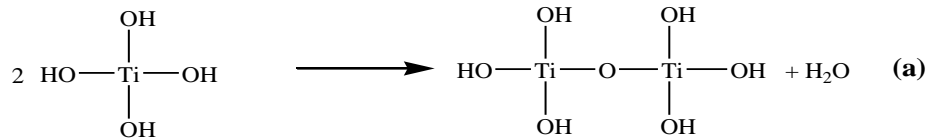
Pada proses hidrolisis dapat terjadi dengan atau tanpa adanya katalis (asam atau basa). Berdasarkan beberapa penelitian, jenis katalis yang umum digunakan dalam metode sol-gel untuk menghasilkan TiO_2 berukuran nano adalah asam-asam anorganik, seperti HCl , HNO_3 dan H_2SO_4 . Menurut penelitian Chong, dkk. (2014) yang memvariasi konsentrasi asam HNO_3 menyebutkan bahwa penambahan tersebut mempengaruhi sifat gel yang dihasilkan, dimana diketahui konsentrasi optimum HNO_3 yang digunakan adalah 0,35-0,4 M.

2. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol dengan persamaan reaksi secara umum adalah sebagai berikut:



Gambar 2.7 Reaksi kondensasi pada metode sol-gel (Widodo, 2010)



Gambar 2.8 (a) Reaksi kondensasi pembentukan TiO_2 (Setiawati, dkk. 2006) (b) Pertumbuhan nanopartikel TiO_2 (Chong dan Jin, 2012)

3. Pemeraman (*Aging*)

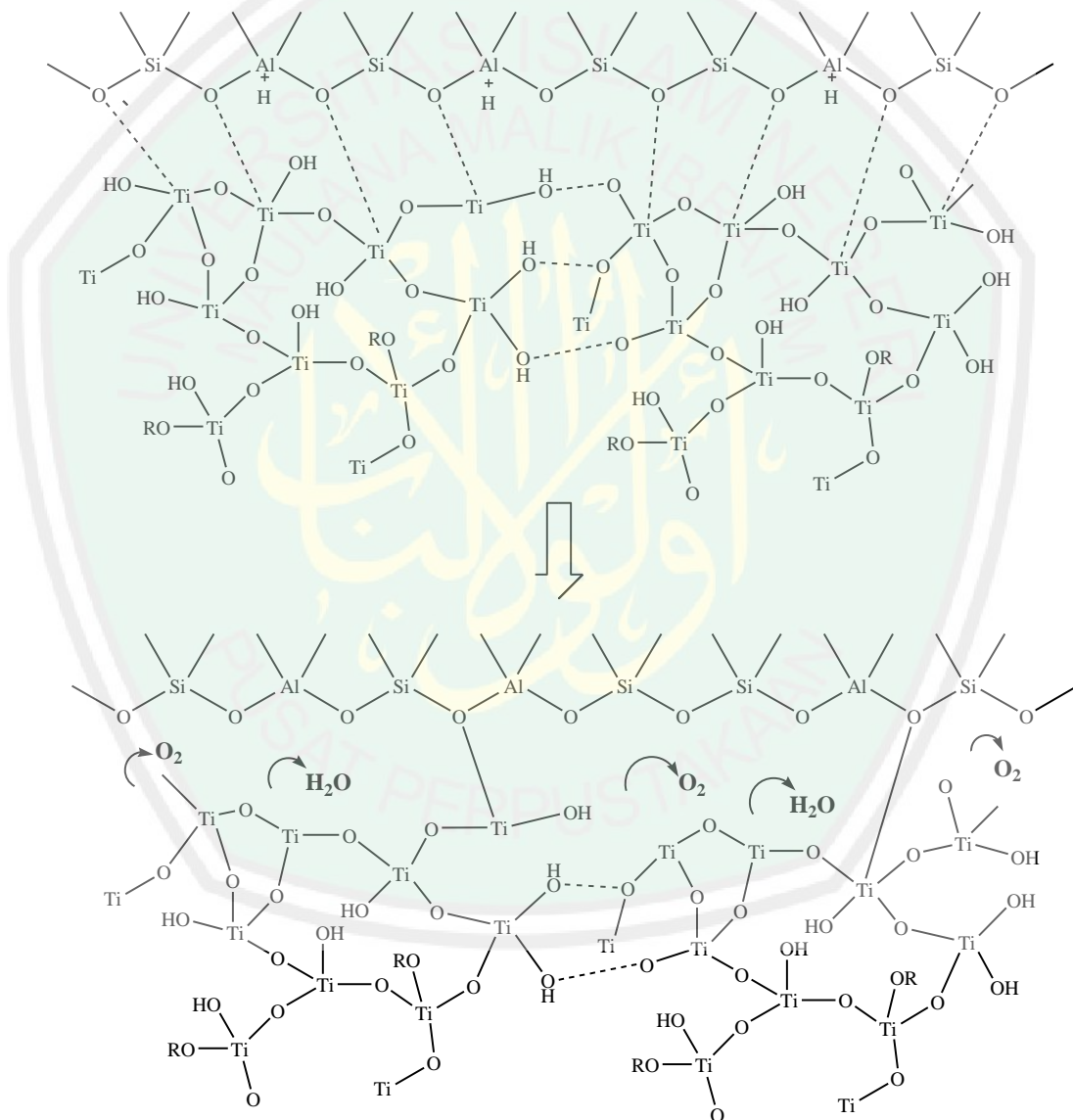
Proses pemeraman merupakan proses pematangan gel yang terbentuk. Pada proses ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan.

4. Pengeringan

Tahapan terakhir ini adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang besar.

Menurut penelitian Hartoyo, dkk (2013) metode sol gel telah berhasil mensintesis TiO_2 -zeolit alam dengan bervariasi konsentrasi prekursor TiO_2 (titanium isopropoksida) untuk menurunkan kadar LAS (*Linear Alkyl Sulfonate*). Sedangkan menurut Lafjah, dkk (2011) metode sol gel juga berhasil dalam mensintesis TiO_2 -*Beta* zeolit untuk aplikasi fotokatalisis fase gas (metanol) dengan jumlah optimum TiO_2 (titanium isopropoksida) yang ditambahkan adalah

39,2 wt% dengan temperatur kalsinasi 500-600 °C. Menurut Rapsomanikis, dkk (2013) sintesis nanokristalin TiO_2 dan lempung (*Halloysite*) juga dapat dilakukan dengan menggunakan metode sol gel dengan mengomposisikan etanol, asam asetat, titanium tetraisopropoksida, mineral *nanotubes* lempung *halloysite*, dan molekul surfaktan non-ionik sebagai template organik.



Gambar 2.9 Ikatan TiO_2 dengan zeolit (a) sebelum dan (b) sesudah kalsinasi (Chong dan Jin, 2012)

2.6 TiO₂/Zeolit

Komposit TiO₂/zeolit sering disintesis untuk memaksimalkan fungsi kerjanya terutama sebagai katalis, salah satunya untuk mendegradasi limbah zat warna yang sulit diuraikan. Pada penelitian Wijaya, dkk (2006) menunjukkan bahwa TiO₂-zeolit dapat digunakan untuk mendegradasi senyawa *alizarin S* menjadi senyawa sederhana yaitu CO₂, H₂O dan SO₄²⁻ dengan hasil degradasi sebesar 99% dalam waktu 60 menit. Fatimah dan Wijaya (2005), juga menyebutkan bahwa sintesis TiO₂/zeolit mampu menurunkan kadar COD dan sianida dari limbah tepung tapioka secara adsorpsi-fotodegradasi, dengan konsentrasi TiO₂ terbaik 0,12 M.

Menurut Damayanti, dkk. (2014), konsentrasi TiO₂ yang ditambahkan dalam zeolit dapat mempengaruhi konstanta laju degradasi *methylene blue* dengan konsentrasi optimum TiO₂ yang ditambahkan adalah 10 mmol/g zeolit dengan efektivitas penggunaan kembali hingga empat kali pemakaian berturut-turut sebesar 79,91%; 77,31%; 76,38%; dan 72,06%. Sedangkan penelitian yang dilakukan Kuncorojati (2010), komposit TiO₂-zeolit alam Lampung-karbon aktif mampu meningkatkan 2-3 kali dalam disinfeksi *E.coli*, oksidasi fenol dan reduksi Cr(VI) pada pengolahan limbah secara jamak dengan perbandingan komposit 17 % TiO₂, 81 % zeolit alam dan 2 % karbon aktif.

2.7 Waktu Pemeraman

Waktu pemeraman adalah waktu yang dibutuhkan untuk mematangkan gel yang terbentuk. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan. Waktu pemeraman

dapat mempengaruhi bentuk kristal yang dihasilkan. Semakin lama waktu pemeraman yang digunakan (sampai pada waktu optimumnya), maka semakin teratur bentuk kristalnya (Fernandez, 2011). Menurut Chong dan Jin (2012), proses pemeraman akan memberikan pengaruh terhadap sifat fisika dan kimia (diantaranya ukuran partikel, pori, dan kekuatan mekanik dari ikatan kimia) material yang dihasilkan.

Menurut Widodo (2010), salah satu parameter proses sol gel adalah pemeraman, dimana proses ini bertujuan untuk mendiamkan gel untuk mengubah sifatnya. Proses pemeraman ini dipengaruhi beberapa faktor diantaranya waktu, temperatur, dan komposisi cairan. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Chen dan Ramachandran (2011), pemeraman selama 18 dilakukan untuk menghasilkan TiO_2 dengan prekursor TIP. Penelitian yang dilakukan Hsiang dan Lin (2004) tentang pengaruh pemeraman (12, 24, dan 48 jam) terhadap transformasi fasa dan *sintering* (penggabungan) gel TiO_2 menunjukkan bahwa pemeraman 12 jam memiliki ukuran kristal yang relatif rendah untuk fase TiO_2 rutil, yaitu < 60 nm. Selain itu, Chong dan Jin (2012) menyebutkan bahwa waktu optimum pemeraman untuk menghasilkan polimer Ti-O-Ti (gel) dengan sifat fisika dan kimia yang diinginkan adalah 13-16 jam.

2.8 Nanokomposit

Nanokomposit merupakan material komposit yang salah satu atau lebih material penyusunnya memiliki ukuran < 100 nm (Hu, dkk., 2010). Sedangkan komposit merupakan material yang terdiri dari dua atau lebih material yang memiliki sifat berbeda, dimana sifat-sifat dari material penyusunnya tersebut tetap

ada pada material yang dihasilkan. Komposit dengan ukuran nanometer sering disintesis dengan tujuan pengoptimalan aktivitas dari material yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan, ukuran nanometer diyakini memiliki sejumlah sifat fisika dan kimia yang lebih unggul dibandingkan dengan material berukuran besar (*bulk*). Sifat-sifat tersebut dapat diubah melalui pengontrolan ukuran material dan interaksi antar partikel, pengaturan komposisi kimiawi, serta modifikasi permukaan (Sriyanti, 2014).

Menurut Chong, dkk., (2009) sintesis TiO₂/kaolin (tanah liat) memiliki struktur lapisan pori yang kuat dengan ukuran material nano. Nano fotokatalis tersebut mampu mengoptimalkan kinerjanya dalam menghilangkan senyawa *Congo red*. Penelitian lanjutan yang dilakukan Chong, dkk. (2014) tentang sintesis nanokomposit TiO₂/zeolit menunjukkan lebih banyak mengadsorpsi dan mendegradasi polutan-polutan yang ada di dalam air jika dibandingkan dengan hanya menggunakan TiO₂ (*degusa*). Sedangkan Slamet dan Indragini (2014) menyebutkan sintesis nanokomposit karbon aktif-zeolit alam-TiO₂ (KAZA-TiO₂) mampu mendegradasi senyawa 4,4'-dikloro bifenil (4,4'-DCB) sebagai polutan organik sebesar 87 %, dengan perbandingan komposit KAZA-TiO₂ 2:1:7 dan konsentrasi 4,4'-DCB sebesar 10 ppm dan waktu reaksi selama 270 menit.

2.9 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF adalah alat yang digunakan untuk menganalisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip kerja analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X. Hasil analisis kualitatif pada XRF dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung

dalam bahan (sampel). Sedangkan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur-unsur dalam bahan tersebut (Iswani, 1988).

Hasil analisis XRF dari zeolit alam Malang yang telah mengalami sejumlah perlakuan preparasi dan aktivasi dapat diketahui dari penelitian Setiadi dan Pertiwi (2007) yang menunjukkan bahwa kandungan alumina (Al_2O_3) dan silika (SiO_2) yang merupakan komponen utama pembentuk rangka (*framework*) dari zeolit alam memiliki persentase sebesar 10,2816 % (wt) untuk alumina dan 53,2322 % (wt) untuk silika. Data hasil analisis XRF zeolit alam Malang juga ditunjukkan melalui penelitian Botianovi (2012) pada tabel 2.3 berikut:

Tabel 2.3 Hasil analisis XRF zeolit alam Malang

Rumus Kimia	Wt%	Rumus Kimia	Wt%
Al	13	Mn	1,27
Si	49,9	Fe	25,3
S	0,31	Ni	0,04
K	0,34	Cu	0,097
Ca	4,26	Zn	0,33
Ti	1,28	En	0,3
V	0,04	Re	0,008
Cr	0,064	Pb	0,23

Sumber: Botianovi (2012)

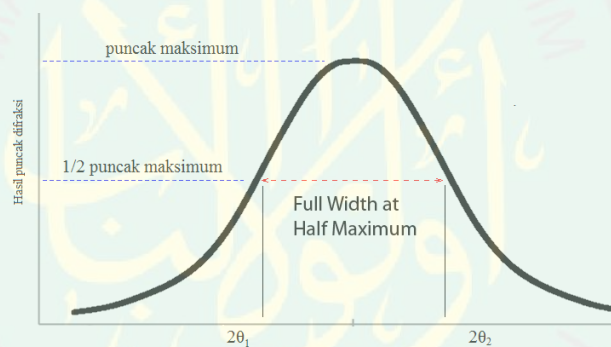
2.10 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar -X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan. Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan terhamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi inilah yang digunakan untuk analisis (Puri dan Babbar, 1997).

Data hasil XRD yang diperoleh diantaranya nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi, selanjutnya dibandingkan dengan data standar yang ada untuk mengidentifikasi struktur kristal dari sampel padatan. Melalui data XRD tersebut, ukuran kristal dari sampel juga dapat diperkirakan menggunakan persamaan Scherrer, yaitu:

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta_B} \dots \dots \dots (2.1)$$

- D = ukuran kristal
 λ = panjang gelombang berkas sinar X
 β = FWHM (*full width half maximum*)/intensitas dalam radian
 θ = besar sudut dari puncak dengan intensitas tinggi



Gambar 2.10 FWHM pada puncak difraktogram XRD

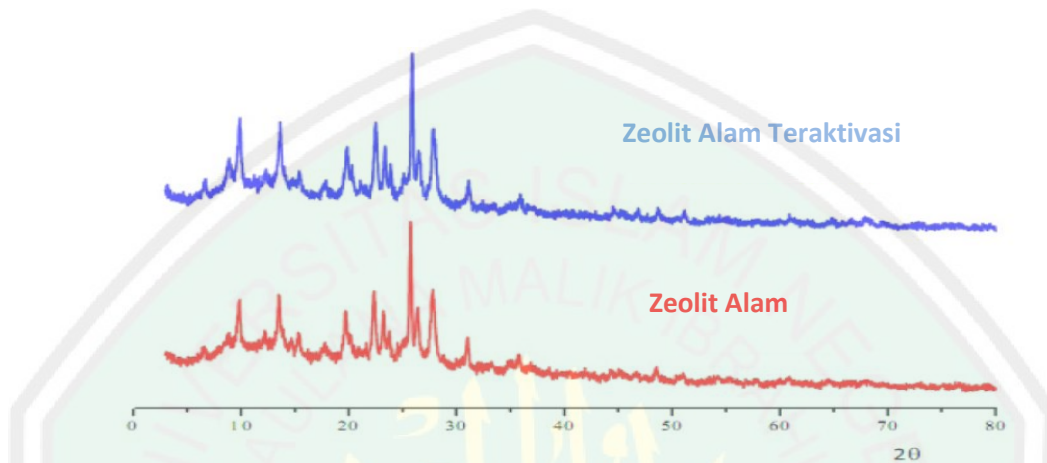
nilai β pada persamaan 2.1 menunjukkan pelebaran garis puncak difraktogram setengah maksimum dalam radian sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2.10, yang dapat diketahui melalui persamaan berikut:

$$\beta = \frac{FWHM \times \pi}{180} \dots \dots \dots (2.2)$$

Nilai dari FWHM tersebut dapat memperkirakan kristalinitas dari material yang dianalisis. Untuk kristalin besar, puncak difraksi sinar-X (FWHM) yang

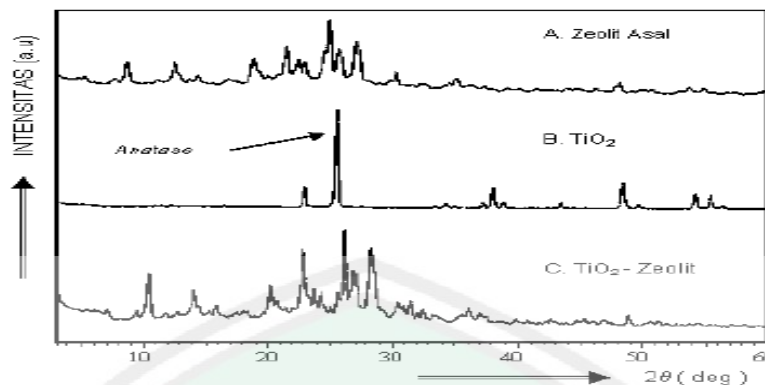
didapat cenderung sempit dan tajam sedangkan untuk nanokristalin, puncak difraksi sinar-X yang didapatkan cenderung melebar.

Berikut contoh difraktogram hasil XRD dari karakterisasi zeolit alam:



Gambar 2.11 Hasil XRD zeolit alam dan zeolit setelah aktivasi dengan NH_4NO_3 (Aziza, dkk., 2014)

Pada hasil karakterisasi XRD (difraktogram) tersebut dapat diketahui bahwa pada sudut difraksi $2\theta = 20,22^\circ$ menunjukkan adanya kuarsa. Puncak lainnya juga teramati pada $2\theta = 22,48^\circ$ yang menunjukkan puncak mineral mordenit. Pada zeolit alam teraktivasi, mengalami kenaikan intensitas yang ditunjukkan di $2\theta = 22,48^\circ$; $25,86^\circ$; dan $20,22^\circ$ (adanya komponen SiO_2) sedangkan zeolit alam teramati pada $2\theta = 25,72^\circ$ dan $20,93^\circ$. Sedangkan untuk contoh hasil karakterisasi dengan XRD dari pengembangan TiO_2 ke dalam zeolit alam, dapat diketahui dari Gambar 2.12.



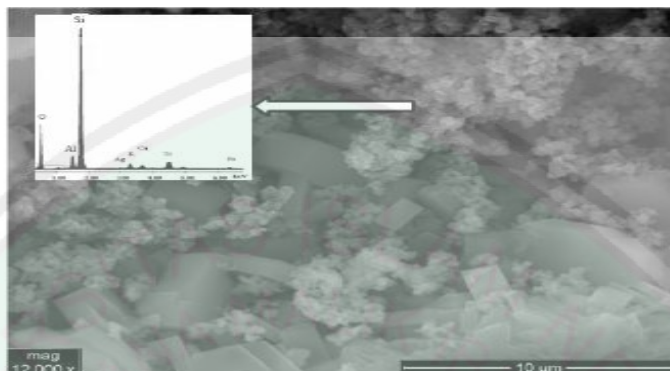
Gambar 2.12 Difraktogram (A) zeolit alam, (B) kristal TiO_2 , dan (C) TiO_2 -zeolit (Utubira, dkk., 2006)

Melalui data XRD tersebut, dapat diketahui keberhasilan dari pengembangan (sintesis komposit) yang dilakukan dengan memperhatikan adanya puncak atau nilai 2θ dari masing-masing material pada komposit yang dihasilkan. Berdasarkan hasil analisis XRD (Gambar 2.12 A) diperoleh data bahwa refleksi dengan intensitas yang tajam pada daerah $2\theta = 13,50^\circ$; $19,71^\circ$; $25,70^\circ$; $27,80^\circ$; dan $28,08^\circ$ merupakan karakteristik mineral mordenit. Dari difraktogram TiO_2 /zeolit (Gambar 2.12 C) tidak terlihat refleksi TiO_2 secara jelas di daerah $2\theta = 20-25^\circ$. Hal ini disebabkan oleh adanya tumpang tindih refleksi TiO_2 dengan zeolit. Namun dari difraktogram terlihat puncak-puncak kecil yang mungkin disebabkan oleh refleksi TiO_2 anatas pada daerah $2\theta = 35,78^\circ$; $48,54^\circ$ dan $56,91^\circ$ (Utubira, dkk., 2006).

2.11 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan instrument yang digunakan untuk analisis morfologi (permukaan) suatu material. Prinsip kerja SEM adalah adanya pantulan berkas elektron (sekunder) karna adanya penembakan permukaan benda dengan berkas

elektron berenergi tinggi (Abdullah dan Khairurrijal, 2009). Berikut contoh hasil karakterisasi menggunakan SEM untuk sampel zeolit terdoping $\text{TiO}_2\text{-Ag}$.



Gambar 2.13 Morfologi zeolit- $\text{TiO}_2\text{-Ag}$ perbesaran 12.000x beserta hasil spektra kandungan unsur (Sfirloaga, dkk., 2010).

Berdasarkan Gambar 2.13 dapat diamati bahwa terlihat morfologi dari klinoptilolit (jenis zeolit alam yang digunakan) dengan partikel TiO_2 yang terdistribusi secara tidak merata pada rongga zeolit. Dari karakterisasi tersebut, dapat dilihat bahwa partikel TiO_2 hanya dapat terdistribusi pada rongga zeolit karena memiliki ukuran yang lebih besar dibandingkan dengan pori zeolit. Sedangkan dari analisis kandungan unsur menunjukkan adanya intensitas tentang keberadaan Ti dan Ag dalam permukaan zeolit dengan kandungan zeolit berupa Na, Si, Al, Ca, K, dan Mg yang menginformasikan bahwa pengembangan yang dilakukan berhasil (Sfirloaga, dkk., 2010).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai dengan bulan Juli 2016 di Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium MIPA Universitas Negeri Malang (UM) dan Laboratorium Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, neraca analitik KERN EWA 20-30 NM, pengaduk magnet, desikator, cawan porselin, oven merk *Thermo Scientific*, spatula, *hot plate*, dan *X-Ray Diffractometer* (XRD) Philip tipe X'pert MPD, *X-Ray Fluorescence* (XRF) PANalytical tipe minipal 4 serta *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merk Phenom.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam Malang, titanium isopropoksida 97 % (Sigma Aldrich), pH *universal* (Merck), HNO₃ 65 % (Merck), AgNO₃, etanol p.a (Merck), kertas saring *whatman* 42, NH₄NO₃ (Merck), dan HCl 37 % (Merck).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini termasuk dalam pengembangan penelitian yang telah ada yaitu tentang peningkatan kinerja zeolit alam melalui modifikasi dengan penambahan logam TiO_2 yang dihasilkan melalui prekursor titanium isopropoksida 97 % menggunakan modifikasi tahapan metode sol-gel variasi lama waktu pemeraman yang bertujuan untuk mendapatkan komposit berukuran nano. Penelitian ini akan diawali dengan preparasi sampel zeolit alam Malang dengan pencucian dalam akuades kemudian dilakukan pengeringan selama ± 24 jam. Selanjutnya, zeolit alam Malang tersebut diaktivasi menggunakan HCl 6 M dan NH_4NO_3 2 M. Zeolit yang telah diaktivasi tersebut, selanjutnya dikompositkan dengan TiO_2 .

Karakterisasi dalam penelitian ini meliputi karakterisasi zeolit sebelum dan sesudah aktivasi dengan menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan unsur-unsur di dalamnya. Sedangkan hasil nanokomposit yang dibuat akan dikarakterisasi meliputi analisis dengan XRD (untuk mengetahui kristalinitas) serta SEM (analisis morfologi).

3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel zeolit alam Malang
2. Aktivasi zeolit hasil preparasi
3. Analisis kandungan unsur dengan XRF
4. Pembuatan nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang dengan metode sol gel menggunakan variasi waktu pemeraman
5. Karakterisasi:

- a. XRD
- b. SEM

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel Zeolit Alam Malang (Trisunaryanti, dkk., 2005)

Sebanyak 250 gram zeolit alam Malang diayak terlebih dahulu dengan ayakan 200 mesh kemudian direndam dalam 500 mL akuades dan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu kamar. Zeolit alam Malang tersebut selanjutnya disaring, kemudian endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam.

3.5.2 Aktivasi Zeolit Alam (Botianovi, 2012)

Sebanyak 200 gram zeolit alam preparasi direndam dalam 400 mL HCl 6 M (tanpa pengadukan) selama 4 jam. Selanjutnya, zeolit disaring dan dicuci sampai pH filtrat netral dan tidak menghasilkan endapan putih saat ditetesi dengan AgNO₃, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C ± 3 jam. Selanjutnya, zeolit direndam kembali dalam larutan NH₄NO₃ 2 M selama 4 jam dengan pengadukan. Zeolit disaring dan dicuci sampai pH filtrat netral, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C ± 3 jam dan dipanaskan kembali menggunakan tanur dengan suhu 300 °C selama 4 jam.

3.5.3 XRF

Karakterisasi dengan XRF dilakukan terhadap sampel zeolit alam sebelum dan sesudah aktivasi. Sampel yang dikarakterisasi dihaluskan, kemudian

diletakkan dalam tempat sampel (*sampel holder*). Selanjutnya, sampel disinari dengan sinar-X.

3.5.4 Sintesis Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam dengan Variasi Waktu Pemeraman (Chong dkk., 2014)

Tahapan pertama, pembuatan koloid TiO₂ dari titanium isopropoksida yang dibuat dengan mencampurkan 25 mL titanium isopropoksida 97 % dan 30 mL etanol p.a kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer*. Setelah itu, ditambahkan secara perlahan 60 mL 0,3 M HNO₃ dan dilanjutkan pengadukan selama 30 menit.

Tahapan selanjutnya, dibuat suspensi zeolit 15 % (w/v dari jumlah koloid TiO₂) yaitu sebanyak 20,294 gram zeolit alam Malang aktivasi ditambahkan dengan 100 mL akuades dan diletakkan dalam penangas air dengan suhu 37 °C. Setelah itu, koloid TiO₂ yang telah dihasilkan ditambahkan secara perlahan (tetes per tetes) ke dalam suspensi zeolit tersebut dan dilanjutkan pengadukan selama 4 jam. Campuran yang dihasilkan, diperam pada suhu ruang dengan variasi waktu 12, 16, dan 20 jam. Selanjutnya padatan yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan menggunakan akuades sebanyak 3 kali pencucian kemudian dikeringkan dengan suhu 65-70 °C selama 3 jam dan dikalsinasi dengan suhu 500 °C selama 2 jam.

3.5.5 Karakterisasi

3.5.5.1 XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap sampel zeolit alam aktivasi dan nanokomposit TiO₂/zeolit alam dengan variasi waktu pemeraman. Mula-mula

cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X pada sudut 2θ sebesar $5-50^\circ$ dan kecepatan scan $0,02^\circ/\text{detik}$ dan $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$. Hasil difraktogram yang diperoleh dibandingkan dengan dengan difraktogram standart dari referensi yang ada.

Untuk menentukan ukuran kristalin menggunakan analisis dari hasil difraksi sinar-X. Ukuran kristalin ditentukan dengan menggunakan persamaan (2.2).

3.5.5.2 SEM

Analisis morfologi dilakukan terhadap sampel zeolit aktivasi dan nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ alam hasil terbaik. Sampel sebanyak 5 mg ditempatkan pada *sampel holder*. Kemudian, ditempatkan pada instrumen SEM dan dilakukan pengamatan mikrografny hingga terlihat jelas.

BAB IV

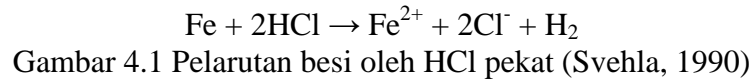
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang

Tahapan preparasi dan aktivasi dilakukan untuk mengurangi ataupun menghilangkan pengotor yang ada dalam zeolit alam Malang yang akan digunakan. Menurut Chong dkk. (2009) mineral alam yang akan digunakan untuk sintesis senyawa komposit harus diaktivasi terlebih dahulu untuk meminimalisir terjadinya reaksi dengan logam pengotor dalam mineral alam, sehingga tidak mempengaruhi sifat fisika maupun kimia dari komposit yang dihasilkan.

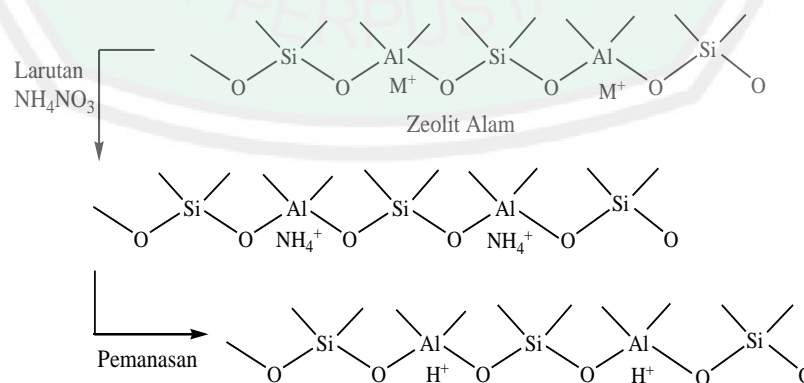
Preparasi zeolit alam dilakukan melalui pengayakan zeolit menggunakan ayakan 200 mesh untuk menyeragamkan ukuran zeolit, yang kemudian dilanjutkan dengan perendaman zeolit dalam akuades untuk menghilangkan debu maupun pengotor lainnya yang larut dalam air (Khachatryan, 2014). Sedangkan tahapan aktivasi dilakukan melalui perendaman zeolit menggunakan HCl 6 M yang kemudian dilanjutkan dengan perendaman zeolit dalam NH_4NO_3 2 M yang bertujuan untuk mengurangi/menghilangkan pengotor serta menyeragamkan kation penyeimbang dalam zeolit alam.

Penggunaan HCl dalam aktivasi zeolit alam dikarenakan menurut penelitian Botianovi (2012) kandungan logam pengotor terbesar dalam mineral zeolit alam Malang adalah logam Fe (besi) dengan persentase sebesar 25,3 %. Menurut Svehla (1990), logam Fe dapat larut ke dalam larutan asam HCl menghasilkan reaksi berikut:



Perendaman zeolit dalam HCl tersebut, menyebabkan filtrat yang dihasilkan berwarna kuning jingga yang dimungkinkan adanya kelarutan logam pengotor Fe. Setelah perendaman dengan HCl, zeolit dicuci hingga pH filtrat netral dan tidak menghasilkan endapan putih (AgCl) jika ditetesi dengan larutan AgNO₃ (mengindikasikan bahwa zeolit telah bebas dari ion Cl⁻).

Tahapan aktivasi selanjutnya dilakukan dengan perendaman zeolit alam dalam larutan NH₄NO₃ 2 M yang bertujuan untuk lebih menyeragamkan kation penyeimbang zeolit. Menurut Sudjianto (2012), ion NH₄⁺ memiliki kemampuan yang lebih efektif dalam pendesakan kation-kation penyeimbang (alkali/alkali tanah) dalam zeolit (NH₄⁺ > K⁺ > H⁺ > Na⁺). Perendaman zeolit dalam larutan NH₄NO₃ 2 M, akan mengakibatkan terbentuknya NH₄-zeolit yang dengan pemanasan 300-400 °C dapat menguraikan ion NH₄⁺ menjadi senyawa NH₃ yang mudah menguap dan ion H⁺ (Weitkamp, 2000). Sehingga pada tahapan akhir aktivasi dihasilkan H-zeolit dengan warna abu-abu muda.



Gambar 4.2 Pendesakan kation dalam zeolit alam Malang oleh Ion NH₄⁺ (Banon dan Suharto, 2008)

4.2 Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan terhadap zeolit sebelum dan sesudah aktivasi untuk mengetahui kandungan unsur serta persentase pengotor dalam kerangka maupun permukaan zeolit alam Malang.

Tabel 4.1 Hasil XRF zeolit alam Malang sebelum dan sesudah aktivasi

Unsur	Konsentrasi (%)		
	Alam	Aktivasi dengan NH_4NO_3	Aktivasi dengan $\text{HCl} + \text{NH}_4\text{NO}_3$
Si	35,2	35,6	55,1
Al	10	11	11
Ca	4,48	3,83	3,39
Ti	1,22	1,18	2,65
Mn	2,66	2,67	0,9
Zn	0,81	0,81	0,34
Fe	38,57	38,5	21,3
Cr	0,071	0,073	0,055
Eu	0,7	0,77	0,3

Pada Tabel 4.1 diketahui bahwa kandungan utama zeolit alam Malang adalah Si/Al dengan logam pengotor utama Fe. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF tersebut, aktivasi yang dilakukan tanpa menggunakan perendaman dengan larutan asam HCl, tidak mampu mendesak atau mengurangi jumlah kandungan logam besi yang terkandung dalam zeolit alam. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Suharto, dkk. (2007) dan Rianto, dkk. (2012) yang menunjukkan bahwa kadar Fe dalam zeolit tidak mengalami perubahan setelah dilakukan perendaman dengan NH_4NO_3 . Kadar Fe yang masih tinggi dalam zeolit akan menyebabkan zeolit berwarna oranye (merah bata) saat dipanaskan pada suhu ± 500 °C (adanya Fe dalam zeolit yang teroksidasi karena pemanasan tinggi).

Perendaman zeolit dalam asam HCl tersebut, diketahui mampu menurunkan persentase logam pengotor Fe dari 38,57 % menjadi 21,3 %.

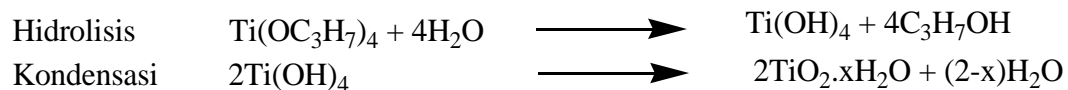
Sejumlah logam lainnya seperti Mn, Eu, dan Zn juga diketahui mengalami penurunan persentase, sehingga dapat dikatakan bahwa aktivasi yang dilakukan mampu mengurangi sejumlah logam dalam zeolit alam yang akan digunakan. Sedangkan adanya penurunan persentase dari logam Ca yang merupakan salah satu kation penyeimbang dalam zeolit alam, dimungkinkan karena adanya pendesakan oleh ion NH_4^+ dari NH_4NO_3 .

4.3 Sintesis Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang dengan Variasi Waktu

Pemeraman

Sintesis nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang dilakukan untuk memodifikasi zeolit alam melalui penambahan logam semikonduktor TiO_2 sekaligus mengkondisikan komposit yang dihasilkan agar berukuran nano menggunakan modifikasi metode sol gel. Tahapan ini diawali dengan pembuatan koloid TiO_2 yang selanjutnya akan diembankan dalam zeolit alam Malang dan dilakukan variasi waktu pemeraman untuk proses penyempurnaan pembentukan inti kristal dari TiO_2 dalam komposit.

Koloid TiO_2 dibuat melalui titanium isopropoksida (TIP) 97 % yang berperan sebagai prekursor pembentuk TiO_2 yang ditambahkan dengan etanol p.a dan HNO_3 0,3 M. Penambahan etanol kedalam TIP bertujuan sebagai pelarut organik, sedangkan HNO_3 0,3 M digunakan untuk menghidrolisis TIP serta sebagai pengkondisi asam. Penambahan HNO_3 0,3 M (encer) menyebabkan TIP terhidrolisis kemudian terpolimerisasi (kondensasi) membentuk jaringan oksida tiga dimensi dengan reaksi sebagai berikut:



Gambar 4.3 Reaksi sol gel pembentukan TiO_2 (Lim, dkk. 2010 dan Setiawati, dkk. 2006)

Pada tahapan hidrolisis, reaksi berlangsung cepat dimana terjadi pergantian gugus alkoksida dengan gugus hidroksil secara nukleofilik. Hal ini dikarenakan, kondisi hidrolisis yang asam memungkinkan muatan negatif gugus alkoksida terprotonasi oleh H^+ dan mengakibatkan muatannya lebih positif. Muatan gugus alkoksida yang lebih positif tersebut menyebabkan ion logam Ti menolak gugus alkoksida dan cenderung berikatan dengan gugus $-\text{OH}$ menghasilkan $\text{Ti}(\text{OH})_4$ (Haryati dan Mulyono, 2013). $\text{Ti}(\text{OH})_4$ yang terbentuk selanjutnya akan mengalami kondensasi membentuk ikatan Ti-O-Ti melalui eliminasi molekul air (Su, dkk. 2004). Tahapan kondensasi tersebut akan menghasilkan pembentukan dan pertumbuhan inti $\text{TiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ amorf.

Tahapan selanjutnya, pengembangan TiO_2 dalam zeolit melalui pencampuran koloid TiO_2 ke dalam suspensi zeolit yang dilanjutkan dengan proses pemeraman dan kalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam (Chong, dkk. 2009). Pada proses pemeraman terjadi proses pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan. Selain itu, pada tahapan ini digunakan untuk menyempurnakan proses kondensasi maupun polimerasi untuk menghasilkan lebih banyak jaringan polimer Ti-O-Ti gel yang terbentuk.

Tahapan kalsinasi merupakan tahapan akhir yang dilakukan untuk menghilangkan kemungkinan masih adanya molekul organik dari produk akhir yang dihasilkan, sekaligus menyelesaikan tahapan kristalisasi atau mengubah bentuk amorf TiO_2 menjadi kristal (Su, dkk. 2004). Menurut Chong dan Jin

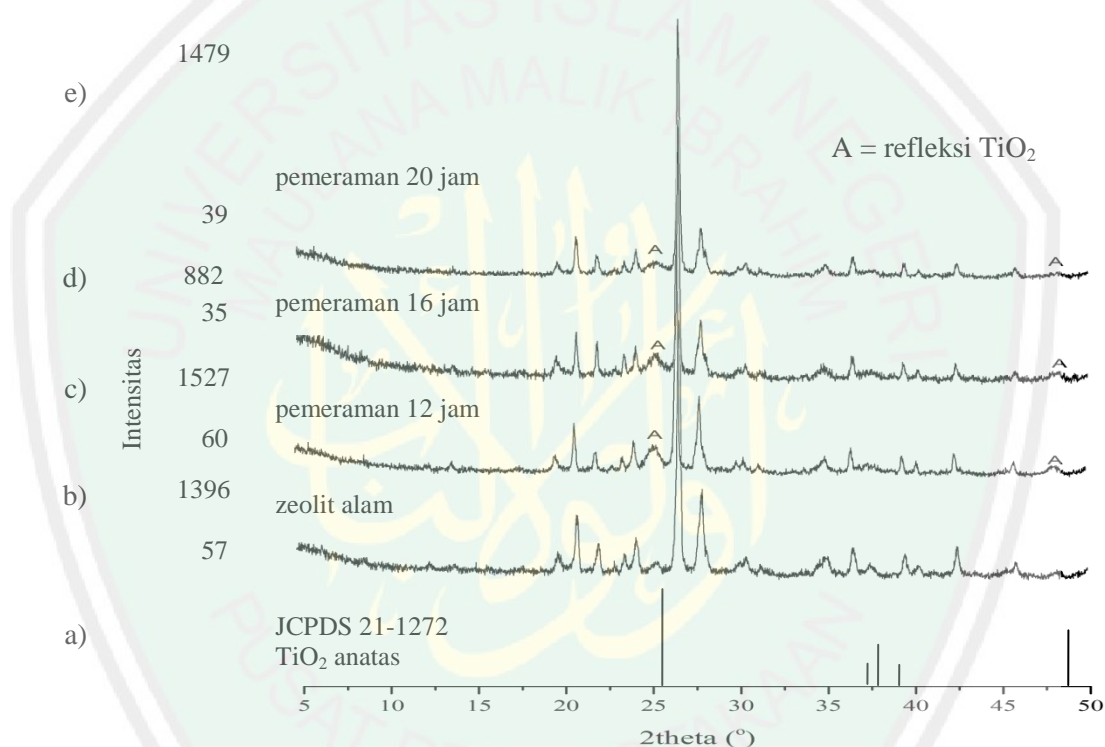
(2012), proses kalsinasi juga bertujuan untuk pembentukan ikatan antara Ti-O-Ti dengan mineral zeolit alam menghasilkan ikatan Ti-O-Si. Hal ini dikarenakan proses kalsinasi (pemanasan suhu tinggi) menyebabkan jaringan polimer Ti-O-Ti gel mengalami penyusutan dan melekat pada permukaan zeolit alam pada bagian yang mengandung silika. Proses kalsinasi tersebut menghasilkan molekul oksigendan air sebagai akibat dari pembentukan ikatan Ti-O-Si.

Berdasarkan hasil sintesis nanokomposit yang dilakukan, didapatkan nanokomposit sebelum kalsinasi berwarna putih keabu-abuan menjadi berwarna oranye muda setelah dilakukan kalsinasi dengan suhu 500 °C selama 2 jam. Hal ini dimungkinkan, kandungan pengotor besi yang masih ada dalam zeolit alam teroksidasi sehingga menyebabkan warna komposit yang dihasilkan berwarna oranye. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Yusuf, dkk. (2015) bahwa pemanasan komposit TiO₂/zeolit alam pada suhu 500 °C akan menghasilkan komposit berwarna oranye.

4.4 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan terhadap sampel zeolit alam aktivasi dan nanokomposit variasi waktu pemeraman yang bertujuan untuk mengetahui kristalinitas, ukuran, serta keberhasilan sintesis nanokomposit yang dilakukan. Kondisi operasi instrument, dilakukan pada radiasi Cu-K α sudut 2 θ sebesar 5-50°. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, diketahui bahwa puncak-puncak zeolit alam (Gambar 4.4 b) dapat diamati pada Tabel 4.2. Menurut data standart (JCPDS No. 700232) dan *data base* (Treacy dan Higgins, 2001) zeolit, data hasil XRD zeolit alam Malang tersebut sesuai dengan puncak karakteristik dari zeolit mordenit.

Utubira, dkk (2006) dan Wijaya, dkk. (2006) juga menyebutkan dalam penelitiannya bahwa karakteristik khas mineral mordenit diantaranya dapat diamati pada 2θ 19,71°; 22,35°; 25,68°; dan 28,08°. Selain itu, karakteristik mordenit tersebut juga masih dapat diamati dari nanokomposit yang dihasilkan (Gambar 4.4 c-e). Hal ini menunjukkan bahwa sintesis komposit yang dilakukan tidak merubah struktur dari zeolit alam Malang.



Gambar 4.4 Hasil XRD sampel zeolit alam dan nanokomposit TiO_2 /zeolit variasi waktu pemeraman

Tabel 4.2 Puncak 2θ zeolit alam Malang

Puncak (°)	Intensitas (%)
19,8938	6,78
21,0334	21,18
22,2355	10,65
25,5581	4,23
26,7233	100
28,0787	34,04
30,5967	7,04
35,2490	6,69
48,3297	1,72

Tabel 4.3 Refleksi puncak komposit TiO₂/zeolit alam Malang

TiO ₂ -zeolit 12 Jam		TiO ₂ -zeolit 16 Jam		TiO ₂ -zeolit 20 Jam	
Puncak (°)	Intensitas (%)	Puncak (°)	Intensitas (%)	Puncak (°)	Intensitas (%)
19,7951	5,97	19,7517	5,78	19,8259	4,83
20,9024	18,86	20,9204	16,91	20,8747	12,30
22,1138	7,51	22,1427	10,64	22,0811	7,03
23,0510	2,03	23,6399	8,46	23,6611	4,96
25,5007	9,40	25,3990	8,40	25,5002	5,00
26,6989	100	26,6906	100	26,6715	100
28,0047	28,37	28,0319	21,22	28,2721	8,60
30,5361	5,28	30,5599	4,57	30,5954	5,13
35,1930	5,15	34,9793	3,47	35,1121	3,88
36,6058	8,28	36,6108	8,00	36,6223	6,28
37,5159	3,46	37,7854	2,53	37,7708	1,93
48,0055	2,51	48,1950	2,09	48,3538	1,06

Karakteristik puncak TiO₂ dalam komposit (Tabel 4.3) tidak dapat diamati secara jelas, karena adanya tumpang tindih refleksi TiO₂ dengan zeolit alam di daerah $2\theta \pm 25^\circ$; $36-37^\circ$; serta 48° (Utubira, dkk., 2006). Namun, berdasarkan data XRD tersebut, dapat diketahui adanya kenaikan intensitas pada $2\theta \pm 25^\circ$ pada variasi pemeraman 12, 16, dan 20 jam yaitu masing-masing terjadi kenaikan sebesar 5,17; 4,17; dan 0,77 % dari intensitas awal (4,23 %) yang menunjukkan adanya tumpang tindih antara puncak khas TiO₂ dengan puncak zeolit alam. Selain itu, kenaikan intensitas juga terjadi di daerah $2\theta \pm 48$, yang juga diketahui sebagai karakteristik dari TiO₂ (anatas). Sedangkan, refleksi TiO₂ pada 2θ $36-38^\circ$ tidak dapat diamati karena kemungkinan sangat kecil refleksi TiO₂ dalam komposit yang dihasilkan. Menurut Liu, dkk. (2012) adanya perubahan intensitas di puncak $2\theta \pm 25^\circ$ tersebut merupakan adanya pengaruh dari puncak khas TiO₂ anatas yang dapat diamati dalam komposit TiO₂/zeolit. Hal ini dimungkinkan karena jumlah TiO₂ yang ditambahkan dalam komposit sangat sedikit (Liu, dkk., 2013).

Berdasarkan hasil analisis data XRD tersebut, dapat diketahui bahwa penambahan TiO_2 pada zeolit alam mengakibatkan adanya perubahan intensitas dimana semakin lama waktu pemeraman yang dilakukan, intensitas yang dihasilkan cenderung semakin menurun. Hal ini dimungkinkan semakin lama waktu pemeraman, maka semakin banyak polimer TiO_2 yang dihasilkan dan menyebabkan penurunan intensitas komposit karena TiO_2 yang menutupi permukaan zeolit alam. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Rianto (2012) dan Hartoyo, dkk. (2013) dimana, adanya penambahan TiO_2 dalam zeolit alam dapat menurunkan intensitas komposit yang dihasilkan.

Keberhasilan dari sintesis komposit yang dilakukan, dilihat dari adanya 2θ zeolit alam dan TiO_2 dalam komposit yang dapat diamati dengan adanya kenaikan intensitas di 2θ yang sama. Menurut Erwanto (2014), hal ini menunjukkan bahwa antara zeolit alam dan TiO_2 telah terbentuk sistem komposit. Oleh karena itu, dari hasil analisis data XRD tersebut diketahui pemeraman 12 jam merupakan pemeraman terbaik dengan puncak 2θ khas TiO_2 dapat terlihat jelas.

Melalui data XRD juga dapat diketahui ukuran kristal yang ditentukan melalui persamaan *Debbey Scherrer* (persamaan 2.1) dimana diketahui ukuran komposit yang dihasilkan disajikan dalam Tabel 4.4. Menurut perhitungan ukuran kristal nanokomposit, diketahui bahwa ukuran nanokomposit TiO_2 /zeolit cenderung memiliki ukuran yang lebih kecil jika dibandingkan dengan ukuran zeolit sebelum pengembangan, yaitu berkisar antara 50-99 nm. Ukuran tersebut termasuk masih terdapat dalam skala nanometer (Hu, dkk., 2010) dimana ukuran ini dapat mempengaruhi kinerja aktivitas komposit yang dihasilkan karena dengan

semakin kecil ukuran material maka semakin luas permukaan yang dihasilkan sehingga senajub banyak sisi aktif yang akan berinteraksi dengan senyawa lain (Yullizar, 2004). Penurunan ukuran kristal tersebut, dimungkinkan karena adanya pengaruh dari proses pemeraman serta kalsinasi yang dilakukan, dimana tahapan-tahapan tersebut mengakibatkan adanya penataan ulang atom-atom dalam komposit serta menghilangkan fasa amorf material yang menyebabkan menurunnya ukuran kristal material. Oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa sintesis nanokomposit berhasil dilakukan.

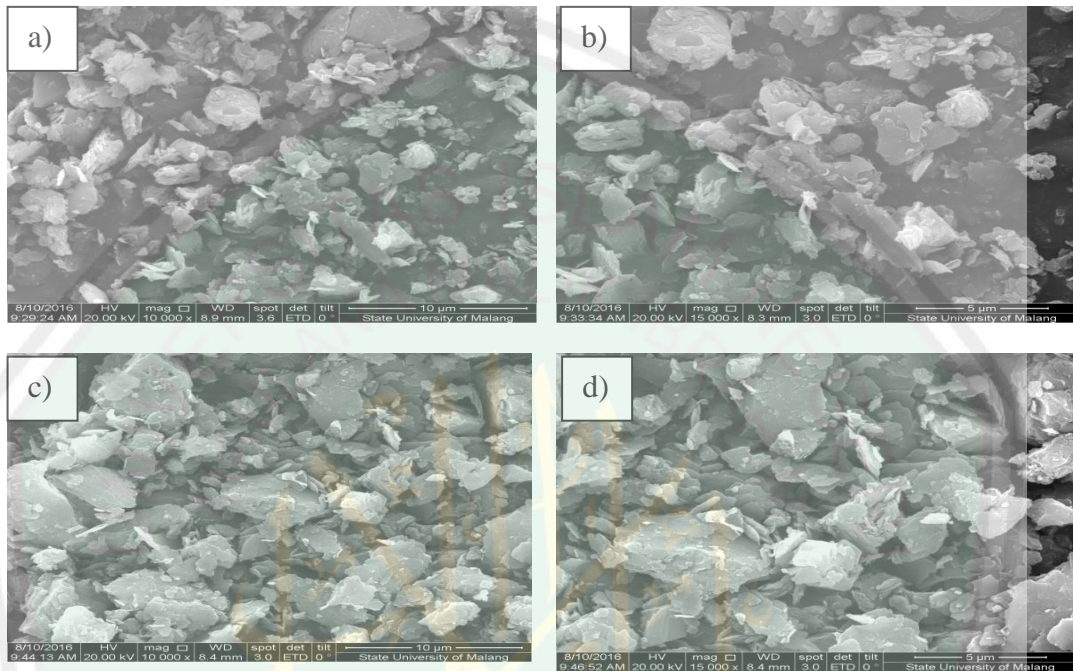
Tabel 4.4 Ukuran kristal zeolit alam dan nanokomposit TiO₂/zeolit alam

Keterangan	2 θ (°)	Ukuran Kristal (nm)
Zeolit Alam Malang	21,0334	121,1005
	26,7233	100,1098
	28,0787	97,9658
TiO ₂ /Zeolit pemeraman 12 jam	20,9024	68,995
	26,6989	80,058
	28,0047	50,175
TiO ₂ /Zeolit pemeraman 16 jam	20,9204	68,9965
	26,6906	61,0294
	28,0319	61,2034
TiO ₂ /Zeolit pemeraman 20 jam	20,8747	96,6376
	26,6715	80,0529
	27,9585	99,8464

4.5 Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan pada zeolit aktivasi dan nanokomposit terbaik untuk mengetahui morfologi zeolit sebelum dan sesudah diimbakan dengan TiO₂. Hasil dari karakterisasi dengan SEM tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.5. Berdasarkan Gambar 4.5 a dan b, tidak terlihat gambaran morfologi bentuk kristal dari zeolit mordenit yang seharusnya berbentuk ortorombik ($a \neq b \neq c$ dan $\alpha, \beta, \gamma = 90^\circ$). Menurut Suharto, dkk (2007) bahwa morfologi dari zeolit alam lebih cenderung terlihat berbentuk pipih (*lamellar*) dan berlapis-lapis. Selain

itu, berdasarkan Gambar 4.5 a dan b, diketahui bahwa sebelum dilakukan penambahan TiO_2 kedalam zeolit alam terlihat morfologi zeolit yang menunjukkan permukaan yang lebih renggang (terdapat banyak ruang kosong).



Gambar 4.6 Hasil karakterisasi SEM zeolit alam aktivasi perbesaran a) 10.000x b) 15.000x dan nanokomposit TiO_2 /zeolit pemeraman 12 jam perbesaran c) 10.000x dan d) 15.000x

Sedangkan pada Gambar 4.5 c dan d, menunjukkan adanya pengaruh penambahan TiO_2 dalam zeolit yang tersebar pada permukaan zeolit alam. Menurut Chong, dkk (2014) dan Liu, dkk (2014), TiO_2 hanya dapat terdistribusi di permukaan zeolit karena ukuran pori zeolit (mordenit 0,6-0,7 nm (Lestari, 2010)) yang lebih kecil jika dibandingkan dengan kemungkinan ukuran TiO_2 yang terbentuk. Adanya penambahan TiO_2 dalam zeolit alam Malang tersebut, terlihat bahwa morfologi dari komposit yang dihasilkan lebih rapat (tidak ada ruang kosong) jika dibandingkan dengan zeolit alam sebelum pengembunan.

Hasil SEM juga diperkuat dengan adanya data XRF yang dilakukan terhadap nanokomposit yang dihasilkan, yaitu menyatakan adanya kenaikan unsur Ti dalam nanokomposit yang ditunjukkan pada Tabel 4.5. Berdasarkan hasil XRF, terlihat bahwa zeolit alam aktivasi memiliki kandungan Ti sebesar 2,65 % dan setelah dilakukan pengembunan TiO_2 dalam zeolit alam, terlihat kenaikan persentase menjadi 40,8 %. Hal ini memperkuat hasil analisis sebelumnya yaitu analisis SEM dan XRD yang menyatakan bahwa TiO_2 telah berhasil terembun dalam zeolit alam.

Tabel 4.5 Hasil XRF zeolit sebelum dan sesudah modifikasi dengan TiO_2

Keterangan	Konsentrasi Unsur (%)		
	Si	Al	Ti
Sebelum	55,1	11	2,65
Sesudah	31,2	6,6	40,8

4.6 Kajian Perspektif Islam terhadap Sintesis Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam.

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

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَالْفُلُوكِ الَّتِي تَجْرِي فِي الْبَحْرِ بِمَا يَنْفَعُ
النَّاسَ وَمَا أَنْزَلَ اللَّهُ مِنَ السَّمَاءِ مِنْ مَاءٍ فَأَحْيَا بِهِ الْأَرْضَ بَعْدَ مَوْتِهَا وَبَثَّ فِيهَا مِنْ كُلِّ دَابَّةٍ
وَتَصْرِيْفِ الرِّيْحِ وَالسَّحَابِ الْمُسَخَّرِ بَيْنَ السَّمَاءِ وَالْأَرْضِ لآيَاتٍ لِقَوْمٍ يَعْقِلُونَ ﴿١٦٤﴾

Artinya: 164. Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, silih bergantinya malam dan siang, bahtera yang berlayar di laut membawa apa yang berguna bagi manusia, dan apa yang Allah turunkan dari langit berupa air, lalu dengan air itu Dia hidupan bumi sesudah mati (kering)-nya dan Dia sebarkan di bumi itu segala jenis hewan, dan pengisaran angin dan awan yang dikendalikan antara langit dan bumi; sungguh (terdapat) tanda-tanda (keesaan dan kebesaran Allah) bagi kaum yang memikirkan.

Menurut Tafsir Jalalain, ayat tersebut menjelaskan 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 penciptaanNya. Orang-orang tersebut menyadari bahwa segala ciptaanNya bukanlah perkara yang sia-sia, melainkan sebagai bukti atas kesempurnaan kekuasaan Allah SWT. Sebagai upaya pengamalan ayat tersebut, dapat dilakukan melalui pengoptimalan zeolit alam dengan aktivasi dan modifikasi.

Perlakuan aktivasi dan modifikasi zeolit alam tersebut tidak akan merubah struktur dari zeolit alam sebagai sumber mineral melimpah yang telah disediakan Allah SWT bagi manusia, melainkan sebagai upaya pengoptimalan kinerja zeolit alam agar lebih efisien dalam penggunaannya. Dengan adanya aktivasi diharapkan dapat mengurangi sejumlah pengotor yang ada pada zeolit alam, dimana dapat diketahui dari hasil karakterisasi XRF yaitu terdapat penurunan persentase pengotor dalam zeolit alam. Sedangkan modifikasi zeolit, dilakukan dengan penambahan TiO_2 serta mengkondisikan senyawa (komposit)

yang dihasilkan berukuran nano. Melalui analisis data XRD, SEM, dan XRF yang dilakukan, maka dapat dikatakan telah berhasil dilakukan pengembunan dengan ukuran komposit nanometer tanpa merusak struktur dari zeolit alam tersebut.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Keberhasilan sintesis komposit TiO₂/zeolit alam Malang dapat diamati dengan adanya kenaikan intensitas di $2\theta \pm 25^\circ$ pada pemeraman 12, 16, dan 20 jam dengan intensitas masing-masing sebesar 9,40; 8,40; dan 5,00 % yang menunjukkan puncak khas TiO₂ anatas. Secara keseluruhan, penambahan TiO₂ dalam zeolit alam Malang mengakibatkan adanya penurunan intensitas komposit dengan semakin lamanya waktu pemeraman yang dilakukan. Waktu pemeraman terbaik adalah 12 jam dengan puncak khas TiO₂ anatas dapat diamati secara jelas jika dibandingkan dengan pemeraman 16 dan 20 jam.

Ukuran komposit variasi pemeraman 12, 16, dan 20 jam menghasilkan komposit berukuran nano yaitu berkisar antara 50-99 nm. Berdasarkan hasil SEM diketahui bahwa morfologi nanokomposit TiO₂/zeolit lebih rapat (tidak ada ruang/permukaan kosong) jika dibandingkan dengan morfologi zeolit alam.

5.2 Saran

1. Perlu adanya penelitian lanjutan mengenai aplikasi penggunaan nanokomposit yang dihasilkan agar lebih mengetahui kinerja dari nanokomposit terbaik.
2. Adanya variasi penambahan TiO₂ terkait kemungkinan terlalu minimnya jumlah TiO₂ yang ada dalam komposit.
3. Adanya variasi maupun penggunaan asam lain untuk aktivasi zeolit alam, sehingga mampu menurunkan persentase jumlah pengotor dengan maksimum.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah B. M. B. A. B. I. 2003. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 4*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Abdullah dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Teknologi*. Institut Teknologi Bandung. Vol. 2 No.1. ISSN 1979-0880.
- Affandi, F., dan Hendri H. 2011. Pengaruh Metode Aktivasi Zeolit Alam sebagai Bahan Penurun Temperatur Campuran Beraspal Hangat. *Jurnal Pusat Litbang Jalan dan Jembatan*.
- Ahmadi, Kgs. 2009. Kinerja Zeolit Alam Teraktivasi pada Penjernian Minyak Bekas Penggorengan Keripik Tempe. *Jurnal Teknologi Pertanian* Vol. 10 No. 2 (Agustus 2009) 136-143.
- Andari dan Wardhani. 2014. Fotokatalis TiO₂-zeolit untuk Degradasi Metilen Blue. *Chem. Prog.* Vol. 7, No. 1.
- Aziza, F. N., Latifah, dan Ella K. 2014. Pemanfaatan Zeolit Alam Teraktivasi Ammonium Nitrat untuk Menurunkan Salinitas Air Sumur Payau. *Indonesian Journal of Chemical Science: Indo. J. Chem. Sci.* 3 (3) (2014). ISSN No. 2252-6951.
- Banon, C. dan Suharto E. 2008. Adsorpsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*. Vol.4 No. 2 Juli 2008 : 354-360.
- Botianovi, A., 2012. Analisis Permukaan Zeolit Alam Malang yang Mengalami Modifikasi Pori dengan Uji SEM-EDS. *Skripsi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang*.
- Castro, A.L., Nunes, M.R., Carvalho, A.P., Costa, F.M., dan Florêncio, M.H. 2008. *Synthesis of Anatase TiO₂ Nanoparticles With High Temperature Stability and Photocatalytic Activity*. *Solid State Sciences*, Vol. 10: 602-606.
- Cheetam, D., A. 1992. *Solid State Compound. Buku*. Oxford University Press, 234-237.
- Chen, H.S. dan Ramachandran V. K. 2011. Sol-Gel TiO₂ in Self-Organization Process: Growth, Ripening & Sintering. *Journal*. doi: 10.1039/c2ra00782g.
- Chong, M. N., dan Jin, B. 2012. Sol-Gel Synthesis of Inorganic Mesostructured Composite Photocatalyst for Water Purification: An Insight Into The Synthesis Fundamentals, Reaction, and Binding Mechanisms. *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*, 42 . ISSN: 1553-3174.

- Chong, M.N. , Vipasiri V., Shaomin L. Bo J., Chris C., dan Chris S. 2009. Synthesis and Characterization of Novel Titania Impregnated Kaolinite Nano-Photocatalyst. *Microporous and Mesoporous Materials* 117 (2009) 233-242. doi: 10.1016/j.micromeso.2008.06.039.
- Chong, M.N., Zhen Y. T., Phaik E. P., Bo J., dan Rupak A. 2014. Synthesis, Characterisation and Application of TiO₂-Zeolite Nanocomposite for The Advanced Treatment of Industrial Dye Wastewater. *Journal of The Taiwan Institute of Chemical Engineers* 000 (2014) 1- 9. doi: 10.1016/j.jtice.2014.12.013.
- Damayanti, C. A., Sri W., dan Danar P. 2014. Pengaruh Konsentrasi TiO₂ dalam Zeolit terhadap Degradasi Methylene Blue secara Fotokatalitik. *Kimia Student Journal*, Vol. 1, No. 1 pp. 8-14, Universitas Brawijaya Malang.
- Ertan, A., dan Ozkan. 2005. CO₂ dan N₂ Adsorption on The Acid (HCl, HNO₃, H₂SO₄, dan H₃PO₄) Treated Zeolites. *Adsorption Journal*.
- Erwanto. 2014. Fotodegradasi Zat Warna Methylen Blue Menggunakan TiO₂/Zeolit dengan Penambahan Ion Nitrat (NO₃⁻). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Faghihian, H., dan Raeiesi H. A. 2014. Application of TiO₂-Zeolite Nano-Composite for Photodegradation of 4-Chlorophenol. *Journal of Nanomaterials and Molecular Nanotechnology*. Vol. 3, Issue 1. 1000139.
- Fatimah, I. dan Wijaya K. 2005. Sintesis TiO₂/Zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *Jurnal Tektoin* Vol. 10, No. 4. ISSN 0853-8697.
- Fatimah, I. 2009. Dispersi TiO₂ ke dalam SiO₂-Montmorillonit: Efek Jenis Prekursor. *Journal Penelitian Saintek*. Vol.14. p. 41-58.
- Fernandez, B. R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Program Studi Kimia Pascasarjana Universitas Andalas Padang.
- Fitriana, V. N. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Superkapasitor Berbasis Nanokomposit TiO₂/C. *Skripsi* Universitas Negeri Malang.
- Haris A., Didik S. W., dan Rahmad N. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fotokatalis TiO₂ dengan Doping Tembaga dan Sulfur serta Aplikasinya pada Degradasi Senyawa Fenol. *Jurnal Sains dan Matematika*. Vo. 22 (2): 48-51.
- Hartoyo, A. W. W., Sri W., dan Harjito. 2013. Penurunan Kadar *Linear Alkyl Sulfonate* oleh fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam. *Indonesian Journal of Chemical Science* 2 (2). ISSN No 2252-6951.

- Haryati, T. dan Mulyono T. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Core-Shell ZnO/TiO₂ sebagai Material Fotoanoda Dye Sensitized Solar Cell (DSSC). Universitas Jember.
- Hasibuan, R. A., 2012. Modifikasi Zeolit Alam dengan TiO₂ untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Skripsi* Universitas Indonesia. Diakses tanggal 01 September 2015.
- Hidayat, W., 2008. Teknologi Pengolahan Air Limbah. *Majari Magazine*, Jakarta.
- Hsiang, H.I., dan Lin S.C. 2004. Effect of Aging on The Phase Transformation and Sintering Properties of TiO₂ Gels. *Journal of Materials Science and Engineering A*.67-72. Elsevier. doi: 10.1016/j.msea.2004.03.045.
- Hu, H., Landon O., Ayo A. 2010. Characterizing and Modeling Mechanical Properties of Nanocomposites-Review and Evaluation. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. Vol. 9, No. 4, pp. 275-319.
- Iswani. 1988. *Spektrometri Pendar Sinar X Penetapan Torium dalam Batuan dengan Internal Standar Talium*. Yogyakarta: PPBNI-Batan.
- Jazairi, S. 2007. *Tafsir Al-Qur'an Al Qurtubi Jilid 2*. Jakarta: Darus Sunnah.
- Khachatryan, V. 2014. Heavy Metal Adsorption by Armenian Natural Zeolite from Natural Aqueous Solution. *Proceeding of The Yerevan State University. Chemistry and Biology*. No. 2, p. 31-35.
- Kismolo, E., Nurimaniwathy, Tri S. 2012. Karakterisasi Kapasitas Tukar Kation Zeolit untuk Pengolahan Limbah B3 Cair. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah: Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir*. Batan. ISSN 0216-3128.
- Kuncorojati, D. 2010. Sintesis Komposit TiO₂-Zeolit Alam Lampung-Karbon Aktif untuk Disinfeksi E.coli Oksida Fenol dan Reduksi Cr(VI). *Abstrak Perpustakaan Universitas Indonesia*.
- Lafjah, M., Fatiha D., Abdeikader B., Nicolas K., dan Valerie K. 2011. Beta Zeolite Supported Sol-Gel TiO₂ Material For Gas Phase Photocatalytic. *Journal of Hazardous Material* 186 (2011) 1218-1225.
- Lestari, D. Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010 Jurdik Kimia UNY 54th 1956-2010*.
- Licciulli, H., Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universitas Degli: Studio Di Lecce.
- Lim, C., Jeong H. R, Do H. K., Song Y. C. dan Won C. O. 2010. Reaction Morphology and The Effect of pH on The Preparation of TiO₂

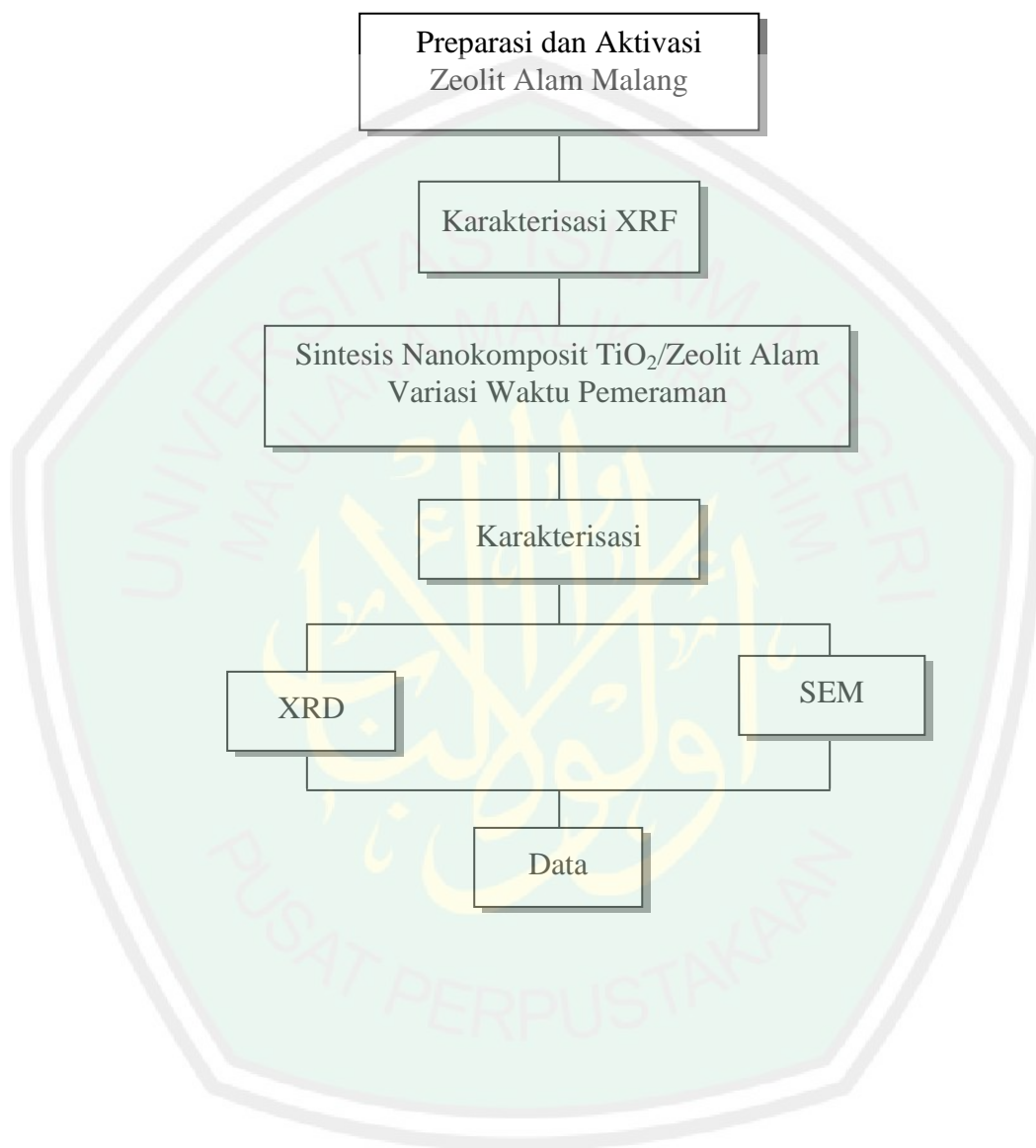
- Nanoparticles by a Sol-Gel Method. *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 11 No. 6.
- Liu, S., May L., dan Rose A. 2014. TiO₂-Coated Natural Zeolit: Rapid Humic Acid Adsorption and Effective Photocatalytic Regeneration. *Journal of Chemical Engineering Science*. Elsevier. doi: 10.1016/j.ces.2013.10.041.
- Liu, Z. F., Liu Z. C., Wang Y., Li B., Qu L., L. E., Ya J. dan Huang P. Y. 2012. Photocatalysis of TiO₂ Nanoparticles Supported on Natural Zeolite. *Journal of Department of Materials Science and Engineering. Tianjin Institute of Urban Construction*. Cina. doi: 10.1179/1753555712Y.0000000011.
- Mahalli, I.J. dan Imam J. A.S. 2000. *Tafsir Jalalain*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Maraghi, S. S. M. 1946. *Tafsir Al-Maraghi*. Kairo: Musthofa Al-Babi Al-Halabi.
- Mravec, D., Hudec J., dan Janotka I. 2005. Some Possibilities of Catalytic and Noncatalytic Utilization of Zeolite. *Review. Chem. Pap.* 59(1) 62-69 (2005).
- Palupi, E.. 2006. Degradasi Mrthylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis menggunakan Film TiO₂. *Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan*. Bogor: Jurusan Fisika FMIPA Universitas Institut Pertanian Bogor.
- Prasetyo, A., Rini N., Susi N. K., dan Agie B. 2012. Analisis Permukaan Zeolit Alam Malang yang Mengalami Modifikasi Pori dengan Uji SEM-EDS. *Sainstis* Volume 1, No 2, Januari-Juni 2012 ISSN: 2089-0699.
- Puri, R. K., dan Babbar, V. K. 1997. *Solid State Pysics*. S. Chand & Company Ltd, New Delhi.
- Rahman, A. dan Budi H. 2004. Penyaringan Air Tanah dengan Zeolit Alami untuk Menurunkan Kadar Besi dan Mangan. *Jurnal Kesehatan* 14 (1), 2004: p. 1-6.
- Rapsomanikis A, Papoulis D., Panagiotaras D., Kaplani E., dan Stathatos E. 2013. Nanocrystalline TiO₂ and Halloysite Clay Mineral Composite Films Prepared by Sol-Gel Method: Synergistic Effect and The Case of Silver Modification to The Photocatalytic Degradation of Basic Blue-41 Azo Dye in Water. *Global NEST Journal*.
- Rianto, L. B. 2012. Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang dengan Penambahan Logam Titanium Menggunakan Metode Impregnasi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Said, M., Arie w. P., dan Eldis M. 2008. Aktifasi Zeolit Alam sebagai Adsorbent pada Adsorpsi Larutan Iodium. *Jurnal Teknik Kimia*, No. 4, Vol. 15 Desember 2008.
- Setiadi dan Pertiwi, A. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa Abe Menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS 2007*. ISSN: 0216-4183.
- Setiawati, T., Amalia I.S., Sulistioso G. S., dan Wisnu A. A. 2006. Sintesis Lapisan Tipis TiO₂ dan Analisis Sifat Fotokatalitiknya. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. ISSN: 1411-1098.
- Sfirloaga, P., S. Novaconi, C. Lazau, C. Ratiu, C. Orha, I. Grozescu, dan N. Vazsilcsin. 2010. Preparation and Characterization of Ag doped TiO₂ Incorporated in Natural Zeolite. *Journal of Optoelectronic and Advanced Material* Vol. 12, No. 9 p. 1884-1888.
- Shihab, M. Q. 2002. Tafsir Al-Mishbah: Pesan Kesan dan Keserasian Al-Qur'an (Vol. 11). *Buku*. Jakarta: Lentera Hati.
- Slamet dan Indragini. 2014. Sintesis Nanokomposit Karbon Aktif-Zeolit Alam-TiO₂. *Widyanuklida*, Vol. 14 No. 1, November 2014: 32-37. ISSN 1410-5357.
- Sriyanti, I. 2014. Nanocomposite Prepared by Simple Mixing Method. *Proceeding of The Third International Seminar on Science Education. Challenging Science Education in The Digital Era*, ISBN: 978-602-8171-14-1.
- Su, C., Hong. B. Y., Tseng C. M. 2004. Sol Gel Preparation and Photocatalysis of Titanium Dioxide. *Journal of Catalysis Today*. Elsevier. doi: 10.1016/j.cattod.2004.06.132.
- Sudjianto, A. T. 2012. Pemodelan Perilaku Kembang Tiga Dimensi Tanah Lempung Ekspansif Menggunakan Oedometer Modifikasi. Yogyakarta: UGM.
- Suharto, T. E., Irfan G., dan Agus S. 2007. Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Bifungsional dari Zeolit Alam. *Jurnal Gradien* Vol. 3 No. 2 Juli 2007: 267-272.
- Sutanto, H., Eko H., Agus S., Hendri W., Indro A. N., dan Zakiyah R. 2011. Pembuatan Sistem Pengolah Air Bersih Menggunakan Material Fotokatalis Titania (TiO₂). *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi ke 2 Tahun 2011*. Fakultas Teknik Universitas Wahid Hasyim Semarang. ISBN. 978-602-99334-0-6.
- Sutarti, M., dan Rachmawati, M. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah LIPI, Jakarta.

- Svehla, G. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Ke 5 Bagian I*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi, J. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Makara, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, Vol. 5 No. 2: 81-91.
- Treacy, M. M. J. dan Hinggings J.B. 2001. Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites. *The Structure Commission of The International Zeolite Association Fourth Revised Edition*. Elsevier.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin*, Vol. 10 No. 4: 269 -282.
- Utubira, Y., Karna W., Triyono, dan Eko S., 2006. Preparasi dan Karakterisasi TiO₂-Zeolit serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik. *Indo. J. Chem.*, 6 (3) 231-237.
- Vimonses, V., Shaomin L., Bo J., Chris W.K. C, Chris S. 2009. Kinetic Study and Equilibrium Isotherm Analysis of Chongo Red. *Chemical Engineering Journal 148*. doi: 10.1016/j.cej.2008.09.009.
- Wang, S. dan Yuelian P. 2010. Natural Zeolites as Effective Adsorbents in Water and Wastewater Treatment. *Review Chemical Engineering Journal 156*. doi: 10.1016/j.cej.2009.10.029.
- Weitkamp, J. 2000. Zeolites and Catalysis. *Solid State Ionic* 131 (2000) 175-188. Institute of Chemical Technology, University of Stuttgart, D-70550 Stuttgart, Germany. PII: S0167-2738(00)00632-9.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas. *Seminar Rekayas Kimia dan Proses 2010*. ISSN: 1411-4216.
- Wijaya, K., Eko S., Is F., Iqmal T., dan Rudatiningsih. 2006. Fotodegradasi Zat Warna Alizarin S Menggunakan TiO₂-Zeolit dan Sinar UV. *Jurnal: Indo. J. Chem.*, 2006, 6 (1), 32-37.
- Yullizar, Y. 2004. *Hand Out* Kuliah Kimia Nanopartikel. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Yusuf, M. Amalia S., Khalifah S. N., Fauziyah B. 2014. Aktivitas Katalis TiO₂-Zeolit Alam Malang dalam Isomerisasi Glukosa dengan Variasi Waktu dan Suhu Reaksi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

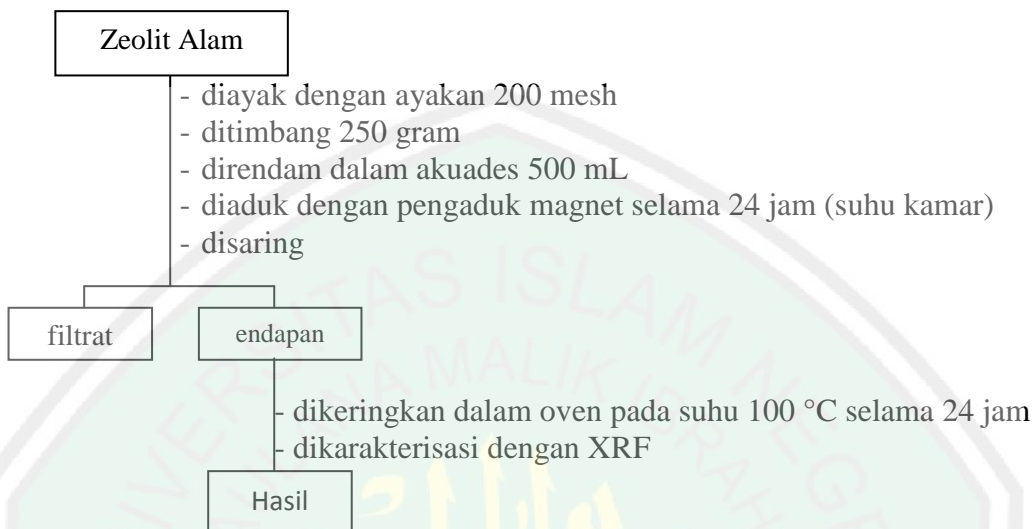
LAMPIRAN

Lampiran 1 : Kerangka Penelitian

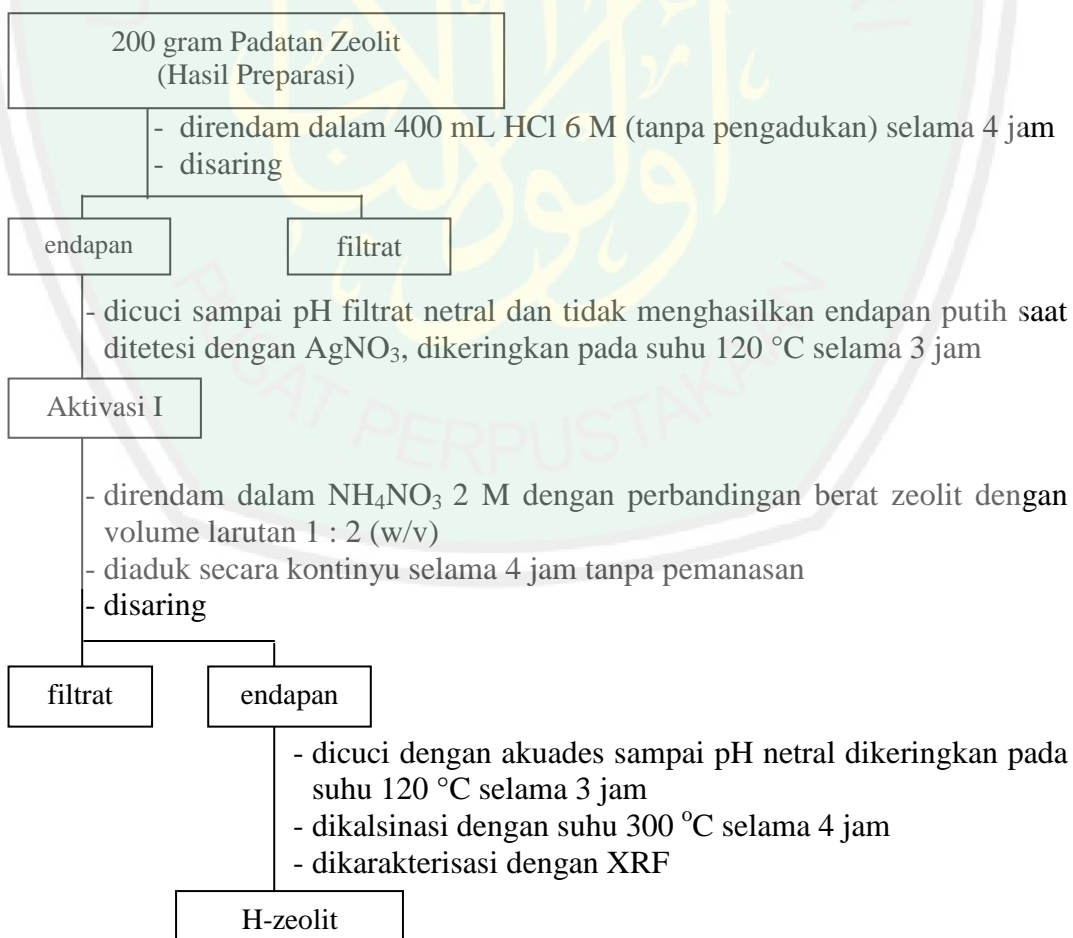


Lampiran 2 : Diagram Alir

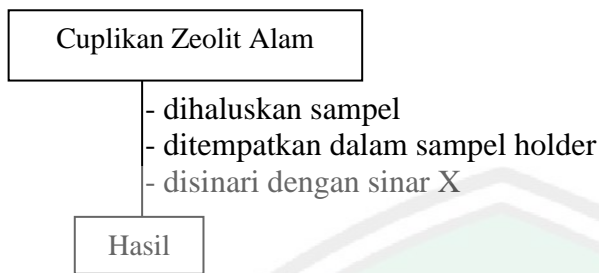
1. Preparasi sampel



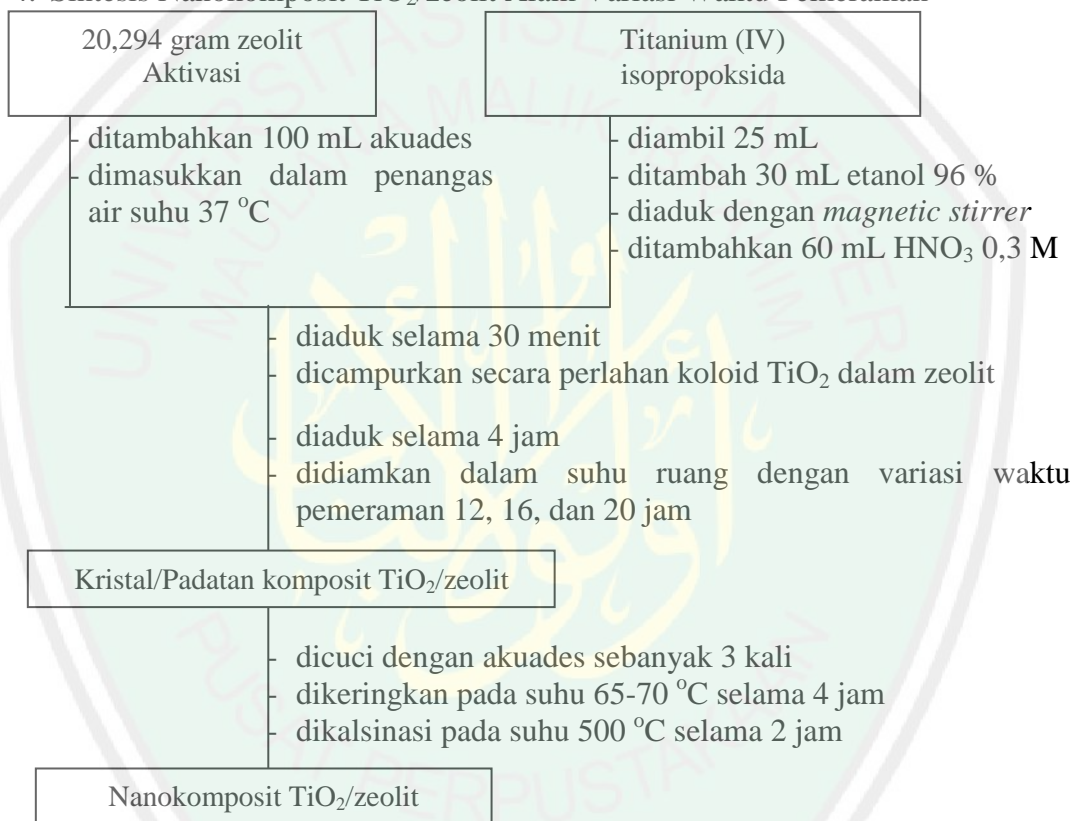
2. Aktivasi zeolit



3. Karakterisasi XRF Zeolit Alam (Sebelum dan Sesudah Aktivasi)

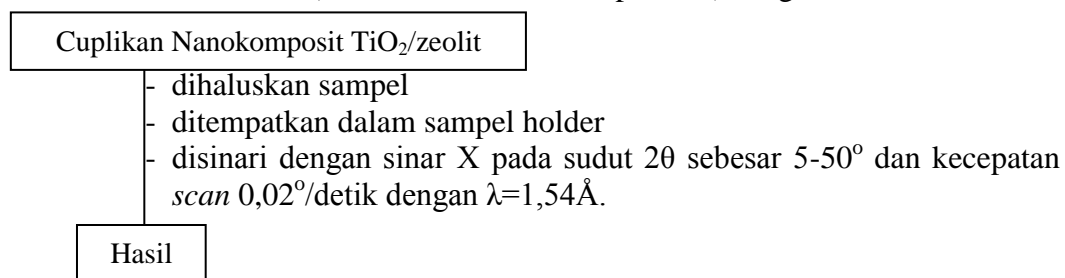


4. Sintesis Nanokomposit TiO₂/zeolit Alam Variasi Waktu Pemeraman



5. Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/zeolit

a. Analisis kristalinitas (kemurnian dan ukuran partikel) dengan XRD



b. Analisis morfologi dengan SEM

Cuplikan Nanokomposit TiO_2 /zeolit

- ditempatkan 5 mg serbuk sampel di atas *sampel holder* SEM yang telah dilapisi karbon
- ditempatkan pada mesin pelapis emas jika sampel tidak konduktif
- ditempatkan pada instrumen SEM
- diamati mikrografnyanya hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel yang jelas

Hasil



Lampiran 3 : Pembuatan Larutan1. Membuat larutan ammonium nitrat 2 M (NH_4NO_3) 100 mL

$$C = \frac{n}{V}$$

$$2 \text{ M} = \frac{n}{100 \text{ mL}}$$

$$n = 2 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$n = 200 \text{ mmol} = 0,2 \text{ mol}$$

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

$$0,2 \text{ mol} = \frac{m}{80 \text{ g/mol}}$$

$$m = 0,2 \text{ mol} \times 80 \text{ g/mol}$$

$$m = 16 \text{ gram}$$

Keterangan :

C : konsentrasi NH_4NO_3 yang dibuat

n : mol larutan NH_4NO_3

V : volume NH_4NO_3 yang dibuat

m : berat NH_4NO_3 yang ditimbang

Mr : Massa Relatif NH_4NO_3
(80 g/mol)

Amonium Nitrat ditimbang sebanyak 16 gram, dilarutkan dengan akuades sebanyak 20 mL dalam beaker glass hingga homogen. Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan akuades hingga tanda batas. Kemudian dilakukan pengocokan hingga homogen.

2. Membuat larutan 500 mL HCl 6 M dari HCl 37 %

➤ Menghitung molaritas HCl 37 %

$$\begin{aligned} \text{M HCl} &= \frac{\% \times \rho \times 10}{Mr} \\ &= \frac{37 \times 1,19 \times 10}{36,5} \\ &= 12,063 \text{ M} \end{aligned}$$

Keterangan:

ρ : massa jenis HCl
(1,19 g/mL)

Mr : Massa Relatif HCl
(36,5 g/mol)

➤ Mencari vol. HCl 37 % yang digunakan

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$12,063 \text{ M} \times V_1 = 6 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{6 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{12,063 \text{ M}}$$

$$V_1 = 248,69 \text{ mL}$$

Keterangan:

C_1 : konsentrasi HCl 37 %

C_2 : konsentrasi HCl 6 M

V_1 : volume HCl 37 %

V_2 : volume HCl 6 M

Dimasukkan ± 100 mL ke dalam labu ukur 500 mL. Kemudian, HNO_3 37 % diambil sebanyak 248,69 mL dan dimasukkan dalam labu ukur tersebut. Selanjutnya ditanda bataskan dan dihomogenkan.

3. Membuat larutan 100 mL HNO_3 0,3 M dari HNO_3 65 %

➤ Menghitung molaritas HNO_3 65 %

$$\begin{aligned} M \text{ HNO}_3 &= \frac{\% \times \rho \times 10}{Mr} \\ &= \frac{65 \times 1,25 \times 10}{63} \\ &= 12,8968 \text{ M} \end{aligned}$$

Keterangan:

ρ : massa jenis HNO_3

(1,25 g/mL)

Mr : Massa Relatif HNO_3

(63 g/mol)

➤ Mencari vol. HNO_3 65 % yang digunakan

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$12,8968 \text{ M} \times V_1 = 0,3 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,3 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{12,8968 \text{ M}}$$

$$V_1 = 2,326 \text{ mL}$$

Keterangan:

C_1 : konsentrasi HNO_3 65 %

C_2 : konsentrasi HNO_3 0,3M

V_1 : volume HNO_3 65%

V_2 : volume HNO_3 0,3 M

Dimasukkan ± 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian, HNO_3 65 % dipipet sebanyak 2,326 mL dengan pipet ukur dan dimasukkan dalam labu ukur tersebut. Selanjutnya ditanda bataskan dan dihomogenkan.

Lampiran 4 : Perhitungan

1. Perhitungan Zeolit yang Digunakan (15 % (w/v))

$$15 \% = \frac{a}{\text{koloid TiO}_2} \times 100 \%$$

$$15 \% = \frac{a}{(\text{vol etanol} + \text{vol HNO}_3 + \text{vol Titanium isopropoksida} + a)} \times 100 \%$$

$$15 \% = \frac{a}{25+60+25+a} \times 100 \%$$

$$15 \% = \frac{a}{115+a} \times 100 \%$$

$$15 \% (115 + a) = a 100 \%$$

$$1725 + 15a = a 100$$

$$a = \frac{100-15}{1725} = 20,294 \text{ gram}$$

a merupakan banyak zeolit yang digunakan dalam sintesis nanokomposit TiO₂/zeolit, yaitu sebesar 20,294 gram yang dilarutkan dengan 100 mL akuades.

2. Ukuran Kristal

Menggunakan persamaan Scherrer:

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta}$$

D = Ukuran kristal (nm)

λ = Panjang gelombang radasi ($\lambda_{\text{Cu}} = 0,154 \text{ nm}$)

β = Integrasi luas puncak refleksi ($FWHM \times \frac{\pi}{180}$)

θ = Sudut difraksi

- Zeolit Aktivasi

a. $2\theta = 21,0334$

$$\theta = 10,5167$$

$$\cos \theta = 0,9832$$

$$FWHM = 0,0669$$

$$\beta = 0,0669 \times \frac{3,14}{180} = 0,00116406$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,00116406 \times 0,9832} = 121,1005 \text{ nm}$$

b. $2\theta = 26,7233$

$$\theta = 13,36165$$

$$\cos \theta = 0,97293$$

$$FWHM = 0,0816$$

$$\beta = 0,0816 \times \frac{3,14}{180} = 0,001423$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,001423 \times 0,97293} = 100,1098 \text{ nm}$$

$$c. 2\theta = 28,0787$$

$$\theta = 14,03935$$

$$\cos \theta = 0,97012$$

$$\text{FWHM} = 0,0836$$

$$\beta = 0,0836 \times \frac{3,14}{180} = 0,001458355$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,001458355 \times 0,97012} = 97,9658 \text{ nm}$$

- TiO₂/Zeolit pemeraman 12 jam

$$a. 2\theta = 20,9024$$

$$\theta = 10,4512$$

$$\cos \theta = 0,9834$$

$$\text{FWHM} = 0,1171$$

$$\beta = 0,1171 \times \frac{3,14}{180} = 0,0020427449$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0020427449 \times 0,9834} = 68,995 \text{ nm}$$

$$b. 2\theta = 26,6989$$

$$\theta = 13,34945$$

$$\cos \theta = 0,97297$$

$$\text{FWHM} = 0,1020$$

$$\beta = 0,1020 \times \frac{3,14}{180} = 0,001779333$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,001779333 \times 0,97297} = 80,058 \text{ nm}$$

$$c. 2\theta = 28,0047$$

$$\theta = 14,00235$$

$$\cos \theta = 0,97028$$

$$\text{FWHM} = 0,1632$$

$$\beta = 0,1632 \times \frac{3,14}{180} = 0,0028469333$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0028469333 \times 0,97028} = 50,175 \text{ nm}$$

- TiO₂/Zeolit pemeraman 16 jam

$$a. 2\theta = 20,9204$$

$$\theta = 10,4602$$

$$\cos \theta = 0,983381$$

$$\text{FWHM} = 0,1171$$

$$\beta = 0,1171 \times \frac{3,14}{180} = 0,0020427444$$

$$b. 2\theta = 26,6906$$

$$\theta = 13,3453$$

$$\cos \theta = 0,972996$$

$$\text{FWHM} = 0,1338$$

$$\beta = 0,1338 \times \frac{3,14}{180} = 0,0023340667$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0020427444 \times 0,983381} = 68,9965 \text{ nm}$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0023340667 \times 0,972996} = 61,0294 \text{ nm}$$

c. $2\theta = 28,0319$

$$\theta = 14,01595$$

$$\cos \theta = 0,9702283$$

$$\text{FWHM} = 0,1338$$

$$\beta = 0,1338 \times \frac{3,14}{180} = 0,0023340667$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0023340667 \times 0,9702283} = 61,2034 \text{ nm}$$

- TiO₂/Zeolit pemeraman 20 jam

a. $2\theta = 20,8747$

$$\theta = 10,43735$$

$$\cos \theta = 0,983453$$

$$\text{FWHM} = 0,0836$$

$$\beta = 0,0836 \times \frac{3,14}{180} = 0,0014583556$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0014583556 \times 0,983453} = 96,6376 \text{ nm}$$

b. $2\theta = 26,6715$

$$\theta = 13,33575$$

$$\cos \theta = 0,973035$$

$$\text{FWHM} = 0,1020$$

$$\beta = 0,1020 \times \frac{3,14}{180} = 0,0017793333$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0017793333 \times 0,973035} = 80,0529 \text{ nm}$$

c. $2\theta = 27,9585$

$$\theta = 13,97925$$

$$\cos \theta = 0,9703832$$

$$\text{FWHM} = 0,0816$$

$$\beta = 0,0816 \times \frac{3,14}{180} = 0,0014234667$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0014234667 \times 0,97039} = 99,8464 \text{ nm}$$

Lampiran 5 : Hasil Karakterisasi

1. Karakterisasi XRF

a. Zeolit Alam Preparasi (Zeolit Sebelum Aktivasi)



LABORATORIUM SENTRAL MINERAL DAN MATERIAL MAJU FMIPA UNIVERSITAS NEGERI MALANG (UM)

Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (psw 200) / 574895 / 085106001088

Email: laboratoriumsentralum@yahoo.co.id ; Website : central-laboratory.um.ac.id

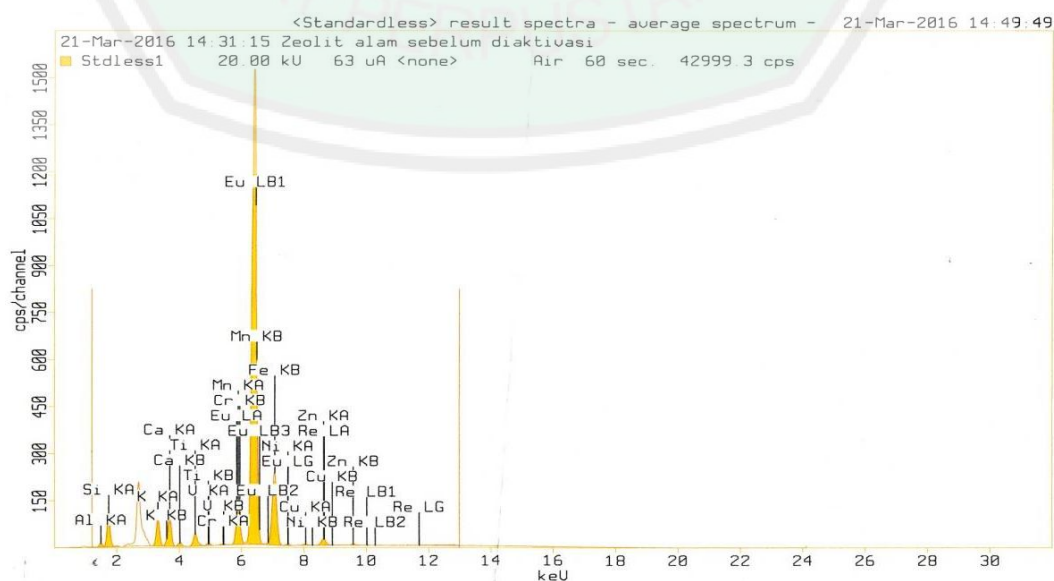
HASIL ANALISIS

Sampel diterima tanggal : 21 Maret 2016

Sampel diuji tanggal : 21 Maret 2016

Nama Sampel : ZEOLIT ALAM SEBELUM DIAKTIVASI

Compound	Conc (%)	Methods
Al	10 +/- 0.2	XRF
Si	35.2 +/- 0.1	
K	5.33 +/- 0.02	
Ca	4.48 +/- 0.04	
Ti	1.22 +/- 0.006	
V	0.048 +/- 0.009	
Cr	0.071 +/- 0.005	
Mn	2.66 +/- 0.008	
Fe	38.57 +/- 0.18	
Ni	0.15 +/- 0.009	
Cu	0.17 +/- 0.005	
Zn	0.81 +/- 0.008	
Eu	0.7 +/- 0.08	
Re	0.1 +/- 0.02	



b. Zeolit Alam Aktivasi

13-Apr-2016 08:35:05

Sample results - Averages

Page 1

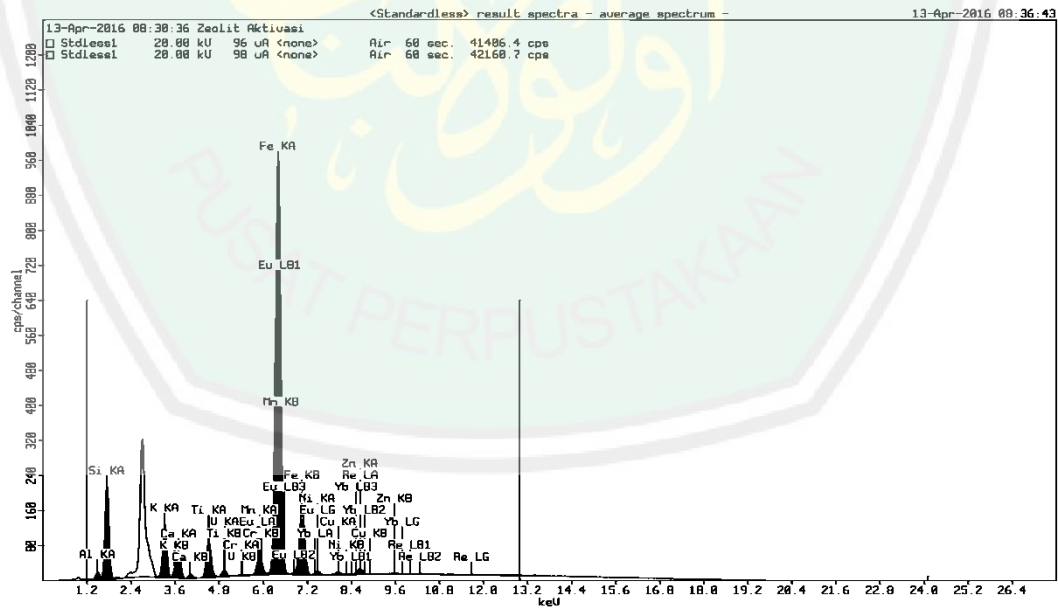
Sample ident	
Zeolit Aktivasi	

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	13-Apr-2016 08:24:48
Measurement period - end	13-Apr-2016 08:30:36
Position	1

Compound	Si	Al	K	Ca	Ti	V
Conc	55.1 +/- 1.8	11 +/- 0.04	8.15 +/- 0.65	3.39 +/- 0.32	2.65 +/- 0.27	0.09 +/- 0.01
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn
Conc	0.055 +/- 0.013	0.9 +/- 0.1	21.3 +/- 2.8	0.19 +/- 0.03	0.17 +/- 0.03	0.34 +/- 0.05
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Eu	Yb	Re
Conc	0.3 +/- 0.06	0.0 +/- 0.04	0.1 +/- 0.05
Unit	%	%	%



c. Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Pemeraman 12 Jam

11-Aug-2016 10:23:46

Sample results - Averages

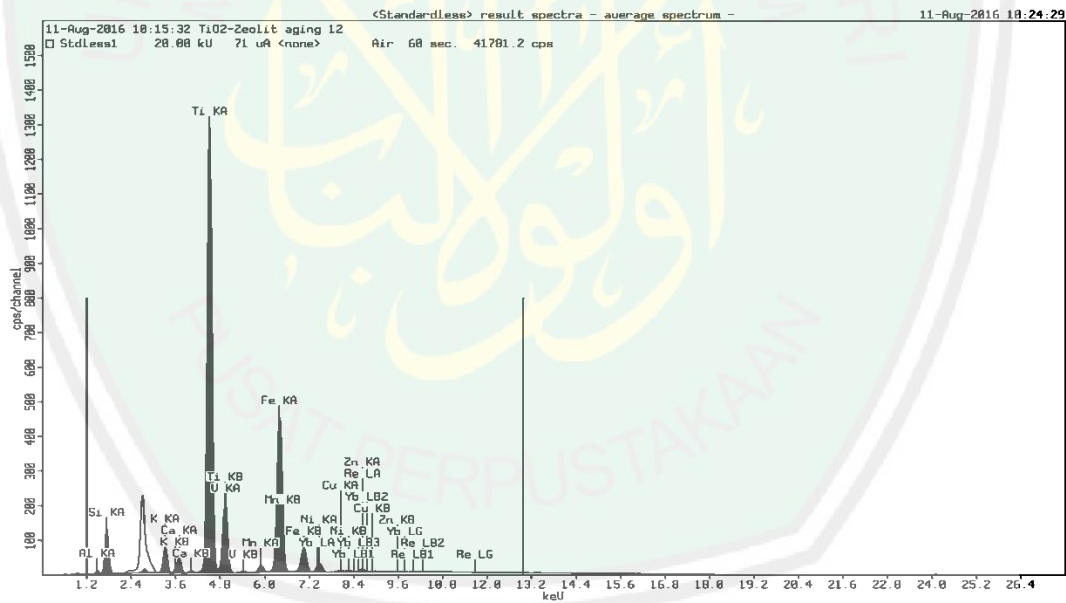
Page 1

Sample ident	
TiO2-Zeolit aging 12	

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	11-Aug-2016 09:59:12
Measurement period - end	11-Aug-2016 10:15:32
Position	3

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Mn
Conc	6.6 +/- 0.2	31.2 +/- 0.3	3.60 +/- 0.01	1.67 +/- 0.02	40.8 +/- 0.5	0.84 +/- 0.007	0.63 +/- 0.02
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Fe	Ni	Cu	Zn	Yb	Re
Conc	13.6 +/- 0.2	0.78 +/- 0.005	0.15 +/- 0.004	0.21 +/- 0.004	0.04 +/- 0.01	0.1 +/- 0.01
Unit	%	%	%	%	%	%

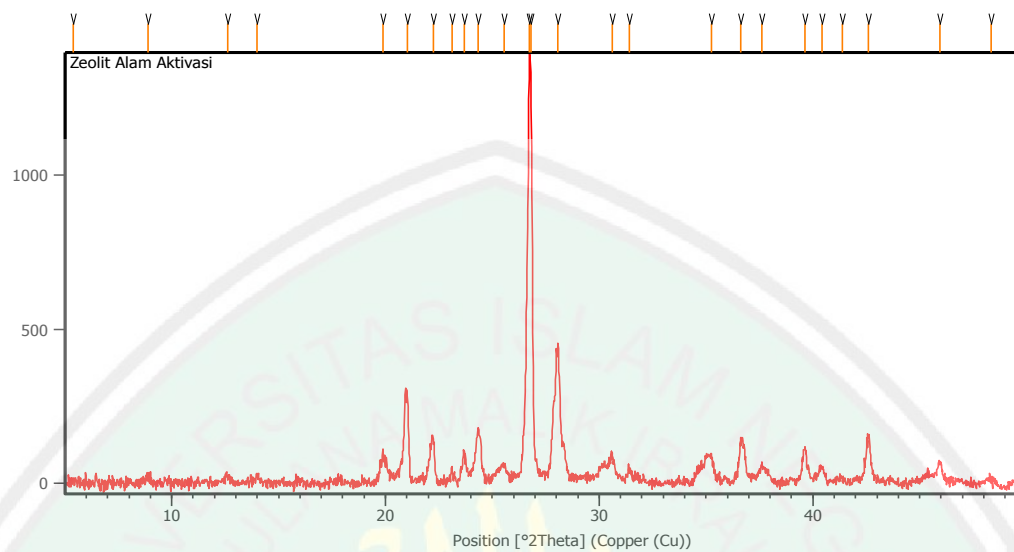


2. Karakterisasi XRD

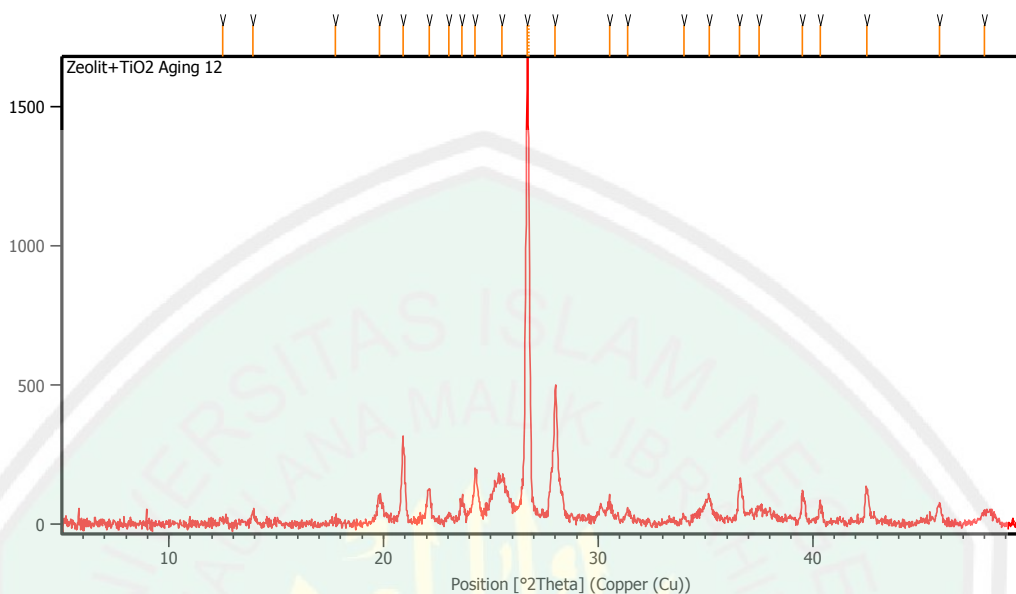
Measurement Conditions:

Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}2\theta$.]	5.0084
End Position [$^{\circ}2\theta$.]	49.9904
Step Size [$^{\circ}2\theta$.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}2\theta$.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [$^{\circ}\text{C}$]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1.54060
K-Alpha2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

a. Zeolit Alam Malang Sesudah Aktivasi

Main Graphics, Analyze View:**Peak List:**

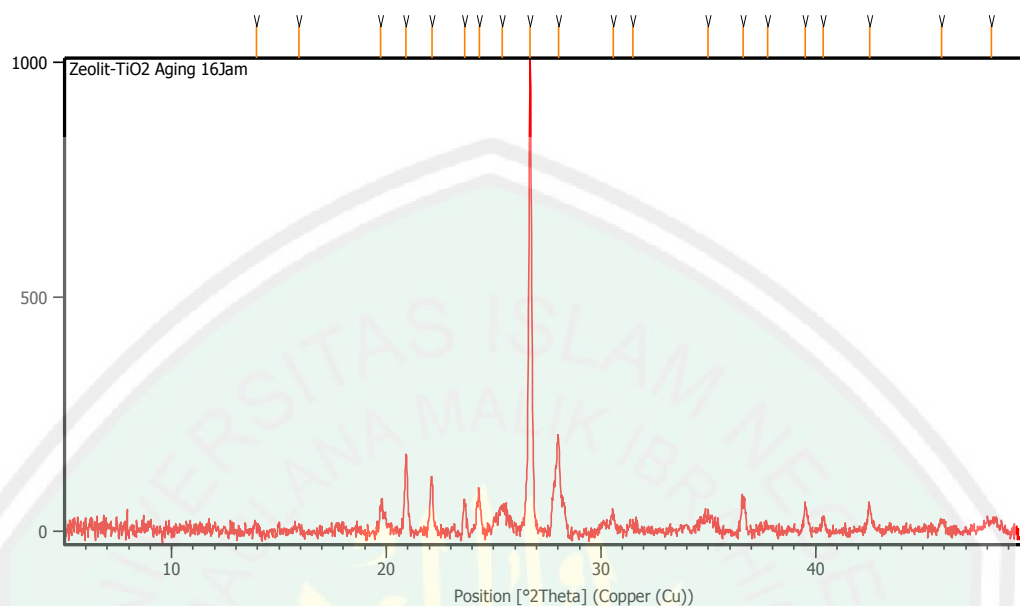
Pos. [$^\circ 2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^\circ 2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.4058	45.83	0.6691	16.34820	3.45
8.8880	17.55	0.3346	9.94955	1.32
12.6047	21.17	0.4015	7.02288	1.59
13.9875	20.09	0.4015	6.33156	1.51
19.8938	90.13	0.2007	4.46310	6.78
21.0334	281.78	0.0669	4.22381	21.18
22.2355	141.66	0.1673	3.99810	10.65
23.1049	53.48	0.0502	3.84959	4.02
23.6906	97.62	0.1338	3.75573	7.34
24.3425	180.44	0.1171	3.65661	13.56
25.5581	56.22	0.5353	3.48538	4.23
26.7233	1330.23	0.0816	3.33323	100.00
26.8177	1234.63	0.1171	3.32446	92.81
28.0787	452.79	0.0836	3.17796	34.04
30.5967	93.67	0.2007	2.92193	7.04
31.4159	41.06	0.2007	2.84758	3.09
35.2490	89.03	0.1673	2.54622	6.69
36.6446	141.17	0.2676	2.45239	10.61
37.6074	55.52	0.2676	2.39179	4.17
39.6248	113.27	0.1673	2.27454	8.51
40.4424	49.84	0.2342	2.23043	3.75
41.3680	15.15	0.4015	2.18264	1.14
42.5905	144.47	0.2007	2.12278	10.86
45.9391	67.68	0.1673	1.97553	5.09
48.3297	22.89	0.5353	1.88326	1.72

b. Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Pemeraman 12 Jam**Main Graphics, Analyze View:****Peak List:**

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
12.4928	13.33	0.4015	7.08554	0.80
13.9161	38.57	0.1338	6.36390	2.31
17.7713	14.45	0.5353	4.99108	0.87
19.7951	99.61	0.1673	4.48514	5.97
20.9024	314.96	0.1171	4.24997	18.86
22.1138	125.32	0.1673	4.01982	7.51
23.0510	33.81	0.2007	3.85846	2.03
23.6405	73.68	0.2007	3.76357	4.41
24.2655	196.36	0.1004	3.66804	11.76
25.5007	156.85	0.6691	3.49309	9.40
26.6989	1669.55	0.1020	3.33622	100.00
26.7705	1372.87	0.0612	3.33573	82.23
28.0047	473.62	0.1632	3.18355	28.37
30.5361	88.20	0.1632	2.92517	5.28
31.3889	48.02	0.2448	2.84761	2.88
34.0150	26.18	0.2448	2.63353	1.57
35.1930	86.04	0.3672	2.54803	5.15
36.6058	138.28	0.2448	2.45286	8.28
37.5159	57.85	0.2448	2.39543	3.46
39.5127	103.10	0.1020	2.27885	6.18
40.3512	72.58	0.1632	2.23341	4.35
42.5132	126.39	0.2040	2.12469	7.57
45.9070	71.41	0.2448	1.97521	4.28
48.0055	41.90	0.5712	1.89365	2.51

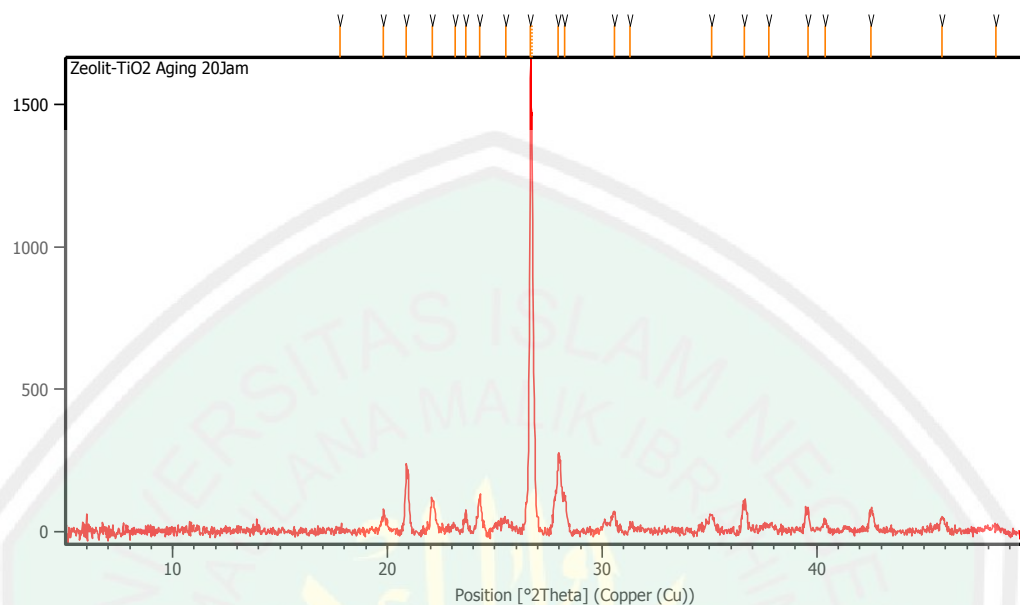
c. Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Pemeraman 16 Jam

Main Graphics, Analyze View:



Peak List:

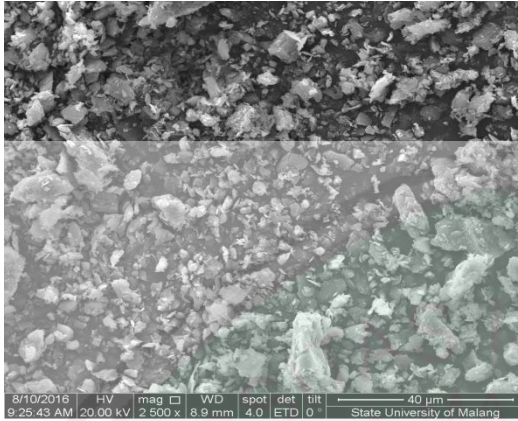
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
13.9544	15.63	0.2676	6.34650	1.52
15.9483	9.17	0.4015	5.55724	0.89
19.7517	59.57	0.1338	4.49489	5.78
20.9204	174.44	0.1171	4.24637	16.91
22.1427	109.75	0.1338	4.01464	10.64
23.6399	87.25	0.1338	3.76366	8.46
24.3389	98.60	0.1673	3.65713	9.56
25.3990	86.68	0.3346	3.50685	8.40
26.6906	1031.42	0.1338	3.34001	100.00
28.0319	218.84	0.1171	3.18317	21.22
30.5599	47.09	0.1338	2.92536	4.57
31.4900	16.17	0.4015	2.84105	1.57
34.9783	35.82	0.4015	2.56530	3.47
36.6108	82.46	0.2007	2.45458	8.00
37.7854	26.14	0.6691	2.38093	2.53
39.5311	56.64	0.1673	2.27972	5.49
40.3698	35.30	0.1338	2.23427	3.42
42.5071	62.17	0.1338	2.12675	6.03
45.8744	26.60	0.2007	1.97817	2.58
48.1950	21.54	0.6691	1.88821	2.09

d. Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Pemeraman 20 Jam**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)**Peak List:**

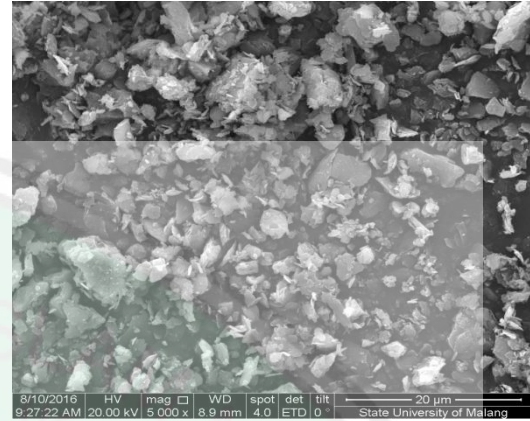
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.7891	8.82	0.8029	4.98614	0.52
19.8259	81.56	0.1338	4.47825	4.83
20.8747	207.83	0.0836	4.25556	12.30
22.0811	118.91	0.1673	4.02571	7.03
23.1397	28.38	0.4015	3.84387	1.68
23.6611	83.89	0.1338	3.76033	4.96
24.3153	161.99	0.1171	3.66063	9.58
25.5002	84.52	0.3346	3.49315	5.00
26.6715	1690.26	0.1020	3.33959	100.00
26.7505	1407.55	0.0408	3.33817	83.27
27.9585	301.12	0.0816	3.18872	17.82
28.2721	145.44	0.1224	3.15405	8.60
30.5954	86.66	0.1428	2.91963	5.13
31.2984	35.40	0.2448	2.85564	2.09
35.1121	65.63	0.3264	2.55372	3.88
36.6223	106.06	0.2448	2.45180	6.28
37.7708	32.64	0.4896	2.37985	1.93
39.6129	71.78	0.2448	2.27332	4.25
40.3795	37.55	0.2040	2.23191	2.22
42.5149	75.04	0.2448	2.12462	4.44
45.8187	51.44	0.1632	1.97881	3.04
48.3538	17.94	0.8160	1.88082	1.06

3. Karakterisasi SEM

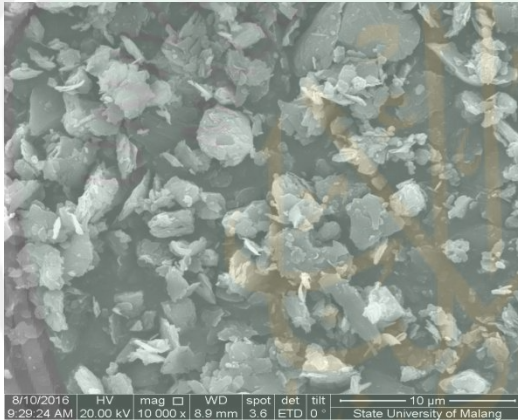
a. Zeolit Alam Aktivasi



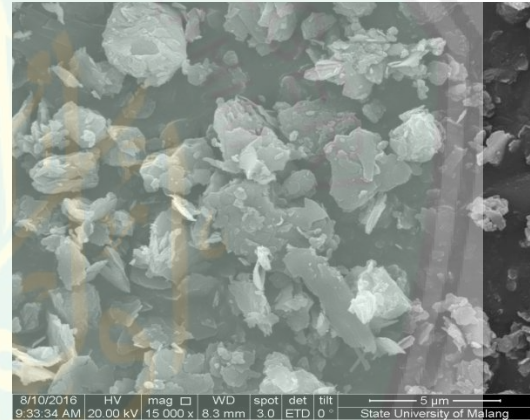
Perbesaran 2.500x



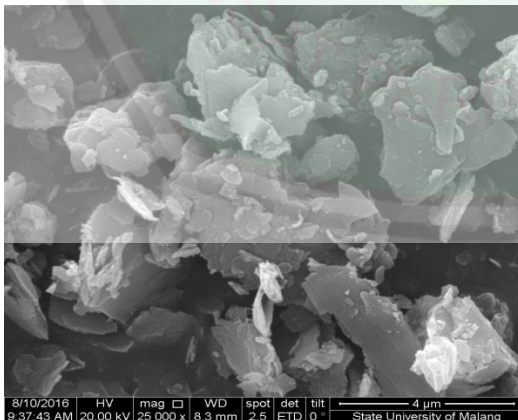
Perbesaran 5.000x



Perbesaran 10.000x

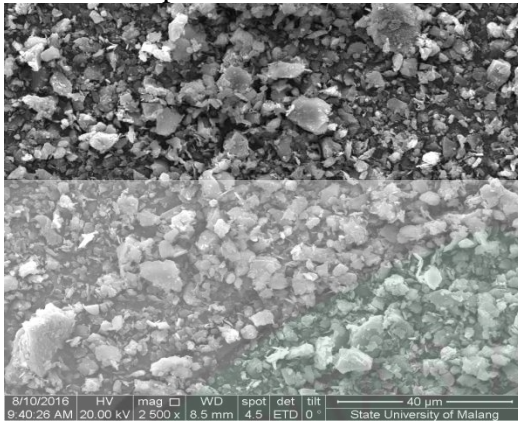


Perbesaran 15.000x

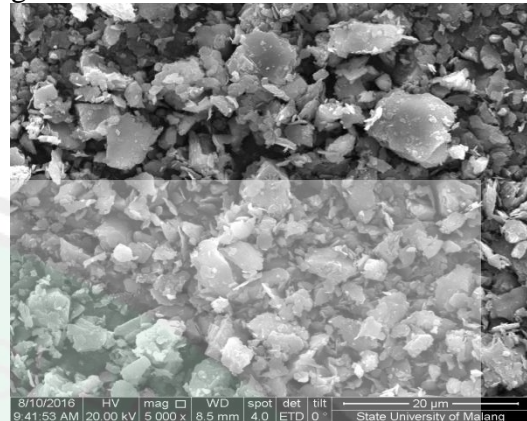


Perbesaran 25.000x

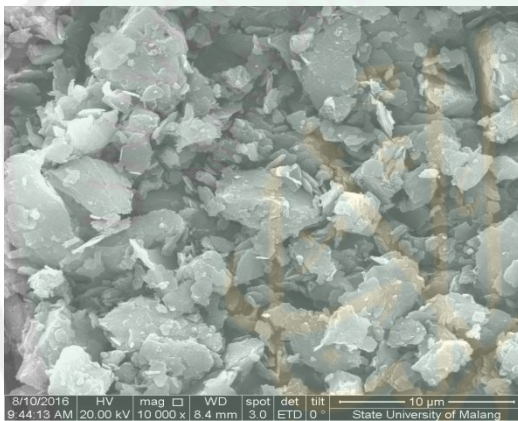
b. Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Malang Pemeraman 12 Jam



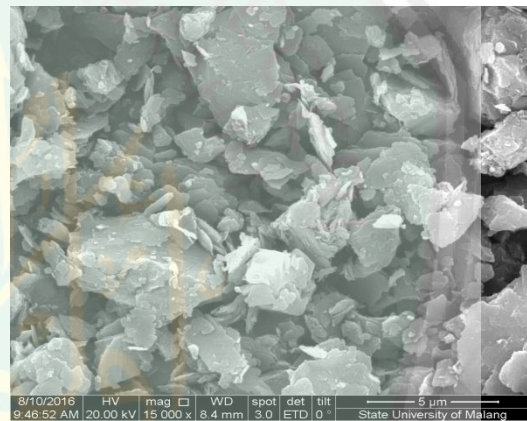
Perbesaran 2.500x



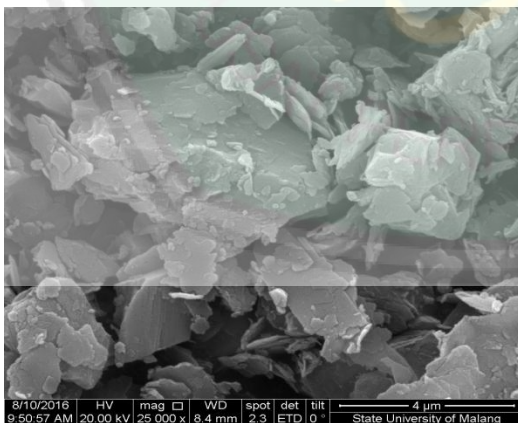
Perbesaran 5.000x



Perbesaran 10.000x



Perbesaran 15.000x



Perbesaran 25.000x

Lampiran 6 : Data Standart

1. Standart Zeolit Mordenit

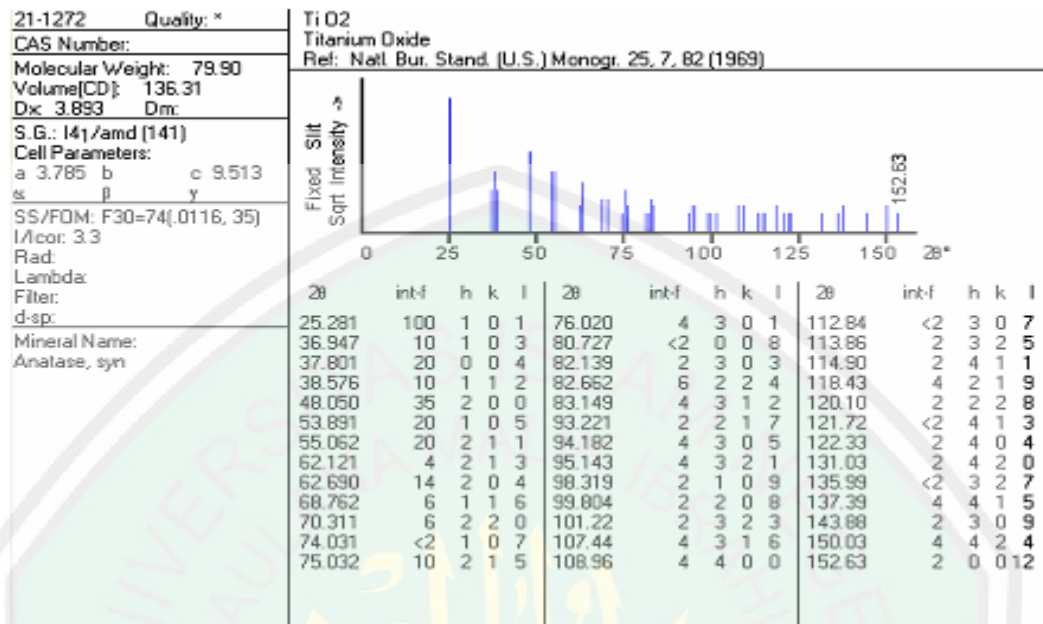
CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{24}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$
Challis, Idaho, U.S.A.

REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{25}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$

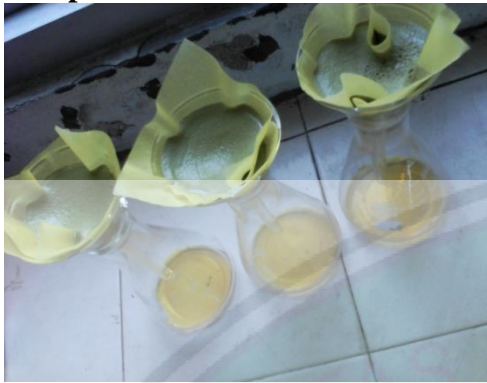
CRYSTAL DATA: *Cmcm* (No. 63)
 $a = 18.11 \text{ \AA}$ $b = 20.53 \text{ \AA}$ $c = 7.528 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
X-ray single crystal refinement, $R = 0.07$

REFERENCE: V. Gramlich,
PhD dissertation, ETH, Zurich, (1971).
And V. Gramlich, Private communication.

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	
1	1	0	6.51	13.581	4	100.0	5	3	1	30.34	2.946	8	0.3	3	7	2	41.81	2.180	8	1.8	
0	2	0	8.61	10.265	2	13.1	2	6	1	30.34	2.946	8	5.5	4	2	3	42.10	2.146	8	0.5	
2	0	0	9.77	9.055	2	58.4	6	2	0	30.88	2.896	4	2.0	6	4	2	42.22	2.140	8	0.2	
2	2	0	13.04	6.791	4	0.3	4	0	2	30.89	2.894	4	12.9	3	9	0	42.36	2.134	4	0.3	
1	1	1	13.45	6.584	8	40.4	3	3	2	30.89	2.894	8	8.8	0	8	2	42.64	2.120	4	0.5	
1	3	0	13.83	6.402	4	29.1	2	4	2	31.08	2.878	8	0.2	2	8	2	43.85	2.064	8	0.5	
0	2	1	14.59	6.071	4	13.3	1	5	2	32.65	2.743	8	3.2	0	10	0	44.11	2.053	2	5.3	
3	1	0	15.30	5.791	4	9.5	5	5	0	32.98	2.716	4	0.6	3	9	1	44.11	2.053	8	0.8	
0	4	0	17.28	5.133	2	0.6	6	2	1	33.15	2.703	8	2.8	5	1	3	44.13	2.052	8	0.6	
2	2	1	17.59	5.042	8	2.3	1	7	1	33.15	2.702	8	6.6	7	3	2	44.51	2.036	8	3.3	
1	3	1	18.19	4.877	8	4.4	3	7	0	33.98	2.638	4	1.6	0	6	3	44.79	2.024	4	0.3	
3	1	1	19.34	4.590	8	3.2	5	1	2	34.65	2.589	8	0.6	4	4	3	44.92	2.018	8	4.9	
4	0	0	19.61	4.528	2	1.4	7	1	0	34.95	2.567	4	0.2	9	1	0	45.28	2.003	4	0.5	
3	3	0	19.61	4.527	4	22.7	0	8	0	34.96	2.566	2	5.4	8	4	1	45.41	1.997	8	2.9	
2	4	0	19.88	4.465	4	0.6	5	5	1	35.12	2.555	8	0.5	5	3	3	45.95	1.975	8	0.8	
0	4	1	20.95	4.241	4	1.4	4	4	2	35.61	2.521	8	0.6	2	6	3	45.95	1.975	8	0.7	
4	2	0	21.45	4.142	4	5.7	3	5	2	35.81	2.521	8	15.5	6	8	0	46.44	1.955	4	7.5	
1	5	0	22.20	4.004	4	46.1	2	8	0	36.39	2.469	4	1.3	5	7	2	46.58	1.950	8	0.6	
3	3	1	22.92	3.860	8	1.0	1	1	3	36.41	2.468	8	1.2	9	1	1	46.95	1.935	8	1.8	
2	4	1	23.16	3.840	8	16.9	6	4	1	36.54	2.459	8	5.3	2	10	1	46.96	1.935	8	0.2	
0	0	2	23.64	3.764	2	6.9	5	3	2	36.66	2.439	8	1.2	9	3	0	47.07	1.930	4	0.9	
4	2	1	24.53	3.629	8	4.5	2	6	2	36.86	2.438	8	1.8	5	9	0	47.08	1.930	4	0.2	
1	1	2	24.54	3.627	8	0.3	0	2	3	36.87	2.438	4	0.2	4	8	2	47.34	1.920	8	5.2	
5	1	0	24.96	3.567	4	2.3	7	1	1	37.00	2.429	8	0.4	6	2	3	47.97	1.896	8	0.6	
1	5	1	25.19	3.535	8	0.3	0	8	1	37.01	2.429	4	0.5	1	7	3	47.98	1.896	8	1.1	
0	2	2	25.20	3.534	4	4.3	7	3	0	37.15	2.420	4	0.1	7	5	2	48.08	1.892	8	0.7	
2	0	2	25.63	3.476	4	75.7	6	0	2	38.22	2.355	4	0.1	0	0	4	48.36	1.882	2	9.4	
0	6	0	26.04	3.422	2	5.0	2	2	3	38.24	2.354	8	0.4	7	7	1	48.45	1.879	8	0.5	
3	5	0	26.25	3.395	4	43.5	1	3	3	38.53	2.336	8	0.7	4	10	0	48.70	1.870	4	0.1	
2	2	2	27.09	3.292	8	4.7	7	3	1	39.10	2.304	8	0.2	5	9	1	48.70	1.870	8	2.5	
1	3	2	27.49	3.245	8	12.6	6	2	2	39.25	2.295	8	0.4	1	1	4	48.85	1.864	8	1.2	
5	1	1	27.67	3.223	8	46.1	5	7	0	39.54	2.279	4	1.1	1	11	0	49.07	1.857	4	0.5	
5	3	0	27.67	3.201	4	28.8	8	0	0	39.82	2.264	2	0.1	3	9	2	49.07	1.856	8	0.5	
2	6	0	27.67	3.201	4	0.1	0	4	3	39.99	2.254	4	0.1	4	6	3	49.33	1.847	8	0.4	
3	1	2	28.28	3.156	8	4.0	4	8	0	40.40	2.233	4	2.2	5	5	3	49.45	1.843	8	0.1	
0	6	1	28.66	3.115	4	2.7	8	2	0	40.82	2.211	4	0.4	2	0	4	49.46	1.843	4	0.3	
4	4	1	28.85	3.095	8	3.3	7	5	0	41.24	2.189	4	0.3	8	6	1	49.79	1.831	8	0.1	
3	5	1	28.85	3.095	8	0.5	2	4	3	41.27	2.188	8	2.2								
0	4	2	29.43	3.035	4	0.2	6	6	1	41.67	2.168	8	1.4								

2. Standart TiO₂

Lampiran 7 : Dokumentasi



Penyaringan zeolit alam saat pencucuan dengan HCl



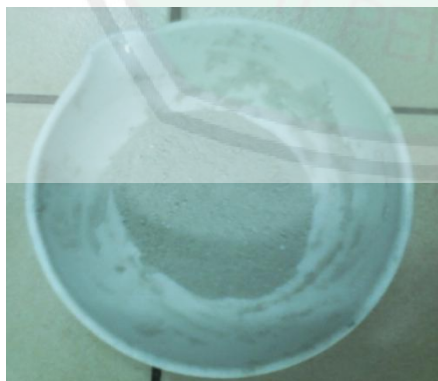
Pengeringan zeolit setelah pemanasan 300 °C



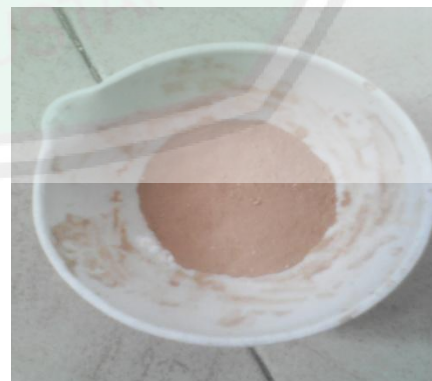
koloid Titanium



Pencampuran suspensi zeolit dengan koloid titanium



Padatan TiO₂/zeolit alam



Padatan TiO₂/zeolit alam setelah dikalsinasi 500 °C selama 2 jam