

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI KONSENTRASI HNO₃**

SKRIPSI

Oleh:

**RIZQIATUL MAHMUDAH
NIM. 12630013**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI KONSENTRASI HNO₃**

SKRIPSI

Oleh:

**RIZQIATUL MAHMUDAH
NIM. 12630013**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO_2 /ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI KONSENTRASI HNO_3**

SKRIPSI

Oleh:
RIZQIATUL MAHMUDAH
NIM. 12630013

Telah Diperiksa dan disetujui untuk Diuji
Tanggal: 24 Januari 2017

Pembimbing I

Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

Pembimbing II

Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 2003 12 1 004



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT
ALAM MALANG DENGAN VARIASI KONSENTRASI HNO₃**

SKRIPSI

Oleh:
RIZQIATUL MAHMUDAH
NIM. 12630013

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 24 Januari 2017

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah M.Si NIPT. 20130902 2 317	(.....)
Sekretaris Penguji	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19761003 2003 12 1 004	(.....)



Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia

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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rizqiatul Mahmudah
NIM : 12630013
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul : Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/zeolit Alam
Malang dengan Variasi Konsentrasi HNO₃

meyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan 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, 24 Januari 2017
Yang membuat pernyataan,



Rizqiatu Mahmudah
NIM. 12630013

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji syukur bagi ALLAH SWT Tuhan semesta alam, penulis panjatkan karena dengan rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan serangkaian kegiatan Tugas Akhir dimulai dari tahap awal perancangan kegiatan, pelaksanaan hingga penyusunan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Malang dengan Variasi Konsentrasi HNO₃”**. Sholawat serta salam tidak lupa penulis ucapkan kepada Nabi besar Muhammad SAW yang telah menunjukkan jalan kebenaran melalui ajaran agama Islam.

Penulisan laporan hasil penelitian ini berisi tentang bagaimana pengaruh konsentrasi HNO₃ terhadap gel yang terbentuk pada nanokomposit TiO₂/zeolit alam yang dihasilkan. Penulisan laporan hasil penelitian ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu persyaratan untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia Anorganik, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, mulai dari masa perkuliahan sampai dengan penyusunan laporan hasil penelitian ini, sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikannya. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si., selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Suci Amalia, M.Sc selaku dosen pembimbing akademik yang telah bersedia membimbing, mengarahkan dan memberikan motivasi selama studi.
3. Ibu Susi Nurul Kholifah, M.Si selaku dosen konsultan yang telah banyak menyediakan banyak waktu, pemikiran, masukan, nasehat, membimbing dengan penuh kasabaran dan keikhlasan, serta selalu memeberikan motivasi untuk terus memiliki mimpi, percaya pada kemampuan diri dan tetap optimis.
4. Bapak Ahmad Abtokhi, M.Pd., selaku dosen pembimbing agama yang telah banyak memeberikan kemudahan dalam penulisan skripsi, motivasi, dan memberikan percaya diri yang tinggi bagi penulis.

5. Bapak/Ibu dosen Program Studi Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang dan seluruh staf karyawan Fakultas Sains dan Teknologi yang telah memberikan ilmu dan bantuan selama studi.
6. Orang tua tercinta yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
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 Nano Material 2012 yang saling menyemangati satu sama, lain terkait penelitian, analisis data, maupun penyusunan laporan serta diskusi mengenai reaksi.
9. Saudara-saudari Kimia A 2012 yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang memberikan motivasi, inspirasi, serta semangat pada penulis.
10. Semua rekan-rekan dan pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasi.

Akhir kata, penulis berharap Allah SWT berkenan membalas kebaikan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penulisan skripsi ini. Penulis menyadari, bahwa masih banyak kekurangan dalam skripsi ini. Oleh karena itu kritik dan saran dari para pembaca sangat dibutuhkan agar penulis lebih baik lagi dalam menyusun skripsi. Semoga karya kecil penulis ini bermanfaat bagi pembaca.

Malang, 24 Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Zeolit Alam	7
2.1.1 Zeolit Mordenit	10
2.1.2 Aktivasi Zeolit Alam	12
2.2 Semikonduktor Titanium Oksida (TiO ₂)	15
2.3 Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang	16
2.3.1 Metode Sol Gel	18
2.4 Pengembangan Logam TiO ₂ dengan Dispersi pada Zeolit Teraktivasi.....	23
2.5 Karakterisasi Zeolit Alam Teraktivasi.....	25
2.5.1 X-Ray Fluorescence (XRF)	25
2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)	26
2.6 Pemanfaatan Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang Berdasarkan Prespektif Islam	32
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat	36
3.2 Alat dan Bahan	36
3.2.1 Alat-alat	36
3.2.2 Bahan-bahan	36
3.3 Rancangan Penelitian	37
3.4 Tahapan Penelitian	37
3.5 Prosedur Penelitian	38
3.5.1 Preparasi Sampel Zeolit Alam Malang	38
3.5.2 Aktivasi Zeolit Alam Malang	39
3.5.3 Karakterisasi dengan XRF	39
3.5.4 Sintesis Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam	39
3.5.5 Karakterisasi dengan XRD	40
3.5.6 Karakterisasi dengan SEM	39

3.5.7 Ukuran Partikel	41
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang	42
4.2 Sintesis Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang dengan Variasi Konsentrasi HNO ₃	45
4.4 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	48
4.5 Karakterisasi <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	52
4.6 Hasil Penelitian dalam prespektif Islam	55
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	59
5.2 Saran	59
DAFTAR PUSTAKA	61
LAMPIRAN	67
HALAMAN PERSEMBAHAN	92
HALAMAN MOTTO	93



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil Karakterisasi XRF Zeolit Alam Malang	8
Tabel 2.2 Komposisi Kandungan Zeolit Awal dan Zeolit Aktivasi.....	25
Tabel 4.1 Hasil XRF Komponen Zeolit Alam Malang.....	44
Tabel 4.2 Pembentukan Gel dari Proses Sintesis	47
Tabel 4.3 Hasil XRD Zeolit Alam Malang dan Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang Variasi Konsentrasi HNO ₃	50
Tabel 4.4 Ukuran Kristal Zeolit Alam Malang dan Nanokomposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang	52



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Penggabungan Satuan SiO_4^{4-} dan AlO_4^{5-}	8
Gambar 2.2	Struktur Mordenit	10
Gambar 2.3	Difragtogram Zeolit Alam Malang	11
Gambar 2.4	Proses Pertukaran Ion Amonium dengan Kation pada Zeolit	13
Gambar 2.5	Karakterisasi SEM-EDX dari Zeolit Alam Malang	14
Gambar 2.6	Skema Umum Proses Pembuatan Sol-Gel	20
Gambar 2.7	Tahapan Pembuatan Sol-Gel	22
Gambar 2.8	Pengaruh Variasi Konsentrasi HNO_3	23
Gambar 2.9	Difragtogram XRD Zeolit Alam Malang	28
Gambar 2.10	Difragtogram Zeolit Jenis Mordenit	29
Gambar 2.11	Perubahan Luas Permukaan Zeolit Menggunakan SEM.....	32
Gambar 4.1	Pendesakan kation dalam zeolit alam Malang.....	43
Gambar 4.2	Reaksi Sol-Gel Pembentukan TiO_2	46
Gambar 4.3	Mekanisme Reaksi Sol-Gel	47
Gambar 4.4	difragtogram XRD Zeolit Alam Malang dan Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ Alam Malang Variasi Konsentrasi HNO_3	49
Gambar 4.5	Morfologi Permukaan Sampel Zeolit Alam Malang Teraktivasi	43
Gambar 4.6	Morfologi Permukaan Sampel Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ Alam Malang.....	54

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Kerangka Penelitian	67
Lampiran 2 Diagram Alir.....	68
Lampiran 3 Perhitungan Pembuatan Larutan.....	71
Lampiran 4 Perhitungan Hasil	75
Lampiran 5 Data Hasil Karakterisasi	78
Lampiran 6 Data Standart	87
Lampiran 7 Dokumentasi.....	89



ABSTRAK

Mahmudah, R. 2017. **Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO₂/Zeolit Alam Malang dengan Variasi Konsentrasi HNO₃**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Fotokatalis nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang telah dilakukan sintesis menggunakan metode sol-gel dengan variasi konsentrasi HNO₃ 0,3; 0,4; dan 0,5 M. Konsentrasi terbaik dalam pembentukan gel telah dipelajari pengaruhnya terhadap pembentukan nanokomposit. XRF, XRD, dan SEM telah digunakan untuk karakterisasi nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang hasil sintesis. Hasil sintesis menunjukkan bahwa TiO₂ berhasil terembankan pada zeolit alam Malang. Ukuran nano pada komposit juga telah dihasilkan dari semula zeolit alam berukuran sekitar 98-161 nm menjadi TiO₂/zeolit alam berukuran 51-83 nm. Hasil terbaik dari variasi konsentrasi HNO₃ adalah 0,3 M. Hasil SEM menunjukkan bahwa TiO₂ terdistribusi pada permukaan zeolit alam Malang. Hasil SEM diperkuat dengan data XRF dari nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan kadar awal Ti sebesar 2,65 % menjadi 46,4 %.

Kata Kunci: Zeolit alam Malang, Nanokomposit TiO₂/zeolit alam, Variasi HNO₃, Metode sol- gel.

ABSTRACT

Mahmudah.R. 2017. **Synthesis and Characterisation of Nanocomposites TiO₂/Zeolite Nature of Malang with Variation Nitric Acid (HNO₃) Concentration.** Thesis. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. First Supervisor, Suci Amalia, M.Sc; Second Supervisor, Ahmad Abtokhi, M,Pd; Consultant, Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Photocatalysts nanocomposites TiO₂/zeolite nature Malang has been synthesized using sol-gel method with variation concentration HNO₃ 0,3; 0,4; dan 0,5 M. The best concentration in gel formation have been used for the characterization of nanocomposites TiO₂/zeolite synthesized. The results showed that the synthesis of TiO₂ successfully doped on nature zeolite of Malang. the size of the nanocomposites have also composites have also been produced from the original nature zeolite measured about 98-161 nm into TiO₂/zeolite size of 51-83 nm. The best results from the variation of concentration HNO₃ is 0,3 M. The result of SEM indicates that TiO₂ is distributed on surface of zeolite nature of Malang. The result of SEM is strengthened with the XRF data from nanocomposite TiO₂/zeolite nature of Malang with early degree Ti is from 2,65 % to 46,4 %.

Keyword: Nature zeolite of Malang, Nanocomposite TiO₂/zeolite nature, variation of HNO₃, sol-gel method.

الملخص

محمودة ر. ٢٠١٧. تأليف و تصويف نانو مركب لزيوليت (TiO_2) الطبيعية في ملغ بإختلاف التركيز HNO_3 . بحث علمي. قسم علم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا الجامعة مولانا مالك أبراهيم ملغ. المشرف الأول: سوجي أماليا الماجستير، المشرف الثاني: أحمد أبتوخي الماجستير، مستشارة: سوسي نور الخالفة الماجستير.

كلمات البحث: زيوليت الطبيعية ملغ، نانو مركب لزيوليت (TiO_2) الطبيعية، إ باختلاف التركيز، HNO_3 . بأسلوب سول جيل.

ضوي بمركب متناهي في الصغر TiO_2 / الزيوليت تم توليفها مالانج باستخدام طريقة سول-جل مع تركيز HNO_3 الاختلاف ٠,٣ و ٠,٤ و ٠,٥ م وتركيز أفضل في تشكيل هلام وقد تم دراسة التأثير على تشكيل بمركب متناهي في الصغر. XRF، وقد تم استخدام حيود الأشعة السينية ووزارة شؤون المرأة لتوصيف بمركب متناهي في الصغر TiO_2 / الزيوليت مالانج توليفها. وأظهرت النتائج أن تركيب TiO_2 المنشطات بنجاح على الزيوليت الطبيعي مالانج. كما تم إنتاج حجم المركبة نانو من الزيوليت الطبيعي الأصلي قياس حوالي ٩٨ - ١٦١ نانومتر في حجم TiO_2 / الزيوليت من ٥١ - ٨٣ نانومتر. على أفضل النتائج من اختلاف تركيز HNO_3 ٠,٣ النتائج م SEM تشير إلى أن TiO_2 موزعة على سطح الزيوليت الطبيعي مالانج. ومما يعزز النتائج SEM من البيانات XRF التي كتبها بمركب متناهي في الصغر TiO_2 / الزيوليت مالانج مع خط الأساس تقدر منظمة الشفافية الدولية من ٢,٦٢ ٪ إلى ٤,٤٦ ٪.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang melimpah akan sumber daya alam mineral salah satunya adalah zeolit alam. Zeolit merupakan senyawa alumina silika yang memiliki pori dan luas permukaan yang relatif besar (Sutarti dan Rachmawati, 1994). Zeolit alam umumnya digunakan untuk pupuk, penjernihan air, dan diaktifkan sebagai katalis dan adsorben (Eli, dkk., 2006). Banyaknya pemanfaatan zeolit ini mengingatkan kita bahwa segala sesuatu ciptaan Allah SWT yang ada di langit dan di bumi tidak lain agar manusia berfikir, seperti dalam firman-Nya surat Al Jatsiyah ayat 13:

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِنْهُ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

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

Al-Qarni (2007), dalam Tafsir *Muyassar* menyebutkan bahwa Allah SWT menundukkan segala sesuatu yang ada di langit seperti matahari, bulan, bintang, galaksi dan awan bagi hamba-Nya. Allah juga menundukkan semua yang ada di bumi, seperti hewan tumbuhan dan benda-benda mati agar semuanya dimanfaatkan oleh hamba-Nya. Semua nikmat ini Allah berikan kepada manusia agar mereka bersyukur dan mengikhlaskan ibadah hanya kepada-Nya. Sebagai manusia yang dikaruniai akal, manusia diperintahkan untuk selalu berfikir dan mencari sesuatu yang belum diketahui manfaatnya, baik itu makhluk hidup seperti hewan dan tumbuhan maupun benda mati.

Salah satu sumber zeolit alam yang melimpah keberadaannya adalah zeolit alam Malang (Turen). Zeolit alam Malang terdiri dari beberapa jenis zeolit, dan yang paling banyak kandungannya adalah jenis mordenit. Zeolit jenis mordenit memiliki stabilitas panas yang tinggi, kapasitas tukar kation 4,29 meq/g, spesifik gravitasi 2,12 - 2,15 g/cm³ dan densitas 1,70 g/cm³. Umumnya zeolit alam jenis mordenit memiliki diameter pori sebesar 3,0 – 6,2 Å (Irawan, 2013).

Zeolit alam umumnya masih memiliki banyak pengotor seperti logam Na, K, Ca, Mg, dan Fe. Keberadaan pengotor tersebut dapat mempengaruhi dan mengurangi aktivitas dari zeolit, sehingga perlu dilakukan proses aktivasi. Terdapat dua jenis aktivasi yaitu aktivasi kimia dan fisika. Aktivasi fisika dilakukan dengan pemanasan dengan suhu tinggi (kalsinasi), sedangkan aktivasi kimia dilakukan dengan pengasaman. Penelitian sebelumnya aktivasi zeolit alam Malang menggunakan HCl 6 M dan NH₄NO₃ 2 M berhasil menghilangkan logam pengotor Fe sebesar 17,03 %, Mn 1,12 %, Cu 0,026 %, Ca 1,26 %, dan Zn sebesar 0,266 % (Botianovi, 2012). Suharto, dkk., (2007), melakukan aktivasi zeolit alam dengan menggunakan HCl dan NH₄NO₃, dimana perlakuan tersebut menyebabkan adanya penurunan kadar logam Na dan K pada zeolit.

Peningkatan karakter zeolit dapat dilakukan modifikasi dengan logam semikonduktor dengan ukuran nanomaterial yang disebut nanokomposit. Nanokomposit adalah suatu bahan yang dibuat dari penggabungan antara dua komponen berbeda yang salah satu atau keduanya berskala kurang dari 10⁻⁹ m. Salah satu logam semikonduktor yang banyak dikompositkan dengan zeolit adalah TiO₂. Oksida logam TiO₂ aktif sebagai fotokatalitis dengan selisih nilai *band gap* sebesar 3,2 eV dan toksisitasnya yang rendah (Fatimah, dkk., 2005).

Penelitian sebelumnya tentang nanokomposit TiO_2 /zeolit sebagai fotokatalis dapat meningkatkan kemampuannya dalam mendegradasi beberapa zat warna, dibandingkan dengan zeolit itu sendiri. Peningkatan aktivitas fotodegradasi metilen biru menggunakan zeolit alam sebesar 64,69 %, degradasi menggunakan logam TiO_2 sebesar 61,94 %, sedangkan zeolit yang digabungkan dengan TiO_2 sebesar 98,6 % (Damayanti, dkk., 2014). Nanokomposit karbon aktif-zeolit alam- TiO_2 untuk mendegradasi 4,4'-dikloro bifenil menunjukkan kemampuan degradasinya sebesar 87 %, lebih besar dibandingkan dengan karbon aktif-zeolit alam 26 % dan TiO_2 sebesar 65 % (Slamet, dkk., 2014).

Sintesis nanokomposit TiO_2 /zeolit dapat dilakukan dengan metode sol-gel. Metode sol-gel banyak digunakan karena prosesnya yang lebih singkat, temperatur yang digunakan lebih rendah, dapat menghasilkan serbuk metal oksida dengan ukuran nano partikel dan dapat menghasilkan karakteristik yang lebih baik dari pada metode lainnya (Widodo, 2010). Metode sol-gel terdiri dari beberapa langkah yaitu pembentukan sol, gel, pemeraman dan pengeringan.

Penelitian Slamet dan Indragini (2014), melakukan sintesis nanokomposit karbon aktif-zeolit alam- TiO_2 untuk mendegradasi senyawa organik menggunakan metode sol-gel berhasil disintesis dan didapat ukuran partikel sebesar 24 - 36 nm. Penelitian lain dilakukan Chong, dkk., (2014) mensintesis nanokomposit TiO_2 -zeolit juga berhasil disintesis dengan metode sol-gel dan diperoleh ukuran partikel TiO_2 10 - 80 nm dan ukuran partikel zeolit 5-10 μm dengan luas permukaan $279,5122 \pm 1,1593 \text{ m}^2/\text{g}$. Penelitian lain dilakukan oleh Lestari (2012), dengan mensintesis nanokomposit CuO/TiO_2 dengan metode sol-gel didapat ukuran partikelnya 7 - 42 nm.

Salah satu parameter yang berpengaruh pada hasil sintesis nanokomposit TiO₂/zeolit adalah konsentrasi HNO₃ yang ditambahkan. Variasi HNO₃ ini berfungsi untuk mengamati pembentukan gel dari metode sol-gel, serta untuk mengetahui konsentrasi terbaik untuk membentuk gel yang keras, bersih, kaku dan tanpa adanya presipitasi, dan berfungsi sebagai katalis asam. HNO₃ juga berperan dalam pengendalian reaksi hidrolisis dan kondensasi dari titanium alkoksida, sehingga monomer Ti-OH dapat perlahan mengental dan terikat dengan pertumbuhan yang kuat pada jaringan polimer Ti-O-Ti. Pembentukan titanium aerogel transparan hanya terjadi dalam rentang konsentrasi HNO₃ yang rendah (Suh, dkk., 2004). Adanya pengaruh HNO₃ ini pada proses sintesis perlu dilakukan variasi penambahan HNO₃ pada sintesis nanokomposit TiO₂/zeolit yang dilakukan.

Penelitian ini akan mensintesis nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang menggunakan variasi konsentrasi HNO₃ 0,3; 0,4; dan 0,5 M dengan menggunakan waktu pemeraman 16 jam. Sol Ti yang digunakan adalah 15 %, karena pada penelitian Chong, dkk., (2014), sol Ti merupakan hasil terbaik dari variasi 5 % dan 10 % yang menunjukkan lapisan TiO₂ pada luas permukaan zeolit yang konsisten dan aktivitas katalitiknya lebih baik dalam mendegradasi limbah industri. Sedangkan Chong, dkk., (2014), menggunakan prekursor Ti (IV) butoksi, sampel zeolit yang digunakan yaitu zeolit sintesis, dan variasi HNO₃ yang digunakan lebih banyak 0,05 – 1 M.

Penelitian yang akan dilakukan ini bertujuan untuk mempelajari karakter nanokomposit TiO₂/zeolit dengan variasi volume HNO₃ menggunakan instrumen XRD dan SEM. Hasil sintesis nanokomposit TiO₂/zeolit dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui keberhasilan sintesis.

Analisis permukaan dan ukuran partikel nanokomposit TiO₂/zeolit menggunakan SEM (*Scanning Electronic Microscopy*).

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana hasil karakterisasi nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi HNO₃?

1.3 Tujuan

Untuk mengetahui karakter nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi HNO₃.

1.4 Batasan Masalah

1. Zeolit alam yang digunakan dari daerah Turen Kabupaten Malang
2. Ti prekursor yang digunakan adalah Titanium Isopropoksida (TIP)
3. Konsentrasi HNO₃ yang digunakan yaitu 0,3; 0,4; 0,5 M.
4. Karakterisasi yang dilakukan dengan menggunakan XRF (*X-Ray Flourensence*) dilakukan pada sampel zeolit alam Malang teraktivasi, zeolit alam sebelum aktivasi dan nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan variasi terbaik.
5. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffaction*) dilakukan pada sampel nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan variasi HNO₃ 0,3; 0,4; dan 0,5 M.
6. Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan pada sampel nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan hasil terbaik dari XRD.
7. Sol TiO₂ yang ditambahkan adalah 15% (w/v)

1.5 Manfaat

1. Diharapkan Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ alam Malang dapat dimanfaatkan sebagai katalis, pemurnian, adsorbent pada proses fotodegradasi *metylen blue*, dan fotokatalis pada proses fotodegradasi limbah warna.
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi HNO_3 terhadap proses sintesis nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ terhadap ukuran kristal serta kemurnian yang dihasilkan.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit Alam

Nama zeolit berasal dari kata “*zein*” yang berarti mendidih dan “*lithos*” yang artinya batuan, disebut demikian karena mineral ini mempunyai sifat mendidih atau pengembang apalagi dipanaskan. Hal ini menggambarkan perilaku mineral ini dengan cepat melepaskan air bila dipanaskan sehingga kelihatan seolah-olah mendidih. Mineral zeolit diperkenalkan sejak tahun 1756 oleh Cronstedt ketika menemukan stilbit yang bila dipanaskan seperti batu didih (boiling stone) karena dehidrasi molekul air yang dikandungnya. Pada tahun 1954, zeolit diklasifikasikan sebagai golongan mineral tersendiri, yang saat itu dikenal sebagai *molecular sieve materials* (Gotardi dan Galli, 1985). Kata zeolit berasal dari kata Yunani *zein* yang berarti membuih dan *lithos* yang berarti batu. Zeolit merupakan mineral hasil tambang yang bersifat lunak dan mudah kering. Zeolit berwarna putih keabu-abuan, putih kehijau-hijauan atau putih kekuning-kuningan. Ukuran kristal zeolit kebanyakan tidak lebih dari 10-15 mikron (Sutarti dan Rahmawati, 1994).

Zeolit merupakan jenis mineral yang terbilang cukup melimpah di Indonesia. Zeolit alam yang terkandung dalam sumber daya mineral mempunyai kelimpahan yang cukup besar di Indonesia khususnya pada lokasi yang secara geografis terletak di jalur pegunungan vulkanik. Indonesia memiliki sejumlah sumber zeolit alam yang terletak di beberapa daerah seperti Malang, Wonosari, dan Bogor (Arryanto, dkk., 2011 dalam Wustoni, 2011). Komposisi yang terdapat dalam zeolit alam dapat ditemukan beberapa struktur zeolit (topologi) (Barrer,

1978; Wustoni, 2011). Sumber zeolit alam di Indonesia pada umumnya mengandung topologi Mordenit, Cliptilolit, dan Smectit (Suminta, 2005; Wustoni, 2011).

Komposisi kimia zeolit bergantung pada komposisi hidrotermal lingkungan lokal seperti suhu, tekanan uap air setempat dan komposisi air tanah. Hal ini menjadikan zeolit dengan warna dan tekstur yang sama mungkin berbeda komposisi kimianya jika diambil dari daerah yang berbeda, zeolit yang dihasilkan memiliki komposisi kimia berbeda. Komposisi kimia zeolit alam malang berdasarkan X-Ray Flouresensi (XRF) ditunjukkan pada tabel 2.1.

Tabel 2.1 Hasil karakterisasi XRF zeolit alam Malang

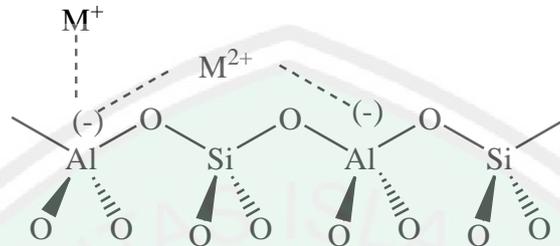
Unsur Kimia	Wt (%)	Unsur Kimia	Wt (%)
Al	13	Mn	1,27
Si	49,9	Fe	25,3
S	0,13	Ni	0,04
K	0,34	Cu	0,097
Ca	4,26	Zn	0,33
Ti	1,28	En	0,3
V	0,04	Re	0,008

Sumber: Botianovi (2012).

Hasil karakterisasi Botianovi (2012) melaporkan kandungan utama pada zeolit alam Malang Selatan berdasarkan hasil analisis dengan *X-Ray Flourecence* (XRF) adalah aluminium dan silika yang tinggi yaitu 13 % dan 49,9 %.

Zeolit adalah kristal aluminosilikat yang mempunyai kerangka tiga dimensi yang tersusun dari tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung melalui atom oksigen (Siswodiharjo, 2006). Kerangka struktur tiga dimensi senyawa alumina silikat terdiri dari dua bagian yakni bagian netral dan bagian bermuatan. Bagian netral dibangun oleh silikon dan oksigen dengan jenis bervariasi antara SiO_4^{4-} sampai SiO_2 dengan perbandingan Si:O dari 1:4 sampai 1:2. Sedangkan bagian bermuatan dibangun oleh ion aluminium yang kecil dan oksigen.

Penggabungan satuan tetrahedron satu dengan lainnya terjadi dengan adanya pemakaian bersama satu atom oksigen oleh dua tetrahedral, seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.1.



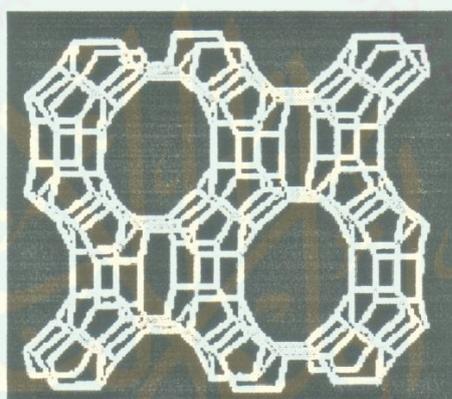
Gambar 2.1 Penggabungan satuan SiO_4^{4-} dan AlO_4^{5-} (Siswodiharjo, 2006).

Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ bermuatan negatif, sehingga memerlukan ion logam alkali atau alkali tanah yang monovalen atau setengah ion logam divalen, seperti: Na^+ , K^+ , Ca^+ , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , dan lain-lain untuk menetralkan muatan listriknya (Lestari, 2010).

Zeolit alam banyak dimanfaatkan sebagai agen pendehidrasi, penukar ion, penyerap bau, penyerap molekul polutan, pengatur sistem pemupukan tanaman, dan katalis (Trisunaryanti, 2005). Selain itu zeolit alam juga dapat berperan sebagai material pengemban atau *support* dari material aktif/katalis lain. Hal ini disebabkan potensi dari zeolit alam yang melimpah di Indonesia serta memiliki stabilitas yang tinggi. Sebagai material pengemban, zeolit cukup dominan peranannya terhadap luas permukaan spesifik sehingga dapat meningkatkan aktifitas katalisis dari material aktif yang diembankan (Rodiansono, dkk., 2005). Kelebihan tersebut menyebabkan material zeolit dapat digunakan sebagai pengemban material fotokatalis TiO_2 .

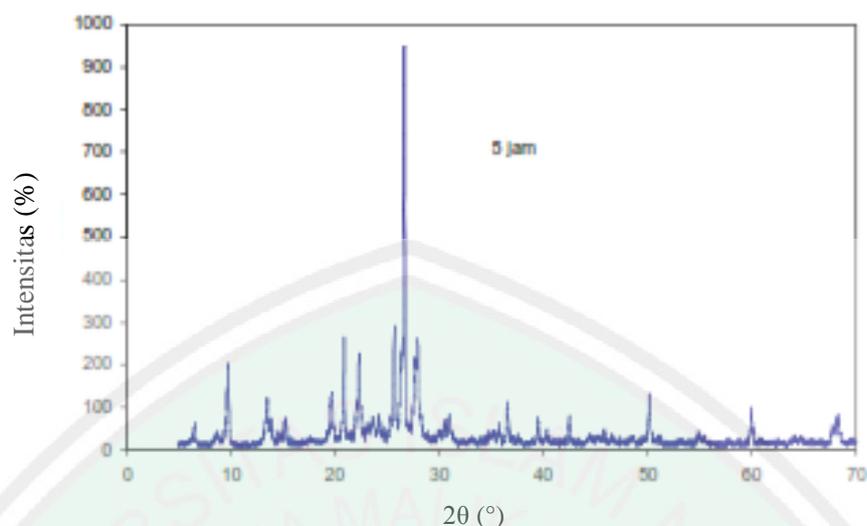
2.1.1 Zeolit Mordenit

Mordenit adalah mineral zeolit yang terjadi secara alami yang mempunyai ratio Si/Al mendekati 10. Keistimewaan dari mordenit adalah permukaan oval cincin 12 dengan ukuran 0,67 x 0,7 nm. Dekat dengan permukaan terdapat cincin 8 dengan diameter 0,39 nm. Dilihat dari strukturnya, setiap kerangka atom berada di sebelah rongga cincin 12 atau 8. Struktur menyebabkan semua atom aluminium dan amnion atau situs asam yang bergabung dengannya berada pada dinding rongga dan dapat dicapai oleh reaktan yang melaluinya (Augustin, 1996).



Gambar 2.2 Struktur mordenit (W.M. Meier *Atlas of Zeolite Structure Types*, 1978)

Hasil karakterisasi XRD pada penelitian yang dilakukan oleh Setiadi dan Pertiwi (2007) menunjukkan bahwa zeolit alam Malang merupakan jenis mordenit. Puncak khas mordenit berada pada rentang sudut difraksi (2θ) antara $20-45^\circ$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Zeolit alam Malang mengandung mineral mordenit sebesar 44,1 % yang berarti kandungan mordenit dalam zeolit alam Malang relatif tinggi.

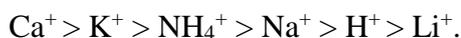


Gambar 2.3 Difraktogram zeolit alam Malang (Setiadi dan Pertiwi, 2007)

Dyer, A. (1988) menambahkan bahwa, mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam yang dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam karena berpori cukup besar ($\pm 7\text{\AA}$). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai absorben, penukar ion dan katalisator. Mordenit termasuk zeolit berpori besar yang tersusun dari cincin-12 anggota sehingga dapat mengadsorpsi baik molekul berantai lurus, cabang maupun siklik. Zeolit mordenit digunakan dalam penelitian ini karena kuantitasnya yang banyak dan kualitas yang baik. Rumus kimia zeolit mordenit adalah (Hussain, dkk., 2000) : $M_8 [(AlO_2)_8 (SiO_2)_{40}] \cdot 24 H_2O$.

Dimana M adalah kation seperti Na^+ , K^+ atau Ca^{2+} yang hadir dalam zeolit mordenit. Nilai rasio Si/Al dalam mordenit adalah sebanyak 4,17 sampai 10. Nilai rasio Si/Al yang tinggi akan menyebabkan mordenit mempunyai kestabilan termal yang tinggi dan tidak menunjukkan perubahan apapun dalam struktur sehingga boleh mencapai suhu $800^\circ C$. Jenis pori yang terdapat dalam zeolit mordenit bertindak sebagai bahan adsorban dan kandungan kation Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} yang

dapat ditukar gantikan oleh kation lain menjadikannya zeolit sebagai penukar ion yang baik. Sifat pemilihan terhadap kation mengikuti urutan sebagai berikut :



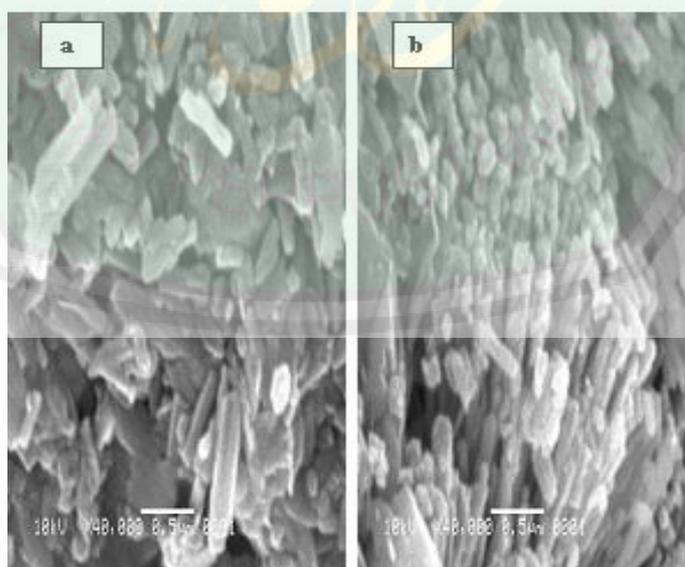
2.1.2 Aktivasi Zeolit Alam

Umumnya zeolit alam masih mengandung pengotor-pengotor organik dan anorganik yang menutupi porinya, sehingga untuk meningkatkan kemampuan daya serap zeolit alam harus dilakukan aktivasi terlebih dahulu (Khairinal dan Trisunaryanti, 2000). Peningkatan daya guna atau optimalisasi zeolit dapat dilakukan melalui aktivasi secara fisis maupun kimia (Priatna, dkk., 1985). Proses aktivasi secara fisis dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi). Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit sehingga jumlah pori dan luas permukaan spesifiknya bertambah. Aktivasi secara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan larutan asam klorida atau asam sulfat yang bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengganggu dan menata kembali letak atom yang dapat dipertukarkan (Suryantono dan Husaini, 1991).

Menurut Manocha dan Satish (2003), bahan-bahan pengaktifan berfungsi untuk mendegradasi atau penghidrasi molekul organik selama proses karbonisasi, membatasi pembentukan tar, membantu dekomposisi senyawa organik pada aktivasi berikutnya, dehidrasi air yang terjebak dalam rongga-rongga karbon, membantu menghilangkan endapan hidrokarbon yang dihasilkan saat proses karbonisasi dan melindungi permukaan karbon sehingga kemungkinan terjadinya oksidasi dapat dikurangi.

SEM dari zeolit setelah dilakukan aktivasi memiliki perbedaan morfologi permukaan. Suharto (2007) melakukan aktivasi zeolit alam menggunakan larutan NH_4NO_3 dan HCl 2 M sehingga dihasilkan H-zeolit alam. Laniwati (1999) juga telah melakukan aktivasi terhadap zeolit alam dengan menggunakan larutan HCl 2N. Rodiansono, dkk., (2007) juga telah melakukan aktivasi zeolit alam menggunakan larutan amonium klorida 10 %. Hasil penelitian menunjukkan keasaman zeolit yang telah diaktivasi yaitu 2,55 mmol/g dan luas permukaan spesifik 26,96 m^2/g .

Karakterisasi menggunakan SEM, hasil morfologi zeolit alam yang belum diaktivasi menunjukkan morfologi permukaan dengan karakter rapuh dan amorf. Sedangkan zeolit alam yang telah diaktivasi dengan amonium nitrat maupun asam klorida memiliki bentuk yang berlapis, dan disela-sela lamelar tersebut terdapat banyak pori dengan ukuran yang berbeda-beda. Morfologi permukaan zeolit alam maupun yang sudah diaktivasi dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Karakterisasi SEM-EDX dari zeolit alam sebelum aktivasi (a); zeolit alam setelah aktivasi (b) (Mahardiani, 2010).

2.2 Semikonduktor Titanium Oksida (TiO₂)

Titanium oksida dikenal juga sebagai titanium (IV) oksida atau titania merupakan oksida titanium yang terjadi secara alami dengan rumus kimia TiO₂. Bentuk mineral titanium oksida adalah rutil, anatase dan brookite. Rutil merupakan bentuk paling stabil. Anatase dan brookite dapat berubah menjadi rutil dengan pemanasan. Sifat fisika dan kimia dari titanium oksida dapat dilihat dibawah ini (Indragini, 2011) :

Rumus molekul	: TiO ₂
Massa molar	: 79,866 g/mol
Bentuk	: padatan putih
Kerapatan	: 4,23 g/cm ³
Titik leleh	: 1843 °C
Titik didih	: 2972 °C
Kelarutan dalam air	: tidak larut
Indeks bias	: 2,488 (anatase) 2,583 (brookite) 2,609 (rutil)

Titanium oksida dapat digunakan sebagai pewarna putih karena memiliki indeks bias yang tinggi dan fotokatalis, khususnya dalam bentuk anatase. Sifat fotokatalitik titanium oksida pertama kali ditemukan oleh Akhira Fujishima pada tahun 1972. Sebagai fotokatalis, TiO₂ dapat digunakan dalam detoksifikasi dan remediasi air limbah (Indragini, 2011).

Fotokatalis yang ideal haruslah memiliki kestabilan dan fotoaktivitas yang tinggi, relatif murah dan tidak beracun. Agar dapat digunakan untuk mendegradasi

senyawa organik, maka potensial redoks $\text{H}_2\text{O}/\bullet\text{OH}$ $E^\circ = -2,8$ V harus berada dalam rentang *ban-gap* semikonduktor. Diantara beberapa semikonduktor yang ada, TiO_2 merupakan semikonduktor yang paling menjanjikan untuk dapat digunakan sebagai fotokatalis dalam mendegradasi polutan organik (Beydoun, dkk., 1999; Indragini, 2011).

Metode berbeda digunakan dalam preparasi fotokatalis TiO_2 akan menghasilkan perbedaan pula dalam struktur kristal, ukuran dan morfologi permukaan fotokatalis yang dihasilkan (Tomovska, dkk., 2008; Indragini, 2011). Ukuran partikel merupakan faktor yang berpengaruh pada efisiensi fotokatalis. Salah satu cara yang dapat dilakukan untuk meningkatkan sistem katalitik TiO_2 agar memiliki reaktivitas yang tinggi adalah dengan meningkatkan luas permukaan dan kapasitas adsorbsinya. Hal ini dapat dicapai dengan membuat TiO_2 dalam ukuran nano dan penggunaan penyangga (Indragini, 2011).

Fotokatalis nanokristal adalah partikel semikonduktor yang memiliki ukuran partikel beberapa nanometer (Byendoun, dkk., 1999; Indragini, 2011). Beberapa penyangga yang telah digunakan untuk penyangga TiO_2 nano adalah gelas, silika, stainless steel, serat tekstil, Al_2O_3 , quartz, kertas, karbon aktif dan zeolit. TiO_2 nano yang terdispersi dengan baik pada adsorben yang berbeda seperti karbon aktif, zeolit dan silika menunjukkan pada luas permukaan dan fotoreaktivitasnya (Indragini, 2011).

2.3 Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang

Nanokomposit didefinisikan sebagai material *multiphase* yang salah satu atau lebih fasenya memiliki ukuran 100 nm atau kurang. Nanokomposit TiO_2 -Zeolit

Alam Malang merupakan penggabungan dari adsorben dari zeolit alam Malang, serta fotokatalis TiO_2 (Indragini, 2011). Penelitian ini akan dilakukan dengan mensintesis nanokomposit TiO_2 -zeolit alam Malang dengan menggunakan metode sol gel. Metode sol gel merupakan proses yang melibatkan transisi sistem dari cairan sol menjadi padatan gel. Agar hasil sintesis nanokomposit memiliki sifat fotokatalitik yang baik, maka perlu diperhatikan perbandingan antara jenis anatase/rutile dari kristal TiO_2 yang terbentuk. Oleh karena itu perlu adanya parameter yang harus dikendalikan selama proses sintesis, yang dapat memengaruhi terbentuknya pembentukan struktur kristal TiO_2 yaitu jenis precursor TiO_2 , jenis pelarut, katalis, waktu aging, perbandingan molar antara air dengan alkoksida (Jasiorski, dkk., 2008; Indragini, 2011).

Dalam proses penyisihan polutan organik, nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang berperan dalam mengadsorb polutan tersebut. Secara garis proses adsorpsi yang terdiri dari beberapa tahapan (Hung, dkk., 2006; Indragini, 2011):

- a. Difusi lapisan tipis, perpindahan molekul polutan (adsorbat) dari fase curah larutan ke permukaan partikel adsorben. Pada tahap ini, adsorbat harus melalui lapisan tipis pelarut yang meliputi partikel adsorben.
- b. Difusi pori, perpindahan adsorbat ke daerah adsorpsi di dalam pori adsorben.
- c. Tahap adsorpsi, adsorbat terikat pada permukaan adsorben.

Keberadaan zeolit alam Malang sebagai penyangga TiO_2 pada nanokomposit TiO_2 -zeolit alam Malang diharapkan akan meningkatkan daya adsorpsi TiO_2 terhadap polutan organik. Nilai ekonomis dari proses adsorpsi bergantung pada selektivitas dan kapasitas adsorben. Disebabkan oleh selektivitas yang tinggi dan kapasitas yang rendah, sistem kemisorpsi baik digunakan untuk

menyisihkan pengotor dalam jumlah yang sedikit, sedangkan untuk larutan ruah, maka digunakan adsorpsi fisika. Pada adsorben nonpolar, maka gaya van der Waals menjadi dominan dan afinitas relatif sangat ditentukan oleh ukuran dan polaritas molekul serta dimensi pori. Pengaruh sifat permukaan menjadi hal kedua, sehingga untuk adsorbat tertentu, afinitas adsorben yang mengandung karbon atau zeolit dengan silika tinggi dengan ukuran pori yang serupa juga akan serupa. Afinitas adsorben nonpolar terhadap air relatif rendah dan sebaliknya terhadap sebagian besar senyawa organik. Adsorben dengan sifat tersebut digolongkan sebagai hidrofobik.

Sedangkan untuk zeolit yang kaya akan aluminium akan memiliki gaya listrik intrakristalin kuat, sehingga gaya elektrostatis adsorpsi sangatlah penting, khususnya untuk adsorbat polar. Adsorben dengan sifat tersebut digolongkan sebagai hidrofilik sebab dapat mengadsorpsi dengan kuat molekul polar seperti air. Dengan mengontrol perbandingan antara Si/Al, maka selektivitas pada adsorben zeolit dapat diatur untuk pemisahan tertentu (Ruthven, 2008; Indragini, 2011).

2.3.1 Metode Sol Gel

Metode sol gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoksida dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis (Paveena, dkk., 2010).

Gel (*Gelation*) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. Pertumbuhan anorganik terjadi gel point, dimana energi ikat lebih rendah. Reaksinya adalah kondensasi baik alkohol atau air, yang menghasilkan *oxygen bridge* (jembatan oksigen) untuk mendapatkan metal oksida (Paveena, dkk., 2010).

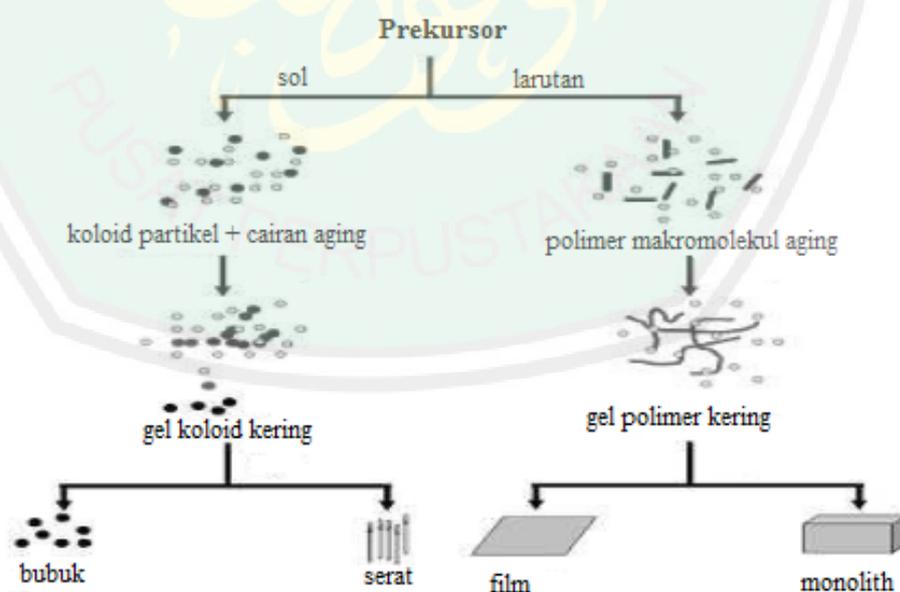
Metode sistesis menggunakan sol gel untuk material berbasis oksida berbeda-beda bergantung prekursor dan bentuk produk akhir, baik itu berupa *powder*, *film*, maupun aerogel, atau serat. Struktur dan sifat fisik gel sangat bergantung pada beberapa hal, diantaranya yaitu pemilihan bahan baku material, laju hidrolisis dan kondensasi, dan modifikasi kimiawi dari sistem sol gel (Paveena, dkk., 2010).

Metode sol gel cocok untuk preparasi thin film dan material berbentuk *powder*. Tujuan preparasi ini agar suatu material keramik dapat memiliki fungsional khusus (elektrik, optik, magnetik, dll). Metode sol gel memiliki keuntungan antara lain mudah dalam kontrol komposisi (kehomogenan komposisi kimia baik), temperatur proses rendah, dan biaya murah (Paveena, dkk., 2010).

Metode sol gel dikenal salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu "*wet method*" atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar dari pada sol) (Phumying, dkk., 2010).

Prekursor atau bahan awal dalam pembuatannya adalah alkoksida logam dan klorida logam, yang kemudian mengalami reaksi hidrolisis dan reaksi polikondensasi untuk membentuk koloid, yaitu suatu sistem yang terdiri dari partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 μm) yang terdispersi dalam suatu pelarut. Bahan awal atau prekursor juga dapat disimpan pada suatu substrat untuk membentuk film (seperti melalui *dip-coating* atau *spin-coating*), yang kemudian dimasukkan ke dalam suatu container yang sesuai dengan bentuk yang diinginkan contohnya untuk menghasilkan suatu keramik monolitik, gelas, fiber atau serat, membran, aerogel, atau juga untuk mensintesis bubuk baik butiran mikro maupun nano (Paveena, dkk., 2010).

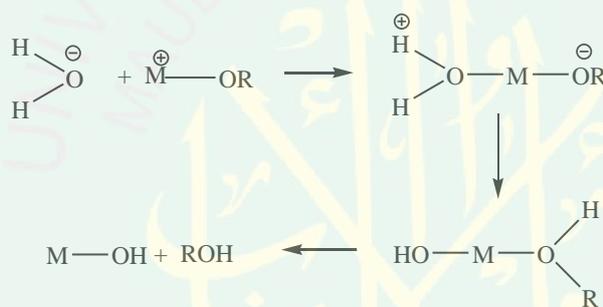
Beberapa tahapan dari proses sol gel, terdapat dua tahapan umum dalam pembuatan metaloksida melalui proses sol-gel, yaitu hidrolisis dan polikondensasi seperti terlihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Skema umum proses pembuatan sol gel (Paveena, dkk., 2010)

Sol gel adalah didasarkan pada hidrolisis dan kondensasi dari prekursor. Umumnya pada sol gel ditunjukkan pada penggunaan alkoksida sebagai prekursor. Alkoksida memberikan suatu monomer yang dalam beberapa kasus yang terlarut dalam bermacam-macam pelarut khususnya alkohol. Alkohol membolehkan penambahan air untuk mulai reaksi, keuntungan lain alkoksida adalah untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi. Dengan alkoksida sebagai prekursor, kimia sol gel dapat disederhanakan dengan persamaan reaksi berikut :

1. Hidrolisis metal alkoksida

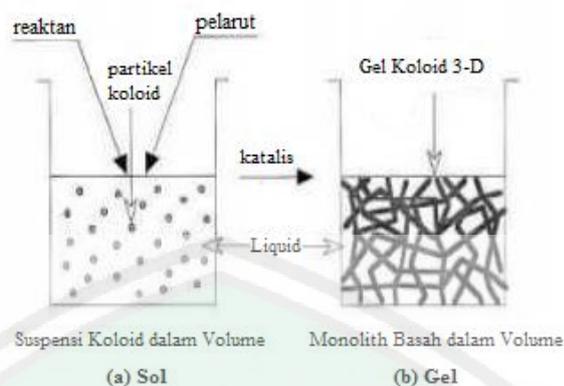


2. Kondensasi



Polimerisasi sol gel terjadi dalam tiga tahap:

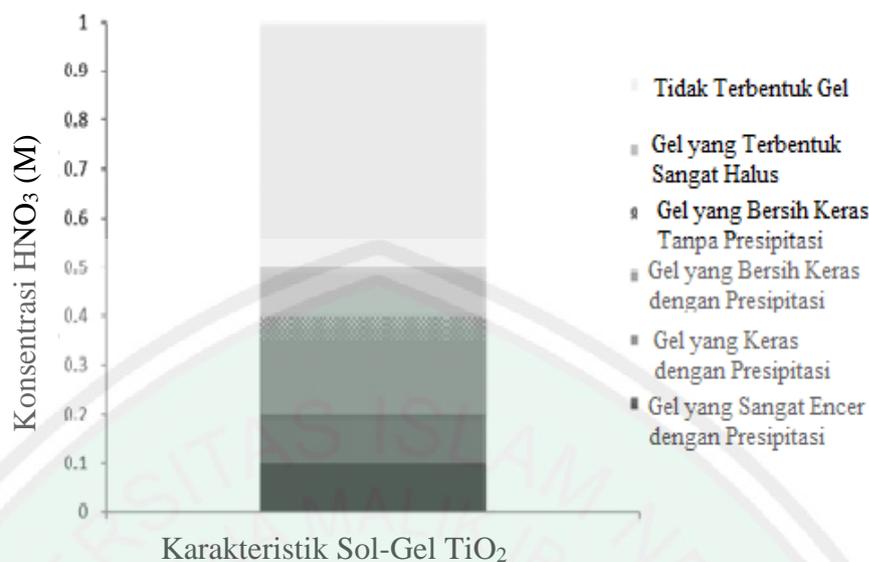
1. Polimerisasi monomer-monomer membentuk partikel
2. Penumbuhan partikel
3. Peningkatan partikel membentuk rantai, kemudian jaringan yang terbentuk diperpanjang dalam medium cairan, mengental menjadi suatu gel, seperti ditunjukkan pada gambar di bawah ini:



Gambar 2.7 (a) tahapan pembuatan sol dan (b) tahapan pembuatan gel (Paveena, dkk., 2010)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *aging*. Pada pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan. Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

Chong, dkk.,(2014) mensintesis $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ menggunakan metode sol-gel dengan memvariasi konsentrasi dari HNO_3 , rentang konsentrasi yang digunakan adalah 0,05 M sampai dengan 1 M, dari variasi konsentrasi HNO_3 menghasilkan TiO_2 sol gel yang berbeda *fluidity* dan presipitasi.



Gambar 2.8 Pengaruh variasi konsentrasi HNO₃ pada tekstur dan karakteristik *gel* dari TiO₂ pada pembentukan sol-gel (Chong, dkk., 2014)

Konsentrasi asam dari 0,30 - 0,35 M terjadi pengerasan gel hampir seketika setelah penambahan HNO₃ dan pengadukan. Tidak ada presipitasi atau pengendapan yang teramati untuk konsentrasi 0,35 M. Gel keras terbentuk pada berbagai konsentrasi asam dari 0,35 - 0,40 M. Sehingga konsentrasi optimum HNO₃ yang menunjukkan pembentukan gel terbaik dengan tingkat *fluidity* dan tidak ada pengendapan terjadi pada 0,38 M. Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Chong, dkk., (2008) didapatkan hasil dari variasi konsentrasi HNO₃ 0,05 - 1 M pada rentang konsentrasi HNO₃ 0,25 - 0,30 M merupakan konsentrasi optimal, karena dapat berkontribusi untuk pembentukan transparant sol titanium yang ditandai dengan gel yang terbentuk bersih, kaku dan keras setelah dilakukan *aging* selama 13 - 16 jam.

2.4 Pengembanan Logam TiO₂ dengan *Dispersi* pada Zeolit Teraktivasi

Menurut Hegedus (1987), logam-logam yang diembankan ke dalam zeolit akan menyebabkan luas permukaan relatif besar, yang pada akhirnya akan

memperbesar luas kontak antara katalis dengan reaktan, sehingga reaksi berjalan cepat. Keasaman zeolit dapat ditingkatkan dengan cara dealuminasi maupun dengan menambahkan logam atau oksida logam tertentu. Pengembanan logam ke bahan pendukung untuk menghasilkan katalis dapat dilakukan dengan berbagai metode, salah satunya adalah dispersi. Dispersi yaitu memasukkan katalis logam secara paksa ke dalam rongga-rongga pengemban, pertukaran ion, kopresipitasi, dan deposisi (Anderson, 1981).

Dispersi dengan menggunakan logam semikonduktor dilakukan Trisunaryanti (2005), Suharto (2007) dan Kalangit (1995), dimana logam-logam transisi seperti logam Cr, Pt, Ni, Pd, Ti dan Mo telah diteliti sebagai logam yang diemban pada zeolit alam berhasil dengan baik. Titanium merupakan salah satu logam yang baik digunakan dalam melakukan proses modifikasi zeolit. Menurut Fatimah (2009), titanium dioksida adalah material yang dikenal sebagai bahan katalis didasarkan pada sifat semikonduktornya. Diantara oksida logam yang lain, titanium dioksida dikenal tidak memiliki sifat toksik (non toxic), memiliki stabilitas termal cukup tinggi dan kemampuannya dapat dipergunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitasnya. Sedangkan modifikasi zeolit alam Malang yang berperan sebagai material penyangga dilakukan dengan dispersi logam titanium bertujuan untuk memperbaiki sifat dari zeolit alam Malang, agar pemanfaatan mineral alam tersebut lebih luas.

2.5 Karakterisasi Zeolit Alam Teraktivasi

Karakterisasi zeolit alam teraktivasi ini bertujuan untuk mengetahui data-data spesifik dari zeolit alam dengan karakterisasi yang digunakan adalah XRF, XRD dan SEM.

2.5.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Prinsip pengukuran *X-Ray Fluorescence* (XRF) berdasarkan terjadinya proses eksitasi elektron pada kulit atom bagian dalam ketika atom satu unsur tersebut dikenai sinar X, kekosongan elektron tersebut akan diisi oleh elektron bagian luar dengan melepaskan energi yang spesifik untuk setiap unsur. Metode XRF berdasarkan pada besarnya intensitas dari energi eksitasi yang berasal dari elektron pada kulit atom bagian dalam ketika atom tersebut ditembak oleh energi sinar-X. Besarnya sinar yang dipancarkan spesifik untuk setiap unsur dan foton tersebut akan dideteksi oleh detektor sehingga dapat menampilkan data kualitatif dan kuantitatif sampel berdasarkan intensitas puncak yang muncul (N. Saksono, 2002).

Gatri, 2012 melakukan modifikasi zeolit alam dengan polianilin sebagai absorben ion logam berat. Dengan melakukan beberapa karakterisasi salah satunya menggunakan XRF. Data yang diperoleh yaitu sebagai berikut:

Tabel 2.2 Komposisi Kandungan Zeolit Awal dan Zeolit Aktivasi (Gatri, 2012).

Komposisi	Nilai %	
	Awal	Aktivasi
SiO ₂	68,87	64,33
Al ₂ O ₃	10,1	10,99
Fe ₂ O ₃	1,17	0,56
CaO	5,1	1,96
MgO	0,17	<0,0009
K ₂ O	2,59	1,62
Na ₂ O	2,87	7,5
BaO	0,02	0,02

Rasio Si/Al dalam zeolit awal berdasarkan 6,02 dan rasio Si/Al setelah aktivasi sebesar 5,17 yang menunjukkan bahwa tidak terlihat adanya perbedaan

jumlah yang cukup besar, sehingga dapat disimpulkan bahwa tidak ada perubahan yang terjadi pada struktur kerangka zeolit setelah memulai proses aktivasi. Hasil dari XRF memperlihatkan penurunan kandungan kation-kation yang diindikasikan sebagai pengotor zeolit. Kandungan Si terlihat mengalami penurunan setelah mengalami proses aktivasi, hal ini dapat dikarenakan adanya Si yang berada pada permukaan zeolit merupakan pengotor yang telah dihilangkan setelah proses aktivasi. Oleh karena itu, kandungan dalam zeolit menurun setelah proses aktivasi. Berbeda dengan Si, kandungan Al terlihat meningkat setelah proses aktivasi. Hal ini dikarenakan pengotor yang sebelumnya menutupi Al dalam kerangka zeolit telah dihilangkan oleh proses aktivasi sehingga kandungan Al dalam kerangka zeolit telah dihilangkan oleh proses aktivasi sehingga kandungan Al meningkat. Selain itu, terlihat peningkatan pada kandungan Na^+ dalam zeolit setelah proses aktivasi, hal ini dikarenakan adanya perlakuan untuk mengkondisikan rongga zeolit diisi oleh kation Na^+ , hal ini dimaksudkan agar saat aplikasi sebagai adsorben ion logam berat, peningkatan tukar kation hanya terjadi untuk satu kation yaitu Na^+ .

2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, 2004).

Difraksi sinar-X pertama kali dikemukakan oleh Van Laue (Masrukan, 2008). Laue menyatakan bahwa seandainya suatu kristal dari atom-atom yang tersusun seteknik teratur dan periodik dalam ruang dan jarak antar atom hampir

sama dengan panjang gelombang sinar-X, maka kristal-kristal tersebut dapat berfungsi sebagai kisi-kisi yang dapat menghamburkan cahaya. Mengingat bahwa sinar-X mempunyai panjang gelombang yang mendekati jarak antar atom, maka difraksi dapat terjadi jika kristal dikenai oleh sinar-X. Adapun radiasi elektromagnetik sinar-X berada pada panjang gelombang 0,5 – 2,5 Ångstrom dan energi +107 eV. Dasar metode ini adalah adanya kekhasan jarak antar bidang kristal (d) pada setiap kristal yang berbeda (Indrawati, 2009).

Spektroskopi XRD selain digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta dapat digunakan untuk mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi Kristal adalah persamaan Bragg (Aji, dkk., 2009):

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta \dots\dots\dots(2.1)$$

Keterangan :

λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,

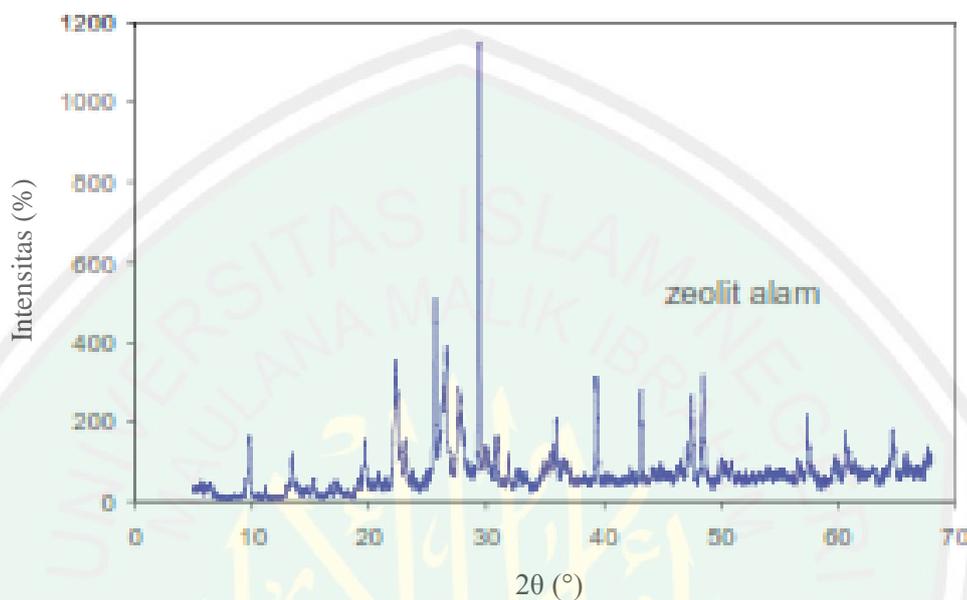
d adalah jarak antara dua bidang kisi,

θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan

n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

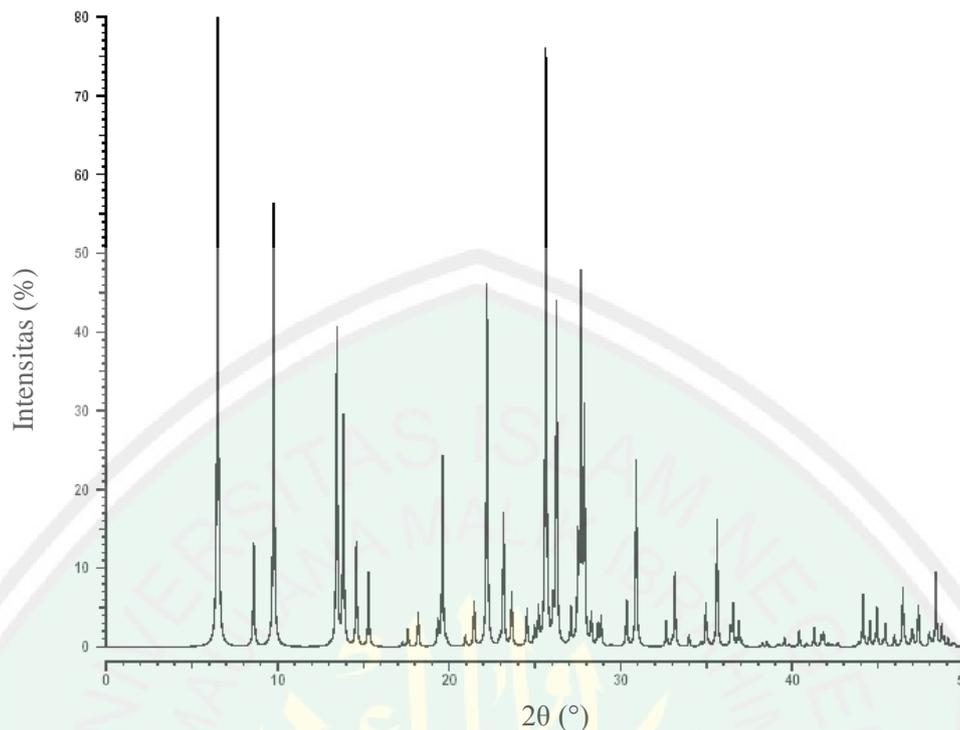
Identifikasi spesies dari pola difraksi didasarkan pada posisi garis (dalam θ dan 2θ) dan intensitas relatifnya, harga 2θ ditentukan oleh harga d, dengan bantuan persamaan Bragg, maka harga d dapat dihitung dari panjang gelombang yang diketahui dan sudut terukur. Intensitas garis tergantung pada jumlah dan jenis pusat atom pemantul yang ada pada setiap lapisan. Identifikasi kristal dilakukan secara empiris dimana diperlukan data standar mengenai harga d dan garis intensitas dari senyawa murni, dengan mengukur intensitas dari garis difraksi dan

membandingkannya dengan standar maka analisis kuantitatif dari campuran kristal dapat dilakukan (Skoog dan West, 1980).



Gambar 2.9 Difraktogram XRD zeolit alam Malang, Jawa Timur (Widayat, dkk., 2005)

Zeolit alam Malang terdiri atas berbagai jenis struktur zeolit. Berdasarkan pola difraktogram sinar-X Gambar 2.10 untuk zeolit alam Malang, menunjukkan bahwa komponen utama zeolit alam Malang adalah mordenit (Widayat, dkk., 2005). Hal ini diperkuat dengan difraktogram hasil penelitian dari Setiadi dan Pertiwi, (2007). Secara jelas dapat diketahui berbagai posisi puncak-puncak khas berada pada rentang sudut difraksi (2θ) antara $20 - 45^\circ$ yang ditunjukkan dari difraktogram Gambar 2.11.



Gambar 2.10 Difraktogram zeolit jenis mordenit (Setiadi dan Pertiwi, 2007)

Penjumlahan *peak intensity* (counts) untuk kedua spektrum tersebut dengan posisi puncak yang simetrik sama. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa % kristalinitas Mordenit zeolit alam Malang sebesar 44,1% yang berarti kandungan MOR dalam zeolit alam Malang relatif tinggi (Setiadi dan Pertiwi, 2007).

2.5.3 Scanning Eletron Microscope (SEM)

SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi kemudian permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dan memantulkan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan memantulkan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas

tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti beberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Abdullah dan Khairurrijal, 2008).

SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada mikroskop optik. Hal ini disebabkan oleh panjang gelombang optik. Makin kecil panjang gelombang yang digunakan maka makin tinggi resolusi mikroskop. Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam. Jika permukaan logam diamati di bawah SEM maka profil permukaan akan tampak dengan jelas (Abdul dan Khairurrijal, 2008).

Instrumen SEM, terdapat beberapa peralatan utama antara lain (Chambler, 2010):

- a. Pistol elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron misal tungsten.
- b. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetik karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
- c. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpecah oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.

Elektron dengan energi yang cukup besar menumpuk pada sampel, menyebabkan terjadi emisi sinar-X yang energinya dan intensitasnya bergantung

pada komposisi elemental sampel. Dengan menggunakan fenomena ini untuk menganalisa komposisi elemental dari volume mikro itulah yang disnutkan sebagai analisi mikro.

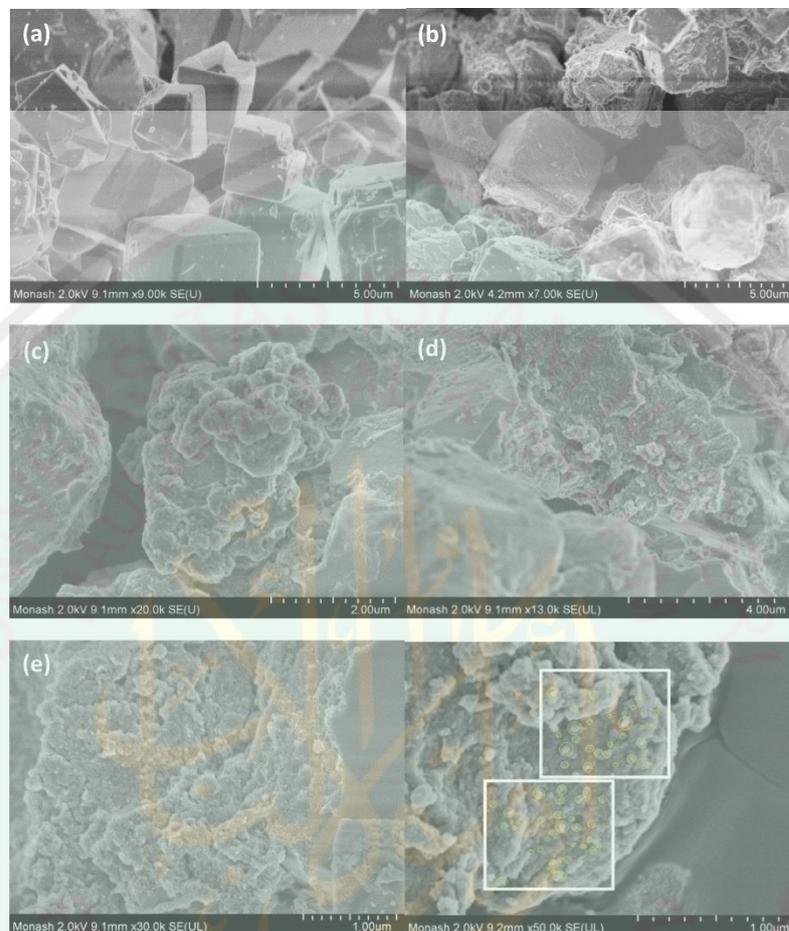
Sebuah elektron ditolak dari kulit dalam atom oleh interaksi dengan berkas elektron energi tinggi, hasilnya adalah ion tersebut berada pada tingkat ekesitasi. Setelah melalui proses relaksasi atau de-eksitasi, ion tereksitasi ini memancarkan energi untuk dapat kembali ke tingkat normal yaitu keadaan dasar (*ground state*). Proses yang paling mungkin dalam kebanyakan kasus adalah deretan transformasi yang masing-masing elektron dari kulit luar jatuh ke tempat kosong ya dalam kulit terdalam. Seperti yang telah kita lihat, setiap kejatuhan menyebabkan elektron tersebut kehilangan sejumlah energi, yaitu beda energi antara kulit dimana elektron berasal dan kulit ke mana elektron jatuh.

Energi ini dibebaskan dalam bentuk radiasi elektromagnetik dalam kasus transisi energi yang melibatkan kulit terdalam. Energi yang diradiasikan ini secara unik mengindikasikan atom dari mana radiasi berasal, dan disebut sebagai sinar-X karakteristik. Garis-garis ini biasanya dinamakan sesuai dengan kulit atom ke mana elektron jatuh dan kulit dari mana elektron berasal. Misalnya, jika kulit yang kosong adalah kulit K diradiasikan. Jika elektron jatuh dari kulit M yang berada dua tingkat di atas kulit K, maka sinar-X yang diradiasikan dinamakan sinar-X $K\beta$ (Yudi, 2011).

Aplikasi dari teknik SEM dapat bedakan sebagai berikut:

1. Topografi: Menganalisa permukaan dan tekstur (kekerasan, reflektivitas)
2. Morfologi: menganalisa bentuk dan ukuran dari benda sampel.

Gambar 2.12 merupakan contoh dari hasil analisis SEM pada sampel zeolit modifikasi TiO_2 menggunakan SEM.



Gambar 2.11 Tampilan perubahan pada luas permukaan zeolit (a) sebelum ditambahkan TiO_2 ; (b) sesudah ditambahkan TiO_2 ; (c) dengan 5 % zeolit ; (d) dengan 10 % zeolit; (e) dengan 15 % zeolit menggunakan SEM (Chong, dkk., 2014).

2.6 Pemanfaatan Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang Berdasarkan Prespektif Islam

Ilmu tentang mineral (barang-barang) merupakan salah satu topik penting yang perlu dikaji berdasarkan prespektif Al-Qur'an. Al-Qur'an yang bersifat kontekstual dan universal memerintahkan manusia untuk mempelajari setiap kandungan ayatnya. Upaya peningkatan pemahaman mengenai ayat-ayat Al-Quran perlu dilakukan untuk mengetahui kandungan tentang pengetahuan alam semesta,

termasuk ilmu mineralogi. Al-Qur'an menunjukkan skema bayangan warna yang ditemukan tidak hanya pada tumbuh-tumbuhan, tetapi tampak pula dalam bebatuan dan barang-barang sesuai firman Allah dalam surah Fathir ayat 27.

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا ۚ وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيْضٌ وَحُمْرٌ
مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَعَرَايِبُ سُودٌ

"Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah Menurunkan hujan dari langit lalu Kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya, dan di antara gunung-gunung itu ada garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan dan (pula) yang hitam pekat" (Q.S Fathir/35:27).

Ayat ini menjelaskan tentang bukti-bukti kekuasaan Allah. Isinya adalah ajakan kepada setiap orang untuk berfikir dan memperhatikan ciptaan Allah yang beragam dan beraneka macam. Keanekaragaman itu terjadi tidak hanya pada buah-buahan, melainkan juga gunung-gunung yang memiliki jalur dan garis-garis yang terlihat berwarna putih, merah, dan terlihat hitam pekat (Shihab, 2002). Allah menjadikan gunung-gunung yang berlainan warnanya. Tanahnya ada yang putih, ada yang merah dan ada yang hitam pekat. Gunung-gunung itu mempunyai jalan-jalan (jalur) yang berbeda warnanya, padahal gunung itu terdiri atas tanah dan batu-batu (ash-Shiddieqy, 2000).

Warna gunung yang bermacam-macam disebabkan adanya perbedaan materi-materi yang dikandung pada bebatuan gunung-gunung itu. Jika besi maka warna dominannya adalah merah, jika materinya batu bara maka dominannya hitam, jika materinya perunggu maka gunung tersebut berwarna kehijauan, dan seterusnya. Meskipun bentuknya beraneka macam, tapi berasal dari materi yang satu dalam perut bumi. Semua itu bertujuan untuk kemudahan dan pemanfaatan umat manusia (Shihab, 2002). Allah menciptakan gunung-gunung yang terlihat seperti garis-garis, ada yang terlihat putih, merah dan hitam pekat. Garis-garis

berwarna pada batuan paling umum dijumpai pada jenis batuan sedimen. Setiap lapisan batuan sedimen dapat memiliki warna yang berbeda karena tersusun dari material yang berbeda. Perbedaan warna ini terutama dicirikan oleh perbedaan susunan mineraloginya. Mineral berwarna putih antara lain alumino-silika, berwarna merah antara lain besi oksida (*hematit*), dan mineral-mineral yang lain (Departemen Agama RI, 2010).

Berdasarkan kandungan mineral alam berupa zeolit perlu adanya upaya pemanfaatan yang tepat. Pemanfaatan segala ciptaan Allah di bumi ini untuk memenuhi kebutuhan hidup agar tidak ada sia-sia, namun penggunaannya tidak berlebihan. Salah satu pemanfaatan tersebut yaitu peningkatan daya guna mineral alam zeolit sebagai katalisator. Zeolit alam Malang memiliki kemampuan sebagai adsorben, katalis, penukar ion, dll. Zeolit alam yang melimpah di alam ini kemudian dimanfaatkan dengan melakukan aktivasi dan modifikasi untuk memaksimalkan kinerja zeolit alam, tidak hanya untuk adsorben, katalis, dan penukar ion saja, namun dapat sebagai fotokatalis untuk mendegradasi limbah organik dengan menambahkan material semikonduktor salah satunya TiO_2 . Kemampuan yang dimiliki zeolit dan TiO_2 akan mengoptimalkan kerja dari masing-masing bahan, maka dilakukan sintesis dengan metode sol-gel untuk mendapatkan material berukuran nanometer. Allah berfirman dalam surat Ar-Ruum ayat 8:

أَوَلَمْ يَتَفَكَّرُوا فِي أَنفُسِهِمْ ۗ مَا خَلَقَ اللَّهُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ وَأَجَلٍ مُّسَمًّى ۗ
وَإِنَّ كَثِيرًا مِّنَ النَّاسِ بِلِقَاءِ رَبِّهِمْ لَكَافِرُونَ

“dan mengapa mereka tidak memikirkan tentang (kejadian) diri mereka? Allah tidak menjadikan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya melainkan dengan (tujuan) yang benar dan waktu yang ditentukan dan sesungguhnya kebanyakan di antara manusia benar-benar ingkar akan pertemuan dengan Tuhannya” (QS. Ar-Ruum/30:8).

Ayat di atas menganjurkan kepada manusia untuk memikirkan kejadian dan keadaan diri mereka, darimana asalnya dan bagaimana akan musnah. Setelah anjuran itu, barulah ayat ini melanjutkan tujuan penciptaan langit, bumi dan apa yang ada diantaranya, yakin bahwa itu bukan permainan atau sia-sia tetapi untuk tujuan yang benar. Ibn Asyur menyatakan bahwa yang dimaksud dengan *al-haq* adalah “apa yang mestinya menjadi hikmah dan tujuan penciptaan langit dan bumi” (Shihab, 2002). Kalimat *فِي أَنْفُسِهِمْ* kedudukannya sebagai *zharaf* dari *tafakkur*, bukan sebagai *maf'ul bih* dari kata kerja ‘*yatafakkaru*’ karena mereka tidak diperintahkan untuk merenungi penciptaan diri mereka sendiri, bahkan terhadap penciptaan langit dan bumi, serta yang ada diantara keduanya (al-Jazairi, 2008). Semua yang diciptakan oleh Allah SWT tidak diciptakan tanpa guna, tetapi semuanya itu diciptakan dengan tujuan tertentu. Penciptaan itu telah diberikan batasan waktu tertentu, yaitu hari kiamat (Abdullah, 2004).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, ayakan *mesh* 220, spatula, *magnetic stirrer*, oven (*Thermo Scientific*), desikator, *hot plate*, neraca analitik (KERN EWA20-30NM), *X-Ray Diffractometer* (XRD) philip tipe X’pert MPD, *X-Ray Fluorescence* (XRF) PANalytical tipe minipal 4 dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) merk Phenom.

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam (Turen, Malang), kertas saring *wathman* 42, HNO₃ 64% (Merck), akuades, aluminium foil, Titanium Isopropoksida 97% (Sigma Aldrich), pH *Universal* (Merck), NH₄NO₃ 2 M (Merck), etanol *absolute* 99,9% (Merck), HCl 37% (Merck), AgNO₃ (Merk).

3.3. Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat deskriptif kuantitatif. Penelitian ini merupakan pengembangan dari penelitian yang pernah ada sebelumnya tentang peningkatan kerja zeolit alam melalui modifikasi dengan penambahan suatu logam semikonduktor, logam semikonduktor yang digunakan adalah TiO_2 yang berasal dari prekursor titanium isopropoksida menggunakan metode sol-gel dengan variasi penambahan konsentrasi HNO_3 dengan tujuan untuk mendapatkan material komposit berukuran nano. Proses awal yang dilakukan yaitu preparasi sampel zeolit alam yang berasal dari Turen untuk menghilangkan pengotor dan zat-zat yang tidak diinginkan melalui proses pengayakan, pencucian, dan pengeringan. Kemudian zeolit alam diaktivasi menggunakan HCl 6 M dan NH_4NO_3 2 M. Kemudian zeolit alam Malang teraktivasi dikarakterisasi menggunakan XRF untuk melihat berapa persen pengotor yang hilang. Zeolit yang sudah teraktivasi dikompositkan dengan TiO_2 menggunakan prekursor TTiP 97 %. Secara singkat 25 mL TiPP dicampurkan dengan 30 mL etanol absolut (campuran A). Ditambahkan 60 mL asam nitrat dengan variasi 0,3; 0,4; dan 0,5 M. Setelah itu dibuat suspensi zeolit dengan penambahan 100 mL aquades direndam dalam *water bath* pada suhu 37°C . Sol transparan ditambahkan tetes demi tetes dalam suspensi zeolit dan campuran diaduk selama 4 jam. Selanjutnya campuran akhir didinginkan pada suhu kamar dan di *aging* selama 16 jam. Kemudian disaring dan dicuci sebanyak tiga kali dengan aquades kemudian filtrat dikeringkan pada suhu 70°C selama 3 jam untuk menghasilkan nanokomposit TiO_2 /zeolit alam.

Nanokomposit TiO_2 -zeolit alam Malang yang disintesis kemudian dikarakterisasi XRD untuk mengetahui kristalinitas serta didukung dengan analisa

menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dari hasil sintesis nanokomposit TiO₂-zeolit alam.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel zeolit alam.
2. Aktivasi zeolit alam hasil reparasi.
3. Karakterisasi kandungan unsur pengotor dengan XRF.
4. Sintesis nanokomposit TiO₂-zeolit alam dengan metode sol-gel menggunakan variasi konsentrasi HNO₃.
5. Karakterisasi kristalinitas dan ukuran partikel dengan XRD.
6. Karakterisasi morfologi dengan SEM.
7. Karakterisasi XRF untuk melihat kandungan Ti pada sampel nanokomposit terbaik.

3.5 Prosedur Penelitian

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

Preparasi zeolit alam dengan cara pengayakan, pencucian, dan kalsinasi untuk menghilangkan pengotor dalam zeolit alam. Zeolit alam Malang diayak dengan ayakan 220 *mesh*. Zeolit alam Malang halus sebanyak 250 gram direndam dalam 500 mL air bebas ion (Akuades) sambil diaduk dengan pengaduk *magnetic stirrer* selama sehari semalam (24 jam) pada suhu kamar ($\pm 25^{\circ}\text{C}$), disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 100° C selama 24 jam.

3.5.2 Aktivasi Zeolit Alam Malang (Botianovi, 2012)

Padatan zeolit hasil preparasi yang kering sebanyak 250 gram, sampel direndam dalam 400 mL larutan HCl 6 M selama 4 jam. Campuran selanjutnya dicuci dengan akuades hingga pH netral. Pencucian dihentikan apabila sudah tidak terdapat endapan pad filtrat ketika ditambah dengan AgNO₃. Kemudian zeolit dikeringkan dalam oven dengan suhu 110 °C selama 12 jam.

Selanjutnya sampel direndam kembali menggunakan larutan NH₄NO₃ 2 M sebanyak 400 mL. Campuran diaduk secara kontinyu selama 4 jam tanpa pemanasan. Campuran disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH filtrat netral. Padatan yang diperoleh dipanaskan pada suhu 110 °C dalam oven selama 12 jam. Dilanjutkan proses kalsinasi pada suhu 300 °C selama 4 jam.

3.5.3 Karakterisasi dengan X-Ray Fluorescence (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 sehingga dapat diketahui persentase kandungan unsur dari sampel tersebut.

3.5.4 Sintesis Nanokomposit TiO₂/zeolit Alam dengan Variasi HNO₃ 0,3; 0,4; dan 0,5 M (Chong, dkk., 2014)

Titanium isopropoksida 25 mL dicampurkan dengan 30 mL etanol absolut dengan pengadukan menggunakan magnetik *stirrer*. Campuran ditambahkan 60 mL HNO₃ dengan variasi 0,3; 0,4; dan 0,5 M ditambahkan tetes demi tetes dalam campuran. Selama proses pencampuran, campuran yang sudah terbentuk diaduk secara kontinyu sampai dispersi pertama menjadi sol homogen putih dan akhirnya

transparan. Kemudian dilanjutkan selama 30 menit untuk memastikan homogenitas dalam sol homogen transparan terbentuk.

Partikel-partikel zeolit yang dibuat menjadi suspensi melalui penambahan 100 mL akuades dan suspensi zeolit direndam dalam air pada suhu 37 °C. Sol transparan yang sudah siap ditambahkan tetes demi tetes ke dalam suspensi zeolit dan campuran terus diaduk selama 4 jam pada suhu kamar (± 25 °C). Selanjutnya, campuran didinginkan pada suhu kamar. Kemudian dilakukan pemeraman selama 16 jam pada suhu kamar. Setelah itu campuran disaring dan dicuci berulang kali selama tiga kali dengan akuades dan kemudian filtrat dikeringkan pada suhu 70 °C selama 4 jam. Sehingga didapatkan nanokomposit TiO₂/zeolit alam. Didinginkan dalam desikator selama 30 menit. Dilakukan kalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam.

3.5.5 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap sampel zeolit alam aktivasi dan nanokomposit TiO₂-zeolit alam. Sampel yang dikarakterisasi dihaluskan, kemudian ditempatkan pada *sampel holder* berupa preparat dan diberi tekanan dengan alat pengepres hingga berbentuk *pellet*. Selanjutnya ditempatkan pada *sampel holder* dan disinari dengan sinar-X pada sudut 2θ sebesar 5–60° dan kecepatan scan 0,02 °/detik dan $\lambda = 1,54$ Å. Hasil difraktogram yang didapatkan akan dibandingkan dengan difraktogram standart dari referensi yang ada.

3.5.6 Karakterisasi dengan *Scanning Elektronik Microscopy* (SEM)

Karakterisasi dengan SEM digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dari sampel yaitu dengan menggunakan pengukuran manual yang ditunjukkan pada hasil foto SEM, dilakukan terhadap sampel zeolit alam setelah aktivasi dan setelah

nanokomposit TiO₂/zeolit alam dengan variasi HNO₃. Sampel sebanyak 5 mg ditempatkan pada *sampel holder*, dan akan ditembak dengan elektron yang memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya yang mampu mencapai 200 nm, dan resolusi elektron mencapai 0,1-0,2 nm. Dilakukan pengamatan mikrografny hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.5.7 Ukuran Partikel

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran atau ketebalan kristal dapat ditentukan menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (3.1)$$

keterangan :

D : Ukuran kristal (nm)

K : Konstanta (0,9)

λ : Panjang gelombang radiasi (nm)

β : FWHM (*full width at half max*) $\times \pi$ /Integrasi luas puncak refleksi (radian)

θ : Sudut peristiwa sinar-X

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

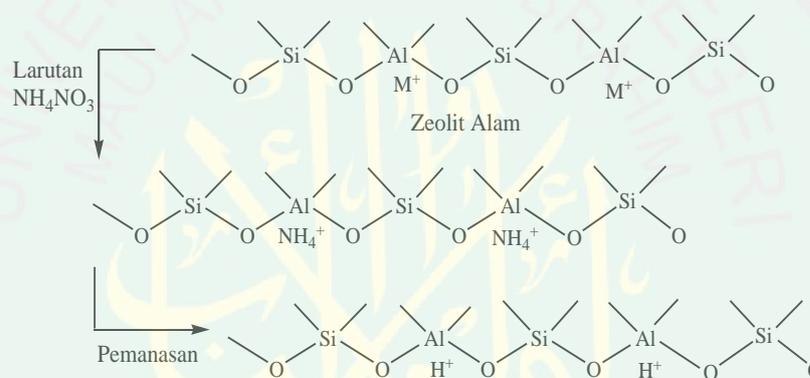
4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang

Proses preparasi dan aktivasi dilakukan untuk mengurangi pengotor dalam zeolit alam Malang. Zeolit yang digunakan pada penelitian ini berasal dari kecamatan Sumber Manjing kabupaten Malang. Preparasi zeolit alam Malang dilakukan melalui pengayakan yang bertujuan untuk menyeragamkan ukuran zeolit serta memperluas permukaan zeolit sehingga kemampuan kerja zeolit lebih optimal (Mutngtiturrohmah, dkk., 2009). Sedangkan tahap aktivasi zeolit bertujuan untuk meningkatkan kemampuan zeolit alam dengan cara mengurangi pengotor yang menutupi permukaan pori zeolit. Menurut Fatimah (2000), aktivasi zeolit untuk lebih mengoptimalkan kemampuan zeolit sebagai katalisis, adsorben maupun penukar ion.

Aktivasi zeolit alam Malang dilakukan secara dua tahap yaitu melalui perendaman zeolit dalam HCl 6 M yang dilanjutkan dengan perendaman dalam NH_4NO_3 2 M. Hal ini dilakukan untuk mengurangi kandungan pengotor serta menyeragamkan kation penyeimbang dalam zeolit alam Malang. Perendaman menggunakan HCl 6 M dalam proses aktivasi dianggap cukup efektif untuk menghilangkan logam pengotor khususnya logam Fe yang memiliki kandungan terbesar dalam zeolit yaitu 38,57%. Zeolit alam kemudian dicuci dengan akuades hingga pH filtrat netral dan tidak menghasilkan padatan putih (AgCl) jika ditetaskan AgNO_3 yang menunjukkan adanya ion Cl^- pada filtrat. Adapun reaksi yang terjadi pada pengujian ini adalah:



Apabila endapan AgCl tidak lagi terbentuk pada filtrat, maka diduga ion Cl^- dianggap telah hilang pada zeolit. Selain digunakan HCl, proses aktivasi juga digunakan NH_4NO_3 2 M, yang bertujuan untuk menyeragamkan kation penyeimbang zeolit. Selanjutnya zeolit dinetralkan dengan cara dicuci menggunakan akuades hingga pH filtrat netral, hal ini dilakukan untuk menghilangkan NO_3^- yang terlepas dari NH_4NO_3 . Mekanisme pertukaran kation yang terjadi ditunjukkan Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pendesakan kation dalam zeolit alam Malang oleh Ion NH_4^+ (Banon dan Suharto, 2008)

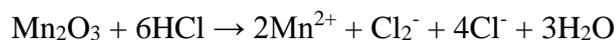
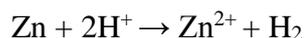
Zeolit yang telah diaktivasi kemudian dikalsinasi menggunakan suhu 300 °C selama 4 jam. Proses kalsinasi bertujuan untuk menguapkan air dalam pori-pori zeolit (Sutarti, 1994). Penelitian yang dilakukan Setiadi dan Pertiwi (2007), pada suhu 300-600 °C cukup efektif untuk menghilangkan air yang terkandung dalam pori zeolit, serta tidak merusak struktur. Menurut Banon dan Suharto (2008), pemanasan dengan suhu 300-400 °C menyebabkan ion amonium (NH_4^+) pada permukaan zeolit terurai dan melepaskan molekul amoniak (NH_3), sehingga zeolit dipenuhi oleh ion-ion hidrogen (H^+) pada permukaan struktur dan membentuk H-zeolit.

Zeolit alam yang telah diaktivasi, dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui komponen penyusun zeolit alam Malang. Karakterisasi dilakukan pada zeolit sebelum dan sesudah aktivasi. Hal ini dilakukan untuk mengetahui perubahan kadar logam pengotor yang terkandung dalam zeolit alam Malang.

Tabel 4.1 Hasil XRF komponen zeolit alam Malang sebelum dan setelah aktivasi

Unsur	Sebelum aktivasi (%)	Setelah aktivasi (%)
Si	35,2	55,1
Al	10	11
Ca	4,48	3,39
Ti	1,22	2,65
V	0,048	0,09
Cr	0,071	0,055
Mn	2,66	0,9
Fe	38,57	21,3
Zn	0,81	0,34

Tabel 4.1 menunjukkan hasil XRF zeolit alam Malang sebelum aktivasi memiliki persentase paling tinggi yaitu pada Fe dengan persentase 38,57 %, Si 35,2 %, dan Al 10 %. Sedangkan zeolit setelah aktivasi kadar logam pengotor pada zeolit mengalami penurunan, seperti logam Fe mengalami penurunan menjadi 21,3 %. Tetapi pada kadar logam Si dan Al mengalami kenaikan menjadi 55,1 % dan 11%. Menurut Svehla (1990), HCl dengan konsentrasi encer atau pekat dapat melarutkan logam seperti Fe, Zn, Mn, dll sehingga mengakibatkan persentase total dari logam yang ada pada zeolit setelah proses aktivasi berubah. Reaksi ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Pelarutan logam oleh HCl pekat (Svehla, 1990)

Menurunnya persentase logam pengotor dalam zeolit alam Malang ini menunjukkan bahwa HCl dan NH_4NO_3 sangat efektif digunakan untuk proses aktivasi.

4.2 Sintesis Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Variasi Konsentrasi HNO_3

Sintesis nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang ini dilakukan menggunakan metode sol-gel untuk mendapatkan material komposit berukuran nano. Variasi konsentrasi HNO_3 yang dilakukan pada penelitian ini sangat mempengaruhi kekuatan gel yang terbentuk, gel yang diinginkan yaitu gel yang keras, kuat, dan tidak terdapat endapan, namun konsentrasi tersebut juga memungkinkan gel yang terbentuk sangat rapuh, menghasilkan presipitasi, dan bahkan tidak membentuk gel (Chong, dkk., 2014). Oleh karena itu, sintesis dengan metode sol-gel menggunakan variasi HNO_3 sangat penting dilakukan untuk mengetahui konsentrasi terbaik HNO_3 yang digunakan untuk pembentukan gel.

Tahap pertama pembuatan koloid (sol) TiO_2 dari larutan prekursor Titanium Isopropoksida (TIP) 97% dengan mencampurkan etanol dan HNO_3 . Tahapan diawali dengan reaksi hidrolisis yaitu, saat pencampuran larutan TIP dengan etanol, etanol yang digunakan berperan sebagai pelarut organik. Logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, basa atau netral menghasilkan koloid. Menurut penelitian Chong dan Jin (2009), menjelaskan bahwa kondisi hidrolisis ini untuk memberikan ligan non terhidrolisa dari Ti-prekursor untuk membentuk TiO_2 yang lebih baik, dan dapat digunakan untuk pertumbuhan kristal selama kondensasi, serta memberikan homogenitas molekul yang lebih baik. Fungsi etanol dalam reaksi hidrolisis Ti-

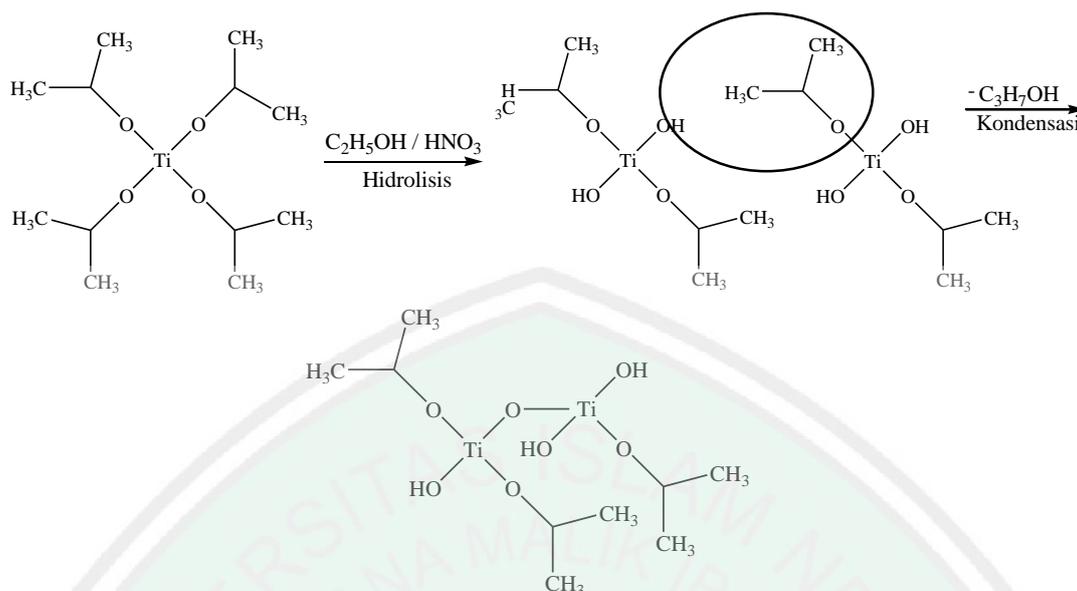
prekursor, untuk mengetahui sejauh mana reaksi hidrolisis dapat dikendalikan oleh HNO_3 sebagai katalis dalam reaksi hidrolisis. Reaksi hidrolisis dan kondensasi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 4.2 Reaksi sol gel pembentukan TiO_2 (Lim, dkk. 2010 dan Setiawati, dkk. 2006)

Reaksi hidrolisis yang terjadi berlangsung sangat cepat. Pada proses sintesis ini penambahan variasi HNO_3 menyebabkan terjadinya reaksi kondensasi, serta menyebabkan Ti-prekursor mengalami polimerisasi membentuk jaringan oksida. Produk yang terbentuk yaitu TiO_2 berwarna putih. Hal ini terjadi karena pergantian gugus alkoksida (-OR) dengan hidroksil (-OH) secara nukleofilik, dan dikarenakan kondisi proses hidrolisis dalam suasana asam (HNO_3) memungkinkan muatan negatif gugus alkoksida terprotonasi oleh H^+ dan mengakibatkan muatannya menjadi lebih positif. Muatan gugus alkoksida yang lebih positif tersebut menyebabkan ion logam Ti mendorong gugus alkoksida (-OR) dan cenderung berikatan dengan gugus OH menghasilkan Ti(OH)_4 (Haryati dan Mulyono, 2013). Ti(OH)_4 yang terbentuk dari proses hidrolisis akan mengalami kondensasi membentuk ikatan Ti-O-Ti melalui proses eliminasi molekul air (Su, dkk. 2004). Reaksi kondensasi tersebut akan menghasilkan pembentukan dan pertumbuhan inti kristal $\text{TiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ yang bersifat amorf.

Berikut mekanisme reaksi dari proses sol-gel:



Gambar 4.3 Mekanisme reaksi sol-gel (Yetria, dkk. 2010)

Koloid (sol) TiO_2 yang sudah terbentuk akan diembankan pada suspensi zeolit. Kemudian yang selanjutnya dilakukan pemeraman dan dan kalsinasi menggunakan pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam (Chong, dkk. 2009). Variasi konsentrasi HNO_3 digunakan untuk mengamati pembentukan gel. Pengaruh variasi penambahan HNO_3 terhadap pembentukan gel ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Pembentukan gel dari proses sintesis dengan variasi konsentrasi HNO_3

Variasi Konsentrasi HNO_3	Kekentalan Gel yang Terbentuk	Warna Gel yang Terbentuk	Gumpalan
0,3 M	Cukup kental	Putih susu	Ada gumpalan
0,4 M	Kental	Putih kapur	Sedikit gumpalan
0,5 M	Sangat kental	Putih tulang	Banyak gumpalan

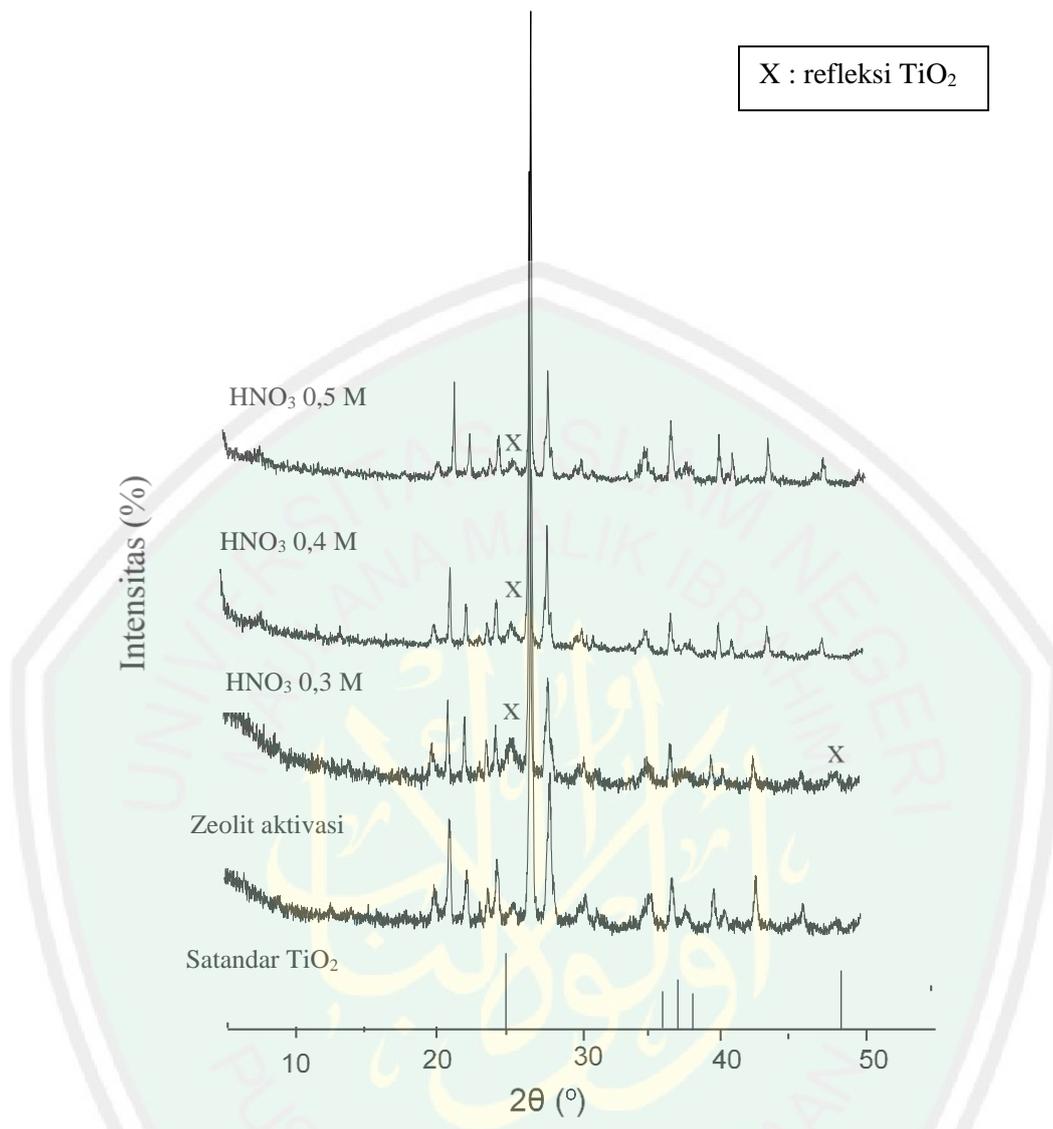
Pembentukan gel terbaik dari variasi konsentrasi HNO_3 dapat dilihat pada Tabel 4.2, pada konsentrasi HNO_3 0,3 M membentuk gel yang baik karena hanya terdapat sedikit gumpalan dan kekentalan dari gel yang dibentuk tidak terlalu kental. Menurut Chong, dkk (2014), terbentuknya gel yang baik ketika tidak terbentuk endapan atau gumpalan.

Proses pemeraman akan terjadi pembentukan jaringan gel yang lebih keras, kaku, kuat, dan akan lebih menyusut di dalam larutan, tahapan ini juga digunakan untuk menyempurnakan proses kondensasi maupun polimerisasi untuk menghasilkan jaringan polimer gel Ti-O-Ti yang telah terbentuk agar lebih banyak.

Proses kalsinasi menggunakan suhu 500 °C dilakukan untuk menghilangkan pengotor organik yang dimungkinkan masih terjebak dalam pori zeolit, dan untuk memaksimalkan tahap kristalisasi, mengubah dari bentuk yang amorf menjadi kristal TiO₂ (Su, dkk., 2004). Nanokomposit yang telah dikalsinasi dengan suhu 500 °C berubah warna dari abu-abu menjadi oranye muda. Warna tersebut dimungkinkan masih adanya pengotor logam Fe dalam zeolit alam karena kadar logam Fe sangat tinggi dalam zeolit alam Malang.

4.4 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi kristalinitas, ukuran kristal, dan fase kristal terhadap sampel zeolit alam aktivasi dan nanokomposit TiO₂/zeolit dengan variasi konsentrasi HNO₃.



Gambar 4.4 Difragtogram XRD zeolit alam Malang dan nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ Alam Malang variasi konsentrasi HNO_3 .

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan puncak-puncak dari zeolit alam Malang memiliki kandungan terbanyak yaitu zeolit jenis mordenit. Sedangkan pada nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ alam Malang dengan variasi konsentrasi HNO_3 berpengaruh terhadap hasil XRD. Hal ini dapat diamati dari puncak-puncak khas TiO_2 yang muncul pada setiap nanokomposit. Pada $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ konsentrasi HNO_3 0,3 M muncul dua puncak khas TiO_2 yaitu pada $2\theta = 25^\circ$ dan 48° .

Puncak yang muncul dipengaruhi oleh pembentukan gel yang ditunjukkan pada Tabel 4.2 dimana konsentrasi HNO_3 0,3 M membentuk gel yang baik dengan warna yang lebih putih, memiliki kekentalan yang baik, dan hanya terbentuk sedikit gumpalan. Sedangkan pada konsentrasi 0,4 dan 0,5 M hanya terlihat satu puncak yang teramati yaitu pada $2\theta = 25^\circ$, dan puncak lainnya tidak terlihat. Hal ini dikarenakan gel yang terbentuk pada konsentrasi 0,4 dan 0,5 M kurang baik. Selain itu, dengan adanya penambahan TiO_2 pada zeolit alam Malang sangat mempengaruhi intensitas. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil XRD zeolit alam Malang dan nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang variasi konsentrasi HNO_3

Zeolit Alam Malang (2 θ)	I (%)	HNO_3 0,3 M (20)	I (%)	HNO_3 0,4 M (20)	I (%)	HNO_3 0,5 M (20)	I (%)
8.8880	1.32	-	-	-	-	-	-
12.6047	1.59	13.9544	1.52	-	-	-	-
13.9875	1.51	19.7517	5.78	19.8513	4.28	19.8191	3.08
19.8938	6.78	20.9204	16.91	20.9448	15.93	20.9230	20.12
21.0334	21.18	22.1427	10.64	22.1244	8.18	22.0958	9.13
22.2355	10.65	23.6399	8.46	23.6551	4.43	23.6360	3.35
		24.3389	9.56	24.3245	8.80	24.2803	8,78
23.6906	7.34	25.3990	8.40	25.4150	4.38	25.4064	3.08
24.3425	13.56	26.6906	100.0	26.7238	100.00	26.6990	100.0
25.5581	4.23	28.0319	21.22	28.2804	7.17	28.0075	23.41
		30.5599	4.57	30.5524	3.90	30.5344	3.86
26.8177	92.81	31.4900	1.57	31.4231	1.97	31.3836	1.47
28.0787	34.04	34.9783	3.47	35.0840	3.91	35.0510	3.67
30.5967	7.04	36.6108	8.00	36.6385	7.07	36.6099	8.10
31.4159	3.09	37.7854	2.53	37.6682	1.89	37.6051	1.65
35.2490	6.69	39.5311	5.49	39.5621	5.81	39.5245	6.46
36.6446	10.61	40.3698	3.42	40.3741	2.52	40.3614	3.22
37.6074	4.17	42.5071	6.03	42.5502	4.97	42.5252	4.93
39.6248	8.51	45.8744	2.58	45.8983	3.20	45.8577	2.60
40.4424	3.75	48.1950	2.09	48.2131	0.89	48.1872	0.83
42.5905	10.86						
45.9391	5.09						
48.3297	1.72						

Keterangan: angka yang dicetak tebal (BOLD) menunjukkan sudut 2θ khas TiO_2

Tabel 4.3 menunjukkan adanya perubahan intensitas bertambah dan berkurangnya intensitas, selain itu ada beberapa sudut 2θ yang hilang pada zeolit setelah penambahan TiO_2 . Berkurangnya intensitas dipengaruhi oleh konsentrasi HNO_3 yang ditambahkan pada nanokomposit yang dihasilkan, terdapat pada $2\theta=25^\circ$ yang menunjukkan puncak khas TiO_2 intensitas tertinggi berada pada konsentrasi HNO_3 0,3 M yaitu 8,40.

Begitu juga pada sudut $2\theta=37^\circ$ dan 48° , konsentrasi HNO_3 0,3 M memiliki intensitas tertinggi jika dibandingkan dengan nanokomposit 0,4 dan 0,5 M. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi HNO_3 0,3 M membentuk gel terbaik sehingga mempengaruhi intensitas dari hasil XRD. Semakin besar konsentrasi HNO_3 yang ditambahkan mempengaruhi polimer Ti-O-Ti menjadi semakin banyak sehingga menutupi pori zeolit mengakibatkan intensitasnya semakin turun.

Hasil data XRD dapat mengetahui ukuran kristal dengan persamaan *Debye Scherrer*, dimana ukuran komposit diperoleh dari Tabel 4.4. Berdasarkan perhitungan ukuran kristal nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang, didapatkan ukuran nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang cenderung memiliki ukuran yang lebih kecil dari pada ukuran zeolit alam Malang sebagai pembanding. Ukuran yang tertera pada Tabel 4.4 tersebut berkisar antara 51-83 nm, ukuran tersebut masih dalam range skala nanometer, menurut Cammarata (2004), nanokomposit didefinisikan sebagai material *multiphase* yang salah satu atau lebih fasenya memiliki ukuran 100 nm atau kurang. Hal ini sesuai dengan penelitian Hartoyo, dkk (2013) bahwa adanya penambahan TiO_2 dalam zeolit alam dapat memperkecil ukuran komposit zeolit.

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

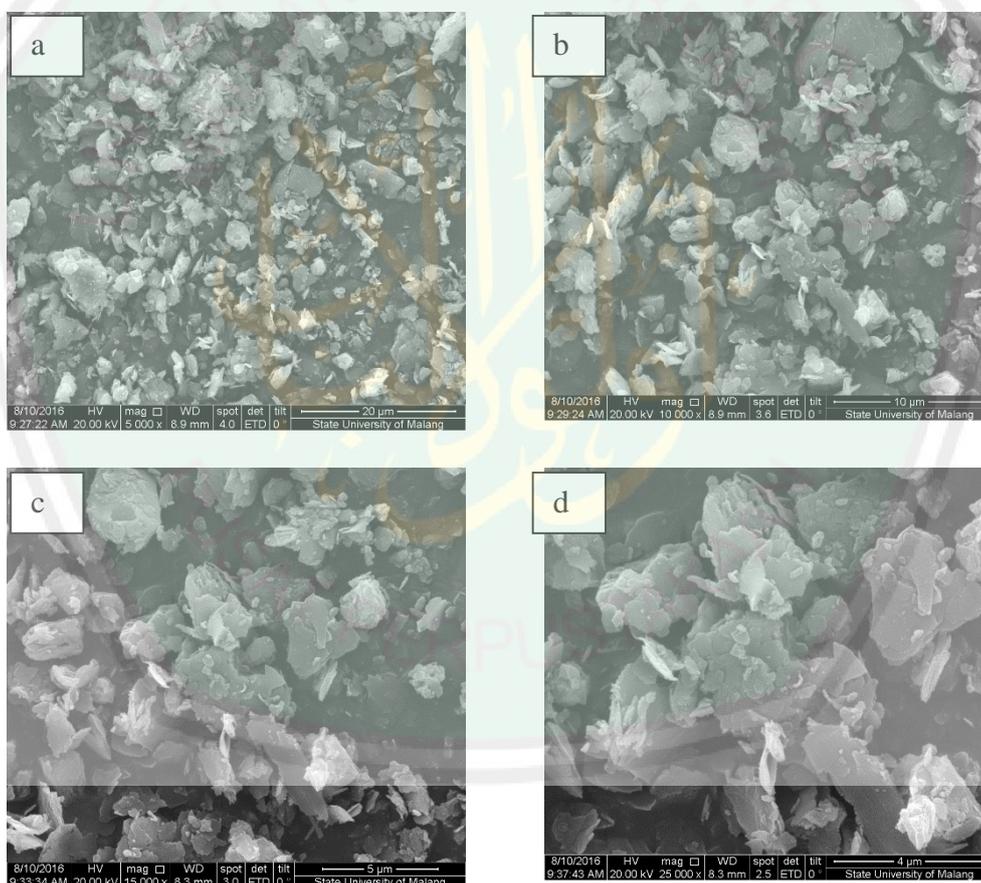
Sampel	2θ (°)	Ukuran kristal (nm)
Zeolit Alam Malang	23,1049	161,6156
	26,7233	100,1517
	28,0787	98,0095
TiO ₂ /zeolit 0,3 M	23,6399	60,6986
	26,6906	61,0567
	28,0319	70,0271
TiO ₂ /zeolit 0,4 M	23,6551	51,6107
	26,7238	83,0512
	28,2804	69,4108
TiO ₂ /zeolit 0,5 M	23,6360	68,7655
	26,6990	69,1825
	28,0075	83,2824

Hasil sintesis dengan variasi konsentrasi HNO₃ menunjukkan ukuran nano yang lebih seragam pada konsentrasi HNO₃ 0,3 M, pembentukan gel mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk dari nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang. Hasil yang diperoleh menunjukkan proses sintesis nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang menggunakan metode sol-gel dengan variasi HNO₃ telah berhasil dilakukan.

4.4 Karakterisasi dengan *Scanning Elektronik Microscopy* (SEM)

Analisis nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan SEM bertujuan untuk melihat morfologi permukaan nanokomposit dengan perbesaran tertentu. Sampel yang dianalisa menggunakan SEM adalah sampel zeolit teraktivasi dan nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan konsentrasi HNO₃ terbaik yaitu 0,3 M. Hasil morfologi dengan menggunakan SEM pada sampel zeolit alam Malang teraktivasi diperlihatkan pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6 menunjukkan morfologi dari sampel nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang konsentrasi HNO₃ 0,3 M.

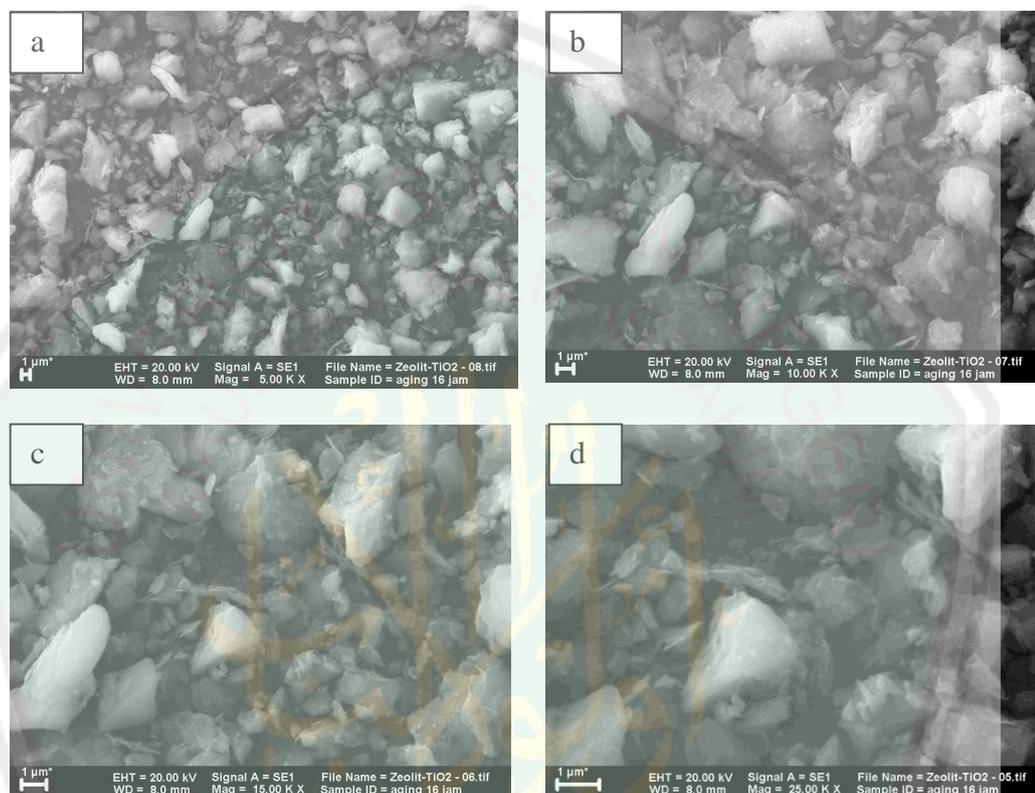
Berdasarkan hasil morfologi pada Gambar 4.5 dengan perbesaran 5.000x, 10.000x, 15.000x dan 25.000x terlihat bentuk dan ukuran kristal tidak teratur karena zeolit alam memiliki struktur campuran. Menurut Wang dan Yuelian, (2010) mineral zeolit memiliki kurang lebih 40 jenis struktur yaitu mordenit, klinoptilolit, kabsit, pilipsit skolesit, dan analsit. Berdasarkan Gambar 4.5 dengan perbesaran 5.000x terlihat permukaan yang renggang atau kosong pada zeolit alam Malang teraktivasi.



Gambar 4.5 Morfologi permukaan sampel zeolit alam Malang teraktivasi perbesaran a) 5.000x b) 10.000x c) 15.000x d) 25.000x

Berdasarkan Gambar 4.6 dibandingkan dengan Gambar 4.5 terlihat perbedaan yang sangat signifikan. Pada Gambar 4.6 terlihat setelah penambahan TiO_2 permukaan nampak lebih rapat dan kristal dari $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ terlihat lebih

teratur dan lebih jelas. Hal ini diperkuat dari Tabel 4.4 ukuran kristal nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang dengan konsentrasi HNO_3 0,3 M memiliki ukuran partikel yang lebih seragam.



Gambar 4.6 Morfologi permukaan nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang variasi konsentrasi HNO_3 0,3 M perbesaran a) 5.000x b) 10.000x c) 15.000x d) 25.000x

Selain itu, untuk memperkuat hasil SEM maka dilakukan karakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui kenaikan kadar logam Ti yang ditambahkan dalam nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang. Hasil karakterisasi dengan XRF dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Hasil XRF zeolit sebelum dan sesudah modifikasi dengan TiO_2

Keterangan	Jumlah Kandungan (%)		
	Si	Al	Ti
Sebelum	55,1	11	2,65
Sesudah	26,8	6,1	46,4

Tabel 4.5 menunjukkan bahwa prosentase Ti yang teremban pada zeolit alam Malang meningkat, dari prosentase sebelum ditambahkan logam Ti sebesar 2,65 % dan setelah ditambahkan TiO_2 sebesar 46,4 %. Hal ini memperkuat hasil karakterisasi pada XRD dan SEM yang menunjukkan bahwa TiO_2 telah terdistribusi pada zeolit alam Malang.

4.6 Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam

Penelitian yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang dengan Variasi Konsentrasi HNO_3 ” merupakan salah satu upaya pemanfaatan sumber daya alam yang berkontribusi terhadap penyelamatan lingkungan yang telah tercemar akibat ulah manusia. Zeolit alam Malang merupakan batuan alam yang memiliki banyak manfaat seperti adsorben, penukar ion, katalis, dll. Namun pemanfaatan zeolit alam sendiri belum dimanfaatkan secara optimal sedangkan di alam sudah tersedia dalam jumlah besar, seperti di Bayah, Malang, Wonosari, dan Bogor.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa zeolit alam Malang yang telah melalui proses aktivasi diharapkan dapat mengurangi pengotor dalam zeolit alam sehingga dapat mengoptimalkan kinerja zeolit alam Malang, untuk mengetahui berkurangnya pengotor dalam zeolit alam Malang maka perlu dilakukan karakterisasi XRF. Penambahan TiO_2 merupakan proses modifikasi yang nantinya akan menambah fungsi zeolit alam Malang, tidak hanya dapat digunakan sebagai adsorben, penukar ion saja namun juga dapat digunakan sebagai fotokatalis karena adanya penambahan material semikonduktor dalam zeolit alam Malang. Proses modifikasi yang dilakukan ini menggunakan metode sol-gel untuk mendapatkan

material komposit berukuran nano, untuk mengetahui hal tersebut maka komposit TiO₂/zeolit alam ini perlu dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan XRF.

Sintesis dan karakterisasi nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi HNO₃ menggunakan metode sol-gel berhasil dilakukan, dan diperoleh komposit berukuran nano yaitu 51-83 nm untuk sampel nanokomposit dengan variasi konsentrasi HNO₃ 0,3; 0,4; dan 0,5 M dan tanpa merusak struktur dari zeolit alam Malang yang memiliki struktur mordenit.

Hal ini diilhami dalam surat al-Hijr ayat 21 sebagaimana berikut:

Artinya :

وَإِنْ مِنْ شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِنُهُ وَمَا نُنزِّلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَعْلُومٍ

“Dan tidak ada sesuatupun melainkan pada sisi Kamilah khazanahnya; dan Kami tidak menurunkannya melainkan dengan ukuran yang tertentu.”

Shihab (2003) menafsirkan bahwa Allah yang memiliki segala sesuatu dan Dia-lah yang memiliki perbendaraan sesuatu yang terdiri atas berbagai macam jenis dan ragamnya. Maka jelaslah bahwa Allah SWT telah menentukan segala ciptaan-Nya berdasarkan ukuran yang telah ditetapkan. Setiap ciptaan pasti memiliki perbedaan antara satu dengan yang lain. Hal tersebut apabila dihubungkan dengan hasil penelitian tentang manfaat penggunaan nanokomposit ini, bahwa material ini memiliki ukuran nano sehingga kemampuan sebagai fotokatalis dan untuk mendegradasi limbah organik, maupun sebagai adsorben cukup optimal dengan ukuran material yang berukuran nano karena luas permukaannya semakin besar dan diharapkan dapat bekerja secara optimal.

Uraian diatas semoga dapat menambah semangat kita untuk mendekati diri kepada Allah SWT, kita mampu melakukan dengan perihal penggalian akan

manfaat dari segala ciptaan Nya. Agar kita mampu menjadi hamba Allah SWT (*Abdullah*) dan menjadi Khalifatullah, wakil Allah di muka bumi ini untuk menjaga dan merawat ciptaan-Nya.

Semakin majunya perindustrian Indonesia saat ini mengakibatkan semakin banyaknya limbah yang diperoleh, khususnya limbah warna dari industri tekstil pada umumnya. Namun saat ini sudah tidak menjadi masalah, karena telah ditemukan solusi terkait penanggulangan limbah warna, yaitu menggunakan nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna dari limbah industri tekstil. Seperti yang tertera dalam surat ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Menurut Shihab (2002) Kata (ظَهَرَ) *zhahara* pada mulanya berarti terjadinya sesuatu di permukaan bumi, sehingga karena di permukaan, maka nampak dan terang serta diketahui. Sedangkan (الْفَسَادُ) *Al-fasad* menurut Al-Ashfahani dalam Shihab (2002) keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit maupun banyak. Ulama kontemporer memahaminya dalam arti kerusakan lingkungan, karena ayat di atas mengaitkan fasad atau kerusakan dengan kata darat dan laut.

Zeolit alam Malang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang yang dapat diaplikasikan sebagai

fotokatalis, absorben, ion exchange, dan fotodegradasi limbah warna, dll. Karena keberadaan zeolit alam yang melimpah ini maka para peneliti memanfaatkan zeolit alam, terutama pada daerah Malang. Hikmah yang dapat diambil yakni zeolit yang melimpah memiliki kandungan mineral yang sangat bermanfaat. Sehingga dapat dimodifikasi dan di aplikasikan untuk fotodegradasi limbah agar air limbah yang digunakan industri dapat kembali lagi ke alam tanpa merusak ekosistem yang ada di alam.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang mengalami penurunan intensitas dengan semakin bertambahnya konsentrasi HNO₃ yang digunakan. Variasi konsentrasi HNO₃ membentuk gel terbaik pada konsentrasi HNO₃ 0,3 M. Hasil XRD menunjukkan puncak khas TiO₂ teramati pada 2θ: 26° dan 48°. Ukuran partikel dari nanokomposit TiO₂/zeolit alam Malang diperoleh ukuran nano yaitu antara 51-83 nm. Hasil karakterisasi SEM distribusi partikel dan morfologi permukaan zeolit alam Malang sebelum sintesis tidak seragam dan setelah disintesis maka distribusi partikel dan morfologi permukaannya lebih rapat dan kristalnya terlihat lebih jelas.

5.2 Saran

Adapun saran yang penulis berikan agar dalam penelitian selanjutnya dapat lebih baik yakni:

1. Perlu dilakukan penelitian lanjut terhadap penggunaan konsentrasi HNO₃ yang lebih kecil dibawah 0,3 M.
2. Perlu dilakukan penelitian lanjut terhadap penambahan variasi konsentrasi dari logam TiO₂.
3. Perlu dilakukan penelitian lanjut tentang variasi zeolit alam Malang sehingga didapatkan zeolit alam Malang berukuran nano yang bersifat eksperimental sehingga lebih optimal dan sesuai kebutuhan.

4. Serta dengan adanya aplikasi dari sintesis dan modifikasi nanokomposit TiO_2 /zeolit alam Malang salah satunya dapat dimanfaatkan pada proses fotodegradasi limbah warna seperti *methylen blue*.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, A. 2007. *Tafsir Ibnu Kastir*. Jakarta: Pustaka Imam As-Syafi'i.
- Abdullah, M. dan Khairurijal. 2008. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*: 2, No.1.
- Aji, S.B dan Anjar. 2009. The Role Of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Additive in Building Ceramic. *Journal of the European Ceramic Society* 26 (2006).
- Al-Jazairi, S.AB.J. 2008. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah Press.
- Al-Qarni, A. 2007. *Tafsir Muyassar*. Jakarta: Qisthi Press.
- Anderson, J.R. 1981. *Catalys Scielnce and Technology First Edition*. Berlin: Spinger Verlag.
- Arryanto, Y., Suwardi, Husaini, T. Affandi, S. Amini, M. Al Jabri, P. Siagian, D. Setyorini, A. Rahman, dan Y. Pujiastuti., 2011. *Zeolit dan Masa Depan Bangsa: Roadmap Revitalisasi Peranan Zeolit Alam Dalam Ketahanan Pangan dan Kedaulatan Bangsa*. Toprint. Yogyakarta.
- Ash-Shiddieqy, T.M.H. 2000. *Tafsir Al-Qur'anul Majid An-Nuur*. Semarang: PT. Pustaka Riski Utama.
- Augustine, R.L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Banon, C. dan Suharto E. 2008. Adsorpsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*. 4 No. 2 Juli 2008.
- Barrer, R.M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. Academic Press Inc. London.
- Beiser, Arthur. 1995. *Concepts of Modern Physics*. 5th ed. New York: McGraw-Hill.
- Beydoun, D., Amal, R., Low, G. Dan McEvoy, S., 1999. *Role of Nanoparticles in Photocatalyst*. J. Nanoparticle Research 1.
- Botianovi, Agie., Presetyo, Anton., Nafsiati, Rini., Kholifah, Susi, Nurul., 2012. *Analisis Permukaan Zeolit Alam Malang yang Mengalami Modifikasi Pori dengan Uji SEM-EDS*. Fakultas Sains dan Teknologi. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Breck, D. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Stucture, Chemistry, Ana Use*. New York: John Wiley Ana Sons.

- Cammarata, R.C., 2004. *Nanocomposites*. Introduction to Nanoscale Science and Technology. 199.
- 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 TiO_2 -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., Wardhani, S., Purwonugroho, D., 2014. Pengaruh Konsentrasi TiO_2 dalam Zeolit Alam terhadap degradasi Methylene Blue secara Fotokatalitik. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Brawijaya. Malang.
- Departemen Agama RI. 2010. *Al-Qur'an dan Tafsirnya (Edisi yang disempurnakan)*. Jakarta: Lentera Abadi.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. New York: Willey and Sons.
- Eli. M., Yasnur. F.A, Istadi. 2006. Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology. *Bulletin of Chemistry Reaction Engginnering & Catalysis*, 1, 26-32.
- Ermawati, Y. 2003. Pengaruh Konsentrasi HCl dan NH_4NO_3 terhadap Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari. *Skripsi*. Tidak Diterbitkan. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNDIP: Semarang.
- Ertan, A., dan Ozkan. 2005. CO_2 dan N_2 Adsorption on The Acid (HCl, HNO_3 , H_2SO_4 , dan H_3PO_4) Treated Zeolites. *Adsorption Journal*.
- Fatimah, I. 2009. Dispersi TiO_2 ke dalam SiO_2 -Montmorillonit: Efek Jenis Prekursor. *Journal Penelitian Saintek*.14. p. 41-58.
- Fatimah, I., Wijaya, K., 2005. *Sintesis TiO_2 /Zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka secara Adsorpsi-Fotodegradasi*. Jurusan Ilmu Kimia. FMIPA. UII. Yogyakarta.
- Fitriani, P., Merissa, S., Iskandar, F., Mukti, RR., Khairurujal., Abdullah, M. 2014. *Sintesis Nanokomposit Fe_2O_4 /Zeolit dengan Metode Pemanasan*

Mocrowave dan Pengujian Sifat Katalitiknya pada Penurunan Viskositas Minyak Berat. Program Studi Kimia. Program Studi Fisika. FMIPA. Institut Teknologi Bandung.

- Gatri, Dinda. 2012. Modifikasi Zeolit Alam dengan Polianilin (PANI) sebagai Adsorben Ion Logam Berat. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Program Studi Kimia. Depok.
- Goldberg, D. E. 2004. *Foundamental of Chemistry*. New York: McGraw Hill Publisher.
- Goldstein. J., Newbury. D. E., Joy. D. C., Lyman. C. E., Echlin. P., Lifshin. E., Sawyer. L. dan Michael. J. R., 1981. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. A textbook for Biologist*. New York. Material Scientist and Biologist.
- Goltardi G and Galli E. 1985. *Natural Zeolites*. New York: Springer Verlag.
- Guritno, Ario. 2012. Sintesis dan Uji Kinerja Katalis Komposit Ag/TiO₂-Zeolit Alam Lampung-Karbon Aktif serta Rekayasa Alat untuk Purifikasi Udara Ruang. *Skripsi*. Fakultas Teknik Kimia Program Studi Teknik Kimia. Depok.
- 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.
- Hediana N. 2011. Sintesis, pencirian, dan uji fotodegradasi nanokomposit sodalit/TiO terhadap zat warna biru metilena. *Skripsi*. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor.
- Hegedus, L. L. 1987. *Catalysts Design Progress and Prespectives*. John Wiley Ana Sons. New York.
- Hung, Y.T., Lo, H.H, Wang, L.K., Taricska, J.R., Li, K.H., 2006. Powdered Activated Carbon Adsorption. *Handbook of Environmental Engineering*. Vol.4: Advanced Physicochemical Treatment Process.
- Husaaan, A. 2000. Penentuan kapasitas dan Jenis Pencerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*.
- Indragini. 2011. Degradasi 4,4'-Dikloro Bifenil dengan Kombinasi Proses Fotokatalis dan Radiasi Gamma Menggunakan Nanokomposit Karbon Aktif-Zeolit Alam-TiO₂. *Tesis*. Fakultas Teknik Program Studi Teknik Kimia: Depok.

- Indrawati, L. 2009. Aktivasi Abu Layang Batubara dan Aplikasinya pada Proses Adsorpsi Ion Logam Cr dalam Limbah Elektroplating. *Tugas Akhir II*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang.
- Irawan, Ade. 2013. Sintesis Zeolit P1 dan Nanokomposit Zeolit P1/TiO₂ dari Abu Terbang Batu Bara dan Sekam Padi serta Uji Kemampuan Adsorpsi dan Fotodegradasinya. *Skripsi*. FMIPA. IPB. Bogor.
- Jasiorski, M., Borak, B., Lukowiak, A., Baszczuk, A., 2008, Active Sol-Gel Materials. P. Innocenzi, Y. L. Zub and V.G. Kessel (Eds.), *Sol-Gel Methods for Materials Processing*. 125-137.
- Kalangit, H. 1995. Pembuatan dan Karakteristik Nikel-Prosiding Seminar Nasional Kimia V Zeolit Sebagai Katalis Dalam Proses Oksidasi Langsung n-Pentana. *Tesis*. FMIPA. UGM. Yogyakarta.
- Khairinal dan Trisunaryanti, W., 2000. *Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari dengan Perlakuan Asam dan Proses Hidrotermal*. Yogyakarta: UGM
- Kismolo, E., Nurimawathy., dan Suryanto, T. 2012. Karakterisasi Kapasitas Tukar kation Zeolit untuk pengolahan Limbah B3 Cair. *Prosiding Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Mineral*.
- Kusumastuti, S. 2010. Efektivitas Zeolit Alam yang Diaktivasi dengan Ammonium Nitrat (NH₄NO₃) untuk menurunkan COD dan BOD Air Limbah Produksi Kertas. *Skripsi*. Semarang: FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Laniwati, M. 1999. *Isomerasi 1-buten Menggunakan Zeolit Alam Malang, Jawa Timur, Sebagai Katalis*. Proc ITB. 31 No: 02.
- Lestari, Mastuti Widi. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO₂ yang Diaplikasikan Pada Proses Degradasi Limbah Fenol*. Jurusan Kimia. Program Studi Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang.
- Lestari, Y. D., 2010. *Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara*. Jurusan Pendidikan Kimia. UNY.
- Mahardiani, L., 2010. *Preparation and Characterisation of Ni/Zelite from Natural Zeolite For Hydrocracking Process*. The 2th International Conference on Chemical Sciences (ICCS-2010).
- Manocha, Satish M. 2003. Porous Carbons. *India: Journal Sadhana*. Vol. 28, parts 1&2. pp. 335-348.
- Meier W.M. 1961. *The Crystal Structur of Mordenit (ptilolite)*, *Zeitschrift fur Kristallographie*, Bd. 115, S 439-449.
- Mutngimaturrohmah, Gunawan, Khabibi,. 2009. Aplikasi Zeolit Alam Terdealuminasi dan Termodifikasi HDTMA sebagai Adsorben Fenol.

Skripsi. Semarang: Lab Analitik, Jurusan Kimia Fakultas MIPA. Universitas Diponegoro.

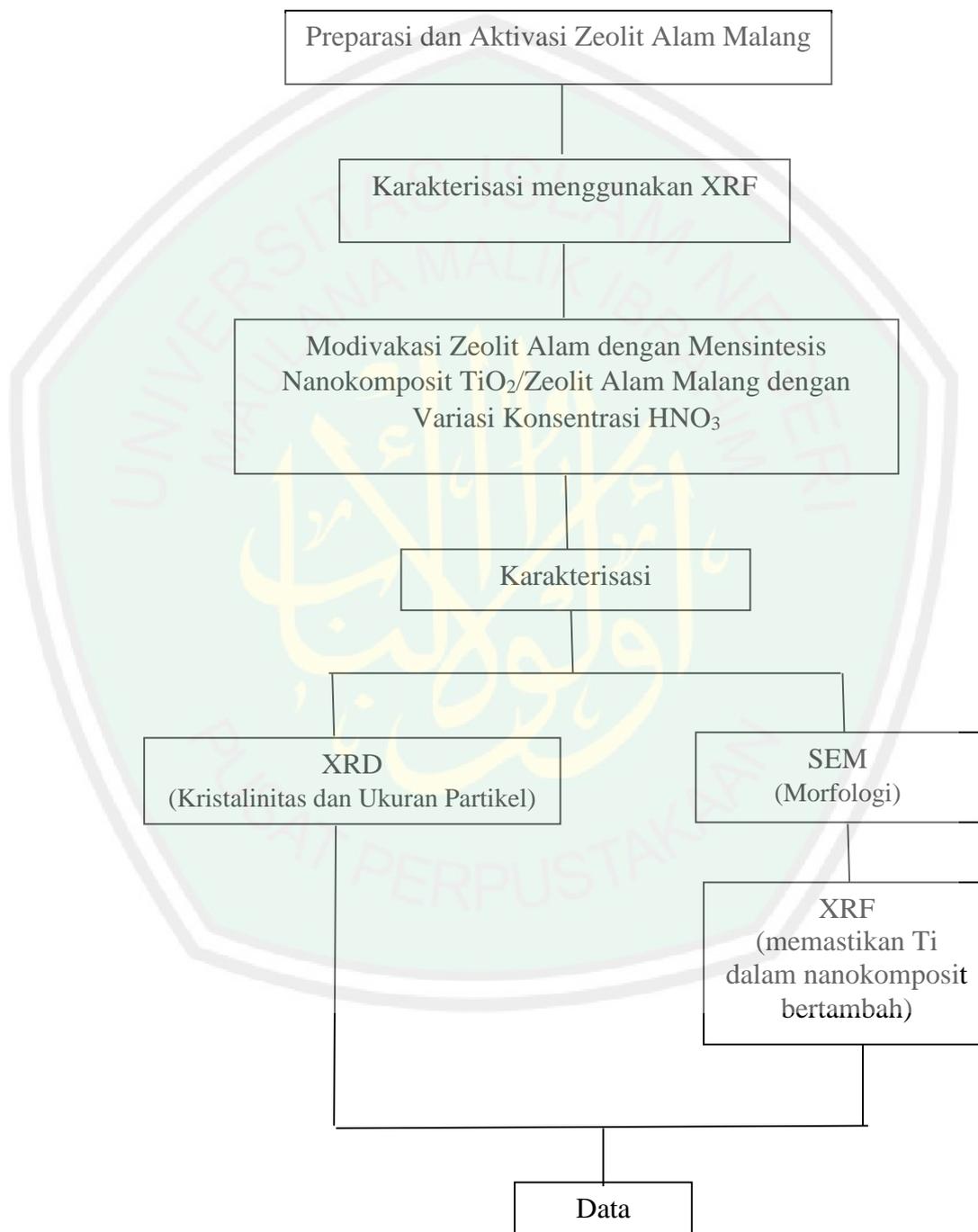
- N. Saksono. 2002. *Analisis Iodat dalam Bumbu Dapur dengan Metode Iodometri dan X-Ray Fluorescence*. Makara Teknologi, 6.
- Nafi, Maula., dan Susanti, Diah. 2013. *Aplikasi Semikonduktor TiO₂ dengan Variasi Temperatur dan Waktu Tahap Kalsinasi sebagai Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) dengan Dye dari Ekstrak Buah Terung Belanda (Solanum Betaceum)*. Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri. ITS.
- Paveena, S.M., A.Z. Aris dan M. Radojevic. 2010. *Heavy Metals Dynamics Ana Source Ni Intertidal Mangrove Sediment of Sabah, Borneo Island*. Environment Asia 3.
- PPTM. 1990. *Bahan Galian Industri*. Bandung: PPTM.
- Priatna, K., Suharto, S., dan Syariffudin, A. 1985. Prospek Pemakaian Zeolit Bayah sebagai Penyerap NH⁴⁺ dalam Air Limbah. *Laporan Teknik Pengembangan*. 69. PPTM. Bandung.
- Rodiansono, 2005. Aktivasi Katalis Ni-Mo/Zeolit dan Ni-Mo/Zeolit-Nb205 untuk Reaksi Hidrorengkah Sampah Plastik PP Menjadi Fraksi Bensin. *Tesis*. FMIPA. UGM. Yogyakarta.
- Rodiansono, Irawan, C., dan Mujiyanti, D.R. 2009. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni, Co yang Diembankan Pada Zeolit-ZCP-50 Menggunakan Metode Matrik Polimer. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*.
- Rosdiana, T. 2006. Pencirian dan Uji Aktivitas Katalitik Zeolit Alam Teraktivasi. *Skripsi*. Bogor: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Ruthven, D.M., 2008. *Fundamental of Adsorption Equilibrium and Kinetics in Microporous Solids*. Molecular Sievers 7.
- Septina, W., Fajarisandi, M., Aditia. 2007. Pembuatan Protopin Solar Cell Murah dengan Bahan Organik-organik (dye sensitized solarcell). *Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi*. Penghargaan PT.Rekayasa Industri.
- Setiadi dan Pertiwi, A., 2007. *Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Konversi Senyawa ABE menjadi Hidrokarbon*. Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS. 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.

- Shihab, M. Q. 2002. Tafsir Al-Mishbah: Pesan Kesan dan Keserasian Al-Qur'an. *11. Buku*. Jakarta: Lentera Hati.
- Silvia, T., 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Ni²⁺-ZnO Berbasis Zeolit Alam*. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok.
- Siswodiharjo. 2006. Reaksi Hidrogrenkah Katalis Ni/Zeolit, Mo/Zeolit, NiMo/Zeolit terhadap Parafin. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Skoog, D. A., West, D. M., 1980. *Principles of Instrumental Analysis*, 2nd Edition. New York: John Willey-VCH.
- Slamet, Elyana, M., Bismo, S., 2008. *Modifikasi Zeolit Alam Lampung dengan Fotokatalis TiO₂ melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Fenol*. Departemen Teknik Kimia. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok.
- Slamet, Indragini. 2014. *Sintesis Nanokomposit Karbon Aktif-Zeolit Alam-TiO₂*. Departemen Teknik Kimia. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok.
- 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.
- Suharto, T. E., Irfan G., dan Agus S., 2007. Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Bifungsional dari Zeolit Alam. *Jurnal Gradien*. 3 No. 2 Juli 2007: 267-272.
- Sukanto dan Husaini. 1991. Buletin Pusat Pengembangan Teknologi Mterial (PPTM). Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit Indonesia. Bandung.
- Suminta, S. 2005. Penghalusan Struktur Sangkar Kristal Mordenit dan Clinoptilolite Alam dengan Metode Rietveld. *J. Zeolit Indonesia*. 4, 78-85.
- Sutarti, M., dan Rachmawati, M., 1994. Zeolit Tinjauan Literatur. *Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah*. Jakarta: LIPI.
- Svehla. G. 1990. Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Ke 5 Bagian I. *Buku Teks*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Tomovska, R., Marinkovski, M., Frajgar, R. 2007. Current State of Nanostructured TiO₂-Based Catalysts: Preparation Methods, nanotechnology-Toxicological Issues and Environmental Safety, Simeonova et.al.(Eds), 207-229.
- Treacy, M. M. J. dan Hinggings J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. The Structure Commision of The International Zeolite Association Fourth Revised Edition. Elsevier.

- Trisunaryanti, W. 2009. Zeolit Alam Indonesia Sebagai Adsorben dan Katalis dalam Mengatasi Masalah Lingkungan dan Krisis Energi. *Pidato Pengukuran Jabatan Guru Besar dalam Ilmu Kimia. Pidato Pengukuran Jabatan Guru Besar dalam Ilmu Kimia*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Trisunaryanti, W., 1996. Characterization and Modification of Indonesian Natural Zeolites and Their Properties for Hydrocracking of Parafin. *Skiyu Gakkaishi*. 39 (1), 20-25.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., Sudiono, S. 2005. *Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam*. *Jurnal Teknoin*. 10 No. 4: 269 -282.
- Widayat, Satriadi. H., Roesyadi. A., dan Rachimoellah.H. M., 2005. *Studi Pengaruh Pembuatan dan Sumber Bahan Baku pada Proses Produksi Katalis dari Zeolit Alam*. Jurusan Teknik Kimia. Universitas Dipenogoro Semarang.
- Widodo, S., 2010. *Teknologi Sol Gel pada pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas*. PPET-LIPI. Bandung.
- Wustoni, Shofarul., Mukti, R.R., Wahyudi, Agus., dan Ismunandar. 2011. *Sintesis Zeolit Mordenit dengan Batuan Mineral Alam Indonesia*. *Jurnal Matematika & Sains*,. 16 Nomor 3.
- Yetrial, Rilda., Syukri, Arief., Abdi, Dhamar., dan Admin., Alif. 2010. *Modifikasi dan Karakterisasi Titania (M-TiO₂) dengan Doping Ion Logam Transisi Feni dan Cuni*. Jurusan Kimia. Fakultas MIPA. Universitas Andalas. Padang.
- Yudi, Ahmad. 2011. Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Ban Bekas dengan NaCl sebagai Bahan Pengaktif pada Temperatur Aktivasi Fisika 600°C dan 650°C. *Skripsi*. Jurusan Kimia UIN Malang.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Kerangka Penelitian

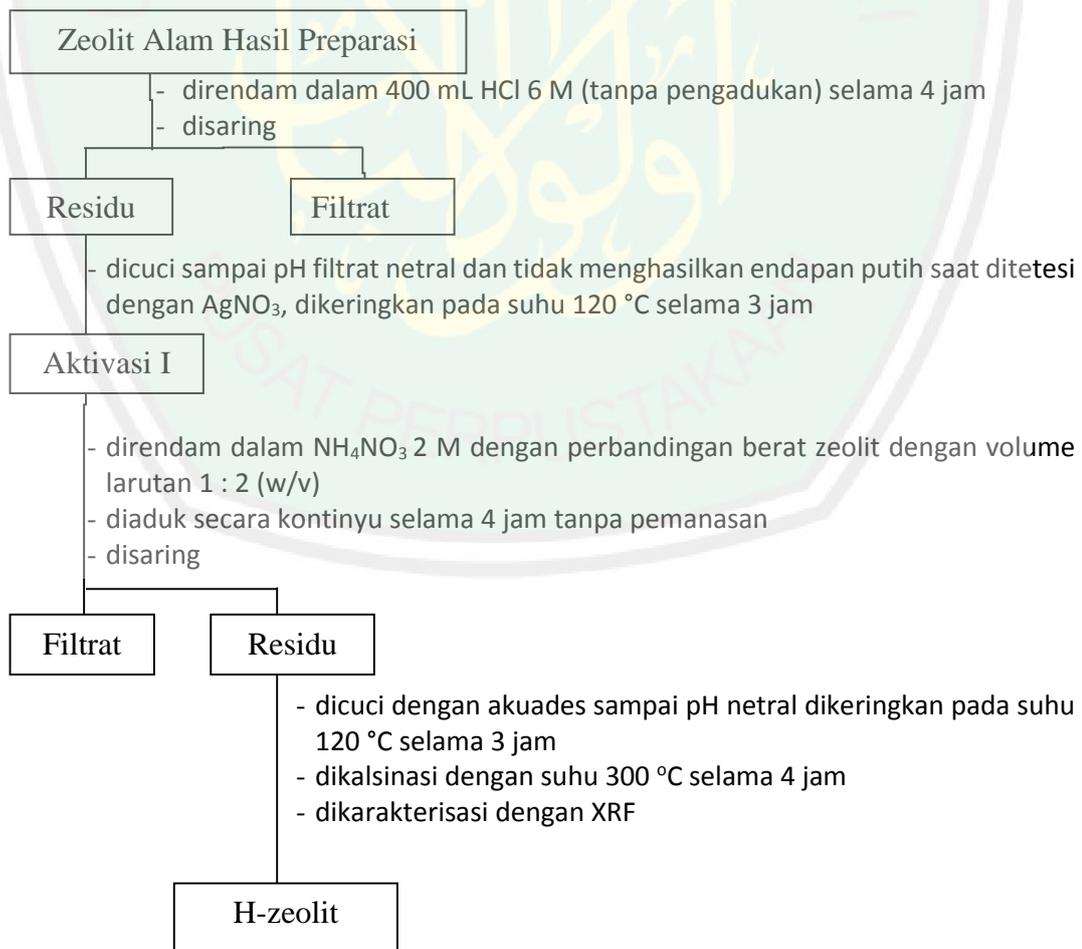


Lampiran 2. Diagram Alir

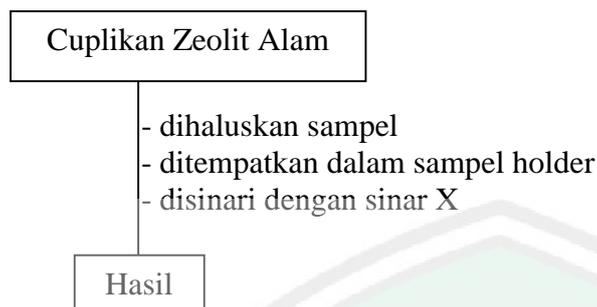
1. Preparasi sampel



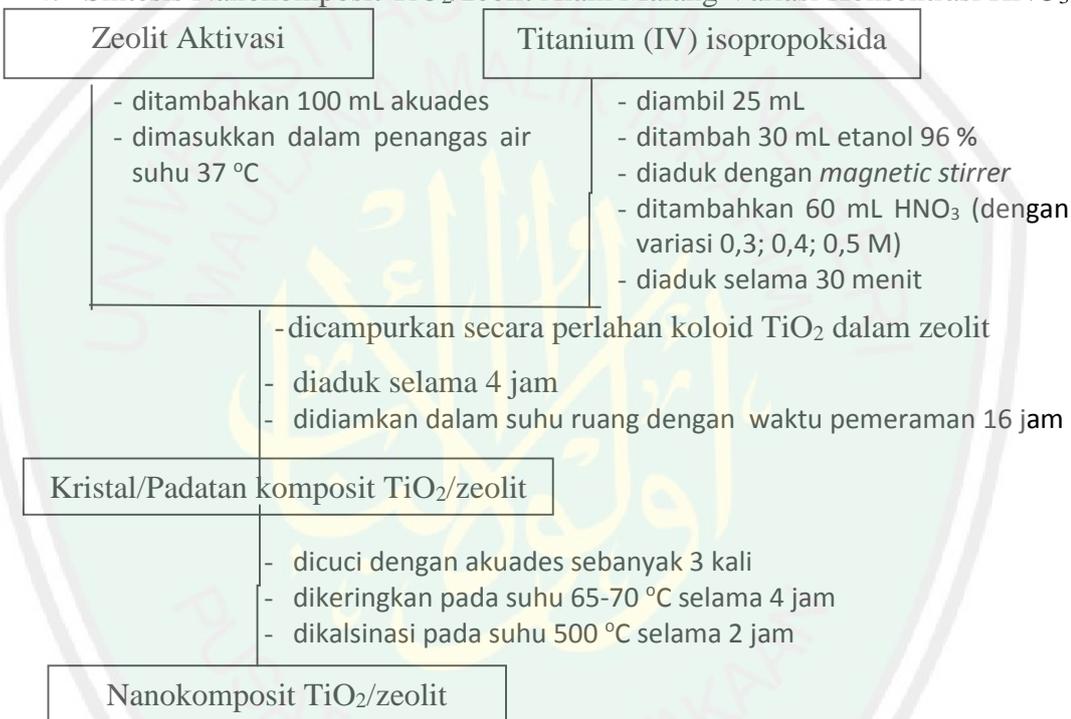
2. Aktivasi zeolit



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

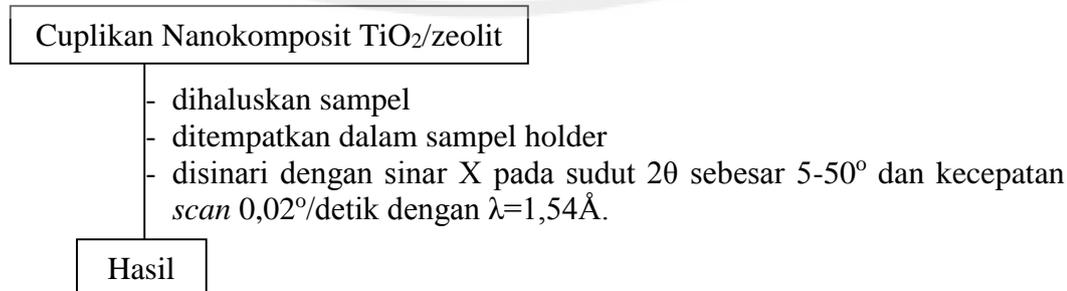


4. Sintesis Nanokomposit TiO₂/zeolit Alam Malang Variasi Konsentrasi HNO₃



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. Perhitungan Pembuatan Larutan

1. Pembuat larutan ammonium nitrat 2 M (NH_4NO_3) 100 mL

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

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

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

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

$$\text{Mol} = \frac{m}{Mr}$$

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

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

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

Keterangan :

M : Konsentrasi NH_4NO_3 yang akan dibuat

n : mol larutan NH_4NO_3

keterangan :

V : volume NH_4NO_3 yang akan dibuat (100 mL)

m : berat NH_4NO_3 yang ditimbang

Mr : berat jenis 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. Pembuatan Variasi Larutan HNO_3 0,3; 0,4; 0,5 M

a. Pembuatan larutan asam nitrat 0,3 M (HNO_3) 100 mL dari asam nitrat 64% (HNO_3)

$$M = \frac{\rho \times \% \times 10}{Mr}$$

$$= \frac{1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 37 \% \times 10}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$= 12,69 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,69 \text{ M} \times V_1 = 0,3 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,3 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{12,69 \text{ M}}$$

$$V_1 = 2,364 \text{ mL}$$

Keterangan :

Keterangan :

M : konsentrasi HNO_3

ρ HNO_3 : 1,25 g/mL

Mr HCl : 63 g/mol

% HNO_3 : 64 %

M_2 : konsentrasi HNO_3 12,69 M

V_1 : volume HNO_2 64% yang akan dipipet

V_2 : volume HCl 0,3 M

Dimasukkan \pm 20 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian, HNO_3 64 % dipipet sebanyak 2,75 mL (atau 2,8 mL) dengan pipet ukur dan dimasukkan dalam labu ukur tersebut. Selanjutnya ditandabatkan dan dihomogenkan.

- b. Pembuatan larutan asam nitrat 0,4 M (HNO₃) 100 mL dari asam nitrat 64% (HNO₃)

Menghitung volume HNO₃ 64%

$$M = \frac{\rho \times \% \times 10}{Mr}$$

$$= \frac{1,19 \frac{g}{mL} \times 37 \% \times 10}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$= 12,69 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,69 \text{ M} \times V_1 = 0,4 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,4 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{12,69 \text{ M}}$$

$$V_1 = 3,15 \text{ mL}$$

Keterangan :

M : konsentrasi HNO₃
 ρ HNO₃ : 1,25 g/mL
 Mr HCl : 63 g/mol
 % HNO₃ : 64 %

Keterangan :

M₂ : konsentrasi HNO₃ 0,35M
 V₁ : volume HNO₃ 64% yang akan dipipet
 V₂ : volume HNO₃ 0,3 M yang akan dibuat

Dimasukkan ± 20 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian, HNO₃ 64 % dipipet sebanyak 3,15 mL (atau 2,8 mL) dengan pipet ukur dan dimasukkan dalam labu ukur tersebut. Selanjutnya ditandabatkan dan dihomogenkan.

- c. Pembuatan larutan asam nitrat 0,5 M (HNO₃) 100 mL dari asam nitrat 64% (HNO₃)

$$M = \frac{\rho \times \% \times 10}{Mr}$$

$$= \frac{1,19 \frac{g}{mL} \times 37 \% \times 10}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$= 12,69 \text{ M}$$

Menghitung volume HNO₃ 64%

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,69 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{12,69 \text{ M}}$$

$$V_1 = 3,94 \text{ mL}$$

Keterangan :

M : konsentrasi HNO₃
 ρ HNO₃ : 1,25 g/mL
 Mr HCl : 63 g/mol
 % HNO₃ : 64 %

Keterangan :

M₂ : konsentrasi HNO₃ 0,35M
 V₁ : volume HNO₃ 64% yang akan dipipet
 V₂ : volume HNO₃ 0,3 M yang akan dibuat

Dimasukkan ± 20 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian, HNO_3 64 % dipipet sebanyak 3,94 mL (atau 2,8 mL) dengan pipet ukur dan dimasukkan dalam labu ukur tersebut. Selanjutnya ditandabatkan dan dihomogenkan.

3. Menghitung perbandingan zeolit dan sol TiO_2 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 TiO_2 /zeolit, yaitu sebesar 20,294 gram yang dilarutkan dengan 100 mL akuades.

4. Menghitung pembuatan larutan HCl 6 M

$$\begin{aligned} M &= \frac{\rho \times \% \times 10}{Mr} \\ &= \frac{1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 37 \% \times 10}{36,5 \text{ g/mol}} \\ &= 12,06 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 V_2 \\ 12,06 \text{ M} \times V_1 &= 6 \text{ M} \times 500 \text{ mL} \\ V_1 &= 248,75 \text{ mL} \\ V_1 &= 250 \text{ mL} \end{aligned}$$

Keterangan :

Keterangan :

M : konsentrasi HCl

ρ HCl p.a : 1,19 g/mL

Mr HCl : 36,5 g/mol

M_2 : konsentrasi HCl 6 M

V_1 : volume HCl 37% yang akan dipipet

V_2 : volume HCl 6 M yang akan dibuat

Lampiran 4. Perhitungan Hasil dan Analisis Data

1. Menghitung Ukuran Partikel

Persamaan Debye-Scherrer

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta)$$

D = Ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (101)

1. Zeolit Alam Malang

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (1) = 23,1049^\circ$$

$$\theta = 11,5524^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9797$$

$$\text{FWHM} = 0,0502$$

$$\beta = \frac{0,0502}{180} \times 3.14 = 0,0008757$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0008757 \times 0,9797}$$

$$= 161,6156 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (2) = 26,7233^\circ$$

$$\theta = 13,3616^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9729$$

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

$$\beta = \frac{0,0816}{180} \times 3.14 = 0,001423$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,001423 \times 0,9729}$$

$$= 100,1517 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (3) = 28,0787^\circ$$

$$\theta = 14,0393^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9701$$

2. Nanokomposit HNO₃ 0,3 M

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (1) = 23,6399^\circ$$

$$\theta = 11,8199^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9787$$

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

$$\beta = \frac{0,1338}{180} \times 3.14 = 0,002334$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002334 \times 0,9787}$$

$$= 60,6986 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (2) = 26,6906^\circ$$

$$\theta = 13,3453^\circ$$

$$\cos \theta = 0,97299$$

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

$$\beta = \frac{0,1338}{180} \times 3.14 = 0,002334$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002334 \times 0,97299}$$

$$= 61,0567 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (3) = 28,0319^\circ$$

$$\theta = 14,0159^\circ$$

$$\cos \theta = 0,97022$$

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

$$\beta = \frac{0,0836}{180} \times 3.14 = 0,0014583$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0014583 \times 0,9701}$$

$$= 98,0095 \text{ nm}$$

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

$$\beta = \frac{0,1171}{180} \times 3.14 = 0,002042$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002042 \times 0,97022}$$

$$= 70,0271 \text{ nm}$$

3. Nanokomposit HNO₃ 0,4 M

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (1) = 23,6551^\circ$$

$$\theta = 11,8275^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9787$$

$$\text{FWHM} = 0,1574$$

$$\beta = \frac{0,1574}{180} \times 3.14 = 0,002745$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002745 \times 0,9787}$$

$$= 51,6107 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (2) = 26,7238^\circ$$

$$\theta = 13,3619^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9729$$

$$\text{FWHM} = 0,0984$$

$$\beta = \frac{0,0984}{180} \times 3.14 = 0,001716$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,001716 \times 0,9729}$$

$$= 83,0512 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (3) = 28,2804^\circ$$

$$\theta = 14,1402^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9697$$

$$\text{FWHM} = 0,1181$$

4. Nanokomposit HNO₃ 0,5 M

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (1) = 23,6360^\circ$$

$$\theta = 11,818^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9788$$

$$\text{FWHM} = 0,1181$$

$$\beta = \frac{0,1181}{180} \times 3.14 = 0,002060$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002060 \times 0,9788}$$

$$= 68,7655 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (2) = 26,6990^\circ$$

$$\theta = 13,3495^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9729$$

$$\text{FWHM} = 0,1181$$

$$\beta = \frac{0,1181}{180} \times 3.14 = 0,002060$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002060 \times 0,9729}$$

$$= 69,1825 \text{ nm}$$

$$\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$$

$$2\theta^\circ (3) = 28,0075^\circ$$

$$\theta = 14,0037^\circ$$

$$\cos \theta = 0,9702$$

$$\text{FWHM} = 0,0984$$

$$\beta = \frac{0,1181}{180} \times 3.14 = 0,00206$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00206 \times 0,9697}$$
$$= 69,4108 \text{ nm}$$

$$\beta = \frac{0,0984}{180} \times 3.14 = 0,001716$$

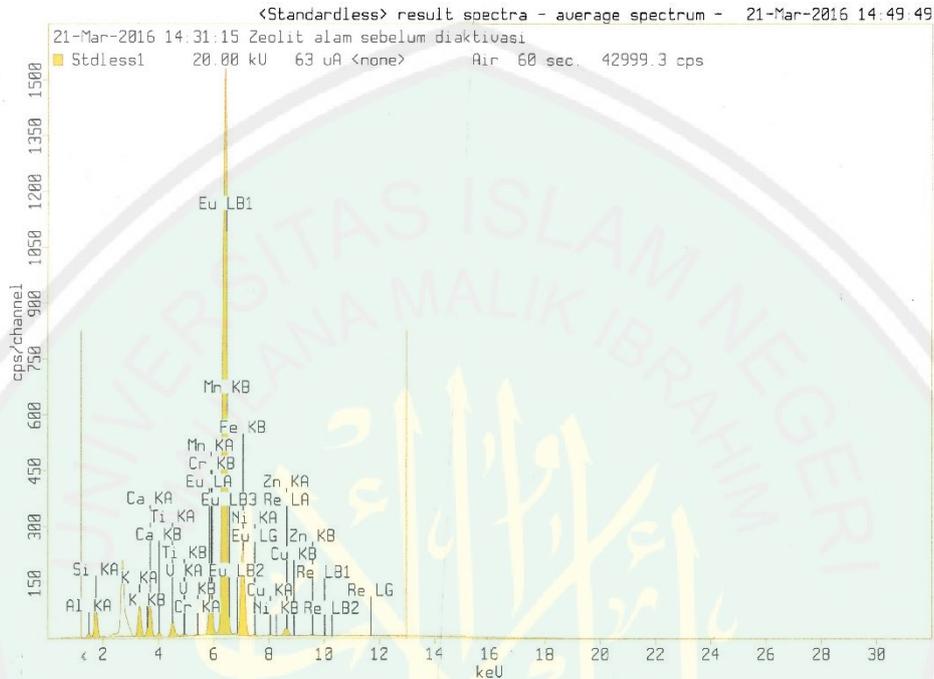
$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,001716 \times 0,9702}$$
$$= 83,2824 \text{ nm}$$



Lampiran 5. Data Hasil Karakterisasi

1. Hasil karakterisasi XRF

a. Zeolit Alam Malang 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 Malang Setelah Aktivasi

13-Apr-2016 08:35:05

Sample results - Averages

Page 1

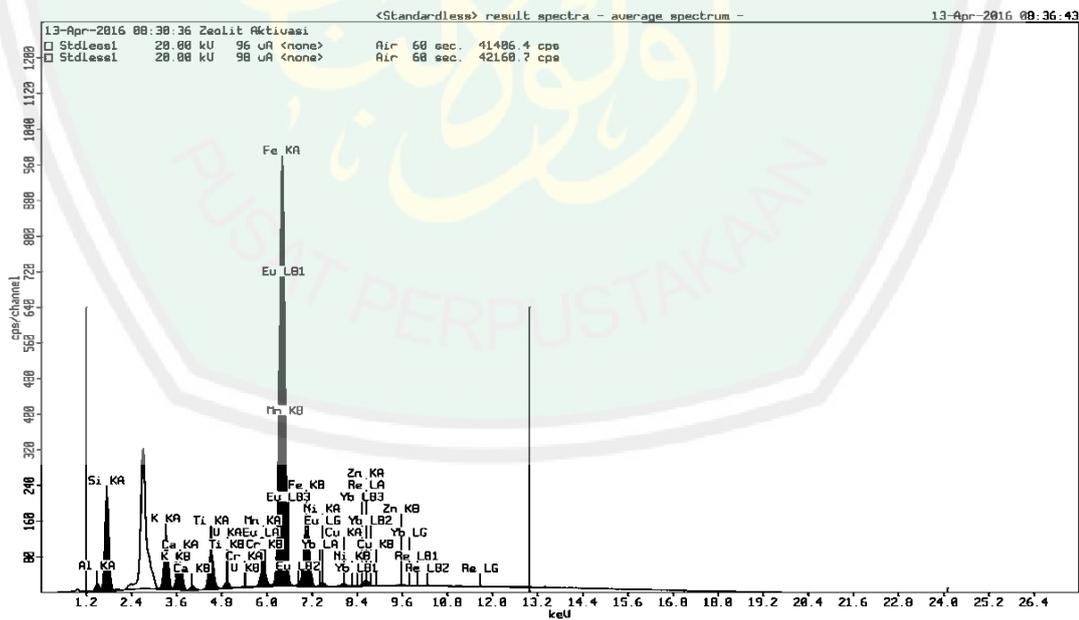
Sample ident
Zeolit Aktivasi

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 Malang Konsentrasi HNO₃ 0,3 M

15-Nov-2016 08:45:15

Sample results - Averages

Page 1

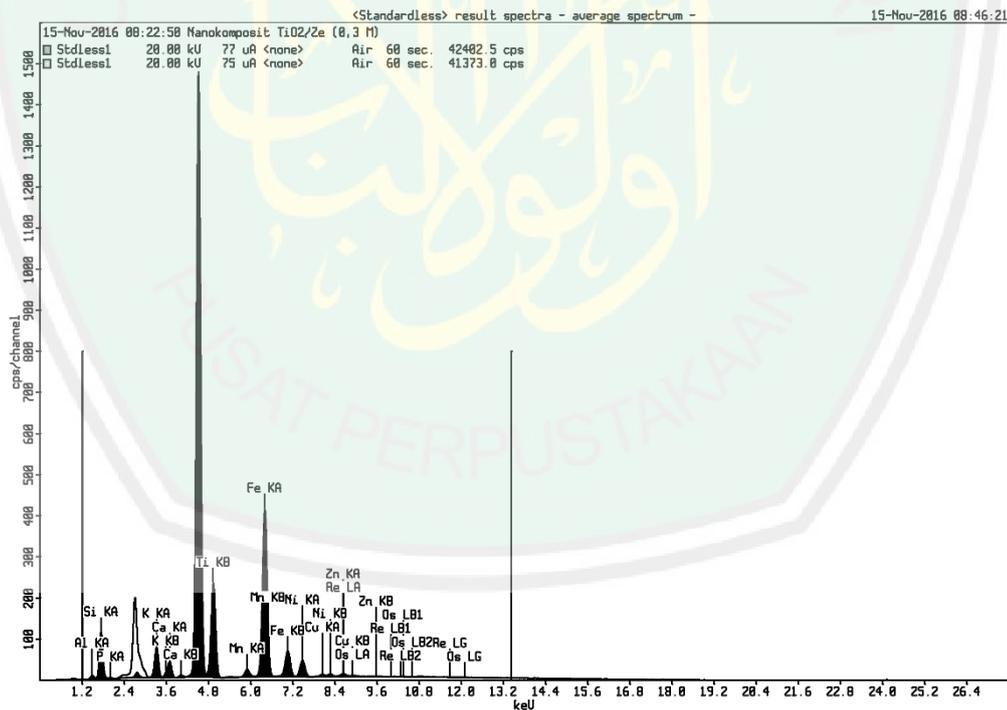
Sample ident	
Nanokomposit TiO ₂ /Ze (0,3 M)	

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	15-Nov-2016 07:35:50
Measurement period - end	15-Nov-2016 08:22:50
Position	1

Compound	Al	Si	K	P	Ca	Ti
Conc	6.1 +/- 0.2	26.8 +/- 0.3	3.56 +/- 0.0098	0.32 +/- 0.02	1.47 +/- 0.01	46.4 +/- 0.2
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Re
Conc	0.63 +/- 0.01	12.9 +/- 0.1	1.26 +/- 0.02	0.17 +/- 0.005	0.23 +/- 0.001	0.05 +/- 0.008
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Os
Conc	0.27 +/- 0.03
Unit	%



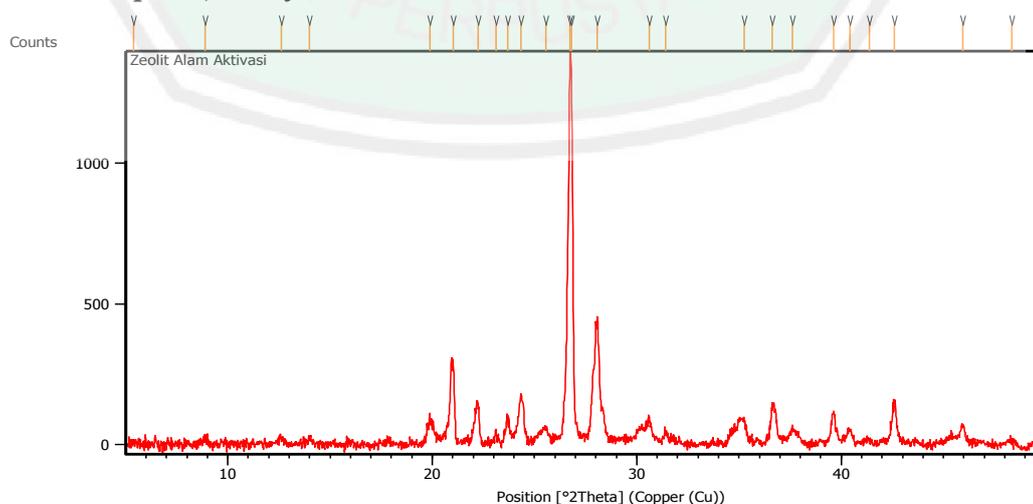
2. Karakterisasi XRD

Measurement Conditions:

Measurement Date / Time	5/19/2016 7:17:00 AM
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

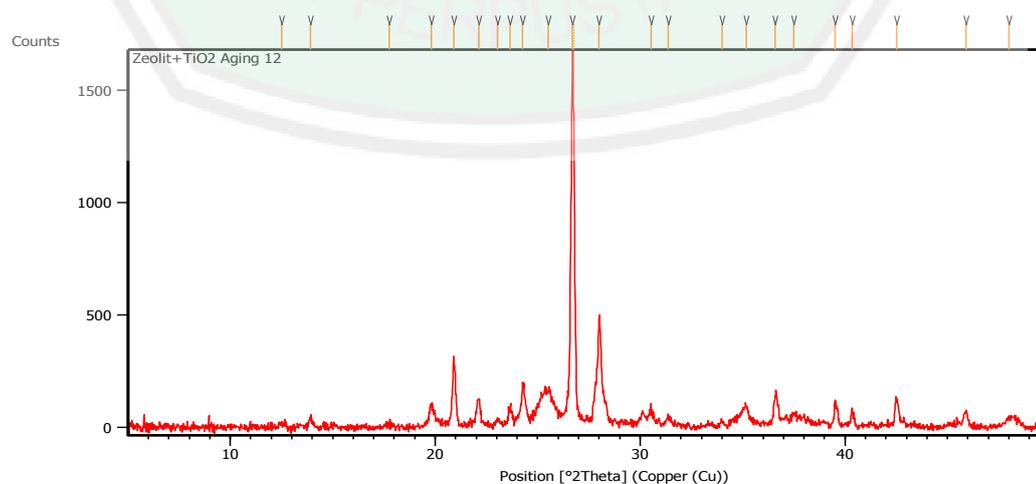
Main Graphics, Analyze View:



Peak List:

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	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 $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ Alam Malang Konsentrasi HNO_3 0,3 M

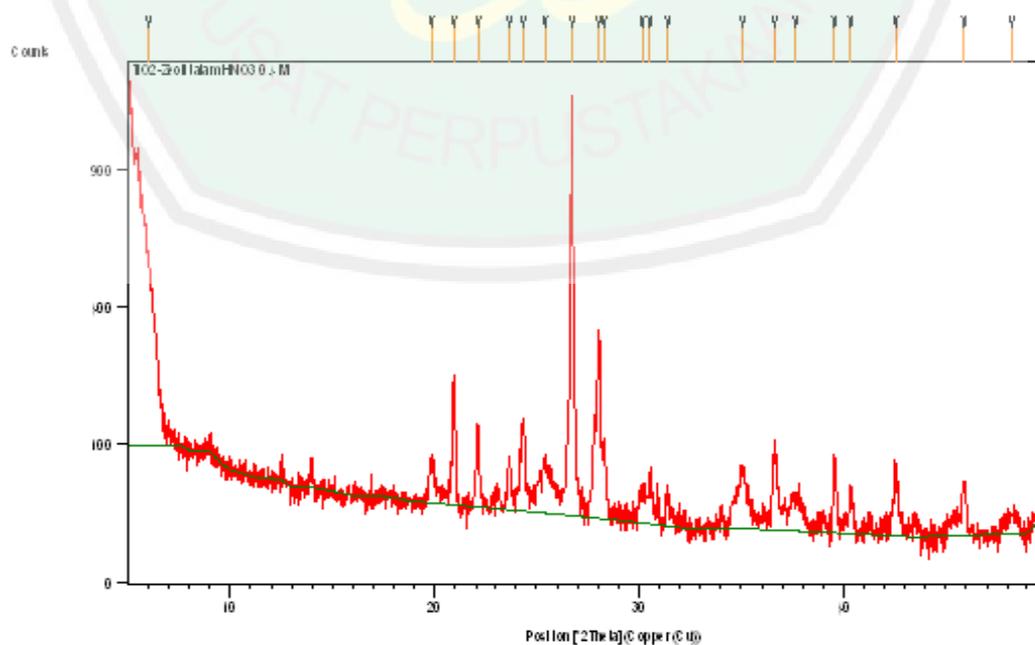
Main Graphics, Analyze View:

Peak List:

Pos. [°2 θ .]	Height [cts]	FWHM Left [°2 θ .]	d-spacing [Å]	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 TiO₂/Zeolit Alam Malang Konsentrasi HNO₃ 0,4 M

Main Graphics, Analyze View:

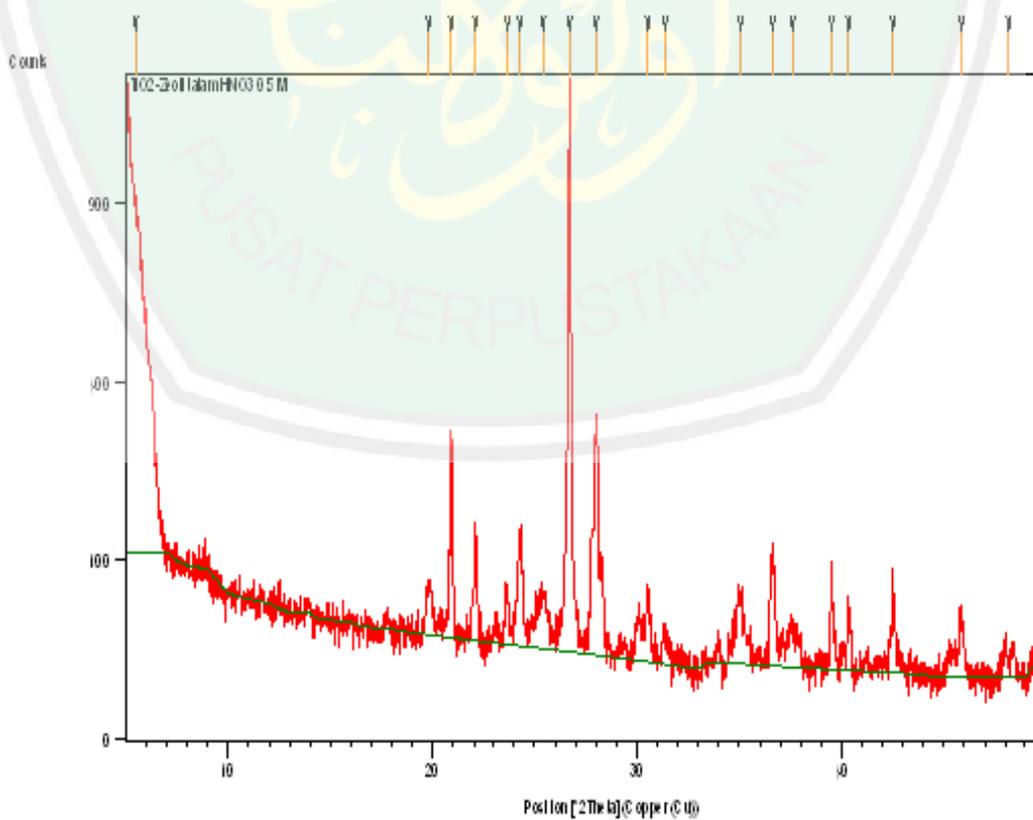


Peak List

Pos. [°2 θ .]	Height [cts]	FWHM [°2 θ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.9895	461.14	0.6298	14.75630	37.81
19.8513	52.22	0.1574	4.47257	4.28
20.9448	194.28	0.1181	4.24146	15.93
22.1244	99.78	0.1378	4.01793	8.18
23.6551	54.02	0.1574	3.76128	4.43
24.3245	107.28	0.1968	3.65926	8.80
25.4150	53.44	0.3149	3.50468	4.38
26.7238	1219.58	0.0984	3.33593	100.00
28.2804	87.45	0.1181	3.15576	7.17
28.0347	315.08	0.0787	3.18286	25.83
30.1677	25.46	0.3149	2.96250	2.09
30.5524	47.52	0.1181	2.92606	3.90
31.4231	23.97	0.2362	2.84694	1.97
35.0840	47.73	0.2362	2.55781	3.91
36.6385	86.17	0.1968	2.45278	7.07
37.6682	23.01	0.4723	2.38807	1.89
39.5621	70.89	0.1181	2.27800	5.81
40.3741	30.77	0.1968	2.23404	2.52
42.5502	60.66	0.1968	2.12469	4.97
45.8983	39.05	0.1968	1.97720	3.20
48.2131	10.91	0.7680	1.88598	0.89

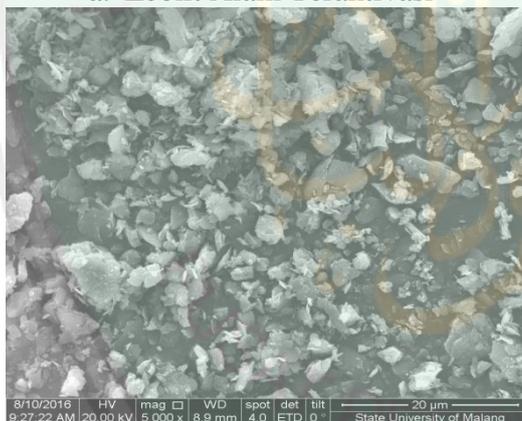
d. Nanokomposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang Konsentrasi HNO_3 0,5 M

Main Graphics, Analyze View:

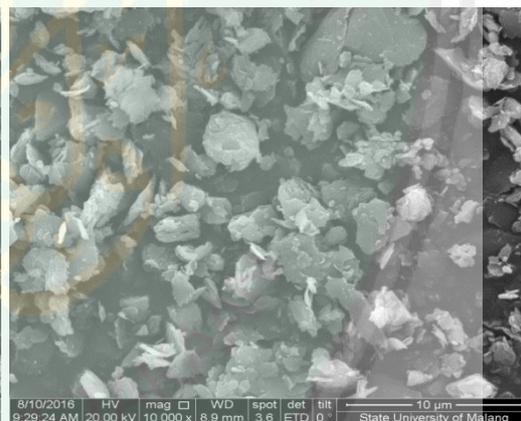


Peak List

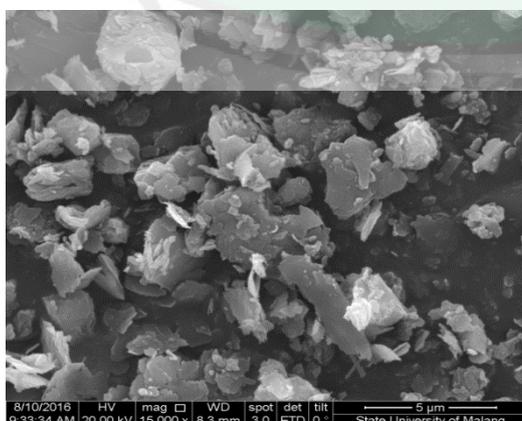
Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.4613	809.87	0.9446	16.18214	62.28
19.8191	40.04	0.3149	4.47975	3.08
20.9230	261.70	0.0787	4.24583	20.12
22.0958	118.78	0.0984	4.02305	9.13
23.6360	43.61	0.1181	3.76428	3.35
24.2803	114.19	0.1968	3.66583	8.78
25.4064	40.04	0.4723	3.50584	3.08
26.6990	1300.47	0.1181	3.33897	100.00
28.0075	304.43	0.0984	3.18589	23.41
30.5344	50.14	0.1574	2.92775	3.86
31.3836	19.15	0.2362	2.85044	1.47
35.0510	47.69	0.2362	2.56014	3.67
36.6099	105.33	0.1378	2.45463	8.10
37.6051	21.49	0.4723	2.39193	1.65
39.5245	84.07	0.0590	2.28009	6.46
40.3614	41.87	0.1574	2.23472	3.22
42.5252	64.12	0.1574	2.12589	4.93
45.8577	33.81	0.2362	1.97885	2.60
48.1872	10.78	0.7680	1.88693	0.83

3. Karakterisasi SEM**a. Zeolit Alam Teraktivasi**

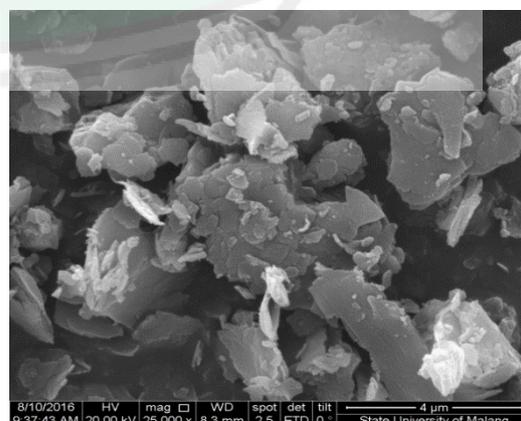
Perbesaran 5.000x



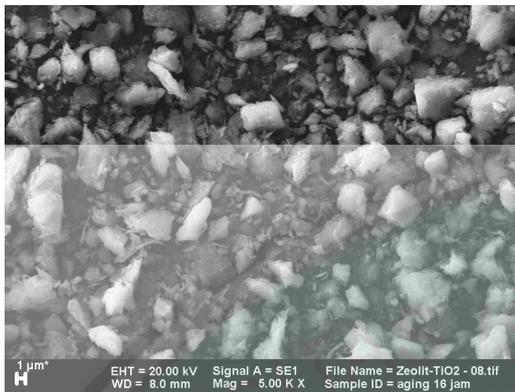
Perbesaran 10.000x



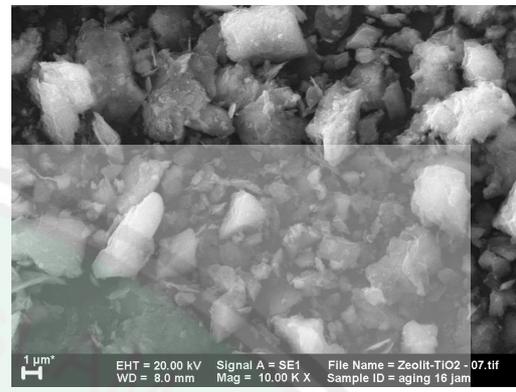
Perbesaran 15.000x



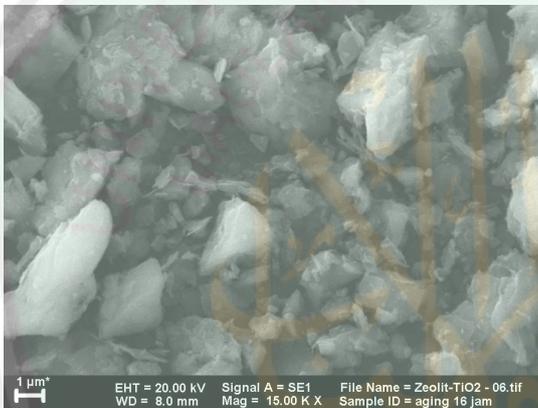
Perbesaran 25.000x

b. Nanokomposit TiO₂/zeolit Alam Malang Konsentrasi HNO₃ 0,3 M

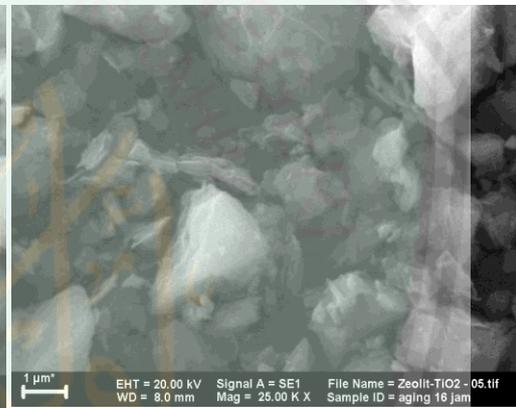
Perbesaran 5.000x



Perbesaran 10.000x



Perbesaran 15.000x



Perbesaran 25.000x

Lampiran 6 : Data Standart

1. Standart Zeolit Mordenit

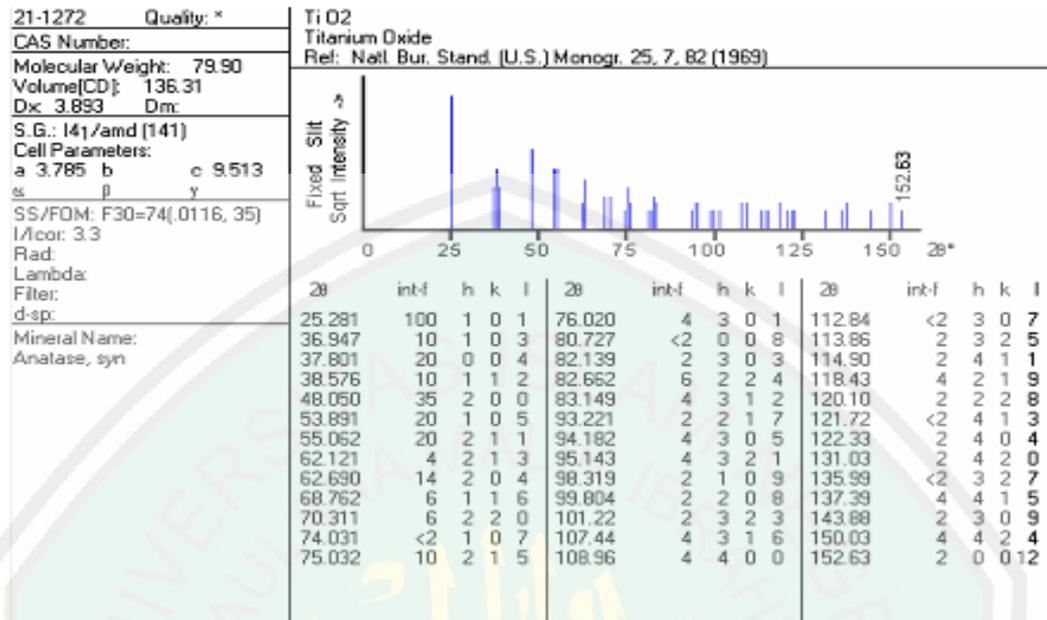
CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{24}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_96]$
Challis, Idaho, U.S.A.

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_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</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	2.160	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	56.4	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	6.564	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	35.61	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	3.880	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	36.86	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	27.87	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	27.87	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	28.68	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

Zeolitalam Malang



Perendaman zeolit dalam HCl 6 M



Penyaringan zeolit alam

Perendaman zeolit dalam NH_4NO_3
2 M

Pengeringan zeolit setelah aktivasi



Titanium isopropoksida



koloid Titanium



Pencampuran suspensi zeolit dengan koloid titanium



Padatan TiO_2 /zeolit alam



Padatan TiO_2 /zeolit alam setelah dikalsinasi $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam

Perbedaan sol TiO_2 dengan variasi HNO_3 Sol TiO_2 dengan konsentrasi HNO_3
0,3 MSol TiO_2 dengan konsentrasi HNO_3
0,4 MSol TiO_2 dengan konsentrasi HNO_3 0,5 M

ACKNOWLEDGEMENT

I am Rizqiatul Mahmudah, begin to write this thesis by reciting *bismillahirrahmanirrahim*, and finish it by reciting *alhamdulillahirabbil'amin*. My small work entitled "SYNTHESIS AND CHARACTERISATION OF NANOCOMPOSITES TiO₂/ZEOLITE NATURE OF MALANG WITH VARIATION CONCENTRATION HNO₃", I dedicate this thesis to some special people in my life:

My parents, my Umi, Cucu Jubaedah and Abi, Moch. Ridwan Zen. The biggest thank you I give to You both, thanks for everything.

My beloved little sisters: Rosidatut Thohiroh, Aisyah Siti Masruroh, Rifa Azizatunnazahah, and the youngest, Anisa Mas'adatunnuha Nazihah, thanks for a praying, spirit, love, and laugh.

My sister who presents as always, who exists in my journey as always, and when I am lack of money "Alm, Ellis Dwi Rahmawati, S.S". There are a lot of unfinished promises, yet, thanks for the spirit, encouraged advice, thanks along to *this incredible woman that I've known*.

And to all that always on supporting me in difficulty and easiness while I am writing this final work, I say thank you very much for accompanying me as always.

MOTTO

NIKMATI PROSESNYA,
KARENA USAHA TAKKAN MENGHIANATI HASIL.

Man Jadda Wa Jadda

“ALLAH tidak membebani seseorang kecuali sesuai dengan batas
kemampuannya..”

(Q.S Al-Baqoroh: 286)

