

**MATERIAL KOMPOSIT TiO_2 /ZEOLIT ALAM VARIASI
KOMPOSISI ANATAS DAN RUTIL SEBAGAI FOTOKATALIS
PADA REAKSI ESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH**

SKRIPSI

oleh:
ROHMA ROUFINA
NIM. 10630034



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIMMALANG
2014**

**MATERIAL KOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT ALAM VARIASI KOMPOSISI
ANATAS DAN RUTIL SEBAGAI FOTOKATALIS PADA REAKSI
ESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH**

SKRIPSI

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

**Oleh:
ROHMA ROUFINA
NIM. 10630034**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014**

**MATERIAL KOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT ALAM VARIASI KOMPOSISI
ANATAS DAN RUTIL SEBAGAI FOTOKATALIS PADA REAKSI
ESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH**

SKRIPSI

Oleh :
ROHMA ROUFINA
NIM. 10630034

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal : 25 Agustus 2014

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm
NIP. 19830628 200912 2 004

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

ElokKamilahHayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**MATERIAL KOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT ALAM VARIASI KOMPOSISI
ANATAS DAN RUTIL SEBAGAI FOTOKATALIS PADA REAKSI
ESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH**

SKRIPSI

Oleh:
ROHMA ROUFINA
NIM.10630034

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 25 Agustus 2014

Penguji Utama : Akyunul Jannah, S.Si, M.P (.....)
NIP. 19750410 200501 2 009
Ketua Penguji : Diana Candra Dewi, M.Si (.....)
NIP. 19770720200312 2 001
Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc (.....)
NIP. 19821104 200901 2 007
Anggota Penguji : Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm (.....)
NIP. 19830628 200912 2 004

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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



PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil aalamiin... Ku persembahkan buah karya ini untuk:

*Ayah dan Ibunda tercinta, **Lamudi Rahardjo** dan **Ninik Warsini**, Ibu adalah malaikat yang terlihat dan ayah adalah pahlawan terhebat bagiku.*

*Kakak-kakak ku tersayang, **Haris Ahmad Fadli**, **Nani Isnaini Rahmawati**, dan **Grandis Fery Rochmadi**, terima kasih atas motivasi dan doa yang mas dan mbak berikan, sehingga aku dapat melanjutkan studiku untuk mewujudkan cita-citaku.*

*Special to mas **Redy Alfian Herdianto**, yang selalu setia menemaniku saat sedih maupun senang. Semoga kau adalah seseorang yang dipikirkan Allah SWT untukku.*

*Sahabat-sahabat ku, **Dian**, **Cince**, **Awan**, **Renda**, **Mala**, **Selina**, **Desy**, **Uvy** dan **Ajif**. Jangan pernah menyerah kawan, sesudah kesulitan itu ada kemudahan.*

Bidadari-bidadari Istana Gajayana B7 B17, HMK Helium 2011-2012 dan 2012-2013, Kimia 2010 serta FAZA 24 terimakasih atas semangat dan dorongan yang kalian berikan.

MOTTO

Ridha Allah bergantung pada keridhaan orang tua dan murka Allah bergantung pada kemurkaan orang tua
(HR. Bukhari, Ibnu Hibban, Tirmidzi, Hakim)

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan (Qs. Al Inyirah:94/6).

وَأَسْتَعِينُوا بِالصَّبْرِ وَالصَّلَاةِ وَإِنَّهَا لَكَبِيرَةٌ إِلَّا

عَلَى الْخَاشِعِينَ

Jadikanlah sabar dan shalat sebagai penolongmu. dan sesungguhnya yang demikian itu sungguh berat, kecuali bagi orang-orang yang khusyu'
(Qs. Al Baqarah:2/45).

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Rohma Roufina
NIM : 10630034
Fakultas / Jurusan : Sains dan Teknologi / Kimia
Judul Penelitian : Material Komposit TiO₂/Zeolit Alam Variasi Komposisi Anatas Dan Rutil Sebagai Fotokatalis Pada Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan 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 kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 25 Agustus 2014
Yang Membuat Pernyataan,

Rohma Roufina
NIM. 10630034

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah rabbil'alamin. Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT karena hanya berkat rahmat, hidayah dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul "**Material Komposit TiO₂/Zeolit Alam Variasi Komposisi Anatas Dan Rutil Sebagai Fotokatalis Pada Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah**" sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan semaksimal mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang penulis upayakan ini dapat bermanfaat bagi semua, sebagai ilmu yang bermanfaat dan barokah. Amin.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi suksesnya penyusunan skripsi ini kepada:

1. Kedua orang tua, Lamudi rahardjo dan Ninik warsini yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. H. Mudjia Raharjo, M.SI.
3. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Ibrahim Malang Ibu Dr. Drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si.
4. Ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.
5. Para dosen pembimbing Ibu Suci Amalia, M.Sc, Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si dan Bapak Achmad Hanapi, M.Si, karena atas

bimbingan, pengarahan, kesabaran dan motivasinya penyusunan skripsi dapat diselesaikan.

6. Dosen Penguji Ibu Akyunul Jannah, M.P dan Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
7. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
8. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Malang, 25 Agustus 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	iii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR PERSAMAAN	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
ABSTRAK	ix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Biodiesel Sebagai Bahan Bakar Alternatif Ramah Lingkungan	7
2.2 Zeolit Alam Malang Teraktivasi Sebagai Pengemban Katalis	12
2.2.1 Zeolit Modernit	13
2.2.2 Aktivasi Zeolit.....	14
2.3 TiO ₂ Sebagai Fotokatalis	17
2.3.1 Transformasi TiO ₂ Anatas Ke TiO ₂ Rutil	22
2.4 Sintesis Komposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang Dengan Metode Hidrotermal.....	25
2.5 Karakterisasi.....	27
2.5.1 Karakterisasi Stuktur Dengan Difraksi Sinar-X.....	27
2.5.2 Analisis Luas Permukaan dengan Adsorpsi <i>Methylen Blue</i>	29
2.5.3 Keasaman Total.....	31
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	33
3.2 Alat dan Bahan.....	33
3.2.1 Alat.....	33
3.2.2 Bahan.....	33
3.3 Tahapan Penelitian	33
3.4 Cara Kerja	34
3.4.1 Preparasi Minyak Jelantah	34
3.4.2 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam	34
3.4.3 Sintesis Komposit TiO ₂ /Zeolit Alam Dengan Berbagai Variasi	35
3.4.3.1 Pembuatan TiO ₂ -Rutil	35
3.4.3.2 Sintesis Komposit TiO ₂ /Zeolit Alam Malang.....	35
3.4.4 Karakterisasi Struktur Dengan Menggunakan XRD.....	36
3.4.5 Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi Methylene Blue.....	36

3.4.6 Analisis Keasaman Total TiO ₂ /Zeolit Alam.....	38
3.4.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO ₂ /Zeolit Alam Teraktivasi Pada Reaksi Esterifikasi ALB Minyak Jelantah	39
3.4.8 Penentuan Konversi ALB	39
3.4.8.1 Analisis Konsentrasi NaOH	40
3.4.8.2 Analisis Kandungan Asam Lemak Bebas Awal dan Akhir	40
BAB IV PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Minyak Jelantah	41
4.2 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam	41
4.3 Sintesis Komposit TiO ₂ /Zeolit Alam Teraktivasi Dengan Berbagai Variasi Struktur TiO ₂	43
4.3.1 Transformasi Fasa TiO ₂ -Rutil dari TiO ₂ -Anatas	43
4.3.2 Sintesis Komposit TiO ₂ /zeolit alam Teraktivasi Dengan Metode Hidrotermal.....	46
4.4 Karakterisasi Struktur Dengan Menggunakan XRD.....	48
4.5 Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi <i>Methylene Blue</i>	50
4.6 Analisis Keasaman Total TiO ₂ /Zeolit Alam Malang.....	56
4.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO ₂ /Zeolit Alam Pada Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Bebas	57
4.8 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	65
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	69
5.2 Saran.....	69
DAFTAR PUSTAKA	70
LAMPIRAN.....	77

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Standar Biodiesel Indonesia.....	8
Tabel 2.2 Hasil analisis XRF kandungan zeolit alam Malang.....	13
Tabel 2.3 Perbedaan struktur Anatas, Brukit, dan Rutil	19
Tabel 2.4 Ukuran kristal, renggangan kisi,temperature pemanasan	25
Tabel 2.5 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium dalam satuan waktu...30	
Tabel 2.6 Hasil uji keasaman zeolit aktivasi dan zeolit modifikasi	32
Tabel 3.1 Komposisi Komposit Fotokatalis.....	35
Tabel 4.1 Penyerapan optimum padatan terhadap methylene blue.....	53
Tabel 4.2 Luas permukaan material komposit TiO ₂ /zeolit dalam satuan waktu.....	55
Tabel 4.3 Hasil uji keasaman zeolit aktivasi dan zeolit modifikasi	56
Tabel 4.4 Konversi ALB	58

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi pada trigliserida.....	9
Gambar 2.2 Reaksi esterifikasi pada ALB.....	10
Gambar 2.3 Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi % ALB	11
Gambar 2.4 Struktur dasar zeolit	12
Gambar 2.5 Struktur mordenit	14
Gambar 2.6 Bentuk H-zeolit	16
Gambar 2.7 Luas permukaan zeolit alam sebelum dan setelah diaktivasi.....	17
Gambar 2.8 TiO ₂	18
Gambar 2.9 Pembentukan pita valensi dan pita konduksi	20
Gambar 2.10 Mekanisme reaksi ALB dan metanol dibawah radiasi sinar UV	21
Gambar 2.11 Kurva transformasi titania.....	23
Gambar 2.12 Difusi brown membentuk <i>boundary</i>	26
Gambar 2.13 Skema berkas sinar X.....	27
Gambar 2.14 difraktogram, zeolit alam, kristal TiO ₂ , TiO ₂ -Zeolit.....	28
Gambar 2.15 Struktur <i>methylene blue</i>	30
Gambar 3.1. Rangkaian reaktor uji foto-esterifikasi.....	39
Gambar 4.1 Model sederhana aktivasi kimia dan aktivasi fisika zeolit alam	42
Gambar 4.2 Diraktogram TiO ₂ -Rutil dan TiO ₂ -Anatas	44
Gambar 4.3 Hubungan peningkatan suhu dan pertumbuhan butir partikel	46
Gambar 4.4 Difraktogram karakterisasi zeolit alam Malang	48
Gambar 4.5 Difraktogram hasil komposit.....	49
Gambar 4.6 Grafik waktu operasional <i>methylene blue</i>	51
Gambar 4.7 Kurva baku <i>methylene blue</i>	52
Gambar 4.8 Reaksi esterifikasi pada ALB.....	58
Gambar 4.9 Mekanisme reaksi ALB dan metanol dengan katalis	60
Gambar 4.10 Mekanisme reaksi terbentuk radikal ALB dan radikal metanol.....	61
Gambar 4.11 Skema reaksi pembentukan RCOO-CH ₃ dan H ₂ O.....	64

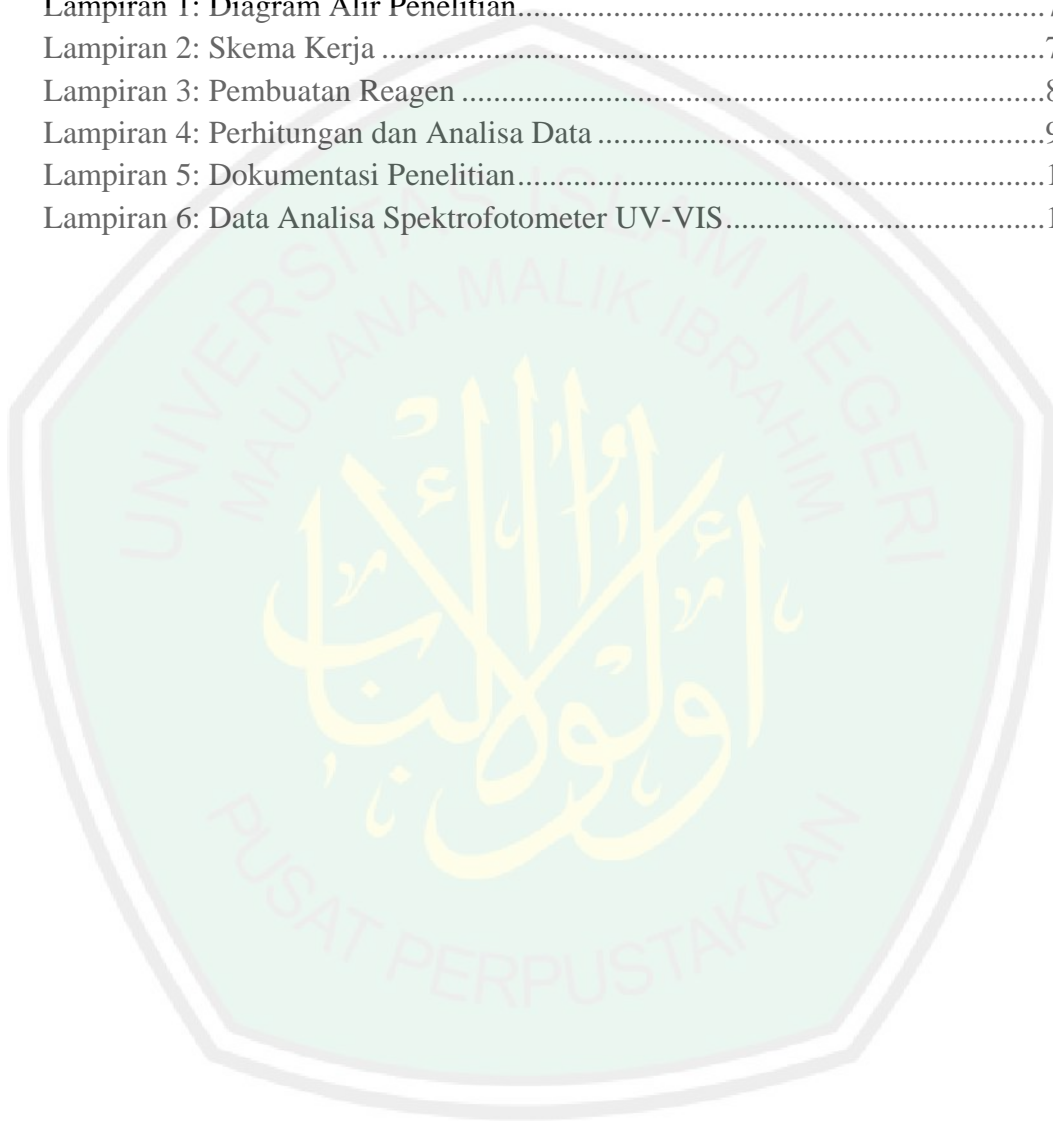
DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Luas permukaan spesifik material komposit	38
Persamaan 3.2 Keasaman total material komposit.....	38
Persamaan 3.3 Konversi ALB.....	40
Persamaan 3.4 Konsentrasi NaOH.....	40
Persamaan 3.5 Persen Asam Lemak Bebas.....	40



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Diagram Alir Penelitian.....	77
Lampiran 2: Skema Kerja	78
Lampiran 3: Pembuatan Reagen	87
Lampiran 4: Perhitungan dan Analisa Data	97
Lampiran 5: Dokumentasi Penelitian.....	102
Lampiran 6: Data Analisa Spektrofotometer UV-VIS.....	107



ABSTRAK

Roufina, R. 2014. **Material Komposit TiO₂/Zeolit Alam Variasi Komposisi Anatas Dan Rutil Sebagai Fotokatalis Pada Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm; Konsultan: Susi NurulKhalifah, M.Si

Kata Kunci : zeolit alam, TiO₂, anatas, rutil, komposit, fotokatalis, Reaksi Esterifikasi

Zeolit alam merupakan salah satu sumber katalis heterogen yang sangat berlimpah. TiO₂ merupakan semikonduktor yang memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi. Penggabungan zeolit dengan TiO₂ dengan variasi anatas:rutil dalam sistem komposit akan menciptakan katalis bifungsional, dengan zeolit sebagai katalis dan TiO₂ sebagai fotokatalis. Dalam penelitian ini katalis bifungsional dapat digunakan untuk pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. Dengan pemanfaatan minyak jelantah ini, secara langsung dapat memanfaatkan limbah buang yang dianggap sia-sia menjadi lebih bermanfaat. Seperti firman Allah dalam Qs. Shaad/38:27, bahwa tidak ada yang bernilai sia-sia di dunia ini.

Sintesis material komposit TiO₂/zeolit alam Malang dilakukan dengan metode hidrotermal, dengan variasi komposisi anatas:rutil, adalah 90:10, 80:20, dan 70:30. Selanjutnya dilakukan karakterisasi material komposit yang meliputi analisis struktur dengan XRD, analisis luas permukaan dengan *methylene blue*, dan analisis keasaman total dengan adsorpsi amoniak. Penentuan konversi asam lemak bebas dilakukan dengan titrasi asam basa yang mengikuti metode AOAC.

Hasil karakterisasi material komposit menunjukkan bahwa karakter material komposit terbaik adalah TiO₂-Anatas₈₀:Rutil₂₀/zeolit, dengan luas permukaan sebesar 21,395 m²/gram dan keasaman total sebesar 0,649 mmol/gram. Sedangkan difraktogram masing-masing material komposit menunjukkan bahwa pendistribusian TiO₂ tidak merubah struktur TiO₂ maupun zeolit sehingga tidak memunculkan puncak baru. Hasil terbaik konversi asam lemak bebas (ALB) menjadi metil ester ditunjukkan pada material komposit TiO₂/zeolit alam dengan variasi komposisi anatas:rutil 80:20. Konversi asam lemak bebas (ALB) menjadi metil ester yang dihasilkan dengan material komposit variasi komposisi anatas:rutil 80:20 sebesar 98,92 %.

ABSTRACT

Roufina, R. 2014. **Composite Material TiO₂/Natural Zeolite With Variation Composition Of Anatase And Rutile As Photocatalyst For Waste Cooking Oil Esterification Reaction**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. First Promotor : Suci Amalia, M.Sc; Second Promotor : Begum Fauziah, S.Si, M.Farm; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Keywords: natural zeolite, TiO₂, Anatase, Rutile, composite, photocatalyst, Esterification Reaction

Natural zeolite is one source of heterogeneous catalysts are very abundant. TiO₂ is a semiconductor that has a high photocatalytic activity. Incorporation of zeolite with TiO₂ variation of Anatase:rutile in the composite system will create a bifunctional catalyst, natural zeolite as a catalyst and TiO₂ as a photocatalyst. This research is explain bifunctional catalysts can be used for the manufacture of biodiesel from waste cooking oil. With use waste cooking oil, can make use of waste which be estimated become more useful. Like commandment of God in Qs. Shaad/38:27, nothing is estimated in the world.

Synthesis of composite materials TiO₂/natural zeolite of Malang done by hydrothermal method, with variations composition of Anatase:Rutile, are 90:10, 80:20, and 70:30. Further characterization of composite materials that include structural analysis by XRD, surface area analysis with methylene blue, and analysis of total acidity by ammonia adsorption. Determination of free fatty acid conversion is done by acid-base titration is followed AOAC method.

Result of Composite material characterization indicate that the best character of composite material is TiO₂-Anatase₈₀:Rutile₂₀, with 21.395 m²/gram for surface area and 0.649 mmol/g for total acidity. The diffractogram of each composite material shows that the distribution of TiO₂ does not change the structure of TiO₂ and zeolite so as not to create a new peak. The best results of free fatty acid (FFA) to methyl ester conversion are shown composite material TiO₂/natural zeolite with composition variations Anatase: Rutile 80:20. Conversion of FFA to methyl ester produced with composite material composition variations Anatase: Rutile 80:20 by 98.92%.

مستخلص البحث

راوفينا ، ر ، ٢٠١٤ . الطبيعية المادة زيوليت/تيتانيامركب التكوين التغير أناتاسي وروتيل وضوئي في الأسترة رد فعل زيت الطهي النفايات لإنتاج وقود الديزل الحيوي. البحث الجامعي. القسم الكيمياء، الكلية العلوم والتكنولوجيا. الجامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية مالانج. المشرفة الأولى: سوجياماليا الماجستير؛ المشرفة الثانية: بيجوم فوزية الماجستير؛ المستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير ،
الكلمات الرئيسية: الزيوليت الطبيعي، تيتانيا (TiO_2) ، أناتاسي، روتيل، مركب، ضوئي، أسترة التفاعل

زيوليت الطبيعي هو مصدر واحد من المحفزات غير المتجانسة وفيرة جدا. تيتانياهي أشباه الموصلات التي لديها. النشاط عالية. إدماج زيوليت مع اختلاف تيتانيا أناتاسي: روتيل في نظام مركب خلق حافزا مزدوج ، زيوليت كمحفز وتيتانيا بمثابة حفاز ضوئي. في هذه الدراسة يمكن أن تستخدم المحفزات مزدوج لتصنيع وقود الديزل الحيوي من زيت الطهي النفايات. على الاستفاد هذه النفايات، انتفاع ويعتبر مباشرة زيت الطهي ليكون شيء أنفاع. كما قال الله تعالى في القرآن الكريم سورة ص: ٣٨: ٢٧، ما خلق الله في السماء و الأرض وما بينهما باطلا.

تجميع المواد المركبة الطبيعية زيوليت/تيتانيا مالانج الذي قام به طريقة المائية، مع وجود اختلافات في تكوين أناتاسي: روتيل، هو ١٠:٩٠، ٢٠:٨٠، و٣٠:٧٠. ثم من توصيف المواد المركبة التي تشمل التحليل البنوي بواسطة حيود الأشعة السينية، وتحليل مساحة السطح مع الميثيلين الأزرق، وتحليل الحموضة الكلية عن طريق الأمونيا الامتزاز. ويتم تحديد مجانا تحويل الأحماض الدهنية بواسطة حمض قاعدة المعايرة ويتبع طريقة رابطة المجتمعات تحليلية.

النتائج توصيف المواد المركبة تشير إلى أن المواد المركبة هو أفضل حرفتيتانيا- أناتاسي. ٨: روتيل. ٢/زيوليت مساحة ٣٩٥، ٢١ مليون/غرام والحموضة مجموعه ٦٤٩، ٠ مليون/غرام. في حين أنديفتو غرام كل المواد المركبة يدل على أن توزيع تيتانيا لا يغير هيكل تيتانيا و زيوليت حتى لا تخلق ذروة جديدة. وتظهر على أفضل النتائج في تحويل الأحماض الدهنية الحرة في الميثيلاسترانالزيوليت/تيتانيا المواد المركبة الطبيعية مع وجود اختلافات تكوين أناتاسي: روتيل ٨٠: ٢٠. تحويل الأحماض الدهنية الحرة في الميثيلاسترات ينتج مع وجود اختلافات تكوين المواد المركبة أناتاسي: روتيل ٨٠: ٢٠ بواسطة ٩٨، ٩٢٪.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan bahan bakar di Indonesia semakin meningkat seiring dengan semakin majunya teknologi dibidang transportasi dan industri. Negara Indonesia melakukan pemasokan bahan bakar khususnya solar, melalui dua jalan, yaitu domestik dan impor. Pada tahun 2006 impor solar Indonesia telah mencapai sekitar 5-6 milyar liter atau sekitar 50 % dari total kebutuhan saat itu (Prakoso, 2006). Sementara itu, cadangan sumber energi dunia juga semakin berkurang. Perhitungan waktu penghabisan cadangan energi dunia adalah 35 tahun untuk minyak bumi, 107 tahun untuk batubara dan 37 tahun untuk gas alam. Setelah tahun 2042, diperkirakan batubara akan menjadi satu-satunya cadangan bahan bakar dunia (Shafiee, 2009).

Salah satu sumber energi terbarukan adalah biodiesel. Biodiesel adalah bahan bakar alternatif mesin diesel yang terdiri atas ester alkil dari asam-asam lemak. Biodiesel digunakan untuk pengganti bahan bakar diesel. Biodiesel memiliki sifat sesuai dengan mesin diesel yaitu *biodegradable* yang ramah lingkungan, dapat diperbaharui, memiliki viskositas yang baik, angka setana yang tinggi, tidak beracun dan bebas dari sulfur.

Telah banyak penelitian yang mengkaji tentang pembuatan biodiesel dari minyak nabati. Akan tetapi, produksi biodiesel memakan biaya produksi yang tinggi, karena menggunakan bahan dasar minyak nabati virgin yang mengandung Asam Lemak Bebas (ALB) rendah. Untuk itu, dalam penelitian ini digunakan

bahan dasar minyak jelantah dengan kandungan ALB yang tinggi, yang selama ini hanya menjadi limbah dapur karena bersifat karsinogenik bagi tubuh manusia dan selalu dianggap sebagai hal yang tidak menguntungkan bagi manusia. Hal ini bertentangan dengan firman Allah SWT dalam surat Shaad ayat 27 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۖ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

Artinya : "Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya dengan sia-sia. Itu anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang yang kafir itu karena mereka akan masuk neraka".
Qs.Shaad/38:27

Dari ayat di atas Allah SWT dengan jelas telah berfirman bahwa tidak ada satu pun yang ada di langit maupun bumi yang merupakan benda yang tidak bermanfaat bagi manusia, dan hanya orang kafirlah yang mempunyai beranggapan demikian. Sebagai orang yang beriman sebaiknya dapat memanfaatkan sesuatu yang selama ini dianggap limbah, seperti halnya minyak jelantah. Oleh karena itu, dengan memanfaatkan limbah buang seperti minyak jelantah, diharapkan dapat mengurangi pencemaran lingkungan dan meminimalisir biaya untuk pembuatan biodiesel dalam skala yang besar.

Pembuatan biodiesel dari bahan dasar minyak jelantah pernah dilaporkan dengan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi minyak jelantah dengan metanol oleh Syafila, dkk, (2007). Dalam penelitian tersebut, dilakukan reaksi esterifikasi dengan katalis asam untuk membebaskan ALB mendahului reaksi transesterifikasi dengan katalis basa. Hal ini dikarenakan, transesterifikasi akan berjalan sempurna jika minyak jelantah dibebaskan terlebih dahulu dari ALB, karena ALB dapat

membentuk sabun sehingga menurunkan hasil konversi biodiesel, jika bereaksi dengan basa. Untuk mengatasi pembentukan sabun dapat dilakukan dengan mengganti katalis dengan katalis homogen asam. Akan tetapi kelemahan penggunaan katalis homogen asam adalah sulit untuk daur ulang (*recovery*) sehingga ikut terbuang sebagai limbah dan meningkatkan biaya produksi katalis. Menurut Carmo dkk., (2009), penggunaan katalis asam heterogen memiliki beberapa keunggulan dari pada katalis homogen yaitu: mudah dipisahkan dari campuran reaksi dengan filtrasi, dapat digunakan kembali (*recovery*), dan memiliki sedikit sifat korosif.

Zeolit alam merupakan salah satu sumber katalis heterogen asam yang sangat berlimpah ketersediaanya di Indonesia. Zeolit dapat dimanfaatkan untuk produksi biodiesel dengan cara meningkatkan aktivitas, selektifitas dan stabilitas katalisis material zeolit alam. Menurut Colmenares, dkk., (2009), katalis zeolit alam untuk reaksi esterifikasi dapat berlangsung pada suhu 20°C dengan tingkat konversi Asam Lemak Bebas (ALB) adalah 85%, sedangkan menurut Khalifah (2010) aktivitas katalitik zeolit sintetik jenis ZSM-5 untuk reaksi esterifikasi minyak jelantah dengan metanol pada suhu 60°C dengan tingkat konversi FFA adalah 93,6 %; 92,91 % dan 91,44% pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 20, 50 dan 100, secara berturut-turut. Untuk meningkatkan efektifitas dan selektifitas katalis, zeolit alam dapat dikombinasikan dengan katalis lain yang dapat bekerja pada suhu rendah dengan tingkat konversi yang baik.

Fotokatalisis merupakan proses reaksi kimia yang menggunakan cahaya sebagai sumber energi dan biasanya reaksi berlangsung pada suhu ruang.

Aktivitas fotokatalisis dengan energi cahaya pada 400 nm memiliki nilai yang setara dengan aktivitas katalis dengan sumber energi panas sebesar 30000 °C. Fotokatalis yang telah banyak dilaporkan penggunaannya yaitu semikonduktor TiO₂ dan ZnO yang memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi dengan *band gap* energi sebesar 3,2 eV (Colmenares, dkk., 2009).

Penggabungan katalis heterogen dan fotokatalis dalam sistem komposit telah diteliti oleh Corro, dkk., (2003) pada sistem komposit ZnO/SiO₂. Aktivitas fotokatalis dari komposit ZnO/SiO₂ pada reaksi esterifikasi dilaporkan menghasilkan konversi sebesar 98 %, sedangkan reaksi esterifikasi tanpa proses fotokatalisis hanya menghasilkan konversi biodiesel 3 %.

Fotokatalis TiO₂ belum pernah dilaporkan penggunaannya untuk reaksi esterifikasi ALB pada minyak jelantah untuk produksi biodiesel. Oleh karena itu, pada penelitian ini, material fotokatalis TiO₂ diimbangkan pada material zeolit alam dalam sistem komposit TiO₂ dan zeolit alam pada berbagai variasi komposisi tipe struktur TiO₂, yaitu anatase dan rutil dengan perbandingan anatase : rutil sebanyak 90:10, 80:20, dan 70:30. Selanjutnya hasil dari komposit tersebut dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*), adsorpsi *Methylene Blue*, dan keasaman total. Kemudian dilakukan uji aktivitas fotokatalis material komposit TiO₂/zeolit alam malang pada reaksi esterifikasi minyak jelantah. Dengan melakukan variasi komposisi tipe struktur TiO₂ ini diharapkan agar peneliti dapat mengetahui aktivitas fotokatalis yang paling baik diantara variasi tersebut, sehingga diperoleh alternatif fotokatalis terbaik dalam pembuatan biodiesel dari bahan dasar minyak jelantah.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan dari latar belakang tersebut diatas, maka dapat dirumuskan beberapa masalah yaitu :

1. Bagaimana hasil karakterisasi material komposit TiO_2 /zeolit alam hasil sintesis?
2. Berapa perbandingan variasi komposisi komposit TiO_2 /zeolit alam yang menunjukkan konversi terbaik pada reaksi esterifikasi ALB?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui hasil karakterisasi material komposit TiO_2 /zeolit alam hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui perbandingan variasi komposisi komposit TiO_2 /zeolit alam yang menunjukkan konversi terbaik pada reaksi esterifikasi ALB.

1.4 Batasan Masalah

Agar pembahasan menjadi terarah atau tidak menyimpang dari tujuan, maka diperlukan adanya pembatasan masalah sebagai berikut:

1. Zeolit alam yang digunakan merupakan zeolit alam malang.
2. Zeolit alam dimodifikasi dengan komposit TiO_2 , dengan perbandingan struktur anatase : rutil adalah 90:10, 80:20, dan 70:30.
3. Reaksi esterifikasi ALB dilakukan pada suhu kamar.
4. Bahan utama yang digunakan adalah minyak goreng merk Bimoli yang telah digunakan 10 kali penggorengan.

5. Komposit disintesis dengan metode hidrotermal.
6. Karakteristik hasil komposit fotokatalis dilakukan dengan XRD, adsorbs *methylene blue*, dan keasaman total.
7. Hasil biodiesel yang didapatkan dianalisis dengan titrasi asam basa untuk mengetahui konversi ALB

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan mampu memberikan manfaat, antara lain :

1. Dapat menggunakan sumber daya alam lokal secara maksimal dan meningkatkan nilai guna zeolit alam.
2. Dapat mengetahui informasi umum katalis dengan konversi optimum
3. Dapat memanfaatkan limbah dapur minyak jelantah yang tinggi kandungan ALB.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel Sebagai Bahan Bakar Alternatif Ramah Lingkungan

Dewasa ini, penelitian mengenai pembuatan biodiesel telah banyak dilakukan. Dengan mempertimbangkan kebutuhan solar yang makin meningkat, sedangkan cadangan minyak bumi di Indonesia makin menipis, maka dirasa perlu diciptakan bahan bakar alternatif pengganti solar yang memiliki kesamaan sifat dengan solar. Banyaknya minyak nabati yang tersedia di Indonesia, menyebabkan biodiesel menjadi bahan bakar yang paling tepat untuk mengganti solar.

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif mesin diesel yang terdiri atas metil ester dari asam-asam lemak yang terbuat dari minyak nabati atau minyak hewani. Metil ester asam lemak memiliki rumus molekul $C_{n-1}H_{2(n-r)-1}CO-OCH_3$ dengan nilai n yang umum adalah angka genap antara 8 sampai dengan 24 dan nilai r yang umum 0, 1, 2, atau 3. Beberapa metil ester asam lemak yang dikenal adalah :

1. Metil stearat, $C_{17}H_{35}COOCH_3$ [$n = 18$; $r = 0$]
2. Metil palmitat, $C_{15}H_{31}COOCH_3$ [$n = 16$; $r = 0$]
3. Metil laurat, $C_{11}H_{23}COOCH_3$ [$n = 12$; $r = 0$]
4. Metil oleat, $C_{17}H_{33}COOCH_3$ [$n = 18$; $r = 1$]
5. Metil linoleat, $C_{17}H_{31}COOCH_3$ [$n = 18$; $r = 2$]
6. Metil linolenat, $C_{17}H_{29}COOCH_3$ [$n = 18$; $r = 3$]

Dalam pengoperasian mesin-mesin diesel, biodiesel memiliki karakteristik fisika dan kimia yang mirip dengan minyak solar (Howell, 1997). Disamping itu, menurut Syafila (2007) biodiesel memiliki keunggulan dibandingkan minyak solar, antara lain: dapat diperbaharui, angka setana yang relatif lebih tinggi dan produk yang dihasilkan lebih ramah lingkungan. Sedangkan menurut Manurung (2005), viskositas biodiesel lebih tinggi dibandingkan viskositas solar, sehingga biodiesel mempunyai daya pelumasan yang lebih baik dari pada solar. Oleh karena mampu melumasi mesin dan sistem bahan bakar, maka dapat menurunkan keausan piston sehingga mesin menjadi lebih awet. Adapun standart SNI untuk biodiesel disajikan pada Tabel 2.1 :

Tabel 2.1 Standar Biodiesel Indonesia

No.	Karakteristik	Satuan	Nilai
1.	Angka setana		Min.51
2.	Massa jenis	Kg/m ²	820-860
3.	Viskositas kinematik	Mm ² /s (cSt)	2,3-6,0
4.	Titik nyala (Flash Point)	°C	Min. 100
5.	Titik kabut (Cloud point)	°C	Max. 18
6.	Titik tuang (pour point)	°C	Max. 18
7.	Kandungan air	% volume	Max. 0,05
8.	Gliserol bebas	% massa	Max 0,02
9.	Gliserol total	% massa	Max. 0,24
10.	Total Acik Number (TAN)	mg KOH/gr	Max. 0,8
11.	Saponification number	mg KOH/gr	
12.	Ester content	% massa	Min 96,5

Sumber : BPPT, Standard Biodiesel Indonesia(SNI) (2005) dalam Akbar (2010)

Biodiesel dapat dibuat dengan bahan dasar minyak jelantah. Bila ditinjau dari komposisi kimianya, minyak jelantah mengandung senyawa-senyawa yang bersifat karsinogenik. Minyak goreng sangat mudah mengalami oksidasi yang disebabkan

adanya penguraian molekul-molekul, sehingga titik asapnya turun drastis. Bila disimpan dalam waktu lama dapat menyebabkan minyak menjadi berbau tengik. Bau tengik dapat terjadi karena pecahnya ikatan trigliserida menjadi gliserol dan ALB (Asam Lemak Bebas).

Pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan melakukan reaksi transesterifikasi pada trigliserida atau dengan cara esterifikasi pada ALB. Berikut ini adalah penjelasan mengenai transesterifikasi dan esterifikasi.

1. Transesterifikasi Trigliserida

Transesterifikasi merupakan suatu reaksi organik dimana suatu senyawa ester diubah menjadi senyawa ester lain melalui pertukaran gugus alkohol dari ester dengan gugus alkil dari senyawa alkohol lain.



Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi pada trigliserida (Corro dkk, 2012)

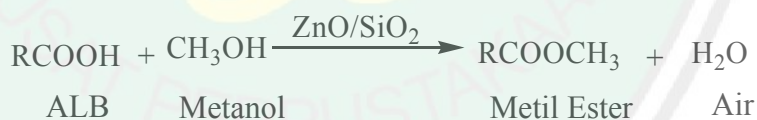
Pada Gambar 2.1 reaksi tidak akan sempurna bila minyak mengandung ALB, karena ALB dapat bereaksi dengan basa (yang merupakan katalis reaksi) membentuk sabun. Dengan demikian, ALB harus disisihkan dahulu sebelum reaksi transesterifikasi dijalankan. Beberapa cara untuk menyisihkan ALB, diantaranya adalah penyingkiran secara fisik yaitu dengan proses pelucutan (*stripping*) atau dengan secara kimia yaitu dengan reaksi penyabunan. Menurut

Syafilla, (2007), sebelum dilakukan pembuatan biodiesel harus diketahui terlebih dahulu kandungan ALB. Menurut Corro, dkk., (2012) apabila kandungan ALB relatif tinggi (>0,5 %), maka proses esterifikasi dilakukan mendahului proses transesterifikasi. Jika kandungan ALB relatif rendah, maka langsung dilakukan proses transesterifikasi trigliserida.

Corro, dkk., (2012) telah melakukan transesterifikasi antara metanol dan JJCO (*Jatropha Curcas Crude Oil*) dibawah radiasi UV dengan kecepatan aduk 400rpm, dan katalis homogen NaOH. Setelah 4 jam, mono-, di-, dan trigliserida ditemukan diakhir reaksi dengan jumlah yang cukup tinggi.

2. Esterifikasi ALB (Asam Lemak Bebas)

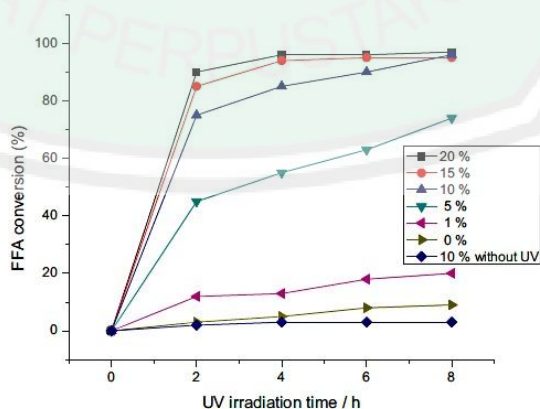
Reaksi esterifikasi merupakan reaksi antara ALB dengan alkohol membentuk metil ester dan air. Ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus $-CO_2 R$ dengan R dapat berupa alkil maupun aril (Fessenden, 1994). Reaksi esterifikasi ALB adalah sebagai berikut :



Gambar 2.2 Reaksi esterifikasi pada ALB (Corro dkk, 2012)

Khalifah (2010) melaporkan bahwa reaksi esterifikasi ALB dapat dilakukan menggunakan katalis heterogen asam ZSM-5 mesopori. Konversi ALB adalah 93,6 %; 92,91 % dan 91,44 % pada rasio molar SiO_2/Al_2O_3 20, 50, dan 100, secara berturut-turut. Selain itu Corro, dkk., (2012) juga telah melakukan

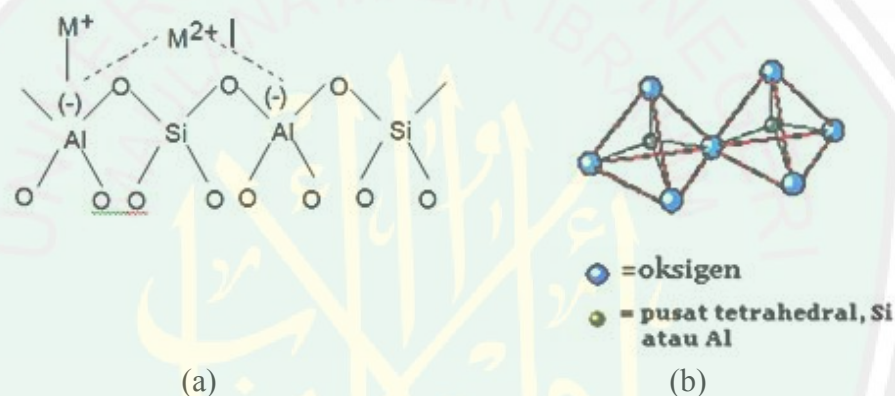
esterifikasi ALB yang dikandung dalam JJCO dengan metanol di bawah radiasi UV dengan katalis heterogen ZnO/SiO₂. Data hasil konversi biodiesel disajikan pada Gambar 2.3. Tanpa kehadiran radiasi UV menghasilkan konversi ALB yang dinilai sangat kecil, bahkan setelah reaksi berlangsung selama 8 jam. Konversi ALB meningkat dengan adanya radiasi UV. Pada awal reaksi, angka konversi ALB meningkat seiring dengan meningkatnya perbandingan massa katalis/JJCO. Untuk katalis/JJCO yang memiliki massa rasio 10 %, angka reaksi tidak menunjukkan adanya peningkatan. Presentase hasil konversi ALB sangat tinggi (96 %) ketika memperoleh radiasi pada campuran reaksi hanya dalam kurun waktu 4 jam ketika digunakan perbandingan massa katalis/JJCO sebesar 15 %. Selanjutnya peningkatan perbandingan massa katalis/JJCO (20 %) dan meningkatnya waktu reaksi, mengakibatkan sedikitnya peningkatan konversi ALB. Jadi kondisi fotoesterifikasi yang paling menentukan adalah pada perbandingan massa katalis/JJCO 15 % dan pada waktu reaksi 4 jam, dan perbandingan massa metanol/JJCO adalah (12/1).



Gambar 2.3 Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi % ALB (Corro dkk, 2012)

2.2 Zeolit Alam Malang Malang Sebagai Pengemban Katalis

Zeolit merupakan mineral alam yang secara kimiawi termasuk golongan mineral silika dan dinyatakan sebagai alumina silika terhidrasi, berbentuk halus, dan merupakan hasil produk sekunder yang stabil pada kondisi permukaan karena berasal dari proses sedimentasi, pelapukan maupun aktivitas hidrotermal (Hasibuan, 2012). Kerangka zeolit adalah sebagai berikut :



Gambar 2.4 Struktur dasar zeolit (a) 2 dimensi (b) 3 dimensi

Formula untuk satuan sel zeolit adalah $M_{x/n}\{AlO_2\}_x\{SiO_2\}_y \cdot zH_2O$, dimana M adalah kation alkali/alkali tanah, n merupakan valensi logam alkali/alkali tanah, {} adalah kerangka alumina, z adalah jumlah molekul air yang terhidrat, serta z dan y adalah jumlah tetrahedron per unit sel. Biasanya y/x bernilai 1-5, tetapi zeolit dengan silica tinggi y/x dibuat hingga 10-100 atau dibutuhkan lebih tinggi (Hasibuan, 2012).

2.2.1 Zeolit Modernit

Zeolit Alam Malang terdiri atas berbagai jenis senyawa zeolit, akan tetapi komponen utamanya adalah modernit ($\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$). Zeolit jenis mordenit memiliki pori yang tersusun melalui cincin oksigen 12 unit yang sekelas dengan zeolit Y (Laniwati, 1999), dengan diameter nominal bebas sekitar 6,7-7 Å (Hasibuan, 2012). Zeolit modernit memiliki porositas 28 %, stabilitas panas yang tinggi, kapasitas tukar kation 4,29 meq/g, spesifikasi gravitasi 2,12-2,15 g/cm³, dan densitas 1,70 g/cm³ (Polat, dkk., 2004).

Botianovi (2012) melaporkan kandungan zeolit alam Malang terbesar adalah aluminium dan silika yang tinggi yaitu sebesar 13 % dan 49,9 %. Dimana hasil dapat dilihat pada Tabel 2.3

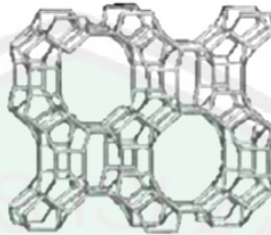
Tabel 2.2 Hasil analisis XRF kandungan zeolit alam Malang

Senyawa	% Berat	Senyawa	% Berat
Al	13	Mn	1,27
Si	49,9	Fe	25,3
S	0,31	Ni	0,04
K	3,74	Cu	0,097
Ca	4,26	Zn	0,33
Ti	1,28	Eu	0,3
V	0,04	Re	0,08
Cr	0,064	Pb	0,23

Sumber : Botianovi, 2012

Rasio Si/Al dari wujud natural dan sintetik zeolit modernit biasanya bernilai sekitar 5,0. Namun modernit alam bersifat seperti zeolit dengan pori yang kecil.

Modernit berpori besar juga dapat disiapkan secara sistematis dimana saluran dapat dibebaskan dari sumbatan dan memiliki sifat difusi (Hasibuan, 2012).



Gambar 2.5 Struktur mordenit (Utubira, 2006)

2.2.2 Aktivasi Zeolit

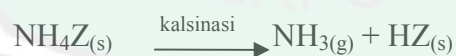
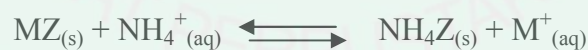
Berbeda dengan zeolit sintetis yang strukturnya dapat diprediksi dari senyawa penyusunnya, zeolit alam mempunyai struktur yang tidak selalu sama tergantung pada kondisi pembentukannya di alam. Oleh karena itu, pada penggunaan zeolit alam sebagai adsorben dibutuhkan proses aktivasi untuk meningkatkan sifat khusus zeolit dan menghilangkan unsur pengotor (Rosita, dkk., 2004). Proses aktivasi juga dapat merubah jenis kation, perbandingan Si/Al, dan karakteristik zeolit agar sesuai dengan bahan yang akan dijerap (Kurniasari, dkk, 2011).

Secara umum, ada tiga proses aktivasi yang bisa dilakukan terhadap zeolit alam, yaitu aktivasi secara fisis dengan pemanasan (kalsinasi), aktivasi secara kimia dengan asam dan aktivasi secara kimia dengan basa. Proses aktivasi dengan panas dapat dilakukan pada suhu antara 200-4000 °C untuk menghilangkan molekul-molekul air serta zat-zat organik pengotor yang ada pada pori zeolit sehingga jumlah pori dan luas permukaannya bertambah. Aktivasi fisis ini dapat menyebabkan

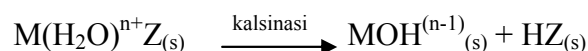
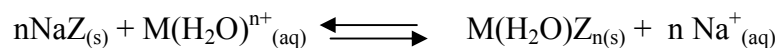
perpindahan kation yang akan mempengaruhi letak kation serta ukuran pori dan pada akhirnya akan mempengaruhi kesetimbangan serta kinetika adsorpsi (Ackley, dkk., 2003). Dari proses aktivasi zeolit baik secara asam maupun basa, diperoleh hasil bahwa zeolit yang diaktivasi dengan basa akan menjadi lebih polar bila dibandingkan dengan zeolit yang diaktivasi dengan asam (Jozefaciuk dan Bowanko, 2002). Perlakuan dengan asam terhadap zeolit juga terbukti akan menyebabkan zeolit menjadi lebih hidrofob sehingga daya adsorpsinya terhadap air akan berkurang. Semakin tinggi konsentrasi asam yang digunakan maka daya adsorpsi zeolit terhadap uap air menjadi semakin kecil (Ozkan dan Ulku, 2005).

Aktivitas zeolit sebagai katalis ditentukan oleh situs asam Brønsted yang berasal dari gugus hidroksil dalam struktur pori zeolit. Gugus hidroksil ini biasanya dibentuk dengan pertukaran dengan ammonium atau kation polivalen diikuti dengan kalsinasi. Mekanisme pertukaran dengan ammonium atau ion polivalen adalah sebagai berikut :

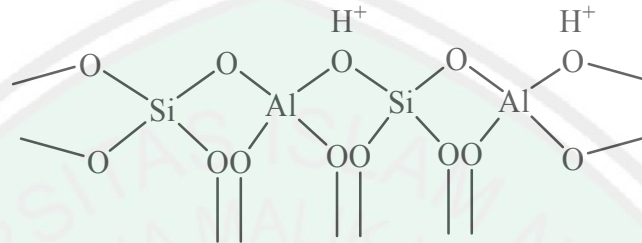
- Pertukaran dengan ion ammonium



- Pertukaran dengan ion polivalen



Bentuk terprotonasi dari zeolit (H-zeolit) mengandung gugus hidroksil dimana proton berhubungan dengan muatan negatif kerangka oksigen dalam tetrahedral alumina seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Bentuk H-zeolit (Gates, 1992)

Zeolit dapat ditingkatkan kinerjanya dengan cara menempelkan logam katalis pada zeolit. Logam ini akan dapat meningkatkan aktivitas katalis secara keseluruhan karena logam-zeolit akan memiliki fungsi ganda yaitu disamping logam sebagai katalis, zeolitnya sendiri bersifat katalis. Katalis semacam ini biasanya disebut sebagai katalis bifungsional. Logam yang biasa digunakan untuk katalis biasanya logam-logam transisi. Logam-logam transisi mempunyai daya adsorpsi yang kuat karena mempunyai pasangan elektron menyendiri pada orbital d. Adanya elektron pada orbital d didukung dengan keadaan elektron orbital s akan berperan dalam pemutusan dan pembentukan ikatan kimia. Hal ini yang menyebabkan logam-logam transisi makin reaktif sebagai katalis (Hegedus, 1987).

Hasibuan (2012), melaporkan hasil karakterisasi dengan metode BET pada zeolit alam yang disajikan dalam Gambar 2.7 :

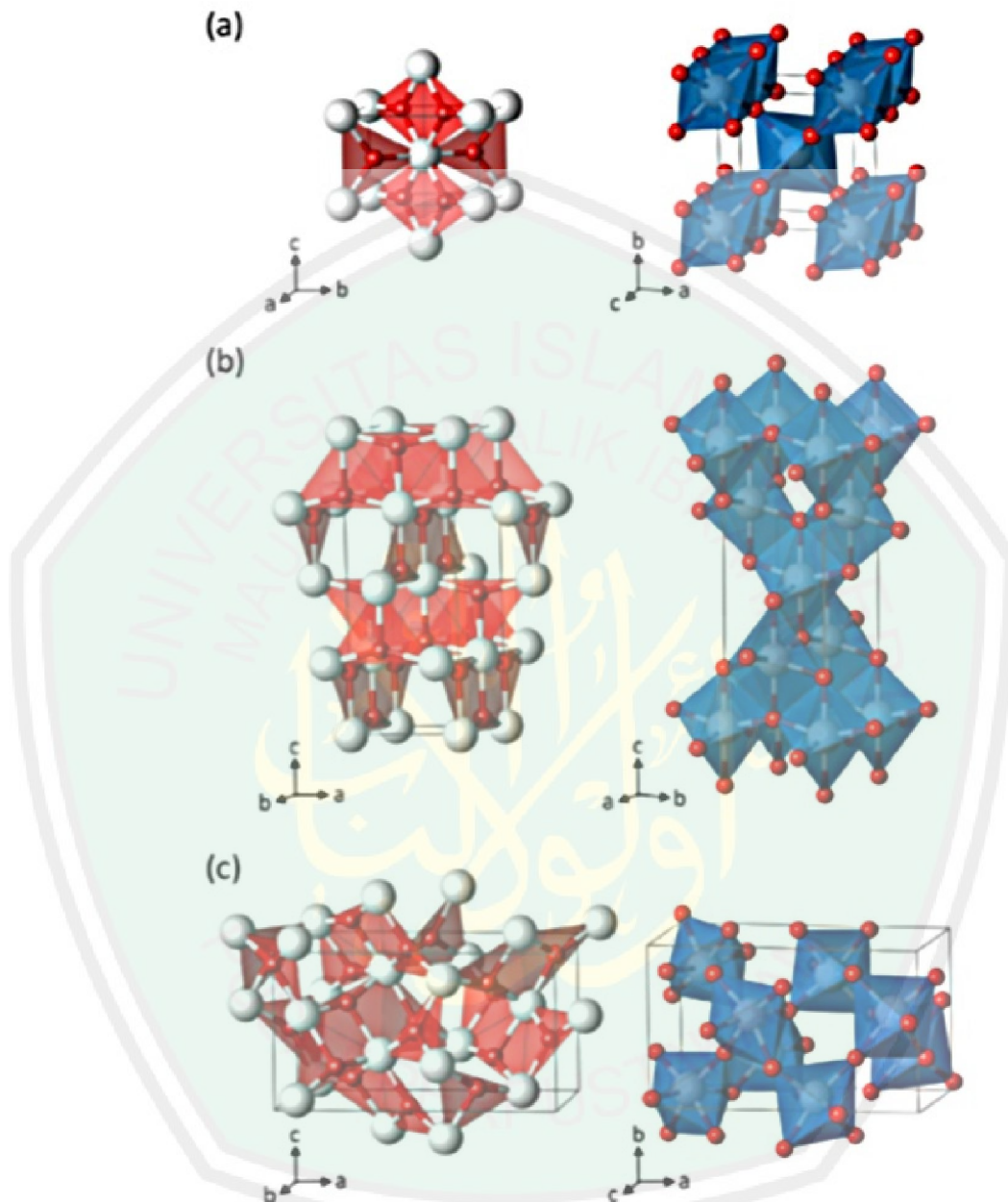


Gambar 2.7 Luas permukaan zeolit alam sebelum dan setelah diaktivasi (Hasibuan, 2012)

Pada Gambar 2.7, tampak terjadi peningkatan luas permukaan pada zeolit yang diaktivasi. Aktivasi dengan asam akan melarutkan pengotor yang terdapat pada zeolit, sedangkan aktivasi dengan basa akan melarutkan oksida pengotor masih tertinggal pada proses dealuminasi melalui proses pertukaran ion sehingga dapat menjadikan ruang kosong dalam kristal-kristal. Peningkatan luas permukaan setelah dipreparasi disebabkan oleh terbukanya pori-pori pada struktur zeolit alam.

2.3 TiO₂ Sebagai Fotokatalis

Katalis adalah zat yang ditambahkan pada reaksi kimia dengan tujuan untuk mempercepat reaksi ke kanan atau ke kiri, sehingga keadaan setimbang lebih cepat tercapai. Katalis dapat dibagi berdasarkan dua tipe dasar, heterogen dan homogen. Reaksi heterogen, katalis berada dalam fase yang berbeda dengan reaktan, sedangkan reaksi homogen, katalis berada dalam fase yang sama dengan reaktan. Walaupun demikian tersedianya elektron dari orbital d pada atom-atom permukaan katalis memegang peranan penting.



Gambar 2.8 TiO₂ fase (a) rutil, (b) anatas, (c) brukit (Ti = putih dan O = merah) (Landmann, dkk, 2012)

Aktifitas fotokatalis, secara umum didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat (Rahmawati, 2010). Kinerja fotokatalis berkaitan erat dengan fotosensitisasi, yakni suatu proses yang disebabkan oleh

adanya perubahan reaksi kimia dalam suatu molekul sebagai akibat absorpsi awal dari radiasi oleh keberadaan molekul lainnya. Katalis titania (TiO_2) terutama dalam bentuk serbuk sering digunakan sebagai fotokatalis. Keuntungan titania sebagai fotokatalis diungkapkan oleh Hoffmann dkk., (1995), bahwa sifat titania yang stabil, inert secara biologis dan kimia, stabil terhadap korosi dan relatif murah.

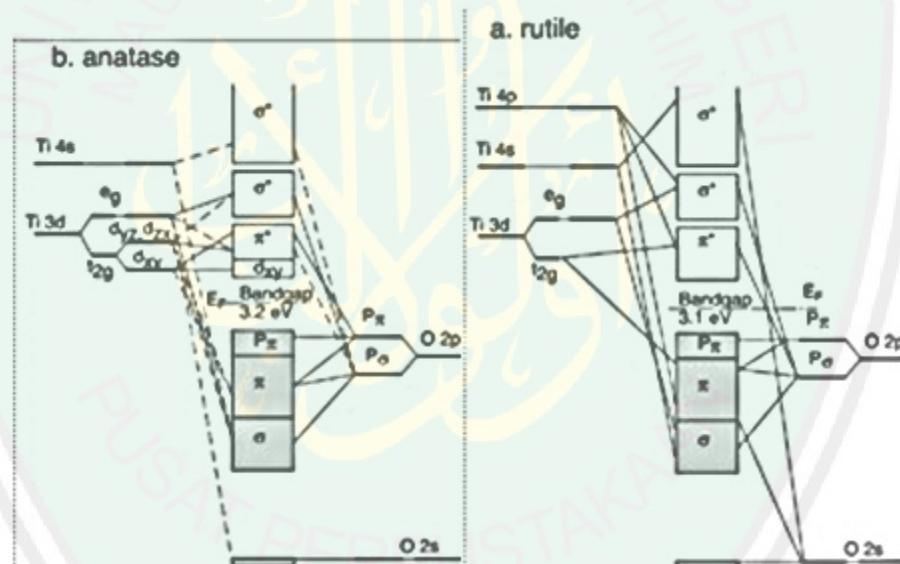
Titania mempunyai tiga bentuk polimorf, yaitu: anatas, rutil, dan brokit. TiO_2 dengan bentuk kristal anatas dan rutil jika dikenai suatu sinar UV dengan $\lambda < 385$ nm untuk anatas dan $\lambda = 405$ nm untuk rutil, akan menghasilkan spesies oksidator dan reduktor pada permukaannya (Fatimah, 2005).

Tabel 2.3 Perbedaan struktur Anatas, Brukit, dan Rutil

Sifat	Anatas	Rutil	Brukit
Bentuk Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Orthorombik
Band Gap, eV	3,25	3,0	3,05
Banyak TiO_2 per Unit sel	4	2	8
Volume per $\text{TiO}_2, \text{nm}^3$	0,03407	0,03122	0,03211
Massa Jenis Teoritis, kg/m^3	3895	4250	4133
Tingkat kekerasan, skala Moh	5,5-6	7-7,5	-
Indeks bias	2,5688	2,9467	2,809
Mobilitas electron	$10^{-3} \text{ cm}^2/\text{V}$	$10^{-6} \text{ cm}^2/\text{V}$	-
Kapasitas panas	55,52 J/mol $^\circ\text{C}$	55,06 J/mol $^\circ\text{C}$	
Jarak	Ti-Ti	3,79 Å dan 3,04 Å	3,57 Å dan 2,96 Å
	Ti-O	1,93 Å dan 1,98 Å	1,949 Å dan 1,980 Å
	O-O		2,54 Å, 2,78 Å, dan 2,96 Å
Jarak kisi pada suhu ruang	a = b = 3:7842 Å c = 9:5146 Å	a = b = 4.5937 Å c = 2.9581 Å	a = 9:16 Å b = 5:43 Å c = 5:13 Å

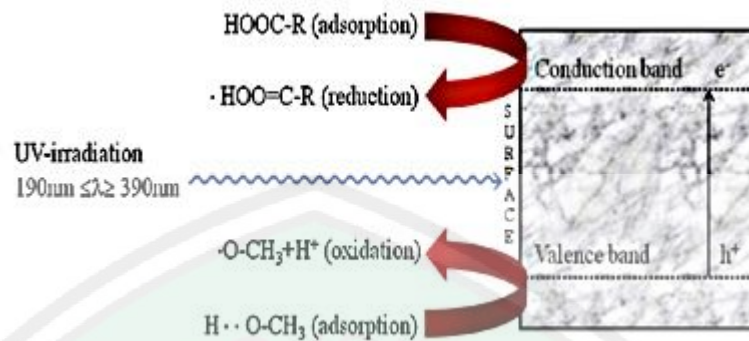
Sumber : Hasibuan, 2012, Marlupi, 2003, dan Landman, dkk., 2012

Pita valensi dan pita konduksi TiO_2 dibentuk oleh gabungan orbital-orbital hibridisasi TiO_2 . Konfigurasi elektron atom titanium ($_{22}\text{Ti}$) ialah $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^2$ sementara atom oksigen ($_{8}\text{O}$) yaitu $1s^2 2s^2 2p^4$. Secara sederhana orbital molekul TiO_2 terbentuk antara ikatan kulit 3d Ti dengan kulit 2p O. Tingkat energi kulit 3d menjadi daerah konduktif molekuler (pembentuk pita konduksi) sedangkan kulit 2p menjadi area valensi molekuler (pembentuk pita valensi) (Gunlazuardi, 2001 dan Scaloni, dkk., 2013). Pembentukan pita semikonduktor TiO_2 ini juga berlaku untuk pembentukan pita valensi dan pita konduksi saat pencampuran fasa anatase-rutil.



Gambar 2.9 Pembentukan pita valensi dan pita konduksi dari fasa kristal TiO_2 -anatase dan TiO_2 -rutil (Pang, H., dkk., 2008)

Corro, dkk (2012) telah menjelaskan mekanisme fotokatalis ZnO/SiO_2 pada reaksi esterifikasi minyak jelantah sebagai berikut:



Gambar 2.10 Mekanisme reaksi ALB dan metanol dibawah radiasi sinar UV (Corro, dkk., 2012).

Dasar reaksi fotokatalitik menitik beratkan pada pasangan elektron-*hole* dengan mekanisme sebagai berikut: ketika fotokatalis heterogen (semikonduktor) yang disinari oleh cahaya dengan energi yang lebih besar atau sama dengan energi *band gap*-nya, elektron (e⁻) akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi dengan meninggalkan *hole* (h⁺) yang bermuatan positif pada pita konduksi. Kondisi eksitasi ini merupakan kondisi yang menguntungkan untuk aktivitas fotokatalis, sebelum terjadinya rekombinasi elektron. Pasangan elektron-*hole* berdifusi keluar ke permukaan fotokatalis dan berpartisipasi dalam reaksi kimia, berinteraksi dengan molekul di sekitarnya. Elektron bebas (e⁻) dan *hole* (h⁺) mengubah molekul sekitarnya menjadi radikal bebas (Corro dkk, 2012).

Hurum, dkk., (2003) melaporkan bahwa meningkatnya aktivitas fotokatalitik campuran anatase:rutil ini disebabkan oleh tiga faktor : (1) *band gap* rutil yang lebih pendek, membuat rutil memiliki afinitas adsorpsi foton pada cahaya tampak lebih tinggi dari pada anatase; (2) terjadi suatu stabilitas pemisahan muatan elektron dan

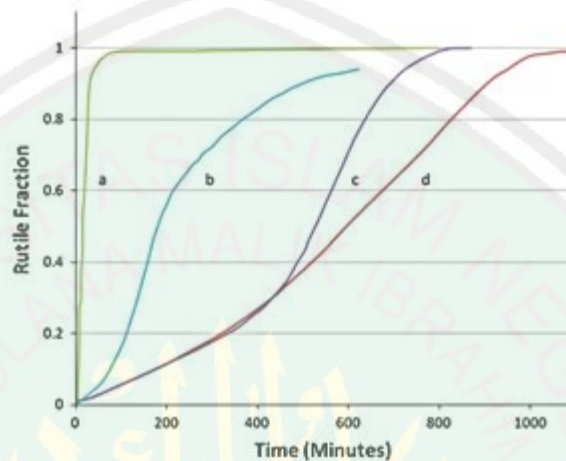
transfer elektron dari rutil ke anatase dapat memperlambat rekombinasi elektron kembali ke pita valensi; (3) rasio massa rutil yang lebih kecil dari pada anatase, dapat menjadikan rutil berperan sebagai "hot spot" katalitik pada antarmuka rutil / anatase sebagai penangkap sinar UV dan memaksimalkan transfer elektron dari rutil ke anatase, dan transfer *hole* dari anatase ke rutil.

Utubira (2006) mengungkapkan bahwa kemampuan TiO_2 sebagai fotokatalis akan meningkat pada distribusi yang merata pada padatan. Hal ini disebabkan oleh peningkatan efektifitas semikonduktor suatu padatan pada ukuran partikel yang kecil atau dalam skala nanometer. Dengan mendispersikan bahan TiO_2 ke dalam pori-pori zeolit, maka penggunaan bahan menjadi lebih irit dan juga lebih mudah menanganinya. Penggunaan zeolit sebagai *host material* untuk oksida logam TiO_2 telah banyak dilaporkan. Pemanfaatan zeolit sebagai matriks untuk sintesis oksida-oksida logam disebabkan karena zeolit mempunyai pori-pori yang berdimensi nanometer sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pembatas pertumbuhan partikel.

2.3.1 Transformasi TiO_2 Anatase Ke TiO_2 Rutil

Transformasi TiO_2 -anatase Ke TiO_2 -rutil sangat menarik diperbincangkan. Dengan adanya transformasi fasa ini dapat mengubah sifat dan kinerja TiO_2 menjadi lebih baik. Kinetika proses transformasi bergantung pada suhu dan waktu. Anatase murni dianggap berubah menjadi rutil secara irreversibel pada suhu 600 °C. Transformasi ini biasanya terjadi pada suhu tinggi. Suhu transisi dilaporkan bervariasi dalam kisaran 400-1200 °C. Perbedaan suhu ini dikarenakan penggunaan

metode yang berbeda untuk menentukan suhu transisi, bahan baku, dan metode pengolahan (Hannaor dan Sorrell, 2010).



Gambar 2.11 Kurva transformasi titania (Hannaor dan Sorrell, 2010)

Sampel (a) doping dengan Fe_2O_3 dapat meningkatkan kekosongan oksigen. Sehingga mempercepat terbentuknya rutil. Sampel (b) dan (d) diasumsikan bahwa sampel tidak terdoping yang diteliti adalah sama, yang membedakan adalah suhu yang diberikan. Semakin tinggi suhu diberikan maka transformasi dari anatase menjadi rutil menjadi lebih cepat. Sampel (c) titania yang terdoping MnO_2 menunjukkan bahwa penambahan MnO_2 tidak berpengaruh terhadap formasi kekosongan oksigen. Tidak seperti Fe_2O_3 , Mn^{4+} tereduksi secara spontan menjadi Mn^{3+} kemudian menjadi Mn^{2+} (Hannaor dan Sorrell, 2010).

Parameter yang harus diperhatikan untuk transformasi dari anatase murni (*undoped*) ke rutil antara lain : ukuran partikel, bentuk partikel, luas permukaan, keadaan atmosfer, volum sampel, kemurnian sampel, kecepatan pemanasan, waktu

perendaman, pengotor, dan teknik transformasi fasa. Dengan tidak adanya pengotor, dopan, fase sekunder, atau jenis kontaminasi, maka transformasi dari anatas ke rutil dapat berlangsung dengan baik (Hannaor dan Sorrell, 2010).

Transformasi anatas ke rutil melibatkan proses nukleasi dan proses pertumbuhan. Dalam anatase murni, rutil dapat mengalami nukleasi di permukaan anatas. Selain itu, transformasi juga melibatkan terputusnya dan terbentuknya ikatan. Transformasi anatas ke rutil melibatkan kontraksi dari c-axis dan kontraksi 8 % volume keseluruhan. Kepadatan rutil relatif lebih tinggi dari pada anatas. Dalam rangka transisi ke rutil, yang (112) bidang dalam anatas dipertahankan sebagai (100) bidang dalam produk rutil (Hannaor dan Sorrell, 2010). Sumbu c anatas tampaknya jauh lebih panjang dari pada rutil hanya karena anatas memiliki lebih banyak atom per unit sel dari pada rutil (Gambar 2.8).

Tidak semua butir anatas dapat menyerap panas yang sama. Butir yang menyerap panas akan tumbuh menjadi butir rutil lebih cepat, dari pada butir yang menyerap panas lebih sedikit. Dalam proses ini, butir partikel anatas yang menyerap panas lebih sedikit akan menyusut, sedangkan butir partikel anatas yang menerima termal banyak akan memecah batas antarmuka butir, lalu bergabung dengan butir anatas tetangga. Atom yang terputus ikatannya akan mengalami migrasi antarmuka butir partikel dan membentuk ikatan baru (Dillon dan Harmer, 2007 dalam Choudhury dan Choudhury, 2013). Berikut adalah hasil transformasi anatas ke rutil yang pernah dilakukan :

Tabel 2.4 Ukuran kristal, renggangan kisi, temperature pemanasan

Temperatur Pemanasan (°C)	Ukuran butir partikel (nm)	Renggangan kisi
200	5	0,0345
450	8	0,0290
700	18	0,0183
900	23	-0,0006

Sumber : Choudhury dan Choudhury (2013).

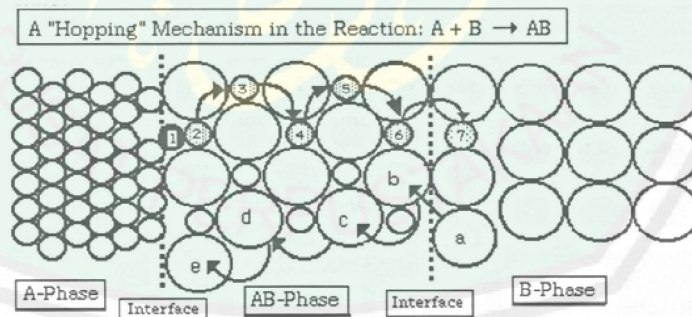
2.4 Sintesis Komposit TiO₂/Zeolit Alam Malang Dengan Metode Hidrotermal

Teknik hidrotermal merupakan cara untuk mensimulasikan kondisi alam yang ada di bawah kerak bumi dalam skala laboratorium. Hidrotermal mengacu pada reaksi heterogen dengan adanya pelarut pada kondisi tekanan dan suhu tinggi untuk mengkristalkan bahan yang relatif tidak larut air dalam sistem tertutup. Dengan menggunakan teknik hidrotermal akan didapatkan luas permukaan material yang tinggi, partikel submikron dengan distribusi ukuran yang sempit. Teknik hidrotermal juga dinilai mudah dilakukan dari pada teknik yang lain karena hanya membutuhkan peralatan sederhana, tidak ada penggilingan atau kalsinasi; waktu reaksi yang singkat; kebutuhan energi yang lebih rendah (Byrappa dan Yoshimura, 2001).

Ada banyak produk yang dihasilkan dari kondisi hidrotermal, seperti keramik, perovskit, biokeramik, film tipis, dan komposit. Komposit adalah material hasil kombinasi makroskopis dari dua atau lebih komponen yang berbeda dengan tujuan untuk mendapatkan sifat-sifat fisik dan mekanik tertentu yang lebih baik daripada sifat masing-masing komponen penyusunnya. Komponen penyusun dari komposit, yaitu berupa penguat (*reinforcement*) dan pengikat (*matrix*). Penguat merupakan material yang umumnya jauh lebih kuat dari matriks dan berfungsi untuk

memberikan kekuatan tarik. Matriks berfungsi sebagai media transfer beban ke penguat. Konsep umum bahan komposit memiliki daya tarik besar (Byrappa dan Yoshimura, 2001).

Dalam sistem komposit terdapat suatu fasa pembatas (*boundary*) yang berisi ikatan antarmuka (*interface*) kedua material. Menurut Lestari (2008), *interface* adalah suatu fasa atau media yang terdapat pada komposit yang berfungsi untuk mentransfer beban dari penguat-matriks-penguat membentuk *boundary*. *Interface* dapat berupa ikatan atom sederhana, reaksi antar matriks, atau penguat pada pelapisan. Pada umumnya *boundary* diusahakan tanpa ketebalan. Byrappa dan Yoshimura (2001), dalam bukunya memberi batasan ketebalan *boundary* komposit dalam proses hidrotermal adalah sekitar 40-200 μm . Dengan meningkatnya ketebalan *boundary*, konsentrasi logam TiO_2 pada komposit akan semakin menurun.



Gambar 2.12 Difusi brown membentuk *boundary*

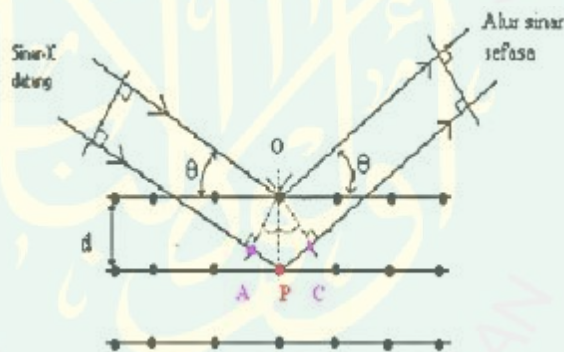
Ikatan yang terjadi pada *interface* dalam sistem komposit bukan merupakan ikatan kimia. Melainkan merupakan gaya tarik antar partikel (elektrostatik dan Van der Waals) (Borgonovo, 2010). Dalam pembentukan *boundary*, terjadi difusi brown

antara kedua partikel. Partikel yang telah tersuspensi dalam fasa cair secara acak akan dibombardir ke semua sisi molekul padatan. Berdasarkan penjelasan diatas, dapat di ilustrasikan seperti Gambar 2.12 (Roop, 2003).

2.5 Karakterisasi

2.5.1 Karakterisasi Stuktur Dengan Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar X (*X-ray Diffractometer*) atau XRD digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit, dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. (Purbo, dkk 2009).



Gambar 2.13 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg

$$AP = PC = d \sin \theta$$

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

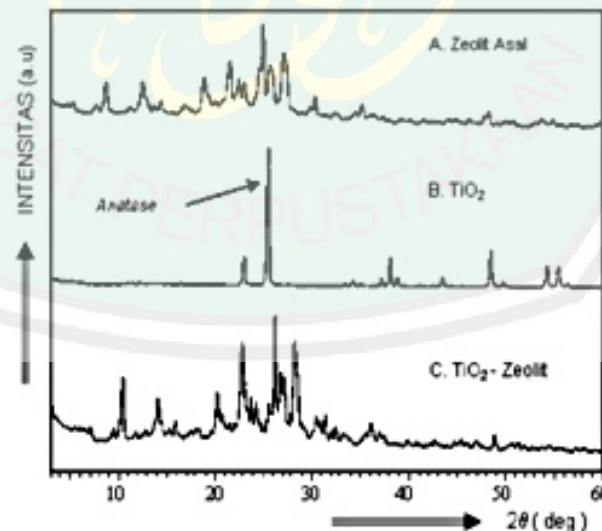
Keterangan : λ : Panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

d : Jarak antara dua bidang kisi

n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan

Prinsip kerja dari instrument ini mengacu pada hukum Bragg. Berdasarkan persamaan Bragg tersebut, jika berkas sinar-X di jatuhkan pada kristal, maka bidang kristal itu akan menghamburkan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi kristal tersebut. Sinar yang dihamburkan akan ditangkap oleh detektor lalu diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Bagian yang tidak dihamburkan akan menembus menuju lapisan kedua atom-atom dan dihamburkan sebagian sehingga yang tidak terhambur selanjutnya akan lewat menuju lapisan ketiga dan seterusnya. d adalah jarak antar bidang kristal. Tiap puncak yang muncul mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan lalu dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk semua jenis material (Purbo, dkk., 2009).



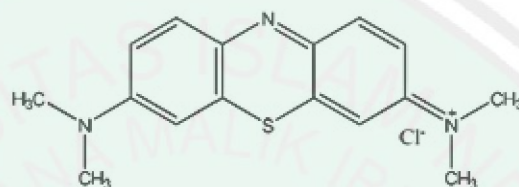
Gambar 2.14 difraktogram (A) zeolit alam (B) Kristal TiO₂ (C) TiO₂-Zeolit (Utubira, 2006)

Dari hasil analisis XRD Gambar 2.14, diperoleh data bahwa refleksi dengan intensitas yang tajam pada daerah $2\theta = 13,50^\circ; 19,71^\circ; 25,70^\circ; 27,80^\circ; 28,08^\circ$ ($d=6,55 \text{ \AA}; 4,49 \text{ \AA}; 3,46 \text{ \AA}; 3,20 \text{ \AA}; 3,17 \text{ \AA}$) yang merupakan karakteristik mineral mordenit (M), sedangkan refleksi dengan intensitas terbesar pada daerah $2\theta = 9,85^\circ$ dan $22,34^\circ$ ($d= 8,96 \text{ \AA}$ dan $3,97 \text{ \AA}$) merupakan karakteristik mineral klinoptilolit (Kl) dan mineral kuarsa memberikan refleksi dengan intensitas terbesar pada daerah $2\theta = 26,68^\circ$ ($d=3,33 \text{ \AA}$). Dari hasil karakterisasi ini, zeolit alam mengandung campuran mineral mordenit dan klinoptilolit. Dari difraktogram TiO_2 -zeolit tidak terlihat refleksi TiO_2 secara jelas di daerah $2\theta = 20^\circ$ sampai 25° . Hal ini mungkin disebabkan oleh tumpang tindihnya refleksi TiO_2 dengan zeolit. Namun dari difraktogram terlihat puncak-puncak kecil yang mungkin disebabkan oleh refleksi TiO_2 anatas pada daerah $2\theta = 35,78^\circ; 48,54^\circ$ dan $56,91^\circ$ dengan jarak $d = 2,50 \text{ \AA}; 1,87 \text{ \AA}$ dan $1,61 \text{ \AA}$ difraktogram C) yang sebelumnya tidak muncul pada difraktogram zeolit alam (A). Dari difraktogram ini belum dapat dipastikan apakah TiO_2 telah terdispersi di dalam pori-pori atau permukaan eksternal zeolit (Utubira, 2006).

2.5.2 Analisis Luas Permukaan dengan Adsorpsi *Methylen Blue*

Penentuan luas permukaan dengan metode *methylen blue* lebih sering dilakukan karena sederhana dan relatif murah. *Methylene blue* dapat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis karena merupakan senyawa berwarna (Day dan Underwood, 1990). Warna *methylene blue* disebabkan oleh adanya perpanjangan sistem konjugasi karena akan mengecilkan jarak antara tingkat

energi dasar ke tingkat energi aktivasi. Jarak yang kecil ini menyebabkan energi yang diperlukan untuk eksitasi elektron keadaan dasar ke keadaan eksitasi akan berkurang, sehingga menyebabkan panjang gelombang sinar UV-Vis yang diperlukan dalam terjadinya serapan akan meningkat (Yudi, 2011).



Gambar 2.15 Struktur *methylene blue*

Rianto (2012) telah melakukan metode ini dengan hasil antara lain: *Methylen blue* memiliki panjang gelombang maksimum pada $\lambda=664,9$ nm. Makin banyak molekul *methylen blue* yang diadsorb, maka luas permukaan pori-pori adsorben makin besar. Banyaknya molekul *methylen blue* yang diadsorpsi sebanding dengan luas permukaan biosorben (Riesthandie, 2010). Dibawah ini merupakan hasil dari analisis luas permukaan dengan *methylen blue* pada Ti-Zeolit yang dilakukan oleh Rianto (2012) dengan metode imregnasi.

Tabel 2.5 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium dalam satuan waktu

Nama Zeolit	Luas Permukaan (m^2 /gram)						
	5 menit	10 menit	20 menit	30 menit	40 menit	50 menit	60 menit
0,1 Ti-Zeolit Alam	19,724	22,056	22,931	22,844	23,159	22,843	21,789
0,2 Ti-Zeolit Alam	20,115	22,109	22,928	22,197	23,365	23,077	21,951
0,3 Ti-Zeolit Alam	19,652	19,599	22,172	20,615	21,530	20,848	21,321

Berdasarkan data Tabel 2.8 zeolit dengan konsentrasi titanium 0,2 M menunjukkan luas permukaan yang lebih besar dari zeolit modifikasi lain karena adanya perluasan permukaan yang diakibatkan proses impregnasi logam titanium 0,2 M. sedangkan dari hasil impregnasi logam titanium dengan konsentrasi 0,3 M cenderung mengalami luas permukaan yang lebih kecil dari pada modifikasi lain. Dimungkinkan pada penambahan logam titanium 0,3 M terjadi *sintering* (penggumpalan), sehingga mengalami penutupan pori yang berakibat berkurangnya kemampuan penyerapan *methylene blue* (Rianto, 2012).

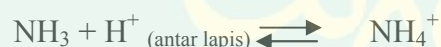
2.5.3 Keasaman Total

Keasaman total adalah jumlah milimol NH_3 yang dapat teradsorpsi oleh tiap 1 gram katalis. Jumlah basa amoniak dari fasa gas yang diadsorpsi oleh permukaan padatan adalah ekuivalen dengan jumlah asam pada permukaan yang menyerap basa tersebut. Keasaman padatan pada zeolit berasal dari situs asam Brønsted dan situs asam Lewis (Trisunaryanti, 1996).

Keasaman dipengaruhi juga oleh rasio Si/Al, bahwa semakin kecil rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, jumlah sisi asam Brønsted Lewis semakin besar. Hal ini disebabkan oleh pusat inti asam katalis terletak pada kerangka atom Al. semakin besar jumlah atom Al, maka semakin banyak ion hidrogen yang menyeimbangkan muatan negatif dalam kerangka akibat kehadiran $[\text{AlO}_4]^{-5}$ membentuk sisi asam Brønsted. Selain itu, semakin besar jumlah atom Al juga mengakibatkan semakin banyak kation Al yang bereaksi dengan air membentuk Al-OH, kemudian air akan keluar akibat pemanasan

dan membentuk ion Al^{3+} terkoordinasi menghasilkan asam Lewis yang kuat (Smart, 1993).

Penentuan jumlah situs asam dengan amoniak sebagai basa adsorbat memberikan jumlah situs asam total katalis dengan asumsi bahwa ukuran molekul NH_3 yang kecil memungkinkan masuk sampai ke dalam pori-pori katalis (Rodiansono, dkk, 2009). Dengan metode gravimetri ini keasaman yang diperoleh merupakan gabungan dari keasaman *Bronsted* dan keasaman *Lewis*. Adanya situs asam *Bronsted* tersebut menandakan bahwa telah ada H^+ yang terperangkap dalam zeolit sebagai kation yang berfungsi untuk menstabilkan muatan negatif alumina silikat. Dengan adanya basa NH_3 yang teradsorpsi, maka akan terjadi reaksi membentuk NH_4^+ (ion amonium). Reaksi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut (Istina dkk, 2003):



Tabel 2.6 Hasil uji keasaman zeolit aktivasi dan zeolit modifikasi (Rianto, 2012)

Nama Zeolit	Keasaman (mmol/gram)
Zeolit alam aktivasi	0,352
0,1Ti-zeolit alam	0,419
0,2Ti-zeolit alam	0,502
0,3Ti-zeolit alam	0,268

Berdasarkan Tabel 2.7 keasaman zeolit meningkat seiring dengan semakin besarnya konsentrasi Ti, akan tetapi pada konsentrasi Ti 0,3 M terjadi penurunan keasaman. Hal ini menunjukkan bahwa zeolit modifikasi Ti 0,2 M memiliki tingkat keasaman paling tinggi diantara zeolit modifikasi lain (Rianto, 2012).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Desember 2013 sampai Mei 2014 di Laboratorium Riset Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain corong pemisah, *hot plate*, *stirrer*, buret, ayakan 200 mesh, oven, desikator, *furnace*, alat penekan 11 ton, seperangkat difraksi sinar-X (XRD), spektrofotometer UV-VIS, spektronik 20, rangkaian reaktor uji fotoesterifikasi dan beberapa alat gelas.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah zeolit alam malang, minyak jelantah, NaOH, etanol, NH_4NO_3 2 M, TiO_2 -anatas 99,99% Sigma Aldrich No. CAS. 1317-70-10, metanol, *methylene blue*, amoniak, dan aquades.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Preparasi minyak jelantah

- b. Preparasi dan aktivasi pengemban zeolit alam malang
- c. Sintesis komposit fotokatalis TiO_2 /zeolit alam malang
- d. Karakterisasi komposit fotokatalis TiO_2 /zeolit alam malang
- e. Uji aktivitas fotokatalisis pada reaksi esterifikasi ALB minyak jelantah
- f. Analisis biodiesel dengan titrasi asam basa

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Minyak Jelantah

Minyak jelantah 100 gram dipanaskan pada suhu sekitar 30-35 °C. kemudian disaring. Kemudian minyak jelantah ditambahkan ke dalam air dengan komposisi minyak:air (1:1). Selanjutnya campuran dipanaskan sampai komposisi air tinggal setengahnya. Campuran diendapkan dalam corong pemisah selama 1 jam, kemudian fraksi air pada bagian bawah dipisahkan, sehingga diperoleh minyak bebas air dan disaring. Minyak yang dihasilkan, selanjutnya dianalisis kandungan ALB awal dengan titrasi asam basa.

3.4.2 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang

Zeolit alam ditumbuk sampai halus dan diayak dengan ayakan 200 mesh. Zeolit alam halus sebanyak 250 g direndam dalam 500 mL aquades dan *distirrer* selama 24 jam. Kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam (Trisunaryati, dkk., 2005).

Zeolit kemudian diaktivasi dengan larutan NH_4NO_3 2 M dengan perbandingan berat 1:2. Campuran *distirrer* selama 4 jam, disaring dan dicuci dengan aquadest sampai pH filtrat netral. Lalu padatan dipanaskan pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam. Selanjutnya diaktivasi secara fisika dengan kalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam.

3.4.3 Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang Dengan Berbagai Variasi Struktur

3.4.3.1 Pembuatan TiO_2 -Rutil

Serbuk TiO_2 -anatas digiling secara manual selama 4 jam dengan mortar (Heald, 1972). Selanjutnya dibuat pelet dengan alat penekan 10 ton (Yuliati, 2010). Kemudian dipanaskan dengan tanur dengan suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 9 jam (Hanaor dan Sorrell, 2011). Selanjutnya dianalisis dengan menggunakan XRD.

3.4.3.2 Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang

Serbuk H-Zeolit yang sudah dikalsinasi diambil H-Zeolit dicampur dengan larutan yang mengandung ion logam TiO_2 anatas dan rutil. Adapun perbandingan masa TiO_2 dan H-Zeolit adalah sebagai berikut :

Tabel 3.1. Komposisi komposit fotokatalis dengan perbandingan zeolit (90 %) : TiO_2 (10 %) = 2,25 gram : 0,25 gram (Corro, dkk., 2012)

Komposit Katalis	Berat TiO_2 Anatas : Rutil
$\text{TiO}_2\text{-A}_{90}\text{:R}_{10}$ /Zeolit	0,225 gram : 0,025 gram
$\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}$ /Zeolit	0,2 gram : 0,05 gram
$\text{TiO}_2\text{-A}_{70}\text{:R}_{30}$ /Zeolit	0,175 gram : 0,075 gram

Campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dimasukkan kedalam botol hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 90°C dalam oven selama 16 jam. Setelah

dingin dilakukan penyaringan. Pasca penyaringan dilakukan pemanasan selama 2 jam pada suhu 100°C (Rianto, 2012). Selanjutnya semua sampel komposit diaktivasi dengan cara kalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam dalam tanur (Slamet dan Bismo, 2007).

3.4.4 Karakterisasi Struktur Dengan Menggunakan XRD

Difraksi sinar X (*X-ray Diffractometer*) adalah instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur material kristalit maupun non-kristalit, dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Analisa XRD menggunakan radiasi monokromator Cu K α ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5\text{--}60^\circ$, step 0.020° , dan waktu step 1 detik.

3.4.5 Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*

Langkah-langkah kerja pada metode adsorpsi *methylene blue* diantaranya :

- a. Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* (MB)

Larutan *methylene blue* 5 ppm diukur pada panjang gelombang 600-680 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Kemudian dianalisis spektranya. Panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum merupakan panjang gelombang maksimum.

- b. Penentuan waktu operasional/waktu penstabilan

Sebanyak 2 mL larutan *methylene blue* dilarutkan pada 10 mL aquades. Sesaat setelah dicampurkan larutan dimasukkan kedalam kuvet dan segera diukur

absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Perlakuan tersebut dianggap sebagai waktu ke nol. Untuk selanjutnya dilakukan perlakuan yang sama pada waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 dan 90 menit.

c. Pembuatan kurva baku

Dibuat seri larutan baku *methylene blue* dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 ppm dan diukur absorbansi setiap konsentrasi dengan spektrofotometer UV-VIS. Kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi.

d. Penentuan waktu adsorpsi optimum

Sebanyak 0,05 g material komposit $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ dimasukkan ke dalam Erlenmeyer shaker yang telah dilapisi alumunium foil kemudian ditambahkan 20 mL *methylene blue* 16 ppm. Selanjutnya dikocok dengan *shaker* dengan variasi waktu 20, 30, 40, 50, dan 60 menit pada 150 rpm. Filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

e. Penentuan luas permukaan spesifik material

Sebanyak 0,05 gram material komposit $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ masing-masing dimasukkan ke dalam Erlenmeyer shaker yang telah dilapisi alumunium foil kemudian ditambahkan 20 mL *methylene blue* 16 ppm. Selanjutnya dikocok dengan *shaker* pada 150 rpm selama waktu adsorpsi optimum yang dihasilkan. Campuran disaring dan filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

Luas permukaan dihitung dengan rumus :

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{M} \dots\dots\dots 3.1$$

Keterangan :

S = Luas permukaan spesifik (m^2/g)

X_m = *Methylene blue* terserap oleh 1 g adsorben (mg/g)

A = Luas permukaan 1 molekul *methylene blue* ($197,2 \times 10^{-20} m^2$)

N = Bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ molekul/mol)

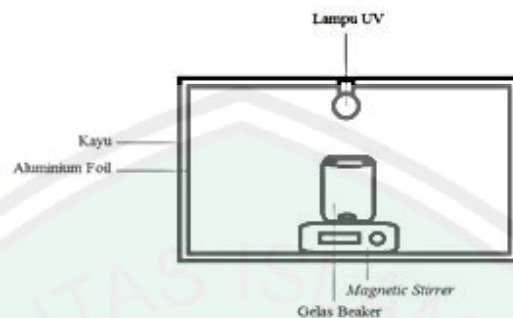
M = Massa molekul *methylene blue* (320 g/mol)

3.4.6 Analisis Keasaman Total TiO_2 /Zeolit Alam Malang (Rianto, 2012)

Keasaman TiO_2 /zeolit alam teraktivasi ditentukan dengan metode gravimetrik yaitu dengan cara adsorpsi gas amoniak pada permukaan TiO_2 /zeolit alam teraktivasi. TiO_2 /zeolit alam teraktivasi dengan berat 0,5 gram diletakkan dalam kaca arloji yang sebelumnya telah diketahui beratnya selanjutnya dipanaskan dalam oven pada suhu $120^\circ C$ selama 2 jam. TiO_2 /zeolit alam teraktivasi didinginkan sebentar pada suhu ruang, kemudian ditimbang lagi untuk mengetahui berat TiO_2 /zeolit alam teraktivasi diletakkan dalam desikator yang di dalamnya telah diletakkan cawan krus yang berisi amoniak dan dibiarkan selama 24 jam. Kaca arloji dikeluarkan dari desikator dan diangin-anginkan selama 4 jam. TiO_2 /zeolit alam teraktivasi ditimbang dan amoniak yang terserap oleh katalis dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Keasaman} = \frac{W_{NH_3} \times 1000}{BM_{NH_3} \times W_{katalis}} \text{ (mmol/g)} \dots\dots\dots 3.2$$

3.4.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang Pada Reaksi Esterifikasi ALB Minyak Jelantah



Gambar 3.1. Rangkaian reaktor uji foto-esterifikasi minyak jelantah dengan katalis komposit TiO_2 /Zeolit

Uji esterifikasi ALB dengan fotokatalis komposit akan dilakukan dengan reaktor sederhana seperti pada Gambar 3.1 dengan radiasi sinar UV pada panjang gelombang 366 nm. Minyak goreng sisa dicampur dengan metanol dalam gelas reaktor pada perbandingan metanol/minyak jelantah adalah 120 gram/10 gram (b/b) (Corro, dkk., 2013), kemudian ditambahkan katalis komposit pada perbandingan 1,5 gram/10 gram b/b dari berat minyak jelantah. Campuran *distirrer* selama 6 jam.

Perlakuan diatas berturut-turut dilakukan untuk fotokatalis komposit TiO_2 - A_{90} : R_{10} /zeolit dengan radiasi UV, TiO_2 - A_{80} : R_{20} /zeolit dengan radiasi UV, dan komposit TiO_2 - A_{70} : R_{30} /zeolit dengan radiasi UV dan TiO_2 - A_{80} : R_{20} /zeolit tanpa radiasi UV.

3.4.8 Penentuan Konversi ALB (Corro, dkk. 2012)

Penentuan konversi ALB dilakukan dengan titrasi asam basa menggunakan metode AOAC 940.28. Konversi asam lemak bebas (% ALB) ditentukan dengan persamaan :

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{\% \text{ ALB awal} - \% \text{ ALB setelah reaksi}}{\% \text{ ALB awal}} \times 100 \% \dots\dots\dots 3.3$$

3.4.8.1 Analisis Konsentrasi NaOH

Analisis konsentrasi NaOH dilakukan dengan pembakuan NaOH. Pembakuan dilakukan dengan titrasi asam basa. 10 mL asam oksalat 0,1 M dipipet dan dimasukkan kedalam elenmeyer 100 mL. selanjutnya ditambah dengan 1 mL indikator *phenolphthalein*. Kemudian dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,1 M. konsentrasi NaOH dapat diukur dengan persamaan :

$$M_{\text{asam oksalat}} \times V_{\text{asam oksalat}} = M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{titrasi}} \dots\dots\dots 3.4$$

3.4.8.2 Analisis Kandungan ALB Awal dan Akhir (AOAC 940.28)

Sampel minyak jelantah ditimbang 3,525 gram. Kemudian dimasukkan kedalam elenmeyer 100 mL dan ditambahkan 25 mL etanol 95 % dan 1 ml indikator *phenolpthelein*. Selanjutnya dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,1 M. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dari bening menjadi merah muda bening. Untuk menghitung % ALB dapat digunakan persamaan berikut :

$$\% \text{ ALB} = \frac{V \text{ NaOH} \times M \text{ NaOH} \times \text{BM NaOH}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots 3.5$$

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Minyak Jelantah

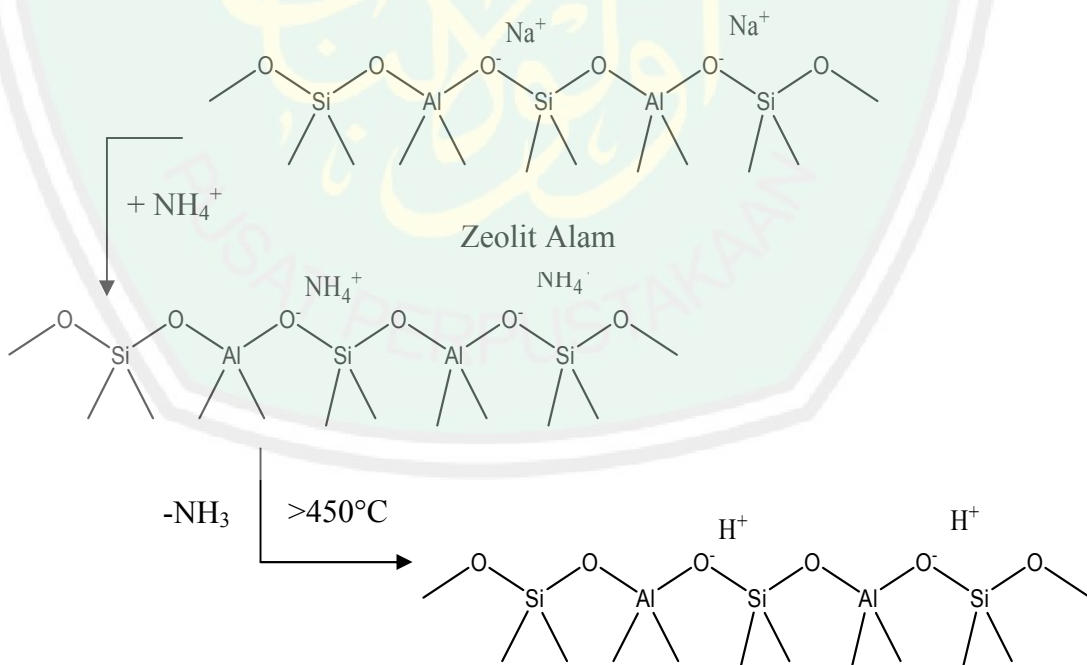
Preparasi minyak jelantah dilakukan untuk membebaskan minyak jelantah dari berbagai macam pengotor sebelum pembuatan biodiesel. Preparasi minyak jelantah diawali dengan proses penyaringan minyak jelantah. Minyak jelantah hasil penyaringan dicampurkan dengan air dan dipanaskan untuk memisahkan pengotor minyak yang bersifat polar. Pengotor yang bersifat polar akan mengalami perpindahan massa dari minyak jelantah menuju ke air. Pada proses pemanasan pengotor polar akan ikut menguap bersama air, sedangkan ketika fraksi air dipisahkan dalam corong pisah, pengotor polar akan ikut terpisahkan dari minyak jelantah.

4.2 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Preparasi dan aktivasi zeolit alam membuat zeolit alam lebih efektif digunakan sebagai katalis heterogen. Preparasi zeolit alam diawali dengan menumbuk dan mengayak zeolit alam dengan ayakan 200 mesh agar didapatkan serbuk zeolit alam dengan luas permukaan yang besar dan ukuran yang seragam. Penghilangan pengotor dilakukan dengan cara pencucian zeolit dengan akuades. Zeolit alam hasil preparasi dikeringkan pada suhu 110°C selama 24 jam untuk menghilangkan kandungan air.

Zeolit alam yang telah dipreparasi perlu diaktivasi secara kimia terlebih dahulu untuk mengurangi kandungan logam alkali, alkali tanah, Fe, Cu, Ni, Zn dan persenyawaan lainnya. Proses aktivasi dilakukan dengan mencampur zeolit alam yang telah dipreparasi dengan menggunakan NH_4NO_3 2M dan distirer selama 4 jam. Perlakuan ini menyebabkan ion-ion NH_4^+ dari larutan ammonium nitrat menggantikan posisi logam-logam alkali pada permukaan zeolit alam. Banon dan Suharto (2008) melaporkan bahwa pertukaran ini berlangsung secara bertahap dan sebanding dengan banyaknya kation yang tersedia.

Zeolit alam yang telah diaktivasi secara kimia, perlu dicuci dengan akuades hingga pH filtrat netral. Ketika dicuci dengan akuades, NO_3^- yang terlepas dari zeolit akan ikut terlarut dalam akuades dan hanya ion NH_4^+ yang tertinggal pada zeolit alam.



Gambar 4.1 Model sederhana aktivasi kimia dan aktivasi fisika zeolit alam (Banon dan Suharto, 2008)

Langkah selanjutnya adalah aktivasi fisika dengan cara kalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam. Pemanasan berfungsi untuk melepaskan gas amoniak (NH_3), karena ikatan yang terjadi antara gugus ammonium dengan sisi aktif zeolit bersifat rentan terhadap pemanasan. Oleh karena itu, yang tertinggal dipermukaan zeolit adalah ion-ion hidrogen (H^+). Zeolit mengalami perubahan warna dari abu-abu keputihan menjadi coklat muda. Menurut Hasibuan (2012), zeolit awal yang berwarna abu-abu menunjukkan adanya kandungan air yang terikat dalam zeolit. Selain itu, setelah kalsinasi terjadi pengurangan bobot zeolit yang menunjukkan air dan senyawa organik telah menguap.

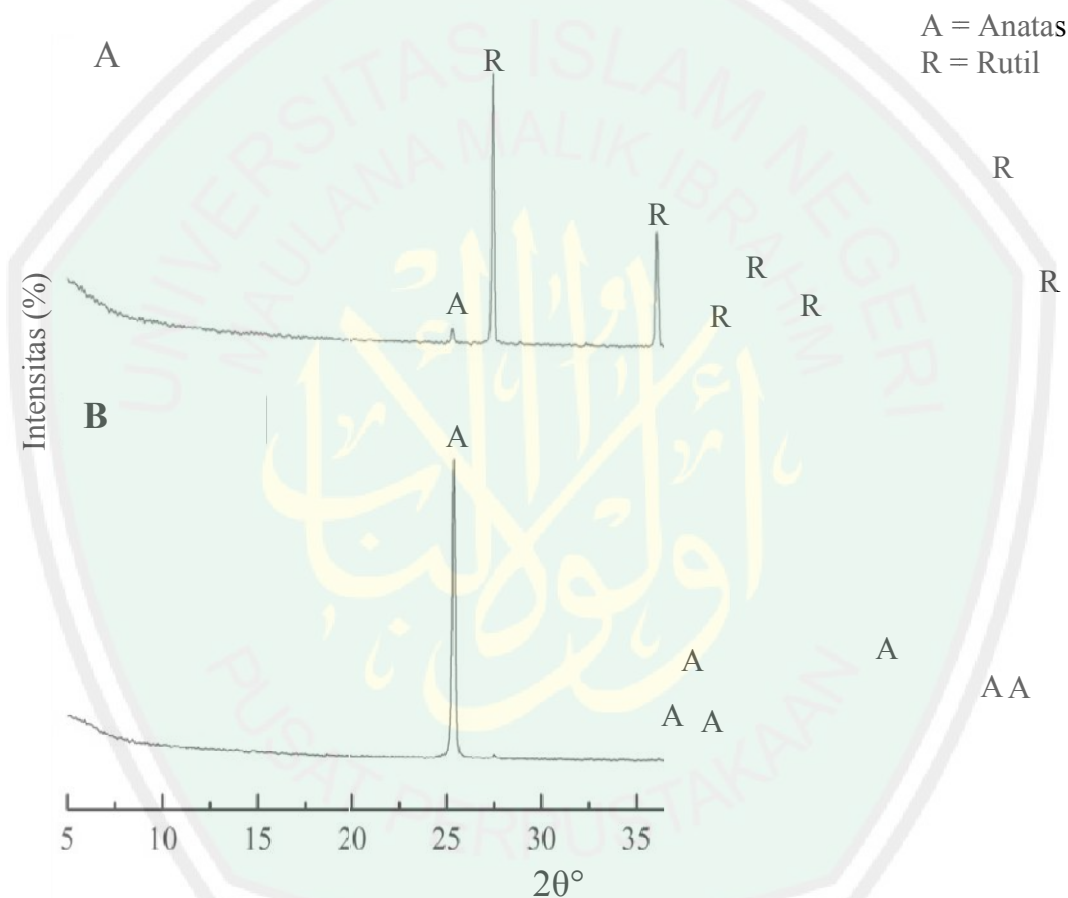
4.3 Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Teraktivasi Dengan Berbagai Variasi Struktur TiO_2

4.3.1 Transformasi Fasa TiO_2 -Rutil dari TiO_2 -Anatas

TiO_2 -rutil dibuat dengan cara menggerus TiO_2 -anatas selama 4 jam dengan menggunakan mortar. Gesenhues (2003) dalam Isnany dan Pratapa (2009), menyebutkan bahwa apabila bahan rutil dikenai perlakuan penggerusan maka partikelnya akan pecah sehingga ukurannya menjadi lebih kecil. Semakin lama penggerusan menyebabkan penyebaran kristal semakin menyempit dan renggangan semakin besar (Purwatiningsih, 2005 dalam Isnany dan Pratapa, 2009) sehingga reaktivitas antarmuka butir anatas semakin besar (Manik, 2003 dalam Isnany dan Pratapa, 2009). Serbuk titania yang telah digerus, selanjutnya dibuat *pellet* agar partikel bahan tersusun rapat dan padat sehingga apabila diberi perlakuan pemanasan

terjadi proses migrasi atom dan terbentuk ikatan baru antar partikel (Yuliati, 2010). Setelah penggerusan, kemudian dilakukan pemanasan pada suhu yang tinggi. Pada penelitian ini dipilih suhu 1000°C selama 9 jam.

Hasil analisis dengan XRD ditunjukkan oleh difraktogram pada Gambar 4.2 :



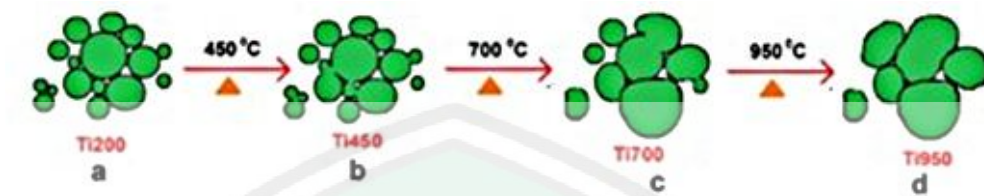
Gambar 4.2 Difraktogram (A) TiO₂-Rutil dan (B) TiO₂-Anatas

Berdasarkan Gambar 4.2 bahwa TiO₂-Anatas telah bertransformasi menjadi TiO₂-Rutil. Akan tetapi masih terdapat sedikit fasa anatas yang ditunjukkan pada $2\theta = 25,2939$. Bergesernya puncak difraktogram disebabkan terjadinya perubahan struktur

dan perubahan panjang kisi kristal TiO_2 . Dengan menitikberatkan pada Hukum Bragg, maka dengan adanya perubahan struktur kristal menyebabkan terjadinya perubahan sudut datang dan sudut bias 2θ difraksi sinar X. Perubahan struktur dari anatase menjadi rutil disebabkan adanya pemberian suhu tinggi. Pada saat pemberian suhu tinggi, terjadi dua peristiwa yang mempengaruhi terbentuknya fasa rutil, meliputi cacat atom oksigen dan pembentukan butir partikel.

Menurut Choudhury dan Choudhury (2013), pemberian energi termal akan menyebabkan ikatan Ti-O anatase akan semakin memanjang (distorsi Z-out) sampai tak terhingga dan lama-kelamaan akan terputus. Terputusnya ikatan Ti-O ini menyebabkan hilangnya beberapa atom oksigen. Peristiwa inilah yang dimaksud dengan cacat oksigen. Pada saat suhu mencapai $950-1000\text{ }^\circ\text{C}$ ikatan Ti-O baru sepenuhnya terbentuk dengan panjang ikatan yang lebih panjang dan terbebas dari cacat oksigen, sehingga terbentuk fasa rutil.

Transformasi rutil terjadi pada antarmuka butir partikel anatase (Penn dkk, 1999). Ukuran butir partikel anatase lebih kecil daripada Rutil. Pemanasan pada suhu tinggi menyebabkan hilangnya batas antarmuka butir partikel anatase, sehingga terjadi penggabungan partikel-partikel anatase. Hal ini menyebabkan peningkatan ukuran butir partikel sehingga menyebabkan terbentuknya fase rutil selama pemanasan (Choudhury dan Choudhury, 2013). Menurut Widhayani dan Pratapa (2010), semakin bertambahnya energi termal pertumbuhan kristal berjalan terus hingga terjadi transformasi akhir dari amorf menjadi kristal. Semakin lama waktu pemanasan, maka ukuran kristal yang terbentuk juga semakin besar.



Gambar 4.3 Diagram hubungan antara peningkatan suhu dan pertumbuhan butir partikel. (a) Anatase pada suhu 200. (b) Hilangnya pembatas butir partikel. (c) Migrasi atom antarmuka butir partikel dan pertumbuhan butir partikel baru. (d) Pertumbuhan butir partikel dan transformasi fasa (Choudhury dan Choudhury, 2013).

4.3.2 Sintesis Komposit TiO₂/Zeolit Alam Malang Dengan Metode Hidrotermal

H-Zeolit yang dimodifikasi dengan semikonduktor TiO₂-anatase dan TiO₂-rutil dapat digunakan untuk meningkatkan kualitas katalis padat. Adanya semikonduktor pada permukaan zeolit, akan menghasilkan katalis bifungsional dengan H-zeolit sebagai katalis heterogen asam dan TiO₂ sebagai fotokatalis yang memanfaatkan sinar UV.

Langkah awal pendispersian TiO₂-anatase dan TiO₂-rutil ke dalam pori-pori zeolit adalah dengan mencampurkan TiO₂-anatase dan TiO₂-rutil dan H-zeolit (dengan perbandingan anatase:rutil sesuai dengan Tabel 3.1) ke dalam akuades kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga homogen selama 2 jam. Pengadukan dimaksudkan untuk memaksimalkan kontak antara TiO₂ dan H-zeolit, sehingga difusi TiO₂ ke dalam pori-pori zeolit berlangsung lebih cepat. Selanjutnya memasukkan larutan campuran H-zeolit dan TiO₂ ke dalam botol hidrotermal, dan dipanaskan dalam oven pada suhu 90°C selama 16 jam. Perlakuan pemanasan dimaksudkan untuk memperbesar energi kinetik zat modifikasi untuk berdifusi ke dalam pori H-zeolit.

Menurut Windriani (2008), menyebutkan bahwa keadaan tertutup dalam botol hidrotermal tersebut dimaksudkan agar terjadi kesetimbangan antara uap air dan larutan. Sehingga dengan keadaan hidrotermal ini ukuran kristal menjadi lebih seragam (homogenitas) serta terjadinya *sintering* dapat diminimalkan.

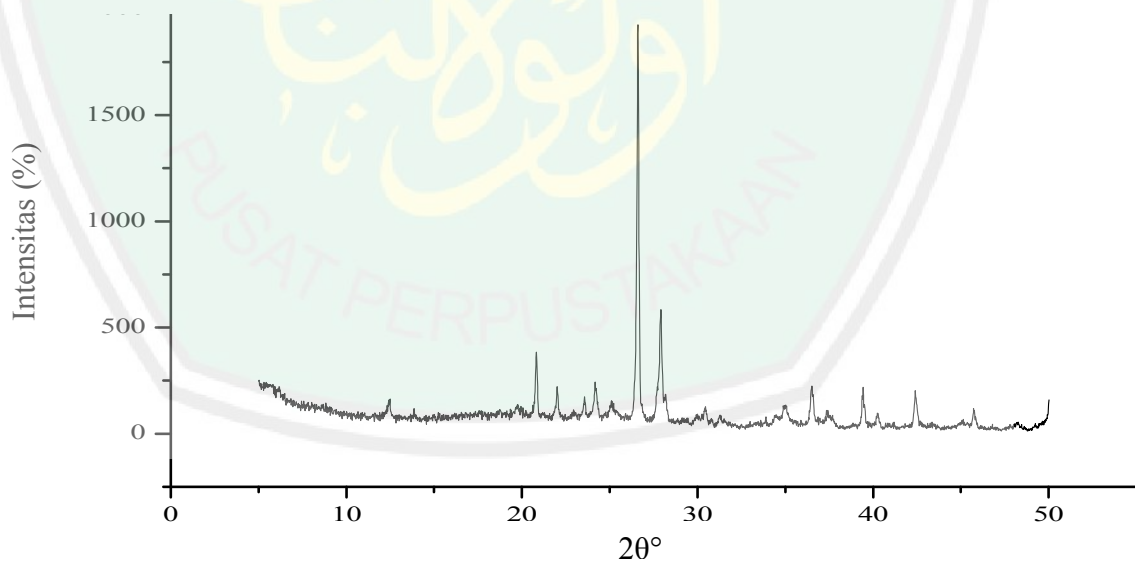
Distribusi TiO_2 kedalam pori-pori zeolit akan membentuk suatu sistem komposit. Pencampuran antara TiO_2 dan H-zeolit dilakukan ketika TiO_2 dalam bentuk larutan untuk membentuk fasa molekular dari TiO_2 , (Dorian dan Charles, 2010) yang menyebabkan TiO_2 lebih mudah terdorong masuk kedalam pori-pori H-zeolit (Lestari, 2008), sehingga terjadi reaksi padat-cair (Richard, 2003). Keadaan ini membuat proses distribusi TiO_2 ke permukaan H-Zeolit tidak memerlukan suhu yang tinggi (90°C). Suhu yang rendah ini membuat partikel TiO_2 tidak seluruhnya terdistribusi masuk jauh kedalam pori-pori H-Zeolit. Akan tetapi hanya terikat pada permukaan H-zeolit saja (*interface*) (Richard, 2003).

Ikatan yang terjadi pada *interface* dalam sistem komposit merupakan gaya tarik antar partikel (elektrostatik dan Van der Waals) (Borgonovo, 2010). Gaya Van der Waals ditimbulkan oleh interaksi dipol-dipol antara muatan negatif pada H-zeolit dan muatan positif TiO_2 yang saling tarik menarik membentuk suatu area batas (*Boundary*). Molekul TiO_2 yang tertarik secara elektrostatik mengalami difusi brown (*zig-zag*) masuk ke sela-sela molekul H-zeolit. Menurut Borgonovo (2010), difusi Brown dalam sistem komposit terjadi melalui tabrakan antara partikel-partikel secara terus menerus.

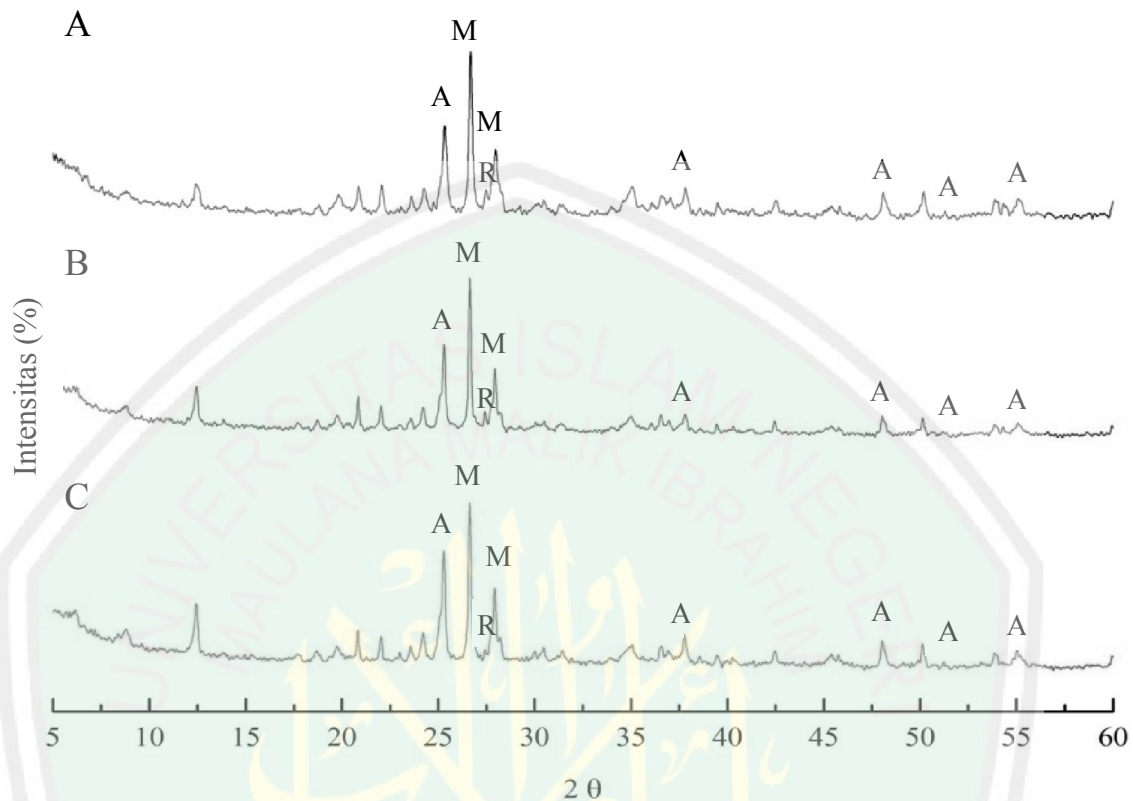
Hasil modifikasi ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) selanjutnya disaring dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 2 jam dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan air. Selanjutnya sampel diaktivasi selama 2 jam pada suhu 400°C . Suhu kalsinasi ini merujuk pada penelitian yang dilakukan Slamet, dkk., (2007) bahwa pada suhu tersebut tidak akan menimbulkan *sintering* pada $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$.

4.4 Karakterisasi Struktur Dengan Menggunakan XRD

Karakterisasi dengan instrumentasi XRD (*X-Ray Diffraction*) berfungsi untuk mengidentifikasi kristalinitas $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ sebelum dan sesudah dilakukan modifikasi serta untuk mengetahui kemungkinan pembentukan fasa baru selama modifikasi. Hasil uji dengan XRD dapat dilihat pada difraktogram pada Gambar 4.5 :



Gambar 4.4 Difraktogram karakterisasi zeolit alam Malang (Botianovi, 2012)



Gambar 4.5 Difraktogram (A) $\text{TiO}_2\text{-A}_{70}\text{:R}_{30}/\text{Zeolit}$, (B) $\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}/\text{Zeolit}$, (C) $\text{TiO}_2\text{-A}_{90}\text{:R}_{10}/\text{Zeolit}$ (A=anatase; R=rutil, M=modernite)

Gambar 4.4 dan 4.5 menyatakan perbandingan 2θ yang ditimbulkan dari difraktogram hasil analisis. Bila dibandingkan puncak-puncak tersebut dengan puncak standar, dapat disimpulkan bahwa, perbandingan rasio massa TiO_2 yang diimbangkan juga dapat berpengaruh terhadap kemunculan serta tingginya intensitas tiap puncak 2θ . Puncak 2θ anatase hampir seluruhnya muncul, akan tetapi semakin rendah rasio massa anatase yang ditambahkan, intensitas puncak semakin menurun. Pada rutil, yang muncul hanyalah puncak tertinggi yang menjadi puncak khas bagi rutil $2\theta = \pm 27,4$. Difraktogram Gambar 4.4 menunjukkan zeolit alam Malang

merupakan zeolit jenis modernit. Hal ini ditunjukkan dengan munculnya puncak khas zeolit modernit $2\theta = \pm 26,6$ dan $2\theta = \pm 27,9$, yang mana memiliki intensitas tertinggi.

Puncak-puncak difraktogram yang terbentuk pada zeolit modifikasi tidak menunjukkan perubahan yang berarti. Pengembangan titanium dalam fasa anatas maupun rutil pada zeolit, tidak merubah struktur kristal zeolit maupun titanium sendiri. Puncak TiO_2 -anatas, TiO_2 -rutil, dan zeolit alam modernit, menunjukkan bahwa antara zeolit dan TiO_2 membentuk sistem komposit. Artinya, masing-masing dari zeolit dan TiO_2 sama-sama mempertahankan karakteristik masing-masing. Sehingga dapat digunakan sebagai katalis bifungsional, dengan H-zeolit sebagai katalis heterogen asam dan TiO_2 sebagai fotokatalis.

4.5 Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*

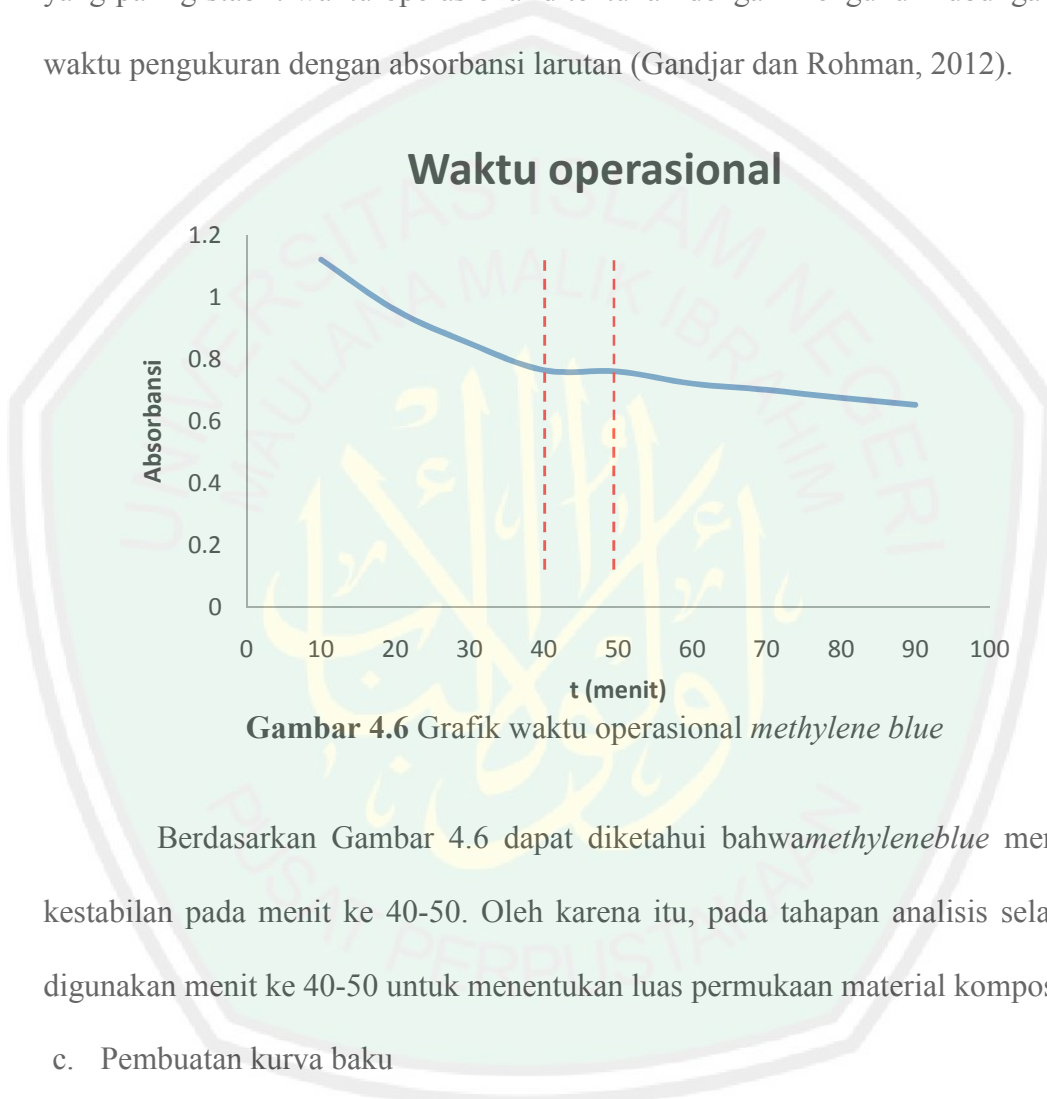
Methylene blue merupakan zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat. Maka dari itu dapat diketahui kapasitas adsorpsi TiO_2 /zeolit, sehingga dapat diketahui luas permukaan sampel TiO_2 /zeolit.

a. Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* (MB)

Kondisi saat panjang gelombang maksimum, kepekaannya juga maksimal karena pada panjang gelombang maksimum tersebut perubahan absorbansi untuk setiap satuan konsentrasi adalah yang paling besar (Gandjar dan Rohman, 2012). *Methylene blue* mengalami penyerapan maksimal terjadi pada panjang gelombang 664,0 nm.

b. Penentuan waktu operasional/waktu penstabilan

Penentuan waktu operasional bertujuan untuk mengetahui waktu pengukuran yang paling stabil. waktu operasional ditentukan dengan mengukur hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi larutan (Gandjar dan Rohman, 2012).



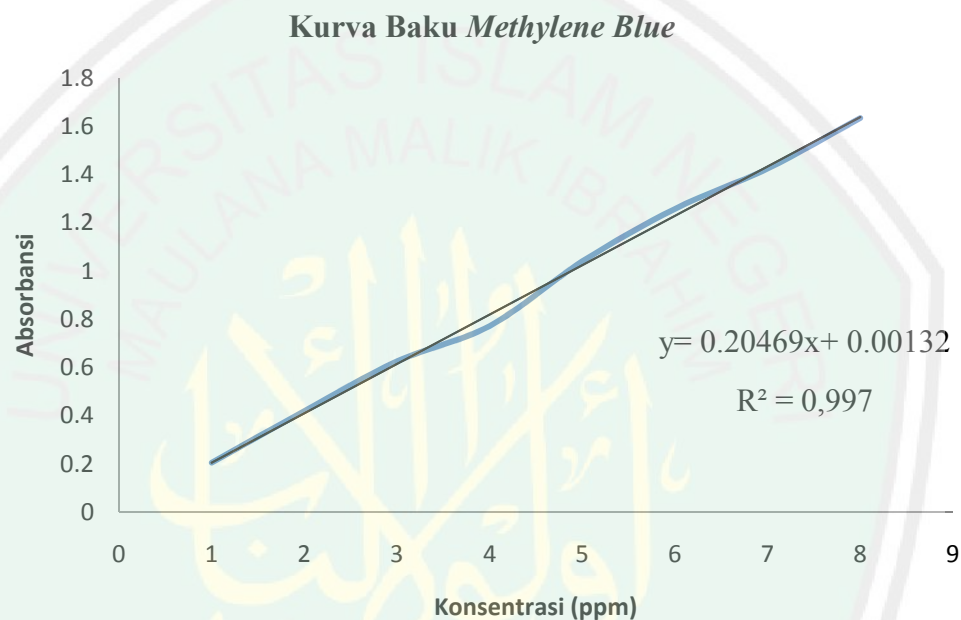
Gambar 4.6 Grafik waktu operasional *methylene blue*

Berdasarkan Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa *methylene blue* mengalami kestabilan pada menit ke 40-50. Oleh karena itu, pada tahapan analisis selanjutnya digunakan menit ke 40-50 untuk menentukan luas permukaan material komposit.

c. Pembuatan kurva baku

Pembuatan kurva baku dilakukan dengan membuat seri larutan baku dari konsentrasi 1ppm sampai 8 ppm. Masing-masing absorbansi larutan dengan berbagai konsentrasi diukur, kemudian dibuat kurva yang merupakan hubungan antara absorbansi (y) dan konsentrasi (x). Bila hukum Lambert-Beer terpenuhi, maka kurva

berbentuk garis lurus. Kemiringan atau gradien dari kurva tersebut dianggap sebagai a (absorptivitas molar) (Gandjar dan Rohman, 2012). Berdasarkan Gambar 4.7 dapat diketahui bahwa hubungan antara absorbansi dan konsentrasi adalah berbanding lurus. Semakin tinggi konsentrasi, semakin tinggi pula absorbansinya.



d. Penentuan waktu adsorpsi optimum

Waktu adsorpsi optimum merupakan lamanya waktu yang diperlukan oleh $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ sebagai adsorben untuk menyerap *methylene blue* dengan konsentrasi yang maksimum. Tahap ini diawali dengan memasukkan 0,05 g material komposit $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ kedalam erlenmeyer shaker yang telah dilapisi aluminium foil kemudian ditambahkan 20 mL *methylene blue* 16 ppm. Konsentrasi *methylene blue* yang dibuat cukup tinggi dimaksudkan untuk menghasilkan daya dorong yang tinggi bagi molekul

methylene blue untuk masuk ke dalam situs material komposit TiO₂/zeolit. Pelapisan aluminium foil dimaksudkan untuk melindungi *methylene blue* agar tidak terdegradasi oleh cahaya. Selanjutnya dikocok dengan *shaker* dengan variasi waktu 40 dan 50 menit pada 150 rpm. Variasi waktu dilakukan disekitar waktu kestabilan kompleks *methylene blue*. Variasi waktu bertujuan untuk mengetahui material komposit TiO₂/zeolit telah mengadsorpsi *methylene blue* secara maksimal sampai pada titik jenuh dimana material komposit TiO₂/zeolit tersebut tidak dapat lagi mengadsorpsi *methylene blue* karena semakin lama waktu kontak maka jumlah adsorbat yang teradsorpsi akan semakin meningkat sampai pada titik jenuh dan adsorben tidak dapat lagi menyerap adsorbat.

Tabel 4.1 Penyerapan optimum padatan terhadap *methylene blue*

Variasi waktu (menit)	Luas permukaan <i>methylene blue</i> (m ² /g)
40	20,86608529
50	18,78185252

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa adsorpsi optimum terjadi pada menit ke 40. Pada saat menit ke 40, terjadi adsorpsi optimum *methylene blue* ke permukaan material komposit dan terjadi reaksi antara *methylene blue* dan permukaan material komposit. Sehingga dapat diasumsikan bahwa baik permukaan pori maupun permukaan luar katalis terisi penuh oleh molekul *methylene blue*. Dikarenakan banyaknya *methylene blue* yang teradsorpsi sebanding dengan luas permukaan material komposit, maka semakin kecil konsentrasi *methylene blue*, maka makin banyak *methylene blue* yang teradsorpsi, dan semakin besar luas permukaan material komposit.

Sedangkan pada menit ke 50 terjadi penurunan luas permukaan material komposit. Kaewprasit, dkk. (1998) melaporkan bahwa menurunnya luas permukaan material komposit dikarenakan adanya peristiwa desorpsi *methylene blue* dari permukaan aktif material komposit.

Berdasarkan strukturnya, banyaknya rasio Si/Al pada zeolit alam Malang, menjadikan zeolit alam Malang bersifat polar. Karena *methylene blue* merupakan senyawa polar, maka akan terjadi interaksi antara zeolit alam dengan *methylene blue*. Interaksi antara zeolit alam dengan *methylene blue* merupakan gaya Van der Waals dipol-dipol (Kaewprasit, dkk., 1998). Dalam fasa cair molekul-molekul *methylene blue* cenderung membentuk susunan dimana pusat muatan positifnya dekat dengan pusat muatan negatif zeolit. Muatan negatif zeolit berasal dari atom Si dan Al sedangkan muatan positif *methylene blue* berasal dari ammonium kuartener. Antar muatan molekul polar ini mengalami gaya tarik elektrostatik.

e. Penentuan luas permukaan spesifik material komposit TiO₂/zeolit

Penentuan luas permukaan spesifik material komposit TiO₂/zeolit dilakukan dengan variasi waktu di sekitar waktu adsorpsi optimum. Menurut Rianto (2012), pengukuran luas permukaan material komposit TiO₂/zeolit menggunakan pendekatan luas setiap 1 molekul *methylene blue* sebesar $197,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$. Dalam setiap satu mol *methylene blue* terdiri atas $6,02 \times 10^{23}$ molekul sesuai dengan bilangan Avogadro, sehingga dengan pendekatan ini dapat diketahui luas permukaan material komposit TiO₂/zeolit.

Tabel 4.2 Luas permukaan material komposit TiO₂/zeolit pada menit ke-40

Komposit Katalis	Luas Permukaan (m²/gram)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /zeolit	20,866
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /zeolit	21,395
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /zeolit	20,312

Berdasarkan Tabel 4.2 di atas, luas permukaan material komposit TiO₂/zeolit pada menit ke 40 paling luas terdapat pada TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit. Artinya material komposit TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit dapat menyerap molekul *methylene blue* paling baik. Sedangkan pada material komposit TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit memiliki luas permukaan lebih kecil dari pada TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit.

Material komposit TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit mempunyai luas permukaan lebih kecil dari pada material komposit TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit. Hal ini dikarenakan TiO₂-Rutil yang didistribusikan ke permukaan zeolit lebih banyak daripada pada material komposit TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit. Dikarenakan ukuran partikel rutil lebih besar dari pada anatase, maka dengan bertambahnya jumlah partikel rutil, dapat menyebabkan menurunnya luas permukaan material komposit. Penurunan luas permukaan juga terjadi pada material komposit TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit. Hal ini kemungkinan dikarenakan adanya distribusi TiO₂ yang kurang merata pada permukaan zeolit.

4.6 Analisis Keasaman TotalTiO₂/Zeolit Alam Malang

Analisis keasaman total dilakukan dengan metode gravimetri. Metode ini dilakukan dengan adsorpsi amoniak pada material komposit selama 24 jam yang dilakukan dalam desikator kemudian dilakukan penimbangan material komposit TiO₂/zeolit dan gelas arloji sampai konstan. Dengan demikian akan terjadi kesetimbangan adsorpsi amoniak pada material komposit TiO₂/zeolit. Pengujian keasaman padatan dicantumkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil uji keasaman

Komposit Katalis	Keasaman (mmol/gram)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /zeolit	0,445
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /zeolit	0,649
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /zeolit	0,351

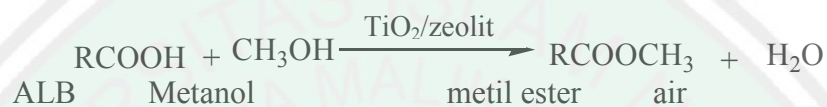
Berdasarkan Tabel 4.3 TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit memiliki tingkat keasaman yang paling tinggi. Hal ini berarti variasi fasa kristal TiO₂ memberikan perbedaan keasaman yang signifikan. Meningkatnya keasaman TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit dikarenakan padatan ini memiliki luas permukaan yang lebih tinggi dari pada TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit. Keadaan tersebut menyebabkan kontak partikel amoniak terhadap TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit lebih sering terjadi dari pada TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit. Dengan kata lain daya adsorb TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit lebih baik dari pada TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit, sehingga NH₃ yang terserap juga lebih banyak.

Logam titanium merupakan logam yang efektif meningkatkan keasaman situs asam Lewis. Hal ini dikarenakan titanium memiliki orbital d yang belum terisi penuh oleh elektron, sehingga masih dapat menerima pasangan elektron bebas dari amoniak yang bertindak sebagai basa Lewis. Selain itu menurut Rianto (2012), adanya logam aktif akan muncul muatan parsial positif pada permukaan logam karena distribusi elektron cenderung tertarik oleh atom oksigen dalam kerangka zeolit. Muatan parsial positif ini dapat menarik pasangan elektron bebas dari basa untuk membentuk asam konjugatnya. Maka dari itu jika dilihat dari kandungan partikel TiO_2 ketiga material komposit yang didistribusikan berjumlah sama-sama 10% dari berat zeolit, atom Ti dan atom O yang disumbangkan sama-sama menyumbangkan situs asam Lewis bagi zeolit alam.

4.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Pada Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Bebas

Uji aktivitas material komposit TiO_2 /zeolit alam teraktivasi dilakukan dengan maksud untuk mengetahui keefektifan material dalam reaksi esterifikasi. Uji aktivitas material komposit TiO_2 /zeolit diawali dengan mencampur minyak jelantah dengan metanol, yang bertindak sebagai reaktan, dengan perbandingan rasio molar 1:12. Metanol dibuat berlebih karena untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang lebih baik pada suhu kamar (Suryani, 2009). Campuran minyak jelantah dan metanol ditambah dengan material komposit TiO_2 /zeolit. Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* sambil disinari dengan lampu UV dengan panjang gelombang 366nm selama 6 jam, untuk mempercepat reaksi. Karena dengan

pengadukan akan menambah kecepatan gerak partikel menyebabkan semakin sering partikel-partikel ALB yang dikandung dalam minyak jelantah dan partikel-partikel metanol saling bertumbukkan, sehingga dapat mempercepat reaksi. Sedangkan penyinaran dengan lampu UV dimaksudkan untuk mengaktifkan TiO₂ anatas:rutil. Adapun reaksi ALB dengan metanol adalah sebagai berikut :



Gambar 4.8 Reaksi esterifikasi pada ALB (Corro *et al*, 2012)

Konversi ALB menjadi metil ester yang dilakukan dengan titrasi asam basa dinyatakan dalam Tabel 4.5.

Tabel 4.4 Konversi ALB

Material komposit	Konversi ALB (%)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /zeolit	98,380
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /zeolit	98,915
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /zeolit	97,828

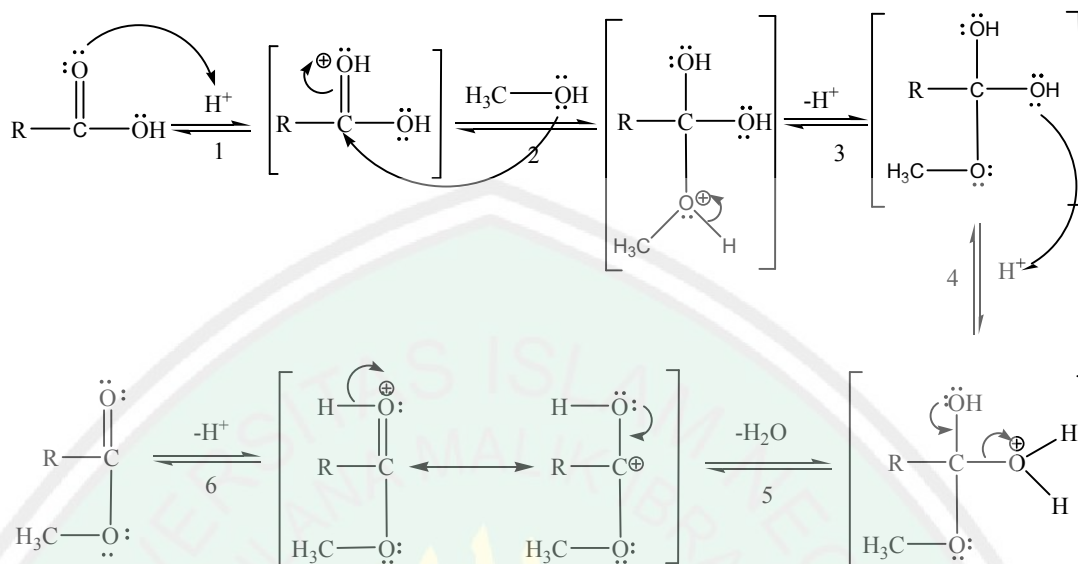
Tabel 4.4 menyatakan bahwa material komposit seluruhnya memiliki konversi ALB yang sangat baik karena mendekati 100%, yang mengindikasikan bahwa hampir seluruh ALB telah terkonversi menjadi metil ester. Tingginya angka konversi ALB menjadi metil ester dikarenakan pada material komposit membentuk sistem katalis bifungsional dengan mempertahankan sifat masing-masing material. Zeolit berfungsi sebagai katalis heterogen asam dan TiO₂ berfungsi sebagai fotokatalis dengan memanfaatkan sinar UV. Dengan kata lain antara H-zeolit dan TiO₂ mengalami mekanisme reaksi yang berbeda dengan produk reaksi yang sama, metil ester.

Tampak adanya sedikit perbedaan hasil konversi ALB dari ketiga material komposit dengan menggunakan variasi komposisi anatas:rutil. Berdasarkan Tabel 4.5 konversi ALB tertinggi dihasilkan oleh reaksi yang menggunakan katalis material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}\text{/Zeolit}$.

Material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{90}\text{:R}_{10}\text{/Zeolit}$ memiliki perbandingan komposisi rutil yang lebih kecil menjadikan material ini lebih sedikit menerima energi foton dari sinar UV untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dari pada material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}\text{/Zeolit}$ yang miliki komposisi rutil lebih besar. Sedangkan komposisi anatas yang dibuat lebih besar dari pada material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}\text{/Zeolit}$, menyebabkan material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{90}\text{:R}_{10}\text{/Zeolit}$, elektronnya lebih mudah untuk mengalami rekombinasi kembali lagi dari pita konduksi kembali ke pita valensi. Material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{70}\text{:R}_{30}\text{/Zeolit}$ memiliki hasil konversi lebih kecil dibandingkan material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{90}\text{:R}_{10}\text{/Zeolit}$ dan $\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}\text{/Zeolit}$. Hal ini dikarenakan luas permukaan dan keasaman total material komposit ini lebih kecil (Tabel 4.2 dan Tabel 4.3).

Dengan pencampuran anatas dan rutil, diharapkan akan mendapatkan material yang memiliki kapasitas adsorpsi sinar UV yang rendah, kecepatan eksitasi elektron yang tinggi, dan kecepatan rekombinasi elektron yang rendah. Dengan demikian hanya dibutuhkan energi foton dari cahaya UV yang lebih rendah untuk mengaktifkan fotokatalis (Hurum, dkk. 2003).

Mekanisme reaksi ALB dengan metanol dengan katalis H-Zeolit sebagai berikut (Hart, 2003) :

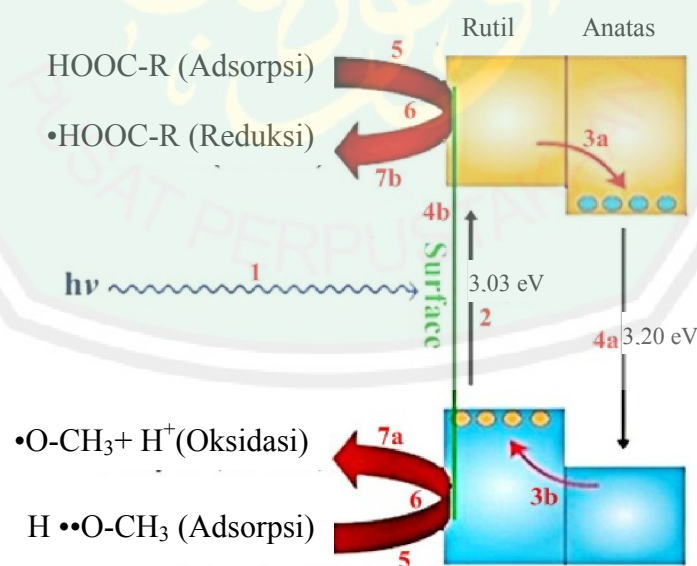


Gambar 4.9 Mekanisme reaksi ALB dan metanol dengan katalis asam heterogen H-zeolit

Keterangan :

1. Gugus karbonil dari asam terprotonasi secara reversible. Protonasi akan meningkatkan muatan positif pada karbon karboksil dan menambahkan reaktivitasnya terhadap nukleofilik.
2. Methanol sebagai nukleofilik menyerang karbon karbomil dari asam terprotonasi . Ikatan C-O baru terbentuk.
3. dan 4. merupakan kesetimbangan dimana oksigennya terlepas/memperoleh proton. Ksetimbangan asam basa bersifat reversible, berlangsung cepat dan terus menerus berjalan dalam larutan bersuasana asam dari senyawa yang mengandung oksigen.
5. Terbentuk air. Gugus –OH harus terprotonasi untuk meningkatkan kapasitas gugus perginya.
6. Langkah deprotonasi meghasilkan ester dan regenerasi katalis asam

Adanya perlakuan variasi komposisi TiO_2 -anatase:rutil menyebabkan peningkatan konversi ALB secara signifikan. Menurut Scotti, dkk., (2008) dan Scalon dkk (2013) meskipun aktivitas fotokatalis TiO_2 -rutil lebih rendah dari pada TiO_2 -anatase, akan tetapi pencampuran fasa TiO_2 -anatase:rutil dinilai memiliki aktivitas fotokatalis lebih baik. Posisi pita anatase:rutil saat kondisi campuran diasumsikan terletak berhimpitan. Posisi pita valensi rutil berada 0,47 eV di atas pita valensi anatase. Posisi pita konduksi anatase relatif lebih rendah 0,24 eV terhadap rutil (Scanlon, dkk., 2013). Hal ini menyebabkan mekanisme reaksi pembentukan radikal $\bullet\text{HOOC-R}$ dan $\text{CH}_3\text{O}\bullet$ dengan menggunakan campuran anatase:rutil menjadi sedikit berbeda dari pada mekanisme reaksi dengan menggunakan fasa anatase atau fasa rutil. Mekanisme reaksi pembentukan radikal $\bullet\text{HOOC-R}$ dan $\text{CH}_3\text{O}\bullet$ dengan menggunakan campuran anatase:rutil dapat dijelaskan oleh Gambar 4.10:



Gambar 4.10 Mekanisme reaksi terbentuknya radikal ALB dan radikal metanol sebagai akibat dari penyinaran sinar UV yang mengenai semikonduktor. (lingkaran oranye = hole; lingkaran biru = elektron)

Keterangan :

1. Energi foton dari sinar UV sebesar 366 nm (hampir sama dengan besar *band gap* TiO₂) terserap oleh fotokatalis TiO₂. Hal ini menyebabkan tereksitasinya sejumlah elektron dari pita valesi ke pita konduksi dalam semikonduktor TiO₂.
2. Penyerapan energi foton dari penyinaran sinar UV oleh rutil. Penyerapan energi foton ini menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga membentuk pasangan elektron-*hole*. Keadaan ini menyebabkan kelebihan elektron akan berada pada pita konduksi dari orbital 3d Ti dan *hole* akan berada pada pita valensi yang di dominasi oleh orbital 2p dari atom O (Scanlon dkk, 2013).
3. Pemisahan dari fotoeksitasi pembawa muatan diantara dua fasa kristal TiO₂. Banyaknya massa rasio anatas lebih besar dari pada rutil, membuat elektron mengalir dari rutil ke anatas (3a) (Hurum, dkk., 2003 dan Scanlon dkk, 2013), sedangkan hole mengalir dari anatas ke rutil (3b) (Leytner dan Hupp, 2000 dalam Scalon, dkk., 2013).
4. Ada dua kemungkinan yang dapat terjadi pada pasangan elektron-*holes* setelah terjadi aliran antara kedua pita TiO₂. Yang pertama, pasangan elektron-*hole* akan berekombinasi (4a), yaitu kembali ke keadaan awal dan melepaskan energi foton teradsorpsi sebagai panas. Yang kedua, pasangan elektron-*hole* akan bermigrasi ke permukaan dan bereaksi dengan senyawa yang teradsorpsi (4b). Kemungkinan yang kedua ini yang menguntungkan dalam rekasi ini, dimana elektron(e⁻) akan bertindak sebagai agen reduktor dan *hole* (h⁺) akan bertindak sebagai oksidator.

5. Transfer metanol (CH_3OH) dan ALB (HOOC-R) ke permukaan fotokatalis TiO_2 . Langkah ini dapat dipercepat oleh proses pengadukan yang kuat dengan *magnetic stirrer* dalam reaktor.
6. Adsorpsi metanol dan ALB pada permukaan fotokatalis. ALB dapat terserap pada Ti^{2+} yang dapat bertindak sebagai situs asam Lewis, dan metanol teradsorpsi pada atom oksigen yang bertindak sebagai situs basa Lewis.
7. Reaksi dalam fase teradsorpsi mengikuti langkah-langkah berikut :

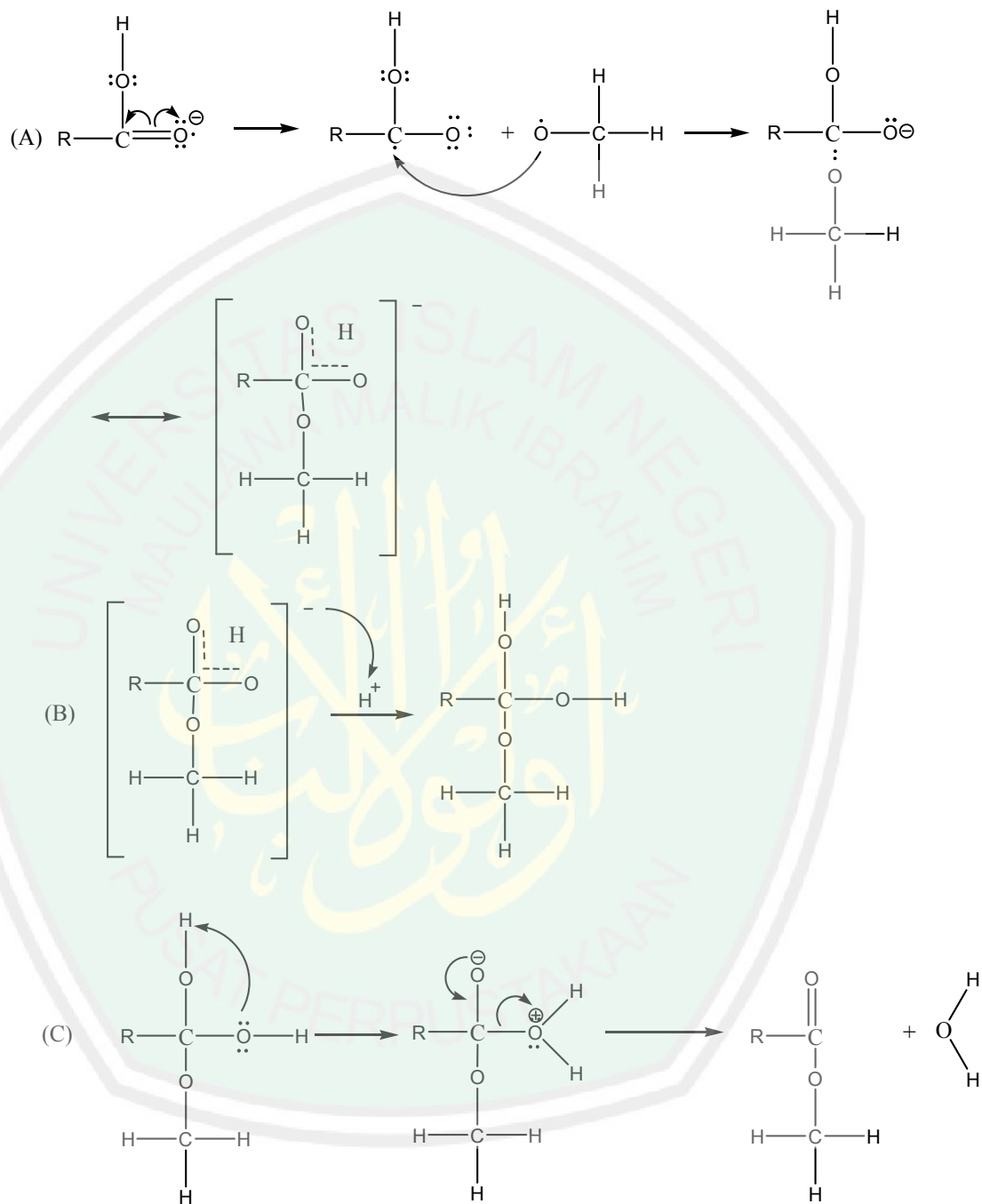
- a. *hole* (h^+) dapat bereaksi dengan CH_3OH yang teradsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO_2 , menghasilkan ion hidrogen dan $\text{CH}_3\text{O}\cdot$ radikal:



- b. Pada saat yang sama $\cdot\text{HOOC-R}$ radikal mungkin dibentuk oleh oksidasi HOOC-R teradsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO_2 bereaksi dengan electron (e^-) :



8. Terbentuk $\text{H}\cdot$, $\cdot\text{O-CH}_3$, dan $\cdot\text{HOOC-R}$ kemudian akan bereaksi membentuk intermediet dan produk akhir (Gambar 4.12). Desorpsi dari metil ester asam lemak (biodiesel) dan air akan dihasilkan selama reaksi fotoesterifikasi ALB.



Gambar 4.11 Skema reaksi untuk H^+ , $\cdot\text{O}-\text{CH}_3$ dan $\cdot\text{HOOC}-\text{R}$ menuju ke produk akhir yaitu $\text{RCOO}-\text{CH}_3$ dan H_2O . (A) Radikal $\cdot\text{O}-\text{CH}_3$ bereaksi dengan $\cdot\text{HOOC}-\text{R}$. (B) H^+ bereaksi dengan intermediet tetrahedral unstable. (C) intermediet tetrahedral terbentuk menjadi metil ester $\text{RCOO}-\text{CH}_3$ dan air.

4.8 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Biodiesel merupakan bahan bakar pengganti solar yang berasal dari minyak nabati. Berdasarkan penelitian ini, pembuatan biodiesel dapat dikembangkan dengan memanfaatkan minyak jelantah sebagai bahan dasar. Pembuatan biodiesel dari minyak jelantah secara tidak langsung dapat melindungi lingkungan yang rusak akibat kegiatan penambangan minyak bumi dan pencemaran perairan akibat pembuangan minyak jelantah. Pembuatan merusak lingkungan sangat bertentangan dengan firman Allah SWT dalam surat al A'raaf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ﴿٥٦﴾

Artinya : “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah Amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik” Qs. al A'raaf/7:56

Firman Allah SWT “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya” menyatakan bahwa Allah SWT melarang umat manusia melakukan kerusakan di muka bumi baik sedikit ataupun banyak (Al Qurthubi, 2008) dan hal-hal yang membahayakan kelangsungan hidup umat manusia, seperti penambangan minyak bumi, setelah dilakukan perbaikan di atasnya melalui siklus pembentukan minyak bumi. Oleh karena itu apabila suatu urusan sudah berjalan dengan baik dan setelah itu terjadi pengrusakkan, maka yang demikian itu lebih berbahaya bagi umat manusia (Abdullah, 2007).

Allah SWT memerintahkan pada umat manusia dalam penggalan ayat, *“Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan)”*. Faqih (2004) menafsirkan penggalan ayat tersebut, bahwa dalam doa-doa yang dilantunkan, sebaiknya disertai dengan kerendahan hati, terlepas dari kemunafikan, dengan perasaan takut atas perbuatan kerusakan, dan dengan penuh harap atas ampunan dari Allah SWT. Dalam penggalan ayat *““Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”*, Ath-Thabari (2008) menafsirkan bahwa manusia yang senantiasa berprasangka baik kepada Allah SWT akan mendapatkan balasan baik, pada tiap doa-doa yang dilantunkan.

Minyak jelantah selalu dianggap limbah buang yang tidak memiliki manfaat. Sebagai khalifah di bumi, manusia tidak hanya dapat menggunakan fasilitas alam yang telah di ciptakan oleh Allah SWT, melainkan juga dapat memanfaatkan sesuatu yang dinilai tidak bermanfaat menjadi sangat bermanfaat. Minyak jelantah yang dinilai tidak bermanfaat dan merugikan diolah menjadi biodiesel yang bermanfaat di bidang transportasi. Perbuatan untuk memperhatikan dan memikirkan suatu metode untuk mengubah sesuatu yang dinilai tidak bermanfaat menjadi bermanfaat mengacu pada Firman Allah SWT dalam Surat Yunus ayat 101 :

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

Artinya : *“Katakanlah: ‘Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan Rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman’ “* Qs. Yunus/10:101

Firman Allah SWT, *“Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi”* menyatakan bahwa Allah SWT memberi pengarahannya kepada hamba-hamba-Nya untuk berfikir tentang nikmat-nikmat-Nya dalam apa yang Allah SWT ciptakan di langit dan di bumi dari ayat-ayat yang agung untuk orang-orang yang mempunyai akal (Abdullah, 2007). Allah SWT juga memberi perintah untuk senantiasa melihat dan mengambil pelajaran pada ciptaan-ciptaan yang menunjukkan adanya Sang Pencipta Yang Maha Sempurna (Al-Qurthubi, 2008). Dalam semua ciptaan Allah SWT terdapat pelajaran dan hikmah bila umat manusia mau berpikir (Ath-Thabari, 2008).

Pengembangan material fotokatalis TiO_2 pada zeolit alam dapat membentuk suatu sistem komposit. Katalis heterogen TiO_2 /zeolit alam dalam sistem komposit dapat digunakan sebagai katalis bifungsional, dimana TiO_2 berperan sebagai fotokatalis dengan memanfaatkan sinar UV, dan zeolit alam sebagai katalis asam. Berdasarkan penelitian ini, katalis heterogen TiO_2 /zeolit alam dapat ditingkatkan lagi aktivitas katalisnya dengan cara memvariasikan fasa kristal TiO_2 , anatas:rutil. Rutil sebagai antena penerima sinar UV dan anatas sebagai material yang dapat memperlambat rekombinasi elektron kembali ke pita valensi. Hasil penelitian menyatakan bahwa dengan material komposit TiO_2 /zeolit alam didapatkan konversi biodiesel dari minyak jelantah yang tinggi, yaitu sebesar 98,92 %. Pembuatan material komposit ini merupakan hasil pemikiran peneliti untuk menciptakan suatu katalis yang berkualitas tinggi dalam pembuatan biodiesel. Sebagaimana Allah SWT

telah memerintahkan manusia untuk senantiasa berfikir dalam surat Ali Imron ayat 190 :

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾

Artinya : “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal*” Qs. Ali Imran/3:190.

Makna dari ayat ini, bahwa Allah SWT berfirman : “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi*” Artinya pada langit, bumi, dan juga tanda-tanda kekuasaan-Nya terdapat penciptaan-Nya yang dapat dijangkau oleh indera manusia (Abdullah, 2006). Qurthuby (2008) menafsirkan ayat di atas bahwa Allah SWT memerintahkan untuk melihat, merenung, dan mengambil kesimpulan pada tanda-tanda ke-Tuhanan.

Pada ayat ini Allah SWT menyebutkan : “*terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal*”. Salah satu fungsi akal yang diberikan kepada seluruh manusiyaitu agar mereka dapat menggunakan akal tersebut untuk merenungkan tanda-tanda yang telah diberikan Allah SWT (Al-Qurthubi, 2008). Menurut Faqih (2006), mereka yang berakal melihat pengetahuan Allah dari segala sesuatu di dunia. Semakin bijak seseorang, semakin banyak yang dapat dia ketahui.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil beberapa kesimpulan, di antaranya adalah :

1. Hasil karakterisasi material komposit menunjukkan bahwa karakter material komposit terbaik adalah TiO_2 -Anatas₈₀:Rutil₂₀/zeolit dengan luas permukaan sebesar 21,395 m²/gram dan keasaman total sebesar 0,649 mmol/gram. Sedangkan difraktogram masing-masing material komposit menunjukkan bahwa pendistribusian TiO_2 tidak merubah struktur TiO_2 maupun zeolit sehingga tidak memunculkan puncak baru.
2. Hasil terbaik konversi asam lemak bebas (ALB) menjadi metil ester ditunjukkan pada material komposit TiO_2 -Anatas₈₀:Rutil₂₀/zeolit, yaitu sebesar 98,92 %.

5.2 Saran

Perlu dilakukan analisis permukaan material komposit dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi tiap material komposit dan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) untuk mengetahui jumlah dan jenis ALB. Selain itu perlu dilakukan reaksi esterifikasi dengan katalis material komposit secara berulang untuk mengetahui keefektifan katalis.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir*. Jakarta : Pustaka Imam Asy-Syafi'i
- Ackley, M.W., Rege, S.U., dan Saxena, H. 2003. Application of Natural Zeolites in The Purification and Separation of Gases. *Journal Microporous and Mesoporous Materials*, 61: 25-42.
- Akbar, Rizwan. 2010. Karakteristik Biodiesel Dari Minyak jelantah Dengan Menggunakan Metil Asetat Sebagai Pensuplai Gugus Metil. *Teknik Sistem Perkapalan ITS*.
- Al Qurtubi, S. I. 2008. *Al Jami' li Ahkaam Al Qur'an*. Jakarta : Pustaka Azzam.
- AOAC Official Method 940.28 Fatty Acid (Free) in crude and refined oil titrationmethod-First Action.
- Botianovi, A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari Mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (*Cetyltrimethylammoniumbromide*). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Banon, C dan Suharto, T E. 2008. Adsorpsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam Yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*. Vol.4 No. 2 Hal : 354-360
- Borgonovo, Cecilia. 2010. Alumunium Nano-composites for Elevated Temperature Applications. Tesis Tidak Diterbitkan. Worcester, USA: Material Science And Engineering. Worcester Polytechnic Institute.
- Byrappa, K., dan Yoshimura, M. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology, A Technology for Crystal Growth And Material Processing*. New York: William Andrew Punlishing, LLC and New Jersey: Noyes Publications
- Carmo, A.C., Luiz K.C., Carlos E.F., Longo, E., Zamian, J.R., Geraldo N. 2009. Production of Biodiesel by Esterification of Palmitic Acid Over Mesopori Aluminosilicate Al-MCM-41, *Fuel*, vol. 88. Hal. 461-468.
- Choudhury, Biswajit dan Choudhury, Amarjyoti. 2013. Local structure modification and phase transformation of TiO₂ nanoparticles initiated by oxygen defects, grain size, and annealing temperature. *International Nano Letters*. 3:55

- Colmenares, J.C., Luque, R., Campelo, J. M., Colmenares, F., Kalpinski, Z., Romero, A.A. 2009. Nanostructured Photocatalysts and Their Application in The Photocatalytic Transformation of Lignocellulosic Biomass : An Overview. *Materials*. Vol. 2. Hal. 2228-2258.
- Corro, G., Pal, U., Tellez, N. 2012. Biodiesel Production From *Jatropha curcas* Crude Oil Using ZnO/SiO₂ Photocatalysts For Free Fatty Acid Esterification. *Applied Catalysis B : Environmental*, Vol. 129. Hal. 39-47.
- Cotton, F.A., Wilkinson, G., and Gaus, P.L. 1999 *Basic Inorganic Chemistry*, New York : John Wiley and Sons, Inc.
- Day, R. A., dan Underwood, A. L., 1990. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga.
- Dillon, SJ, Harmer, MP. 2007. Diffusion controlled abnormal grain growth in ceramics. *Materials Res Forum* 558–559, 1227–1236
- Effendy 2008. *Teori VSEPR Kepolaran dan Gaya Antar Molekul*. Malang: Bayumedia.
- Fatimah, Is, dan Wijaya, K. 2005. Sintesis TiO₂ /Zeolit Sebagai Fotokatalis Pada pengolahan Limbah cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *Teknoin*. Vol. 10, No. 4, 257-267
- Faqih, Kamal. Dan Tim Ulama. 2004. *Tafsir Nurul Quran*. Jakarta : Al-Huda
- Gandjar I. G., Dan Rohman, A., 2012. Kimia Farmasi Analisis Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Gesenhues, U., (2004). High-Energy Dry Ball Milling of TiO₂ White Pigment. Sachtleben Shemie GmbH, Disburg, Germany.
- Gates, Bruce C. 1992. *Catalytic Chemistry*. New York : John Wiley and Sons Inc.
- Gunlazuardi J. 2001. Fotokatalis Pada Permukaan TiO₂, Aspek Fundamental dan Aplikasinya. *Pleno 6 Prosiding Seminar Nasional Kimia Fisika II*. Serpong. 14-15 Juni 2001. Depok. Hlm 1-15.

- Hanaor, D. H., dan Sorrell, C. C. 2011. Review of The Anatase to Rutile Phase Transformation. *J Mater Sci*. Vol 46. Hal 855–874
- Hart, H., Craine, L. E., Dan David, J. H. 2003. Kimia Organik-Suatu Kuliah Singkat. Jakarta : Erlangga
- Hasibuan, Rendi Akbar. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Dengan TiO_2 Untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Skripsi*. Jakarta: Program Studi Teknik Kimia UI.
- Heald E. F. 1972. Kinetics And Mechanism of The Anatase/Rutile Transformation, As Catalyzed By Ferric Oxide And Reducing Condition. *American Mineralogist*. Vol. 57. Hal 10-23
- Hegedus L. L. 1987. *Catalyst Design Progress and Perspectives*. John wiley and Sons. New York.
- Hoffmann, M., S.T. Martin, W. Choi and D.W. Bahnemann. 1995. Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis. *Chem. Rev.* 95: 79.
- Howell, S. & Weber, J.A, Biodiesel Use in Underground Metal and Non metal Mines, 1997, http://www.dieselnet.com/papers/9705_howell.html (diunduh pada September 2006)
- Hurum, D. C., Agrios, A. G., Gray, K. A., Rajh, T., dan Thurnauer, M. C. 2003. Explaining the Enhanced Photocatalytic Activity of Degussa P25 Mixed-Phase TiO_2 Using EPR. *J. Phys. Chem. B*. Vol : 10. Hal : 4545-4549
- Insany Y A S dan Pratapa S. 2009. Karakterisasi Mikrostruktur Nanokristal Spinel- MgAl_2O_4 Hasil Penggilingan. Seminar Nasional Pascasarjana IX – ITS.
- Jozefaciuk, G. and Bowanko, G. 2002. Effect of Acid and Alkali Treatments on Surface Areas and Adsorption Energies of Selected Minerals. *Journal Clays and Clay Minerals*, Vol. 50(6). Hal. 771-783.
- Kaewprasit, C, Hequet E, Abidi N, dan Gurlot J P. 1998. Application of Methylene Blue Adsorption to Cotton Fiber Specific Surface Area Measurement: Part I. Methodology. *The Journal of Cotton Science Vol. 2*, Hal. 164-173
- Khalifah, Susi Nurul, 2010, Sintesis Katalis ZSM-5 Mesopori dan Aktivasinya Pada Esterifikasi Minyak Jelantah Untuk Produksi Biodiesel. *Tesis*, Surabaya: Insitut Teknologi Sepuluh November.

- Kurniasari, L, Djaeni, M, dan Purbasari, A. 2011. Aktivasi Zeolit Alam Sebagai Adsorben Pada Alat Pengering Bersuhu Rendah. *Jurnal Reaktor*, Vol. 13 No. 3, Hal. 178-184
- Landmann, M, M Rauls, dan W G Schmidt. 2012. The Electronic Structure and Optical Response of Rutile, Anatase, and Brookite TiO₂. *Journal Of Physics : Condensed Matter*. Jerman: Universitas Padeborn. Vol. 24
- Laniwati, M. 1999. Isomerisasi 1-Buten Menggunakan Zeolit Alam Asal Malang Jawa Timur Sebagai Katalis . *Proc ITB*. Vol 31, No. 2, 199. Hal. 42.
- Lestari, D Y. 2010. Kajian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam dari berbagai Negara. *Jurdik Kimia UNY*.
- Lestari, Franciska Pramuji. 2008. The effect of sintering temperature and Al₂O₃ reinforcement volume fraction on the characteristic of Al/SiC-Al/Al₂O₃ hybrid laminate composite as a powder metallurgy product. Skripsi Tidak diterbitkan. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia: Jakarta
- Leytner, S. & Hupp, J. T. 2000. Evaluation of the energetics of electron trap states at the nanocrystalline titanium dioxide/aqueous solution interface via time-resolved photoacoustic spectroscopy. *Chem. Phys. Lett.*
- Manurung, Robert. 2005, *Artikel Tentang Minyak Jarak Pengganti Solar*. Jakarta: Penebar Swadaya,
- Marlupi, Indah. 2003. Desinfeksi *Escherichia coli* Melalui Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Bubuk Fase Rutile. *Skripsi*. Bogor : Jurusan Fisika IPB
- Muhammad, Abi Ja'far. 2008. Tahfsir Ath-Thabari. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Ozkan, F.C. and Ulku, S., 2005, The Effect of HCl Treatment on Water Vapor Adsorption Characteristics of Clinoptilolite Rich Natural Zeolite. *Journal Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 77, Hal. 4753.
- Palupi, Endang. 2006. Degradasi *Methylene Blue* Dengan Metode Fotokatalisis Dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Bogor : Jurusan Fisika. ITB
- Pang. H., Li, J., Li, S., Dan Xia, J., 2008. First-Principles Study Of The Electronic Structure And Magnetic Properties Of 3d Transition Metal-Doped Anatase TiO₂. *Journal Of Physics: Condensed Matter* 125207. Hlm : 1-6

- Penn, RL, Banfield, JF. 1999. Formation of rutile nuclei at anatase (112) twin interfaces and the phase transformation mechanism in nanocrystalline titania. *Am Mineral.* 84, 871–876
- Polat, E., M. Karaca, H. Demir, and N. Onus. 2004. Use of Natural Zeolit (Clinoptilolite) in Agriculture. *Journal of Fruit and Ornamental Plant Research*, Vol 12. Hal. 183-189.
- Prakoso, T. & Hidayat, A.N. 2006. Potensi Biodiesel Indonesia. <http://migas-indonesia.com/files/article> (diunduh pada September 2006)
- Purbo, C, Rahman F, Teguh K B, Sukma R N, Fadhilah U R, dan Kurniawati Y., 2009. *Tugas Kimia Fisika Semester Pendek X-Ray Difraktometer*. Surakarta : Universitas Sebelas Maret.
- Rahmawati, Z. 2010. Deposisi Lapisan Tipis Titanium Dioksida (TiO₂) Di Atas Substrat Gelas Dengan Metode Spray-Coating Untuk Aplikasi Penjernih Air Polder Tawang. *Skripsi*. Semarang : Jurusan Fisika. UNDIP.
- Rianto, L. B. 2012. Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang Dengan Penambahan Logam Titanium Menggunakan Metode Impregnasi. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Riesthandie. 2010. Pemanfaatan Cu-NaA dan NaA dengan Prekursor SiO₂ dari Sekam Padi untuk Adsorpsi Gas NO_x. *Tugas Akhir*. Surabaya: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rodiansono, Irawan C, dan Mujiyanti D R. Preparation and Characterization of Zeolit-ZCP-50 Supported Ni, Co Catalyst by Using Polymer-Matrix Method. *Sains dan Terapan Kimia*. Vol. 2 No. 1. Hal. 1-13
- Roop, Richard C. 2003. *Solid State Chemistry*. USA: Elsevier Science B. V.
- Rosita, N., Erawati, T., and Moegihardjo, M. 2004. Pengaruh Perbedaan Metode Aktivasi Terhadap Efektivitas Zeolit sebagai Adsorben, *Majalah Farmasi Airlangga*, Hal. 4(1).

- Scanlon, D. O., dkk. 2013. Band alignment of rutile and anatase TiO₂. *Nature Material*. Vol. 12. 10.1038
- Scotti, R, Bellobono, IR, Canevali, C, Cannas, C, Catti, M, D'Arienzo, M, Musinu, A, Polizzi, S, Sommariva, M, Testino, A, Morazzoni, F. 2008. Sol-gel pure and mixed phase titanium dioxide for photocatalytic purposes: relations between phase composition, catalytic activity, and charge-trapped sites. *Chem Mater*. Vol. 20, Hal. 4051-4061
- Shafiee, S., Erkan T. 2009, When Will Fossil Fuel Reserves be Diminished. *Energy Policy*, Vol. 37, hal. 181-189.
- Slamet, Ellyana, M. dan Bismo, S. 2007. Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO₂ Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol. *Teknik Kimia*, Universitas Indonesia.
- Smart. 1993. Determination of Integrated Molar Extinction Coefficients for Infrared Absorption of Pyridine Adsorbed on Solid Acid Catalyst. *Journal of Catalyst*. Vol 141. Hal. 347-354.
- Suryani, Ade Irma. 2009. Penurunan Asam Lemak Bebas dan Transesterifikasi Minyak Jelantah Menggunakan Pelarut Tersier Butil Eter (MTBE). *Skripsi*. Jurusan Kimia. UNS : Surakarta.
- Syafila, Mindriany, 2007. Kajian Biodegradasi Limbah Cair Industri Biodiesel pada Kondisi Anaerob dan Aerob. Bandung: Institut Teknologi Bandung. Vol. 39 A, No. 1&2, Hal 165-178
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolite, 4th edition*. Amsterdam: Elsevier.
- Trisunaryati, W., 1996. Characterization and Modificatio of Indonesian Natural Zeolites and Their Properties for Hydrocracking of Parafin. *Skiyu Gakkasi*. 39 (1), 20-25.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono, dan Sugiharto, E. 2006. Preparation and Characterization Of TIO₂-Zeolite and Its Application To Degrade Textille Wastewater By Photocatalys Method. *Indo. J. Chem.*, 2006, Vol. 6 (3), Hal. 231 – 237

- Widhayani D A A dan Pratapa S. 2010. Sintesis Titanium Dioksida (TiO_2) Dengan Metode Kopresipitasi Dari Serbuk Titanium Terlarut Dalam HCl. Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember,
- Wijaya, K. Sugiharto K, Fatimah I, Sudiono S, dan Kurniaysih D. 2006. Utilisasi TiO_2 -Zeolit Dan Sinar UV Untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red. *Teknoin*. Vol. 11, No.3. 199-209.
- Windriani, E. 2008. Studi Pengaruh Konsentrasi Zn(II) pada Preparasi Katalis Zeolit-ZnO Terhadap Oksidasi Fenol. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang.
- 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* Tidak Diterbitkan. Jurusan Kimia. F. Saintek. Uin Maliki Malang.
- Yuliati, Tatik. 2010. Sintesis Superkonduktor BPSCCO/Ag Menggunakan Metode Padatan. Skripsi. Jurusan Fisika. F MIPA. UNS: Surakarta.
- Zhang, H, Banfield, JF. 2000. Understanding polymorphic phase transformation behavior during growth of nanocrystalline aggregates: insights from TiO_2 . *J Phys Chem B* 104, 3481–3487

**MATERIAL KOMPOSIT TiO₂/ZEOLIT ALAM VARIASI KOMPOSISI
ANATAS DAN RUTIL SEBAGAI FOTOKATALIS PADA REAKSI
ESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH**

JURNAL SKRIPSI

Oleh:
ROHMA ROUFINA
NIM. 10630034



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2014**

ABSTRAK

Roufina, R. 2014. **Material Komposit TiO₂/Zeolit Alam Variasi Komposisi Anatas Dan Rutil Sebagai Fotokatalis Pada Reaksi Esterifikasi Minyak Jelantah**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata Kunci : zeolit alam, TiO₂, anatas, rutil, komposit, fotokatalis, reaksi esterifikasi

Zeolit alam merupakan salah satu sumber katalis heterogen yang sangat berlimpah. TiO₂ merupakan semikonduktor yang memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi. Penggabungan zeolit dengan TiO₂ dengan variasi anatas:rutil dalam sistem komposit akan menciptakan katalis bifungsional, dengan zeolit sebagai katalis dan TiO₂ sebagai fotokatalis. Dalam penelitian ini katalis bifungsional dapat digunakan untuk pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. Dengan pemanfaatan minyak jelantah ini, secara langsung dapat memanfaatkan limbah buang yang dianggap sia-sia menjadi lebih bermanfaat. Seperti firman Allah dalam Qs. Shaad/38:27, bahwa tidak ada yang bernilai sia-sia di dunia ini.

Sintesis material komposit TiO₂/zeolit alam Malang dilakukan dengan metode hidrotermal, dengan variasi komposisi anatas:rutil, adalah 90:10, 80:20, dan 70:30. Selanjutnya dilakukan karakterisasi material komposit yang meliputi analisis struktur dengan XRD, analisis luas permukaan dengan *methylene blue*, dan analisis keasaman total dengan adsorpsi amoniak. Penentuan konversi asam lemak bebas dilakukan dengan titrasi asam basa yang mengikuti metode AOAC.

Hasil karakterisasi material komposit menunjukkan bahwa karakter material komposit terbaik adalah TiO₂-Anatas₈₀:Rutil₂₀/zeolit, dengan luas permukaan sebesar 21,395 m²/gram dan keasaman total sebesar 0,649 mmol/gram. Sedangkan difraktogram masing-masing material komposit menunjukkan bahwa pendistribusian TiO₂ tidak merubah struktur TiO₂ maupun zeolit sehingga tidak memunculkan puncak baru. Hasil terbaik konversi asam lemak bebas (ALB) menjadi metil ester ditunjukkan pada material komposit TiO₂/zeolit alam dengan variasi komposisi anatas:rutil 80:20. Konversi asam lemak bebas (ALB) menjadi metil ester yang dihasilkan dengan material komposit variasi komposisi anatas:rutil 80:20 sebesar 98,92 %.

ABSTRACT

Roufina, R. 2014. **Composite Material TiO₂/Natural Zeolite With Variation Composition Of Anatase And Rutile As Photocatalyst For Waste Cooking Oil Esterification Reaction**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. First Promotor : Suci Amalia, M.Sc; Second Promotor : Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Keywords: natural zeolite, TiO₂, Anatase, Rutile, composite, photocatalyst, Esterification Reaction

Natural zeolite is one source of heterogeneous catalysts are very abundant. TiO₂ is a semiconductor that has a high photocatalytic activity. Incorporation of zeolite with TiO₂ variation of Anatase:rutile in the composite system will create a bifunctional catalyst, natural zeolite as a catalyst and TiO₂ as a photocatalyst. This research is explain bifunctional catalysts can be used for the manufacture of biodiesel from waste cooking oil. With use waste cooking oil, can make use of waste which be estimated become more useful. Like commandment of God in Qs. Shaad/38:27, nothing is estimated in the world.

Synthesis of composite materials TiO₂/natural zeolite of Malang done by hydrothermal method, with variations composition of Anatase:Rutile, are 90:10, 80:20, and 70:30. Further characterization of composite materials that include structural analysis by XRD, surface area analysis with methylene blue, and analysis of total acidity by ammonia adsorption. Determination of free fatty acid conversion is done by acid-base titration is followed AOAC method.

Result of Composite material characterization indicate that the best character of composite material is TiO₂-Anatas₈₀:Rutil₂₀, with 21.395 m²/gram for surface area and 0.649 mmol/g for total acidity. The diffractogram of each composite material shows that the distribution of TiO₂ does not change the structure of TiO₂ and zeolite so as not to create a new peak. The best results of free fatty acid (FFA) to methyl ester conversion are shown composite material TiO₂/natural zeolite with composition variations Anatase: Rutile 80:20. Conversion of FFA to methyl ester produced with composite material composition variations Anatase: Rutile 80:20 by 98.92%.

مستخلص البحث

راوفينا ، ر ، ٢٠١٤ . الطبيعية المادة زيوليت/تيتانيا مركب التكوين التغير أناتاسي وروتيل وضوئي في الأسترة رد فعل زيت الطهي النفايات لإنتاج وقود الديزل الحيوي. البحث الجامعي. القسم الكيمياء، الكلية العلوم والتكنولوجيا. الجامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية مالانج. المشرفة الأولى: سوجي أماليا الماجستير؛ المشرفة الثانية: بيجوم فوزية الماجستير؛ المستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير ،

الكلمات الرئيسية: الزيوليت الطبيعي، تيتانيا (TiO_2) ، أناتاسي، روتيل، مركب، ضوئي، أسترة التفاعل

زيوليت الطبيعي هو مصدر واحد من المحفزات غير المتجانسة وفيرة جدا. تيتانيا هي أشباه الموصلات التي لديها. النشاط عالية. إدماج زيوليت مع اختلاف تيتانيا أناتاسي: روتيل في نظام مركب خلق حافزا مزدوج ، زيوليت كمحفز و تيتانيا بمثابة حفاز ضوئي. في هذه الدراسة يمكن أن تستخدم المحفزات مزدوج لتصنيع وقود الديزل الحيوي من زيت الطهي النفايات. على الاستفادة هذه النفايات، انتفاع ويعتبر مباشرة زيت الطهي ليكون شيء أنفع. كما قال الله تعالى في القرآن الكريم سورة ص: ٣٨:٢٧، ما خلق الله في السماء و الأرض وما بينهما باطلا.

تجميع المواد المركبة الطبيعية زيوليت/تيتانيا مالانج الذي قام به طريقة المائية، مع وجود اختلافات في تكوين أناتاسي: روتيل، هو ١٠:٩٠ ، ٢٠:٨٠ ، و ٣٠:٧٠. ثم من توصيف المواد المركبة التي تشمل التحليل البنوي بواسطة حيود الأشعة السينية، وتحليل مساحة السطح مع الميثيلين الأزرق، وتحليل الحموضة الكلية عن طريق الأمونيا الامتزاز. ويتم تحديد مجانا تحويل الأحماض الدهنية بواسطة حمض قاعدة المعايرة ويتبع طريقة رابطة المجتمعات تحليلية.

النتائج توصيف المواد المركبة تشير إلى أن المواد المركبة هو أفضل حرف تيتانيا- أناتاسي. ٨:روتيل. ٢/زيوليت مساحة ٣٩٥، ٢١، مليون/غرام والحموضة مجموعه ٦٤٩، ٠ مليون/غرام. في حين أن ديفكتوغرام كل المواد المركبة يدل على أن توزيع تيتانيا لا يغير هيكل تيتانيا و زيوليت حتى لا تخلق ذروة جديدة. وتظهر على أفضل النتائج في وقود الديزل الحيوي تحويل الزيوليت/تيتانيا المواد المركبة الطبيعية مع وجود اختلافات تكوين أناتاسي: روتيل ٨٠:٢٠. تحويل وقود الديزل الحيوي ينتج مع وجود اختلافات تكوين المواد المركبة أناتاسي: روتيل ٨٠:٢٠ بواسطة ٩٨، ٩٢٪.

PENDAHULUAN

Kebutuhan bahan bakar di Indonesia semakin meningkat. Tahun 2006 impor solar Indonesia telah mencapai 50 % dari total kebutuhan saat itu (Prakoso, 2006). Biodiesel adalah bahan bakar alternatif mesin diesel yang terdiri atas ester alkil dari asam-asam lemak.

Pembuatan biodiesel dari bahan dasar minyak jelantah pernah dilaporkan dengan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi minyak jelantah dengan metanol dengan menggunakan katalis homogen asam oleh Syafila, dkk., (2007). Akan tetapi kelemahan penggunaan katalis homogen asam adalah sulit untuk daur ulang (*recovery*) sehingga ikut terbuang meningkatkan biaya produksi katalis. Menurut Carmo dkk., (2009), katalis heterogen mudah dipisahkan dari campuran reaksi dengan filtrasi, dapat digunakan kembali (*recovery*), dan memiliki sedikit sifat korosif.

Zeolit alam merupakan katalis heterogen asam yang dapat dimanfaatkan untuk produksi biodiesel. Menurut Colmenares, dkk., (2009), katalis zeolit alam untuk reaksi esterifikasi dapat berlangsung pada suhu 20 °C dengan tingkat konversi Asam Lemak Bebas (ALB) adalah 85%.

Fotokatalis merupakan proses reaksi kimia yang menggunakan cahaya sebagai sumber energi dan biasanya reaksi berlangsung pada suhu ruang. Fotokatalis yang telah banyak dilaporkan yaitu semikonduktor TiO_2 dengan aktivitas fotokatalis yang tinggi dengan *band gap* energi sebesar 3,2 eV (Colmenares, dkk., 2009).

Penggabungan katalis heterogen dan fotokatalis dalam sistem komposit telah diteliti oleh Corro, dkk., (2003) pada sistem komposit ZnO/SiO_2 . Aktivitas fotokatalis

dari komposit ZnO/SiO_2 pada reaksi esterifikasi dilaporkan menghasilkan konversi sebesar 98 %, sedangkan reaksi esterifikasi tanpa proses fotokatalisis hanya menghasilkan konversi biodiesel 3 %.

Pada penelitian ini, material fotokatalis TiO_2 diimbangkan pada material zeolit alam dalam sistem komposit TiO_2 dan zeolit alam pada berbagai variasi komposisi tipe struktur TiO_2 , yaitu anatase dan rutil dengan perbandingan anatase : rutil sebanyak 90:10, 80:20, dan 70:30. Kemudian uji aktivitas fotokatalis material komposit TiO_2 /zeolit alam malang pada reaksi esterifikasi minyak jelantah.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini corong pemisah, *hot plate*, *stirrer*, buret, ayakan 200 mesh, oven, desikator, *furnace*, alat penekan 11 ton, seperangkat difraksi sinar-X (XRD), spektrofotometer UV-VIS, spektronik 20, rangkaian reaktor uji fotoesterifikasi dan beberapa alat gelas.

Bahan yang digunakan adalah zeolit alam malang, minyak jelantah, NaOH, etanol, NH_4NO_3 2 M, TiO_2 -anatase 99,99% Sigma Aldrich No. CAS. 1317-70-10, metanol, *methylene blue*, amoniak, dan aquades.

PROSEDUR PENELITIAN

1. Preparasi Minyak Jelantah

Minyak jelantah 100 gram disaring. Kemudian ditambahkan ke dalam air (1:1). Selanjutnya campuran dipanaskan sampai komposisi air tinggal setengahnya. Campuran diendapkan dalam corong pemisah selama 1 jam, kemudian fraksi air pada bagian bawah dipisahkan, selanjutnya

dianalisis kandungan ALB awal dengan titrasi asam basa.

2. Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam Malang (H-Zeolit)

Zeolit alam ditumbuk dan diayak dengan ayakan 200 mesh. Zeolit alam halus 250 g direndam dalam 500 mL aquades dan *distirrer* selama 24 jam. Kemudian disaring dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 24 jam (Trisunaryati, dkk., 2005).

Zeolit diaktivasi dengan larutan NH_4NO_3 2 M dengan perbandingan berat 1:2. Campuran *distirrer* selama 4 jam, disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral. Lalu dipanaskan pada suhu 110 °C selama 12 jam. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam.

3. Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang

1. Pembuatan TiO_2 -Rutil

Serbuk TiO_2 -anatas digiling selama 4 jam dengan mortar (Heald, 1972). Selanjutnya dibuat pelet dengan alat penekan 10 ton (Yuliati, 2010). Kemudian dipanaskan dengan tanur dengan suhu 1000 °C selama 9 jam (Hanaor dan Sorrell, 2011). Selanjutnya dianalisis dengan menggunakan XRD.

2. Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Malang

Serbuk 2,25 gram H-Zeolit dicampur dengan larutan yang mengandung ion logam TiO_2 anatas dan rutil dengan perbandingan masa TiO_2 adalah sebagai berikut :

Tabel 1 Komposisi material komposit

Komposit Katalis	Berat TiO_2 Anatas : Rutil (gram)
TiO_2 -A ₉₀ :R ₁₀ /Zeolit	0,225 : 0,025
TiO_2 -A ₈₀ :R ₂₀ /Zeolit	0,2 : 0,05
TiO_2 -A ₇₀ :R ₃₀ /Zeolit	0,175 : 0,075

Campuran diaduk selama 2 jam. Kemudian dimasukkan kedalam botol hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 90°C dalam oven selama 16 jam, dan disaring. Endapan dipanaskan selama 2 jam pada suhu 100°C (Rianto, 2012). Semua sampel komposit dikalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam (Slamet dan Bismo, 2007).

4. Karakterisasi Struktur Dengan Menggunakan XRD

Analisa XRD menggunakan radiasi monokromator Cu K_α ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5-60^\circ$, step 0.020°, dan waktu step 1 detik.

5. Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*

a. Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* (MB)

Larutan MB 5 ppm diukur pada panjang gelombang 600-680 nm dengan spektrofotometer UV-Vis.

b. Penentuan waktu operasional/waktu penstabilan

Sebanyak 2 mL MB dilarutkan pada 10 mL aquades. Sesaat setelah dicampurkan, segera diukur absorbansinya (waktu ke-0). Selanjutnya dilakukan perlakuan yang sama pada waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 dan 90 menit.

c. Pembuatan kurva baku

Dibuat seri larutan baku MB dengan konsentrasi 1-8 ppm dan diukur absorbansi setiap konsentrasi. Kemudian dibuat kurva baku.

d. Penentuan waktu adsorpsi optimum

Sebanyak 0,05 g material komposit TiO_2 /Zeolit dicampur dengan 20 mL MB 16 ppm. Selanjutnya dikocok dengan *shaker* dengan variasi waktu 40, dan 50 menit pada 150 rpm. Filtrat diukur absorbansinya pada λ_{maks} .

e. Penentuan luas permukaan spesifik material

Sebanyak 0,05 gram material komposit TiO₂/Zeolit dicampur dengan 20 mL MB 16 ppm. Selanjutnya dikocok dengan *shaker* pada 150 rpm selama waktu adsorpsi optimum yang dihasilkan. Campuran disaring dan filtrat diukur absorbansinya pada λ_{maks} .

Luas permukaan dihitung dengan rumus :

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{M}$$

Keterangan :

S = Luas permukaan spesifik (m²/g)

X_m = MB terserap 1 g adsorben (mg/g)

A = Luas permukaan 1 molekul MB (197,2 x 10⁻²⁰ m²)

N = 6,02 x 10²³ molekul/mol)

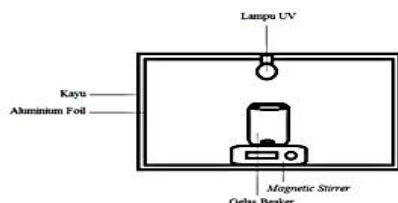
M = Massa molekul MB (320 g/mol)

6. Analisis Keasaman Total TiO₂/Zeolit Alam

Material komposit berat 0,5 gram yang telah ditimbang diletakkan dalam kaca arloji, selanjutnya dipanaskan pada suhu 120 °C selama 2 jam. Material komposit didinginkan sebentar pada suhu ruang, kemudian ditimbang lagi dan diletakkan dalam desikator yang di dalamnya telah diletakkan cawan krus yang berisi amoniak dan dibiarkan selama 24 jam. Kemudian dikeluarkan dan diangin-anginkan selama 4 jam. TiO₂/zeolit alam teraktivasi ditimbang. Rumus keasaman total adalah :

$$\text{Keasaman} = \frac{W_{\text{NH}_3} \times 1000}{\text{BM}_{\text{NH}_3} \times W_{\text{katalis}}} \text{ (mmol/g)}$$

7. Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO₂/Zeolit Alam Pada Reaksi Esterifikasi ALB



Gambar 1. Susunan reaktor

Uji esterifikasi ALB dilakukan sinar UV pada $\lambda=366$ nm. Minyak jelantah 10 gram dicampur dengan 120 gram metanol dan 1,5 gram material komposit dalam gelas reaktor (Corro, dkk., 2013). Campuran *distirrer* selama 6 jam.

8. Penentuan Konversi ALB (Corro, dkk. 2012)

Konversi asam lemak bebas (% ALB) ditentukan dengan persamaan :

$$\text{Konversi} = \frac{\% \text{ ALB awal} - \% \text{ ALB akhir}}{\% \text{ ALB awal}} \times 100$$

1. Analisis Konsentrasi NaOH

Asam oksalat 0,1 M dipipet 10 mL dan 1 mL indikator *phenolphthalein* dimasukkan kedalam elenmeyer 100 mL. Kemudian dititrasikan dengan menggunakan NaOH 0,1 M.

$$M_{\text{asam oksalat}} \times V_{\text{asam oksalat}} = M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{titrasi}}$$

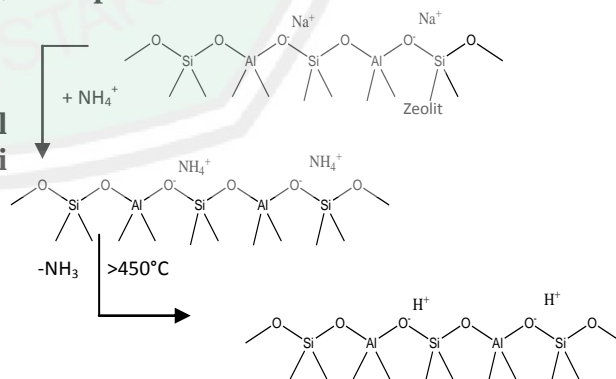
2. Analisis Kandungan ALB Awal dan Akhir (AOAC 940.28)

Sampel minyak jelantah ditimbang 3,525 gram dicampurkan dengan etanol 95 % dan 1 ml indikator *phenolphthalein*. Selanjutnya dititrasikan dengan NaOH 0,1 M.

$$\% \text{ ALB} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times \text{BM}_{\text{NaOH}}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100\%$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam



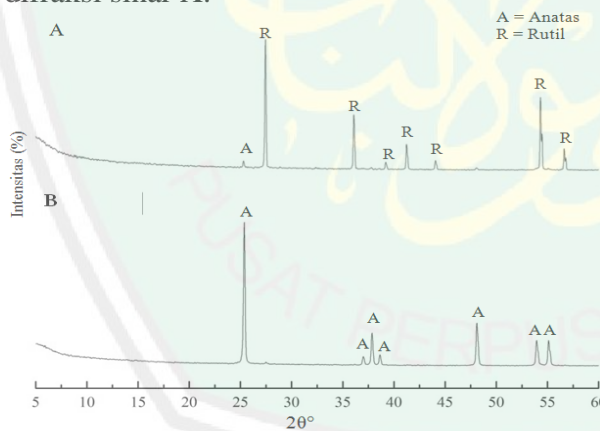
Gambar 2 Aktivasi zeolit alam (Banon dan Suharto, 2008)

Zeolit yang telah dicuci dengan NH_4NO_3 2M. Perlakuan ini menyebabkan ion-ion NH_4^+ menggantikan posisi logam alkali. Ketika dicuci dengan akuades, NO_3^- yang akan ikut terlarut dalam filtrat dan hanya ion NH_4^+ yang tertinggal pada zeolit alam. Pemanasan berfungsi untuk melepaskan gas NH_3 , sehingga yang tertinggal adalah H^+ .

2. Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Dengan Variasi Struktur TiO_2

1. Transformasi Fasa TiO_2 -Rutil dari TiO_2 -Anatas

Berdasarkan Gambar 3 bahwa TiO_2 -Anatas telah bertransformasi menjadi TiO_2 -Rutil, akan tetapi masih terdapat sedikit fasa anatas yang ditunjukkan pada $2\theta = 25,29$. Bergesernya puncak difraktogram disebabkan adanya perubahan panjang kisi kristal TiO_2 yang menyebabkan terjadinya perubahan sudut datang dan sudut bias 2θ difraksi sinar X.

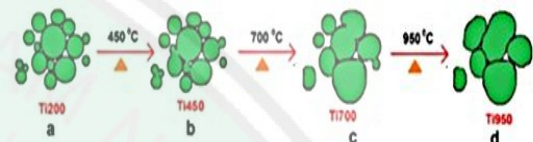


Gambar 3 Difraktogram (A) TiO_2 -Rutil dan (B) TiO_2 -Anatas

Menurut Choudhury dan Choudhury (2013), pemberian energi termal menyebabkan ikatan Ti-O anatas akan semakin memanjang (distorsi Z-out) dan lama-kelamaan akan terputus. Terputusnya ikatan Ti-O ini menyebabkan hilangnya beberapa atom oksigen (cacat oksigen). Saat

suhu 950-1000 °C ikatan Ti-O baru terbentuk dengan panjang ikatan yang lebih panjang.

Pemanasan pada suhu tinggi menyebabkan hilangnya batas antarmuka butir partikel anatas dan terjadi penggabungan partikel anatas. Hal ini menyebabkan terbentuknya fase rutil (Choudhury dan Choudhury, 2013).

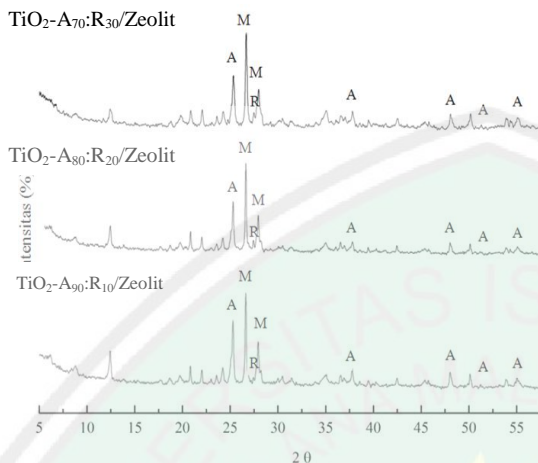


Gambar 4 (a) Anatas. (b) Hilangnya pembatas butir partikel. (c) Migrasi atom antarmuka (d) Pertumbuhan butir partikel dan transformasi fasa (Choudhury dan Choudhury, 2013).

3. Sintesis Komposit Dengan Metode Hidrotermal

Pencampuran antara TiO_2 dan H-zeolit dilakukan ketika TiO_2 dalam bentuk larutan untuk membentuk fasa molekular dari TiO_2 , (Hanaor dan Sorrell, 2010) yang menyebabkan TiO_2 lebih mudah terdorong masuk kedalam pori-pori H-zeolit (Lestari, 2008), sehingga terjadi reaksi padat-cair (Richard, 2003). Suhu yang rendah ini membuat partikel TiO_2 hanya terikat pada permukaan H-zeolit saja (*interface*) (Roop, 2003). Ikatan yang terjadi pada *interface* dalam sistem komposit merupakan gaya elektrostatis dan Van der Waals (Borgonovo, 2010) membentuk suatu area batas (*Boundary*). Molekul TiO_2 yang tertarik secara elektrostatis mengalami difusi brown (*zig-zag*) masuk ke sela-sela molekul H-zeolit.

4. Karakterisasi Struktur Dengan Menggunakan XRD



Gambar 5 Difraktogram (A=anatase; R=rutil, M=modernite)

Pada Gambar 5 tampak bahwa semakin rendah massa anatas yang ditambahkan, intensitas puncak semakin menurun. Pada rutil, yang muncul hanyalah puncak khas $2\theta = \pm 27,4$. Puncak zeolit alam Malang yang muncul merupakan zeolit jenis modernit yang ditunjukkan dengan $2\theta = \pm 26,6$ dan $2\theta = \pm 27,9$.

Puncak-puncak difraktogram tidak menunjukkan perubahan. Pengembangan TiO₂ tidak merubah struktur kristal zeolit maupun TiO₂ sendiri yang berarti antara zeolit dan TiO₂ membentuk sistem komposit. Zeolit dan TiO₂ sama-sama mempertahankan karakteristik masing-masing, sehingga dapat digunakan sebagai katalis bifungsional, dengan H-zeolit sebagai katalis heterogen asam dan TiO₂ sebagai fotokatalis.

5. Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi Methylene Blue

Methylene blue (MB) mengalami penyerapan maksimal terjadi pada panjang gelombang 664,0 nm. MB mengalami kestabilan pada menit ke 40-50. Oleh karena itu, digunakan menit ke 40-50 untuk

menentukan luas permukaan material komposit selanjutnya. Sedangkan dari hasil pembuaan kurva baku di dapatkan hubungan antara absorbansi dan konsentrasi adalah berbanding lurus, dengan persamaan linier adalah $y = 0.20469x + 0.00132$.

Tabel 2 Penyerapan optimum

Variasi waktu (menit)	Luas permukaan MB (m ² /g)
40	20,86608529
50	18,78185252

Saat menit ke 40, terjadi adsorpsi optimum MB ke permukaan material komposit. Sedangkan pada menit ke 50 terjadi penurunan luas permukaan material komposit. Kaewprasit, dkk. (1998) melaporkan bahwa menurunnya luas permukaan material komposit dikarenakan adanya peristiwa desorpsi MB dari permukaan aktif material komposit.

Tabel 3 Luas permukaan material komposit TiO₂/zeolit pada menit ke-40

Komposit Katalis	Luas Permukaan (m ² /gram)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /zeolit	20,866
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /zeolit	21,395
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /zeolit	20,312

Berdasarkan Tabel 3 luas permukaan material komposit TiO₂/zeolit paling luas terdapat pada TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit. Penurunan luas permukaan Material komposit TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit dikarenakan TiO₂-Rutil yang didistribusikan ke permukaan zeolit lebih banyak. Dikarenakan ukuran partikel rutil lebih besar dari pada anatase, maka dengan bertambahnya jumlah partikel rutil, dapat menyebabkan menurunnya luas permukaan. Penurunan luas permukaan pada material komposit

TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dikarenakan adanya distribusi TiO₂ yang kurang merata pada permukaan zeolit.

6. **Analisis Keasaman Total TiO₂/Zeolit Alam Malang**

Tabel 4 Hasil uji keasaman

Komposit Katalis	Keasaman (mmol/gram)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /zeolit	0,445
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /zeolit	0,649
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /zeolit	0,351

Berdasarkan Tabel 4 Meningkatnya keasaman TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit dikarenakan memiliki luas permukaan yang lebih tinggi dari pada TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit. Keadaan tersebut menyebabkan kontak partikel amoniak terhadap TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit lebih sering terjadi dari pada TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan

7. **Uji Aktivitas Material Komposit TiO₂/Zeolit Pada Reaksi Esterifikasi ALB**

Adapun reaksi ALB dengan metanol adalah sebagai berikut :



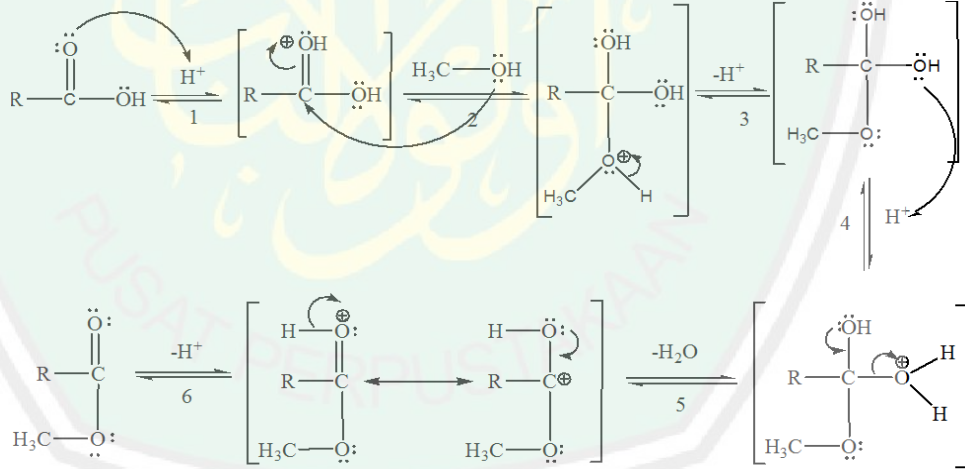
Gambar 8 Reaksi esterifikasi (Corro dkk, 2012)

Hasil analisis konversi ALB menjadi metil ester dinyatakan dalam Tabel 5.

Tabel 5 Konversi ALB

Material komposit	Konversi ALB (%)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /zeolit	98,380
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /zeolit	98,915
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /zeolit	97,828

Material komposit TiO₂-A₉₀:R₁₀/Zeolit memiliki perbandingan komposisi rutil yang lebih kecil menjadikan material ini lebih



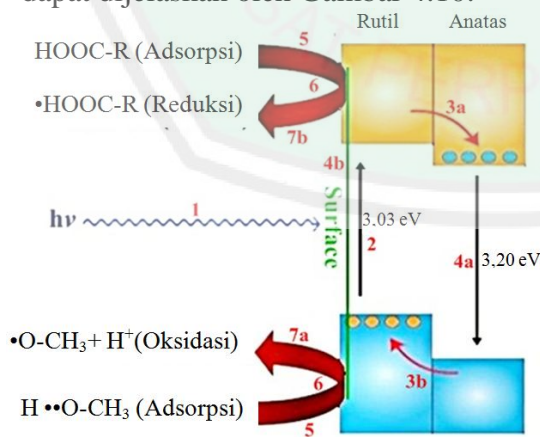
Gambar 6 Mekanisme reaksi ALB dan metanol

TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit. Dengan kata lain daya adsorb TiO₂-A₈₀:R₂₀/zeolit lebih baik dari pada TiO₂-A₉₀:R₁₀/zeolit dan TiO₂-A₇₀:R₃₀/zeolit, sehingga NH₃ yang terserap juga lebih banyak.

sedikit menerima energi foton dari sinar UV untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dari pada material komposit TiO₂-A₈₀:R₂₀/Zeolit yang memiliki komposisi rutil lebih besar.

Sedangkan komposisi anatas yang dibuat lebih besar dari pada material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}\text{/Zeolit}$, menyebabkan material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{90}\text{:R}_{10}\text{/Zeolit}$, elektronnya lebih mudah untuk mengalami rekombinasi kembali lagi dari pita konduksi kembali ke pita valensi. Material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{70}\text{:R}_{30}\text{/Zeolit}$ memiliki hasil konversi lebih kecil dibandingkan material komposit $\text{TiO}_2\text{-A}_{90}\text{:R}_{10}\text{/Zeolit}$ dan $\text{TiO}_2\text{-A}_{80}\text{:R}_{20}\text{/Zeolit}$. Hal ini dikarenakan luas permukaan dan keasaman total material komposit ini lebih kecil (Tabel 4.2 dan Tabel 4.3). Mekanisme reaksi ALB dengan metanol dengan katalis H-Zeolit terlihat pada Gambar 9 (Hart, 2003).

Menurut Scotti, dkk., (2008) dan Scalon, dkk., (2013) pencampuran fasa $\text{TiO}_2\text{-anatas:rutil}$ dinilai memiliki aktivitas fotokatalis lebih baik karena adanya perbedaan letak pita valensi dan pita konduksi dari $\text{TiO}_2\text{-anatas}$ dan $\text{TiO}_2\text{-rutil}$ yang berhimpitan. Posisi pita valensi rutil berada 0,47 eV diatas pita valensi anatas. Posisi pita konduksi anatas relatif lebih rendah 0,24 eV terhadap rutil (Scanlon, dkk., 2013). Mekanisme reaksi pembentukan radikal $\cdot\text{HOOC-R}$ dan $\text{CH}_3\text{O}\cdot$ dapat dijelaskan oleh Gambar 4.10:



Gambar 7 Mekanisme reaksi Foto katalis $\text{TiO}_2\text{-Anatas}$:Rutil (lingkaran oranye = hole; lingkaran biru = elektron)

Keterangan Gambar 10 :

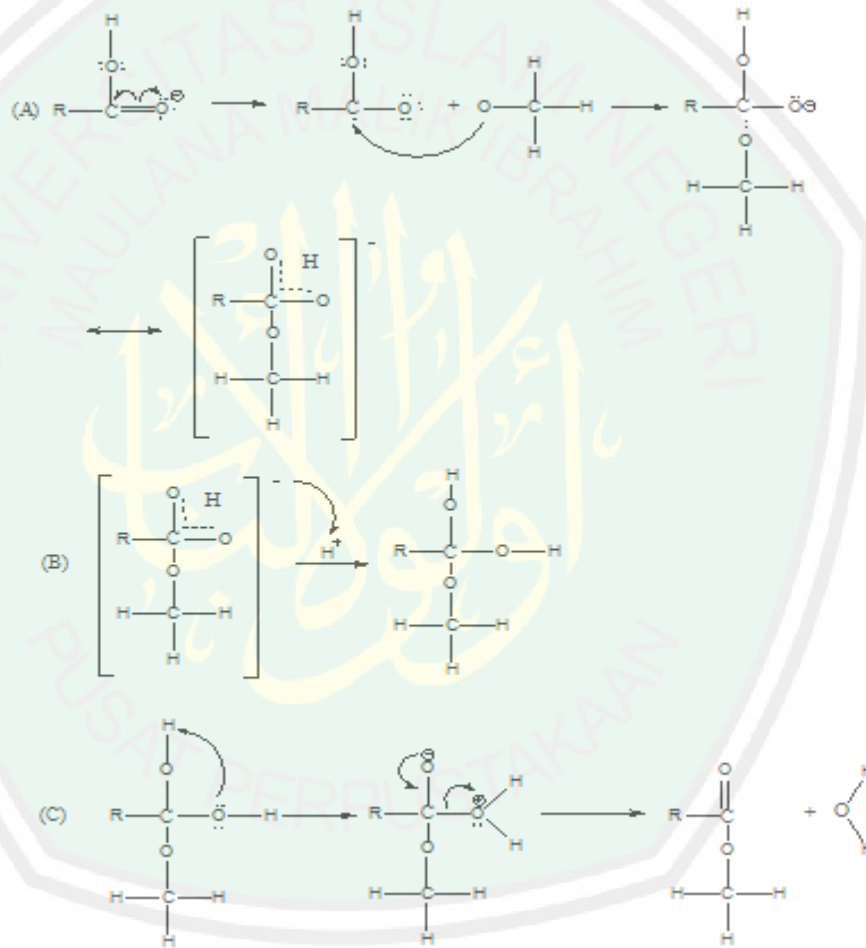
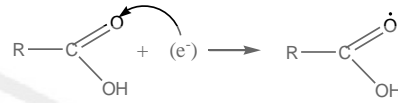
1. Energi foton dari sinar UV sebesar 366 nm (hampir sama dengan besar *band gap* TiO_2) terserap oleh fotokatalis TiO_2 . Hal ini menyebabkan tereksitasinya sejumlah elektron dari pita valesi ke pita konduksi dalam semikonduktor TiO_2 .
2. Penyerapan energi foton ini menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga membentuk pasangan elektron-hole. Keadaan ini menyebabkan kelebihan elektron akan berada pada pita konduksi yang di dominasi orbital 3d Ti dan hole akan berada pada pita valensi yang di dominasi oleh orbital 2p dari atom O (Scanlon dkk, 2013).
3. Banyaknya massa rasio anatas lebih besar dari pada rutil, membuat elektron mengalir dari rutil ke anatas (3a) Hurum, dkk. 2003 dan Scanlon dkk, 2013), sedangkan hole mengalir dari anatas ke rutil (3b) (Leytner dan Hupp, 2000 dalam Scalon, dkk., 2013).
4. Ada dua kemungkinan yang dapat terjadi pada pasangan elektron-hole setelah terjadi aliran antara kedua pita TiO_2 . Yang pertama, pasangan elektron-hole akan berekombinasi (4a), yaitu kembali kekeadaan awal dan melepaskan energi foton teradsorpsi sebagai panas. Yang kedua, pasangan elektron-hole akan bermigrasi ke permukaan dan bereaksi dengan senyawa yang teradsorpsi (4b).Kemungkinan yang kedua ini yang menguntungkan dalam rekasi ini, dimana elektron(e^-) akan bertindak sebagai agen reduktor dan hole (h^+) akan bertindak sebagai oksidator.
5. Transfer metanol (CH_3OH) dan ALB (HOOC-R) ke permukaan fotokatalis TiO_2 .
6. Adsorpsi metanol dan ALB pada permukaan fotokatalis. ALB dapat terserap pada T^{i2+}

yang dapat bertindak sebagai situs asam Lewis, dan metanol teradsorpsi pada atom oksigen yang bertindak sebagai situs basa Lewis.

7. Reaksi dalam fase teradsorpsi mengikuti langkah-langkah berikut :

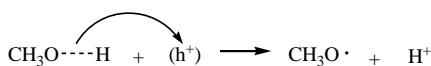
a. *hole* (h^+) dapat bereaksi dengan CH_3OH yang teradsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO_2 ,

Pada saat yang sama $\bullet HOOC-R$ radikal mungkin dibentuk oleh oksidasi $HOOC-R$ teradsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO_2 bereaksi dengan electron (e^-) :



Gambar 8 Skema reaksi untuk H^+ , $\bullet O-CH_3$ dan $\bullet HOOC-R$ menuju ke produk akhir yaitu $RCOO-CH_3$ dan H_2O . (A) Radikal $\bullet O-CH_3$ bereaksi dengan $\bullet HOOC-R$. (B) H^+ bereaksi dengan intermediet tetrahedral unstable. (C) intermediet tetrahedral terbentuk menjadi metil ester $RCOO-CH_3$ dan air.

menghasilkan ion hidrogen dan $CH_3O\bullet$. 8. Terbentuk H , $\bullet O-CH_3$, dan $\bullet HOOC-R$ kemudian akan bereaksi membentuk intermediet dan produk akhir (Gambar 4.12).



Desorpsi dari metil ester asam lemak

(biodiesel) dan air akan dihasilkan selama reaksi fotoesterifikasi ALB.

KESIMPULAN

1. Hasil karakterisasi material komposit menunjukkan bahwa karakter material komposit terbaik adalah TiO_2 -Anatas₈₀:Rutil₂₀/zeolit dengan luas permukaan sebesar 21,395 m²/gram dan keasaman total sebesar 0,649 mmol/gram. Sedangkan difraktogram masing-masing material komposit menunjukkan bahwa pendistribusian TiO_2 tidak merubah struktur TiO_2 maupun zeolit sehingga tidak memunculkan puncak baru.
2. Hasil terbaik konversi asam lemak bebas (ALB) menjadi metil ester ditunjukkan pada material komposit TiO_2 -Anatas₈₀:Rutil₂₀/zeolit, yaitu sebesar 98,92 %.

DAFTAR PUSTAKA

AOAC Official Method 940.28 Fatty Acid (Free) in crude and refined oil titrationmethod-First Action.

Banon, C dan Suharto, T E. 2008. Adsorpsi Amoniak Oleh Adsorben Zeolit Alam Yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*. Vol.4 No. 2 Hal : 354-360

Borgonovo, Cecilia. 2010. Alumunium Nano-composites for Elevated Temperature Applications. Tesis Tidak Diterbitkan. Worcester, USA: Material Science And Engineering. Worcester Polytechnic Institute.

Carmo, A.C., Luiz K.C., Carlos E.F., Longo, E., Zamian, J.R., Geraldo N. 2009. Production of Biodiesel by Esterification of Palmitic Acid Over Mesopori Aluminosilicate Al-MCM-41, *Fuel*, vol. 88. Hal. 461-468.

Choudhury, B., dan Choudhury, A. 2013. Local structure modification and phase transformation of TiO_2 nanoparticles initiated by oxygen defects, grain size, and annealing temperature. *International Nano Letters*. 3:55

Colmenares, J.C., Luque, R., Campelo, J. M., Colmenares, F., Kalpinski, Z., Romero, A.A. 2009. Nanostructured Photocatalysts and Their Application in The Photocatalytic Transformation of Lignocellulosic Biomass : An Overview. *Materials*. Vol. 2. Hal. 2228-2258.

Corro, G., Pal, U., Tellez, N. 2012. Biodiesel Production From *Jatropha curcas* Crude Oil Using ZnO/SiO_2 Photocatalysts For Free Fatty Acid Esterification. *Applied Catalysts B : Environmental*, Vol. 129. Hal. 39-47.

Hanaor, D. H., dan Sorrell, C. C. 2011. Review of The Anatase to Rutile Phase Transformation. *J Mater Sci*. Vol 46. Hal 855-874

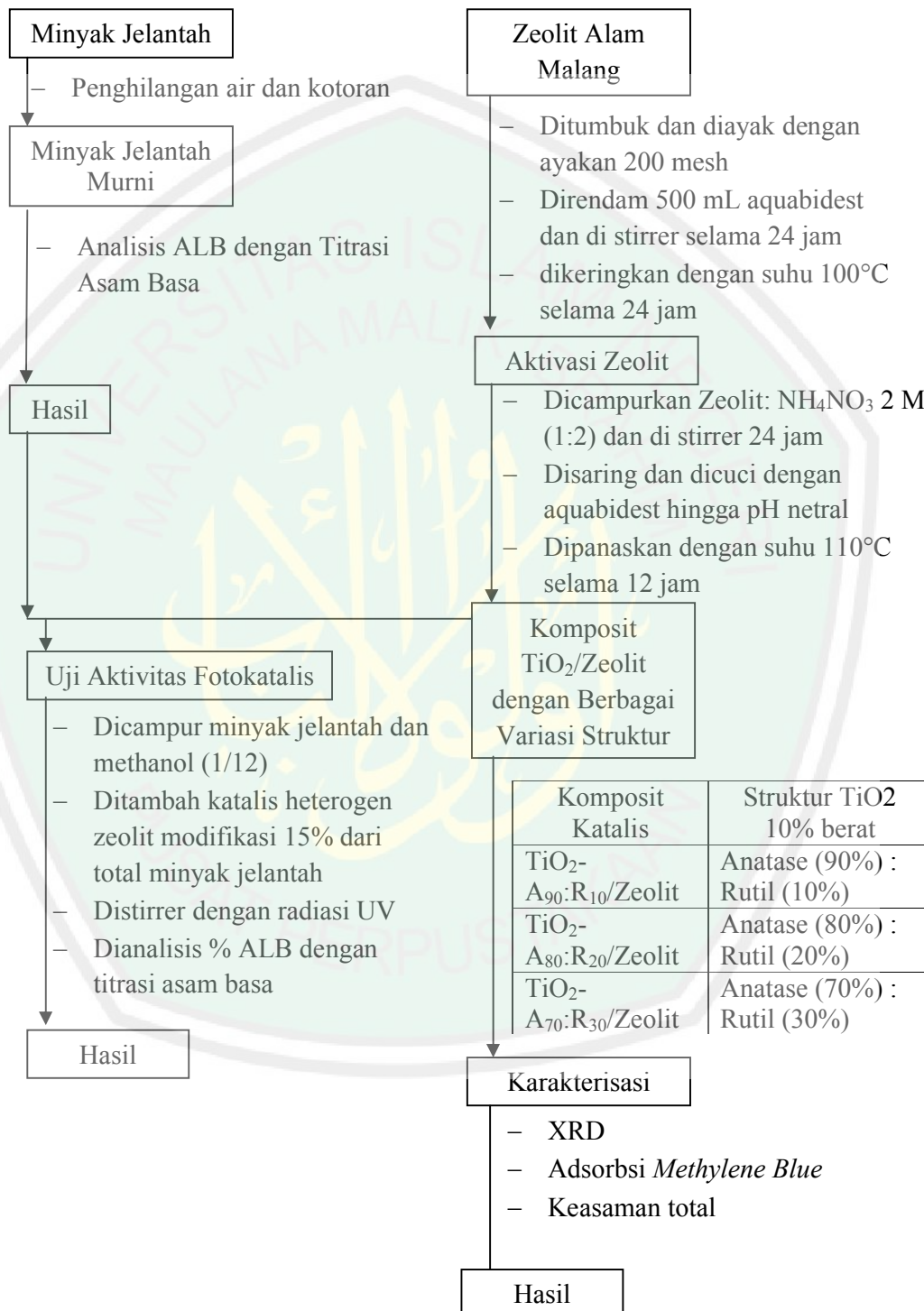
Hart, H., Craine, L. E., Dan David, J. H. 2003. Kimia Organik-Suatu Kuliah Singkat. Jakarta : Erlangga

Heald E. F. 1972. Kinetics And Mechanism of The Anatase/Rutile Transformation, As Catalyzed By Ferric Oxide And Reducing Condition. *American Mineralogist*. Vol. 57. Hal 10-23

- Kaewprasit, C, Hequet E, Abidi N, dan Gourlot J P. 1998. Application of Methylene Blue Adsorption to Cotton Fiber Specific Surface Area Measurement: Part I. Methodology. *The Journal of Cotton Science Vol. 2*, Hal. 164-173
- Lestari, Franciska Pramuji. 2008. The effect of sintering temperature and Al₂O₃ reinforcement volume fraction on the characteristic of Al/SiC-Al/Al₂O₃ hybrid laminate composite as a powder metallurgy product. Skripsi Tidak diterbitkan. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia: Jakarta
- Leytner, S. & Hupp, J. T. 2000. Evaluation of the energetics of electron trap states at the nanocrystalline titanium dioxide/aqueous solution interface via time-resolved photoacoustic spectroscopy. *Chem. Phys. Lett.*
- Prakoso, T. & Hidayat, A.N. 2006. Potensi Biodiesel Indonesia. <http://migas-indonesia.com/files/article> (diunduh pada September 2006)
- Rianto, L. B. 2012. Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang Dengan Penambahan Logam Titanium Menggunakan Metode Impregnasi. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Roop, Richard C. 2003. Solid State Chemistry. USA: Elsevier Science B. V
- Scanlon, D. O., dkk. 2013. Band alignment of rutile and anatase TiO₂. *Nature Material*. Vol. 12. 10.1038
- Scotti, R, Bellobono, IR, Canevali, C, Cannas, C, Catti, M, D'Arienzo, M, Musinu, A, Polizzi, S, Sommariva, M, Testino, A, Morazzoni, F. 2008. Sol-gel pure and mixed phase titanium dioxide for photocatalytic purposes: relations between phase composition, catalytic activity, and charge-trapped sites. *Chem Mater*. Vol. 20, Hal. 4051-4061
- Slamet, Ellyana, M. dan Bismo, S. 2007. Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO₂ Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol. *Teknik Kimia*, Universitas Indonesia.
- Syafila, Mindriany, 2007. Kajian Biodegradasi Limbah Cair Industri Biodiesel pada Kondisi Anaerob dan Aerob. Bandung: Institut Teknologi Bandung. Vol. 39 A, No. 1&2, Hal 165-178
- Trisunaryati, W., 1996. Characterization and Modificatio of Indonesian Natural Zeolites and Their Properties for Hydrocracking of Parafin. *Skiyu Gakkasi*. 39 (1), 20-25.
- Windriani, E. 2008. Studi Pengaruh Konsentrasi Zn(II) pada Preparasi Katalis Zeolit-ZnO Terhadap Oksidasi Fenol. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang.
- Yuliati, Tatik. 2010. Sintesis Superkonduktor BPSCCO/Ag Menggunakan Metode Padatan. Skripsi. Jurusan Fisika. F MIPA. UNS: Surakarta.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

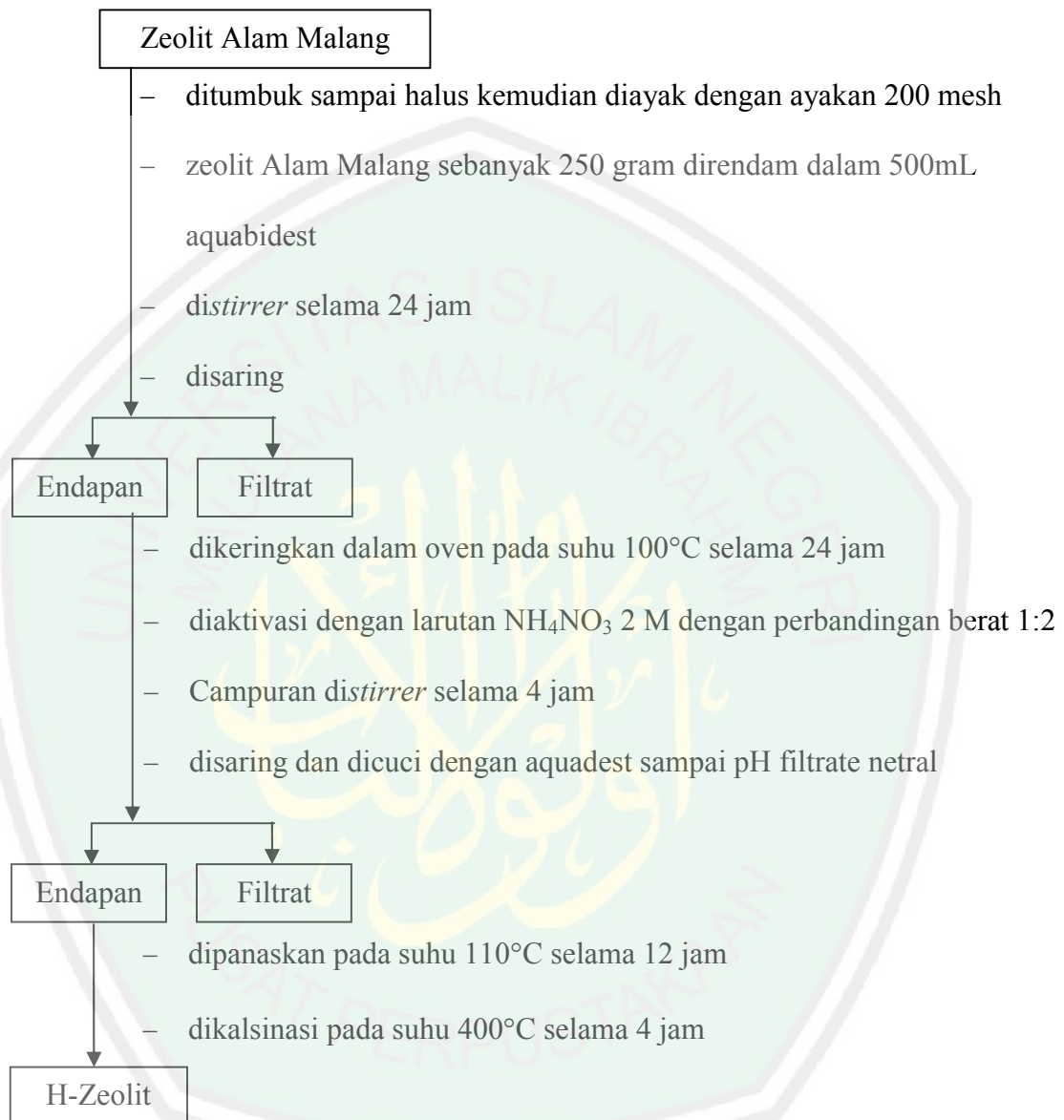


Lampiran 2. Skema kerja

L.2.1 Preparasi Minyak Jelantah



L.2.2 Preparasi Aktivasi Zeolit Alam

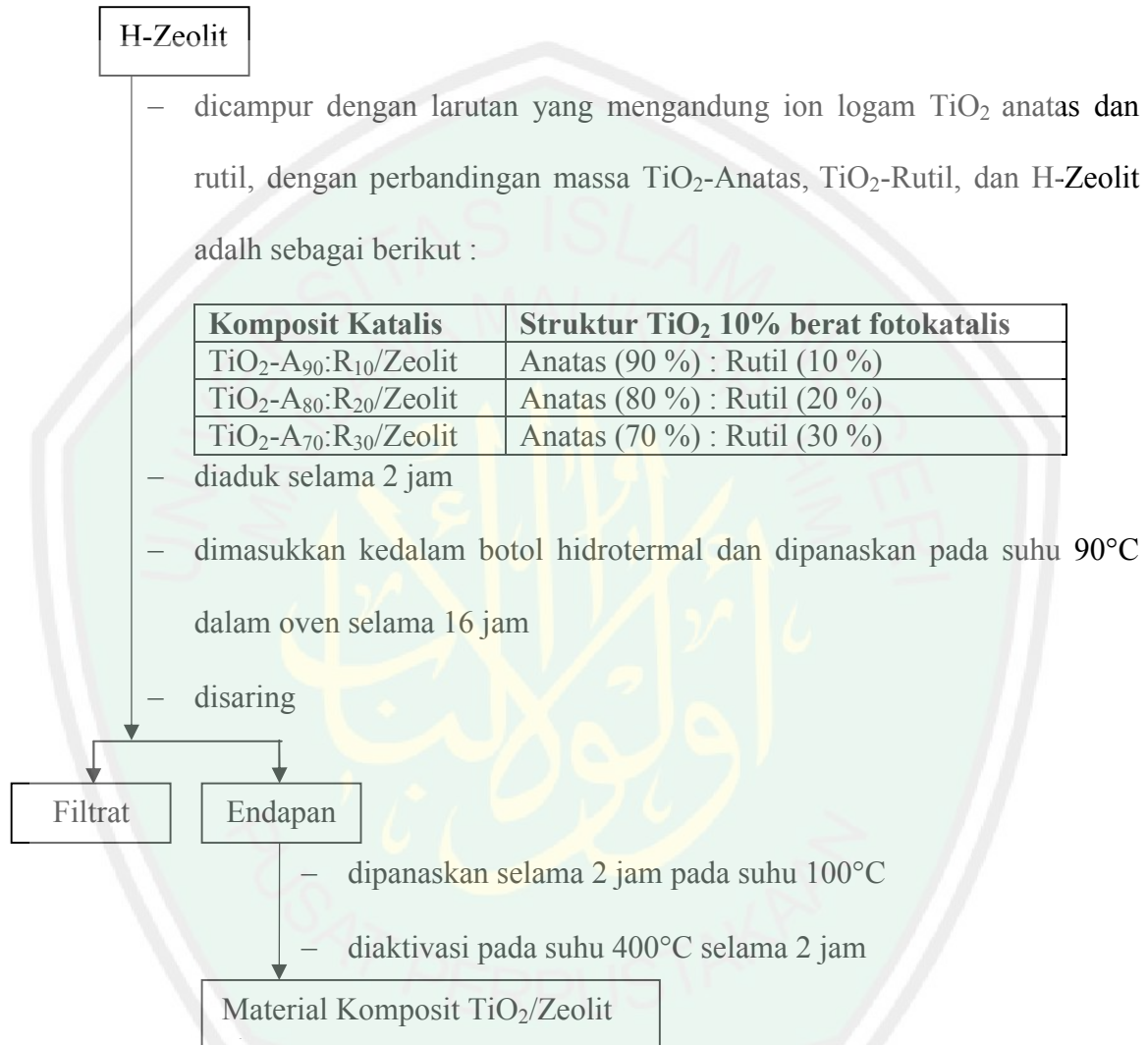


L.2.3 Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam i Dengan Berbagai Variasi Struktur

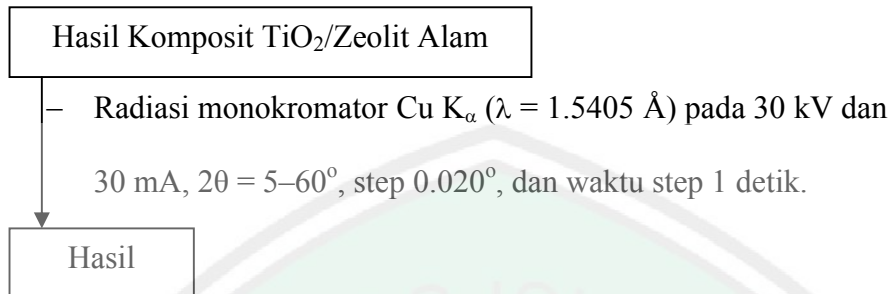
L.2.3.1 Pembuatan TiO_2 -Rutil



L.2.3.2 Sintesis Komposit TiO_2 /zeolit alam Dengan Metode Hidrotermal



L.2.4 Karakterisasi Struktur Dengan Menggunakan XRD

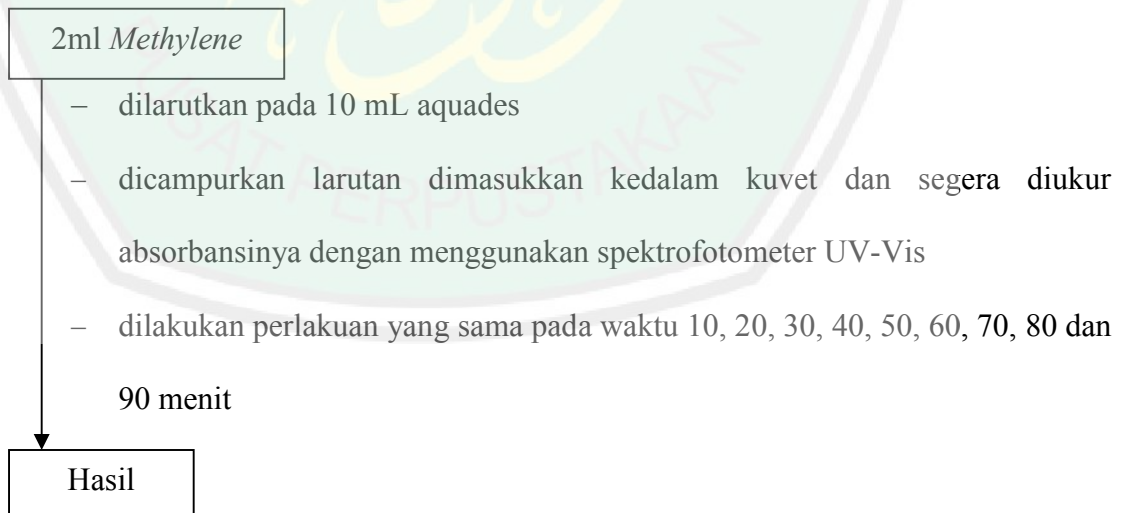


L.2.5 Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*

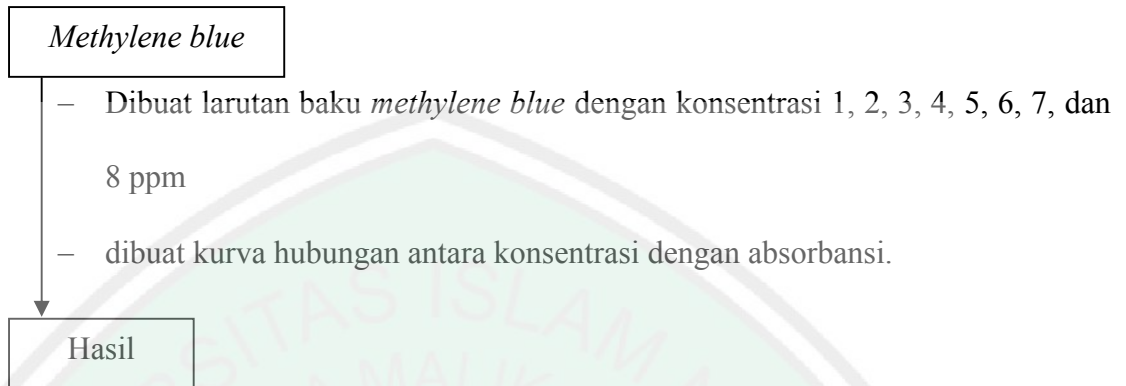
- a. Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* (MB)



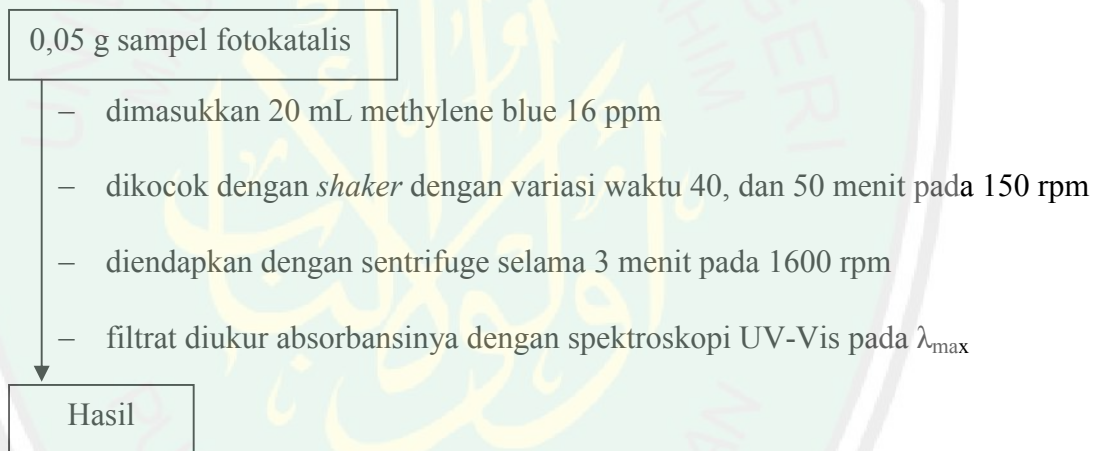
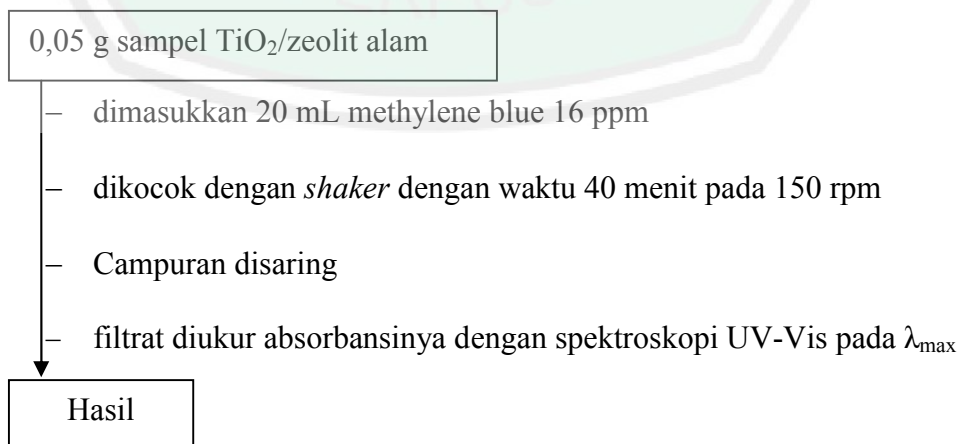
- b. Penentuan waktu operasional/waktu penstabilan



c. Pembuatan kurva baku



d. Penentuan waktu adsorpsi optimum

e. Penentuan luas permukaan spesifik Material Komposit TiO_2 /zeolit alam

L.2.6 Analisis Keasaman Total TiO₂/zeolit alam

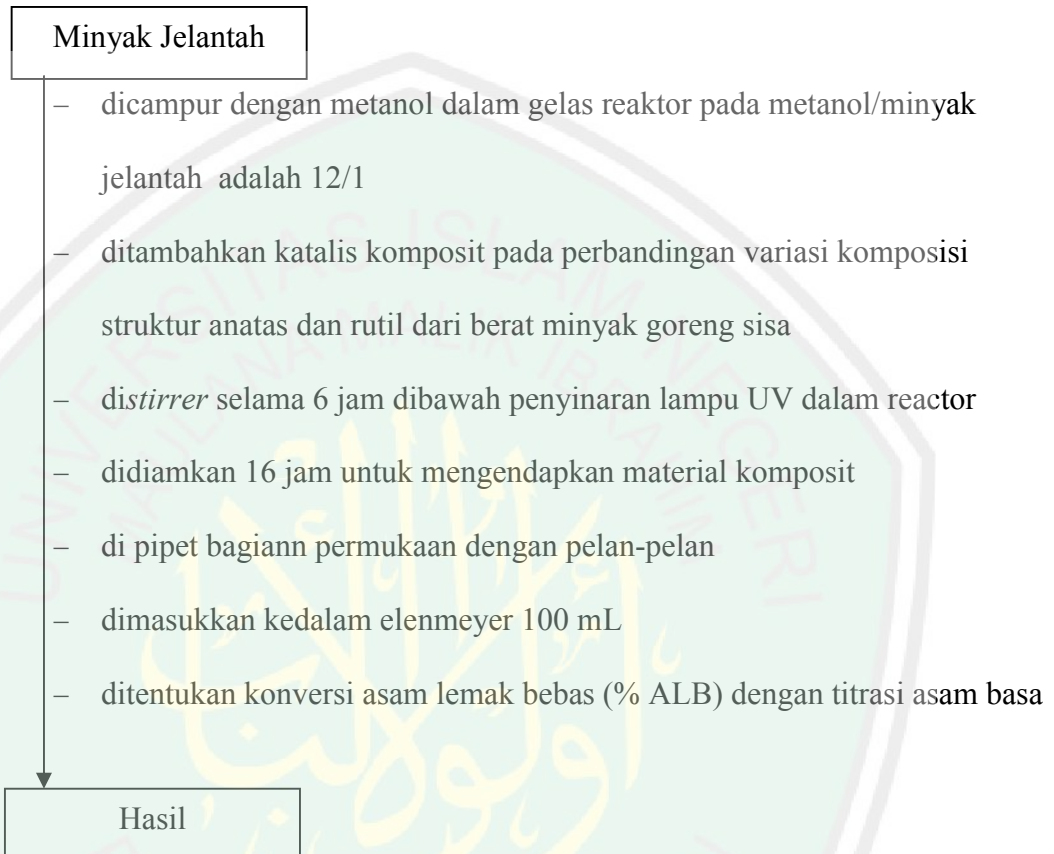
0,5 g sampel TiO₂/zeolit alam

- diletakkan dalam kaca arloji yang sebelumnya telah diketahui beratnya
- dipanaskan dalam oven pada suhu 120 °C selama 2 jam
- didinginkan sebentar pada suhu ruang
- ditimbang
- diletakkan dalam desikator yang di dalamnya telah diletakkan cawan krus yang berisi amoniak
- dibiarkan selama 24 jam
- dikeluarkan dari desikator
- diangin-anginkan selama 4 jam
- ditimbang

Hasil

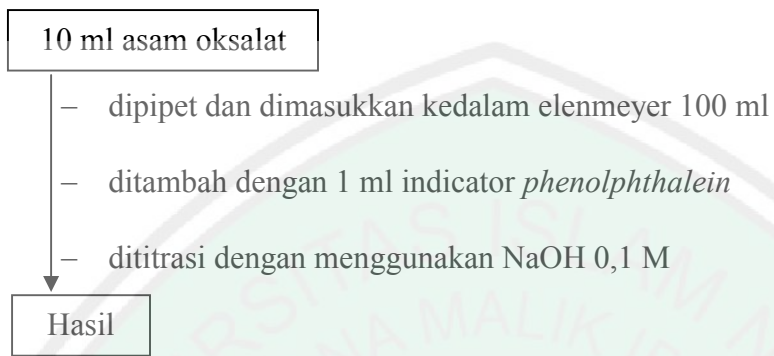
L.2.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO_2 /Zeolit Alam eraktivasi

Pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Jelantah

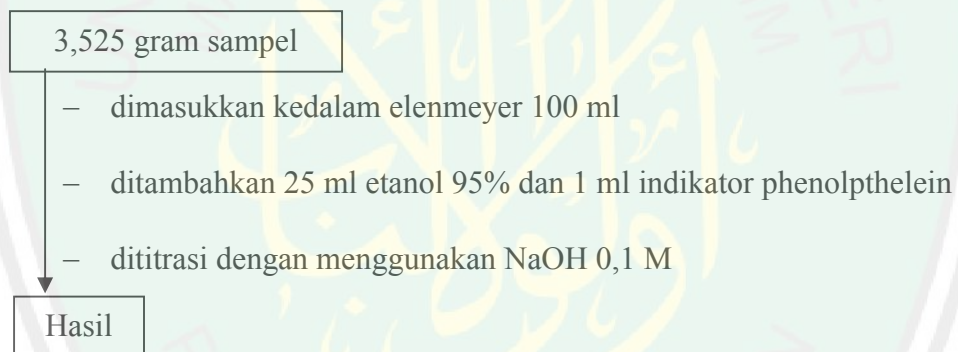


L.2.8 Penentuan Konversi ALB (Analisis Kandungan Asam Lemak bebas)

L.2.8.1 Analisis Konsentrasi NaOH



L.2.8.2 Analisis Kandungan Asam Lemak Bebas Awal dan Akhir



Lampiran 3. Pembuatan Reagen

L.3.1 Pembuatan Larutan 250 mL NaOH 0,1 M

$$M = \frac{\text{gr}}{M_r} \times \frac{1000}{V(\text{mL})}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{gr}}{40 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}} \times \frac{1000}{250 \text{ mL}}$$

$$\text{gr} = \frac{0,1 \text{ M} \times 40 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \times 250 \text{ mL}}{1000}$$

$$\text{gr} = 1 \text{ gram}$$

Keterangan :

M= Konsentrasi NaOH yang akan dibuat

V= volume larutan NaOH yang dibuat

gr = gram NaOH yang diperlukan

Mr = massa jenis NaOH

Ditimbang padatan NaOH sebanyak 1 gram, dan dilarutkan kedalam 100 mL akuades. Kemudian larutan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL. dan ditanda bataskan dengan akuades.

L.3.2 Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 M

$$M = \frac{\text{gr}}{M_r} \times \frac{1000}{V(\text{mL})}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{gr}}{90 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}} \times \frac{1000}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{gr} = \frac{0,1 \text{ M} \times 90 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \times 100 \text{ mL}}{1000}$$

$$\text{gr} = 0,9 \text{ gram}$$

L.3.3 Pembuatan Larutan NH_4NO_3 2M

Perbandingan massa Zeolit alam malang : $\text{NH}_4\text{NO}_3 = 1:2$

$$= 100 \text{ g} : 200 \text{ ml}$$

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{V(\text{mL})}$$

$$2M = \frac{\text{gr}}{80 \text{ gr/mol}} \times \frac{1000}{250 \text{ ml}}$$

$$\text{gr} = \frac{2M \times 80 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \times 250 \text{ ml}}{1000}$$

$$\text{gr} = 40 \text{ gram}$$

$$\text{gr} = 40 \text{ gram}$$

Keterangan :

M= Konsentrasi NH_4NO_3 yang akan dibuat

V= volume akuades yang diperlukan

gr = gram NH_4NO_3 yang diperlukan

Mr = massa jenis NH_4NO_3

Amonium Nitrat ditimbang sebanyak 40 gram . kemudian dilarutkan dengan akuades sebanyak 100 mL. Selanjutnya larutan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL, dan ditandabatkan dengan akuades, dihomogenkan.

L.3.4 Preparasi Metanol dan Zeolit Alam Malang

Perbandingan berat minyak jelantah : metanol = 1:12

$$= 50 \text{ gram} : 600 \text{ gram}$$

L.3.3 Sintesis Fotokatalis TiO₂/Zeolit Alam Malang

- Berat total fotokatalis = 15% x berat minyak jelantah

$$= 0,15 \times 50 \text{ gram}$$

$$= 7,5 \text{ gram}$$
- Total fotokatalis yang diperlukan tiap variasi = $\frac{7,5\text{g}}{3} = 2,5 \text{ gram}$
- Perbandingan massa Zeolit Alam Malang : TiO₂ = 90% : 10%
- Berat 90% Zeolit Alam Malang = 90% x Total 100% fotokatalis
 Berat 90% Zeolit Alam Malang = 0,9 x 2,5 gram
 Total 100% fotokatalis = 2,25 gram
- 10% x Total 100% Katalis = Berat 10% TiO₂
 Berat 10% TiO₂ = 0,1 x 2,5 gram
 Berat 10% TiO₂ = 0,25 gram
- Anatas (90%) : Rutil (10%)
 - o Berat 90% Anatas = 90% x Berat 10% TiO₂
 Berat 90% Anatas = 0,9 x 0,25 gram
 Berat 90% Anatas = 0,225 gram
 - o Berat 10% Rutil = 10% x Berat 10% TiO₂
 Berat 10% Rutil = 0,1 x 0,25 gram
 Berat 10% Rutil = 0,025 gram
- Anatas (80%) : Rutil (20%)
 - o Berat 80% Anatas = 80% x Berat 10% TiO₂
 Berat 80% Anatas = 0,8 x 0,25 gram

Berat 80% Anatas = 0,2 gram

- Berat 20% Rutil = 20% x Berat 10% TiO₂

Berat 20% Rutil = 0,2 x 0,25 gram

Berat 20% Rutil = 0,05 gram

- Anatas (70%) : Rutil (30%)

- Berat 70% Anatas = 70% x Berat 10% TiO₂

Berat 70% Anatas = 0,7 x 0,25 gram

Berat 70% Anatas = 0,175 gram

- Berat 30% Rutil = 30% x Berat 10% TiO₂

Berat 30% Rutil = 0,3 x 0,25 gram

Berat 30% Rutil = 0,075 gram

Total massa TiO₂ Anatas = (0,225+0,2+0,175) gram

= 0,6 gram

Total massa TiO₂ Rutil = (0,025+0,05+0,075) gram

= 0,15 gram

Ditimbang 0,6 gram TiO₂ Anatas dan 0,15 gram TiO₂ Rutil

L.3.5 Pembuatan Larutan *Methylen Blue*

- Larutan stok methylen blue 100 ppm

- $M \text{ (ppm)} = \frac{m}{v}$

$$m = \text{ppm} \times L$$

$$m = 100 \text{ ppm} \times 1L$$

$$m = 100 \text{ mg}$$

Keterangan :

ppm = konsentrasi methylen blue

mg = berat methylen blue yang diperlukan (mg)

L = volume yang digunakan untuk melarutkan methylen blue (L)

Ditimbang sebanyak 100 mg methylene blue, dilarutkan dalam beaker glass yang berisi 20 mL aquades dan diaduk hingga larut. Dipindahkan larutan kedalam labu ukur 100 ml, dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Dikocok-kocok sampai larutan bercampur sempurna.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 1 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Diambil 1 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 2 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

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

Diambil 2 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 3ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 3 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

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

Diambil 3 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 4 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

Diambil 4 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 5 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

Diambil 5 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 6 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

Diambil 6 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 7 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 7 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 7 \text{ mL}$$

Diambil 7 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 8 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

Diambil 8 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

- Membuat 100 ml larutan *methylene blue* 16 ppm dari larutan 100 ppm

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

Keterangan :

M_1 : Konsentrasi stok

V_1 : Volume stok

M_2 : Konsentrasi yang akan dibuat

V_2 : Volume yang akan dibuat

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 16 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 16 \text{ mL}$$

Diambil 16 mL larutan stok *methylene blue* 100 ppm, diambil dengan pipet unukur 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokkan hingga didapatkan larutan homogen.

Lampiran 4 Perhitungan dan Analisa Data

L.4.1 Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi Methylene Blue

a. Pembuatan kurva baku

Konsentrasi <i>methylene blue</i> (ppm)	Absorbansi (A)
1	0,2053
2	0,4195
3	0,6255
4	0,7722
5	1,0399
6	1,2581
7	1,4245
8	1,6343



Dengan persamaan regresi kurva baku antara konsentrasi *methylene blue* (MB) dan Absorbansinya : $y = 0.20469x + 0.00132$

b. Penentuan luas permukaan spesifik material

1. Material Komposit TiO_2 -Anatas₉₀:Rutil₁₀/Zeolit

Waktu (menit)	W_{material} komposit yang dipakai (gr)	Absorbansi (A)	X_m (mg/gram)	S (luas permukaan) (m^2/gram)
40	0,0506	0,3636	5,62494	20,86609
50	0,0509	0,6390	5,06273	18,78185

2. Material Komposit TiO_2 -Anatas₈₀:Rutil₂₀/Zeolit

Waktu (menit)	W_{material} komposit yang dipakai (gr)	Absorbansi (A)	X_m (mg/gram)	S (luas permukaan) (m^2/gram)
40	0,0502	0,3134	5,76707	21,39483
50	0,0501	0,3205	5,76474	21,38617

3. Material Komposit TiO_2 -Anatas₇₀:Rutil₃₀/Zeolit

Waktu (menit)	W_{material} komposit yang dipakai (gr)	Absorbansi (A)	X_m (mg/gram)	S (luas permukaan) (m^2/gram)
40	0,0505	0,4465	5,47529	20,31236
50	0,0505	0,4348	5,49792	20,39634

1. Menentukan konsentrasi akhir MB setelah diadsorpsi

Hasil adsorbansi : 0,3134

$$\begin{aligned} \text{Persamaan kurva baku yang di dapat : } y &= 0.20469x + 0.00132 \\ 0,3134 &= 0.20469x + 0.00132 \\ x &= \frac{0,3134 - 0.00132}{0.20469} \\ x &= 1,7699 \text{ ppm} \end{aligned}$$

2. Menentukan jumlah MB teradsorpsi

Jumlah MB yang diserap material komposit = (MB 16 ppm) – (MB sisa)

$$16 \text{ ppm} - 1,7699 \text{ ppm} = 14, 2301 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}} \rightarrow \text{mg} = 14, 2301 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2846 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned} X_m &= \frac{\text{mg MB yang teradsorp}}{\text{gr zeolit yang terpakai}} \\ &= \frac{0,2846 \text{ mg}}{0,0506 \text{ gr}} \\ &= 5,6245 \text{ mg/gr} \end{aligned}$$

3. Menentukan luas permukaan spesifik material komposit

$$\begin{aligned} S &= \frac{X_m \cdot N \cdot A}{M_r (\text{MB})} \\ S &= \frac{5,6245 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320} \\ S &= 20,8661 \text{ m}^2/\text{gr} \end{aligned}$$

L.4.2 Analisis Keasaman Total TiO₂/zeolit alam

Hasil uji keasaman total material komposit

Material komposit	Berat material komposit awal	Berat NH ₃ yang teradsorpsi (gram)	Keasaman (mmol/gram)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /Zeolit	0,50229	0,0038	0,445
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /Zeolit	0,49890	0,0055	0,649
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /Zeolit	0,50300	0,0030	0,351

a. Menentukan berat material komposit tanpa air

- W_{gelas arloji} : 22,1778 gr
- W_{total material komposit + W_{gelas arloji} setelah pemanasan = 22,6801}
- W_{material komposit tanpa air} - W_{berat material komposit total} - W_{gelas arloji}
→ 22,6801 gr - 22,1778 gr = 0,50229 gr

b. Menentukan W_{NH₃} yang diadsorpsi oleh material komposit

- Material komposit adsorpsi uap NH₃ - berat total zeolit tanpa air
→ 22,6839 gr - 22,1778 gr = 0,0038 gr

c. Penentuan keasaman material komposit

$$\begin{aligned} \text{Keasaman} &= \frac{W_{\text{amoniak}} \times 1000}{M_r \text{ amonika} \times W_{\text{material komposit}}} \\ &= \frac{0,0038 \text{ gr} \times 1000}{17 \text{ gr/mol} \times 0,50229 \text{ gr}} \\ &= 0,4450 \text{ mmol/gr} \end{aligned}$$

L.4.3 Penentuan Konversi ALB

Hasil uji material komposit untuk reaksi esterifikasi minyak jelantah

Material Komposit	W _{material komposit} (gr)	Volume NaOH (ml)	% ALB	Konversi ALB (%)
TiO ₂ -A ₉₀ :R ₁₀ /Zeolit	3,5481	0,15	0,01820	98,380
TiO ₂ -A ₈₀ :R ₂₀ /Zeolit	3,5299	0,1	0,01219	98,915
TiO ₂ -A ₇₀ :R ₃₀ /Zeolit	3,5281	0,2	0,02440	97,828

1. Analisis Konsentrasi NaOH

- Berat asam oksalat tertimbang : 0,8994
- M asam oksalat = $\frac{W_{\text{as.oksalat}} \times 1000}{M_r \text{ as.oksalat} \times V \text{ as.oksalat}}$

$$= \frac{0,8994 \text{ gr} \times 1000}{90 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \times 100 \text{ mL}}$$

$$= 0,099 \text{ M}$$

- $V_{\text{TAT NaOH}} = 9,2 \text{ mL}$
- $M_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = M_{\text{as. oksalat}} \cdot V_{\text{as. oksalat}}$
 $M_{\text{NaOH}} \cdot 9,2 \text{ mL} = 0,099 \text{ M} \cdot 10 \text{ mL}$
 $M_{\text{NaOH}} = 0,10761 \text{ M}$

- Presentase ALB sebelum reaksi :

$$\% \text{ ALB}_{\text{awal}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times \text{BM NaOH}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{ ALB}_{\text{awal}} = \frac{9,2 \text{ mL} \times 0,10761 \text{ M} \times 40 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}}{3,525 \text{ gr} \times 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{ ALB}_{\text{awal}} = 1,1234 \%$$

2. Analisis Kandungan Asam Lemak Bebas (ALB) Awal dan Akhir

Contoh perhitungan penentuan keasaman material komposit

- Presentase ALB setelah reaksi esterifikasi

$$\% \text{ ALB}_{\text{akhir}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times \text{BM NaOH}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{ ALB}_{\text{akhir}} = \frac{0,15 \text{ mL} \times 0,10761 \text{ M} \times 40 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}}{3,5481 \text{ gr} \times 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{ ALB}_{\text{akhir}} = 0,01820 \%$$

- Presentase konversi ALB

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{\% \text{ ALB}_{\text{awal}} - \% \text{ ALB}_{\text{setelah reaksi}}}{\% \text{ ALB}_{\text{awal}}} \times 100 \%$$

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{1,1234 \% - 0,01820 \%}{1,1234 \%} \times 100 \%$$

$$\text{Konversi (\%)} = 98,3802 \%$$

L.4.4 Penentuan Ukuran Partikel TiO₂

L.4.4.1 TiO₂ Anatas

Diketahui :
 λ (K α) : 1.54060 Å
 β (FWHM*) : 0.1506°

$$\begin{aligned} \beta \text{ (FWHM)} & : \frac{\beta \text{ (FWHM*)}}{180} \times 3.14 = \frac{0.1506}{180} \times 3.14 = 0.00262713 \\ 2\theta & : 25.3689 \\ \theta & : \frac{2\theta}{2} = \frac{25.3689}{2} = 12.68445 \\ \text{Cos } \theta & : 0.9802159 \end{aligned}$$

Ditanya : D ?

Jawab :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{ Cos } \theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.00262713 \times 0.9802159} = 538,42981 \text{ \AA} = \mathbf{53,842981 \text{ nm}}$$

L.4.4.1 TiO₂ Rutil

$$\begin{aligned} \text{Diketahui} & : \\ \lambda \text{ (K}\alpha) & : 1.54060 \text{ \AA} \\ \beta \text{ (FWHM*)} & : 0.1004^\circ \\ \beta \text{ (FWHM)} & : \frac{\beta \text{ (FWHM*)}}{180} \times 3.14 = \frac{0.1004}{180} \times 3.14 = 0.0017514 \\ 2\theta & : 27.4402 \\ \theta & : \frac{2\theta}{2} = \frac{27.4402}{2} = 13.7201 \\ \text{Cos } \theta & : 0.405081 \end{aligned}$$

Ditanya : D ?

Jawab :

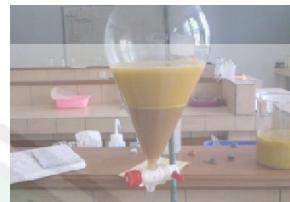
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{ Cos } \theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.0017514 \times 0.405081} = 1954.34 \text{ \AA} = \mathbf{195.434 \text{ nm}}$$

Lampiran 5 Dokumentasi Penelitian

L.5.1 Preparasi Minyak Jelantah



Minyak jelantah setelah dipanasi dengan air



Pemisahan minyak jelantah dari air

L.5.2 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam



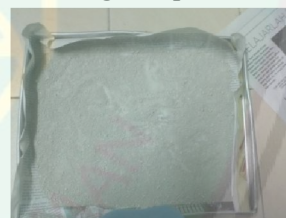
Mengayak zeolit alam malang



Mencuci zeolit alam malang dengan aquades



Menyaring zeolit alam setelah dicuci



Zeolit alam malang setelah dipreparasi



Menetralkan filtrat zeolit alam malang



Mengukur pH filtrat zeolit alam malang



Zeolit alam malang hasil aktivasi



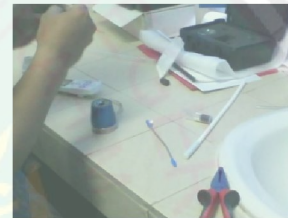
Zeolit alam malang setelah kalsinasi

L.5.3 Sintesis Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Teraktivasi Dengan Berbagai Variasi Struktur

L.5.3.1 Pembuatan TiO_2 -Rutil



Menggerus TiO_2



Menata serbuk TiO_2 pada alat pengepres



Ditekan serbuk TiO_2 dengan daya tekan 10 ton



Pelet TiO_2 dimasukkan kedalam krus alumina



Pelet TiO_2 di panaskan dalam tanur pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 540 menit

L.5.3.2 Sintesis Komposit TiO_2 /zeolit alam teraktivasi Dengan Metode Hidrotermal



Mengaduk TiO_2 -anatase dan TiO_2 -rutil



Menambahkan zeolit H-zeolit



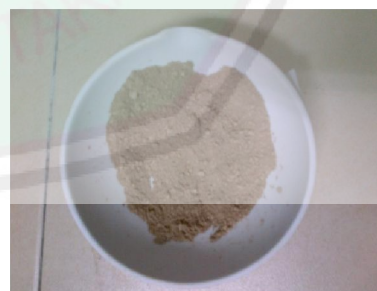
Memasukkan campuran kedalam botol hidrotermal



Campuran yang telah dipanaskan dikeluarkan dari botol hidrotermal dan disaring



Campuran siap untuk di oven



Materi komposit TiO_2 /zeolit

L.5.4 Analisis Luas Permukaan Dengan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*



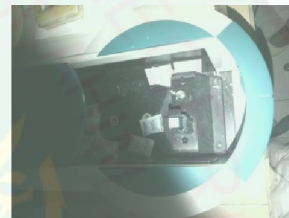
Shaker campuran methylene blue dan material komposit TiO₂/zeolit



Sentrifuge campuran methylene blue dan material komposit TiO₂/zeolit



Larutan hasil adsorpsi material komposit TiO₂/zeolit



Menganalisis larutan hasil adsorpsi methylene blue dengan spektrofotometer UV-Vis

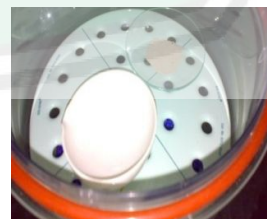


Hasil adsorpsi *methylene blue*

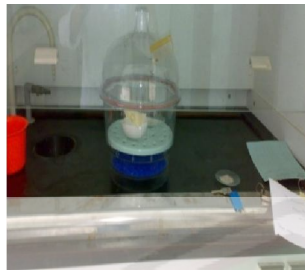
L.5.5 Analisis Keasaman Total TiO₂/zeolit alam (Rianto, 2012)



Material komposit yang sudah dipanaskan



Susunan amoniak cair dan materiila komposit dalam desikator



Adsorpsi amoniak dilakukan dalam lemari asam

L.5.6 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO_2 /Zeolit Alam Teraktivasi Pada Reaksi Esterifikasi ALB Minyak Jelantah



Susunan beaker glass dan hotplate dalam reaktor



Pengendapan katalis heterogen setelah dilakukan uji reaksi fotokatalis



Perbandingan sebelum dan setelah reaksi esterifikasi

L.5.7 Penentuan Konversi ALB (Corro, dkk. 2012)

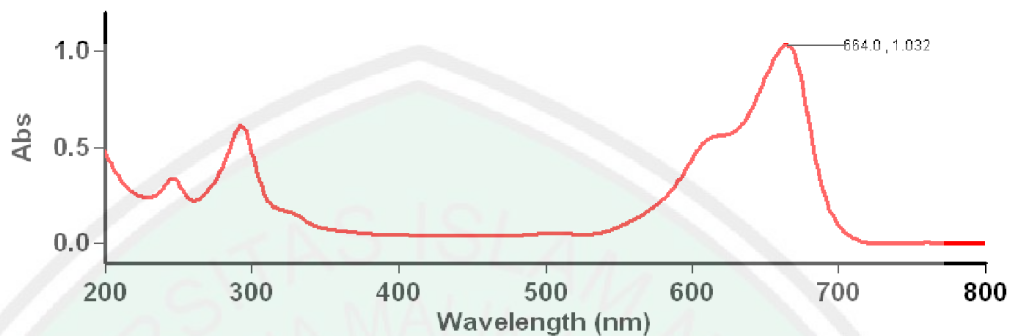


Hasil titrasi metil ester

Lampiran 6. Data Analisa

L.6.1 Hasil Analisa Spektrofotometer Uv-Vis

a. Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* (MB)



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 21 Apr 01:43:39 AM 2014
 Method:
 Batch: D:\Erwanto\Lamdha Maksimum Methylene Blue.DSW
 Software version: 3.00 (339)
 Operator: Rika

Sample Name: Methylene Blue

Collection Time 4/21/2014 1:45:04 AM

Peak Table
 Peak Style Peaks
 Peak Threshold 0.0100
 Range 800.1nm to 200.1nm

Wavelength (nm)	Abs
664.0	1.032
292.0	0.613
246.0	0.340

b. Penentuan waktu operasional/waktu penstabilan

Advanced Reads Report

Report time 5/5/2014 9:20:30 PM
 Method
 Batch name D:\Soifi Ali\Absorbansi Waktu Kestabilan
 Methylene Blue (06-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0872)	664.0

Analysis

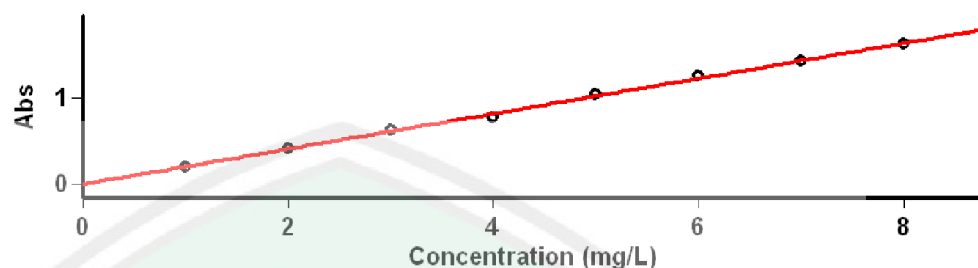
Collection time 5/5/2014 9:20:30 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					1.1181 1.1236 1.1212
		1.1210	0.0028	0.25	
20 menit					0.9590 0.9578 0.9592
		0.9587	0.0008	0.08	
30 menit					0.8508 0.8505 0.8502
		0.8505	0.0003	0.03	
40 menit					0.7644 0.7639 0.7653
		0.7645	0.0007	0.09	
50 menit					0.7601 0.7615 0.7579
		0.7598	0.0018	0.24	
60 menit					0.7210 0.7210 0.7217
		0.7212	0.0004	0.06	
70 menit					0.7013 0.7007 0.7002
		0.7007	0.0006	0.08	
80 menit					0.6740 0.6758 0.6753
		0.6750	0.0010	0.14	
90 menit					0.6528 0.6524 0.6526
		0.6526	0.0002	0.03	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

c. Pembuatan kurva baku



Concentration Analysis Report

Report time 4/28/2014 2:30:34 AM
 Method
 Batch name D:\Erwanto\Kurva Standar Methylene Blue (28-04-2014).BCN
 Application Concentration 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Standard/Sample averaging OFF
 Weight and volume corrections OFF
 Fit type Linear
 Min R² 0.95000
 Concentration units mg/L
 Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0978)	664.0

Calibration

Collection time 4/28/2014 2:31:20 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1	1.0		0.2053	0.0004	0.22	0.2052
						0.2057
						0.2049
Std 2	2.0		0.4195	0.0005	0.13	0.4196
						0.4189
						0.4200
Std 3	3.0		0.6255	0.0018	0.28	0.6272
						0.6256
						0.6237
Std 4	4.0		0.7722	0.0014	0.18	0.7719
						0.7711
						0.7737
Std 5	5.0		1.0399	0.0023	0.22	1.0421
						1.0375
						1.0401

Std 6					1.2634
					1.2525
	6.0	1.2581	0.0055	0.43	1.2585
Std 7					1.4233
					1.4225
	7.0	1.4245	0.0028	0.20	1.4277
Std 8					1.6405
					1.6399
	8.0	1.6343	0.0102	0.62	1.6226

Calibration eqn Abs = 0.20469*Conc +0.00132
 Correlation Coefficient 0.99794
 Calibration time 4/28/2014 2:36:22 AM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated O = Overage
 N = Not used in calibration R = Repeat reading

d. Penentuan waktu adsorpsi optimum dan penentuan luas permukaan spesifik material

1. TiO₂-Anatas₉₀:Rutil₁₀/Zeolit

Advanced Reads Report

Report time 5/23/2014 1:32:30 AM
 Method
 Batch name D:\Kholida Ari\Absorbansi Metylen Blue komposit
 90:10-fina (23-05-2014)- 2-all1.BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1105)	664.0

Analysis

Collection time 5/23/2014 1:32:30 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.3121 0.3124 0.3121
		0.3122	0.0001	0.04	
20 menit					0.2897 0.2902 0.2935
		0.2911	0.0021	0.72	
30 menit					0.5166

				0.5187
	0.5175	0.0011	0.21	0.5172
40 menit				0.3654
				0.3639
	0.3636	0.0020	0.54	0.3615
50 menit				0.6410
				0.6391
	0.6390	0.0020	0.31	0.6370
60 menit				0.5227
				0.5233
	0.5234	0.0008	0.15	0.5242
70 menit				0.6223
				0.6224
	0.6222	0.0002	0.04	0.6220

Results Flags Legend

R = Repeat reading

2. TiO₂-Anatas₈₀:Rutil₂₀/Zeolit Advanced Reads Report

Report time 5/20/2014 8:58:48 PM
 Method
 Batch name D:\Kholida Ari\Absorbansi Methylen Blue Komposit
 80-20 (2) -fina (21-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0946)	664.0

Analysis

Collection time 5/20/2014 8:58:48 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.1887
					0.1876
	0.1878	0.0008	0.42		0.1871
20 menit					0.1361
					0.1375
	0.1369	0.0007	0.51		0.1370
30 menit					0.4350
					0.4364
	0.4348	0.0018	0.41		0.4329

40 menit				0.3132
				0.3130
	0.3134	0.0005	0.15	0.3139
50 menit				0.3209
				0.3206
	0.3205	0.0004	0.12	0.3201
60 menit				0.3681
				0.3719
	0.3711	0.0026	0.71	0.3732
70 menit				0.4450
				0.4487
	0.4472	0.0020	0.44	0.4481

Results Flags Legend

R = Repeat reading

3. TiO₂-Anatas₇₀:Rutil₃₀/Zeolit Advanced Reads Report

Report time 5/27/2014 9:35:49 PM
 Method
 Batch name D:\Kholida Ari\Absorbansi Methylen Blue Komposit
 70-30-fina (28-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator kholidah

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1050)	664.0

Analysis

Collection time 5/27/2014 9:35:49 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.2785 0.2750 0.2742
	0.2759	0.0023	0.82		
20 menit					0.2857 0.2845 0.2852
	0.2851	0.0006	0.22		
30 menit					0.4543 0.4506 0.4503
	0.4517	0.0022	0.49		
40 menit					0.4478 0.4467 0.4449
	0.4465	0.0015	0.33		

50 menit				0.4338
				0.4354
	0.4348	0.0008	0.19	0.4351
60 menit				0.4248
				0.4239
	0.4234	0.0016	0.38	0.4217
70 menit				0.5853
				0.5874
	0.5875	0.0023	0.39	0.5899

Results Flags Legend

R = Repeat reading

L.6.2 Hasil Analisa XRD

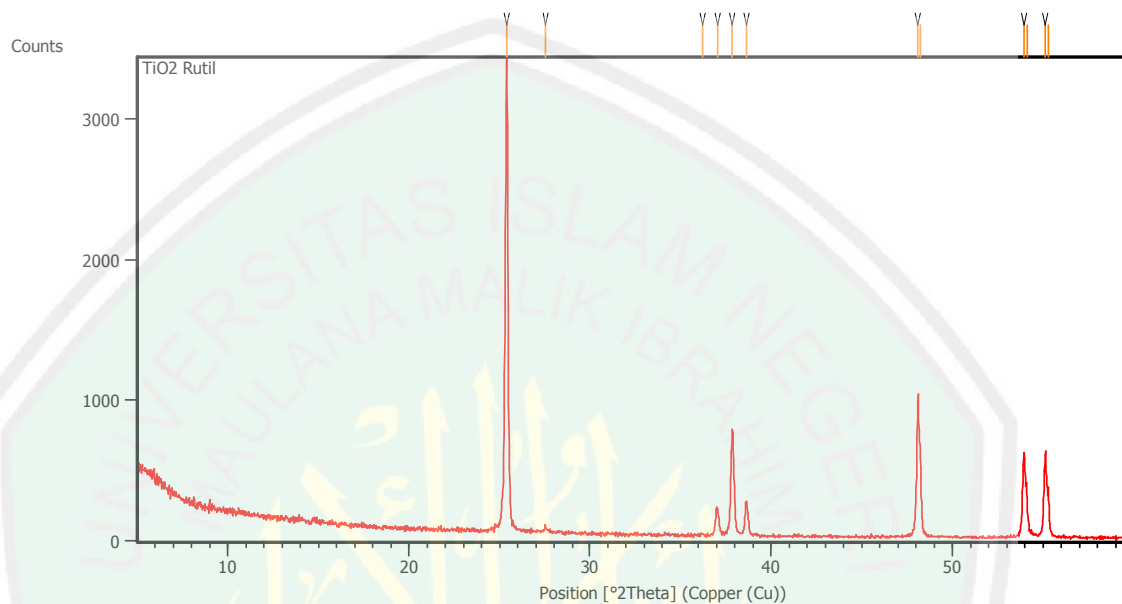
1. TiO₂-Anatas

Measurement Conditions:

Dataset Name	TiO ₂ Rutil
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Februari\Selvi Rina\TiO ₂ Rutil\TiO ₂ Rutil.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	2/24/2014 8:48:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0114
End Position [°2Th.]	59.9894
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	19.7000
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffraction Type	XPert MPD
Diffraction Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No

Spinning

No

Main Graphics, Analyze View:**Peak List: (Bookmark 3)**

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.3689	3394.15	0.1506	3.51095	100.00
27.5060	44.58	0.1004	3.24282	1.31
36.2024	14.84	0.2007	2.48132	0.44
37.0448	185.61	0.1506	2.42681	5.47
37.8449	749.42	0.1506	2.37732	22.08
38.6159	232.56	0.1171	2.33161	6.85
48.0863	951.09	0.1224	1.89066	28.02
48.2307	540.33	0.0612	1.89001	15.92
53.9460	598.40	0.1632	1.69830	17.63
54.0965	300.64	0.1020	1.69814	8.86
55.0946	584.62	0.1428	1.66558	17.22
55.2896	280.86	0.1020	1.66429	8.27

Document History:

Insert Measurement:

- File name = TiO2 Rutil.rd
- Modification time = "2/27/2014 8:30:30 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "2/27/2014 8:30:30 AM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

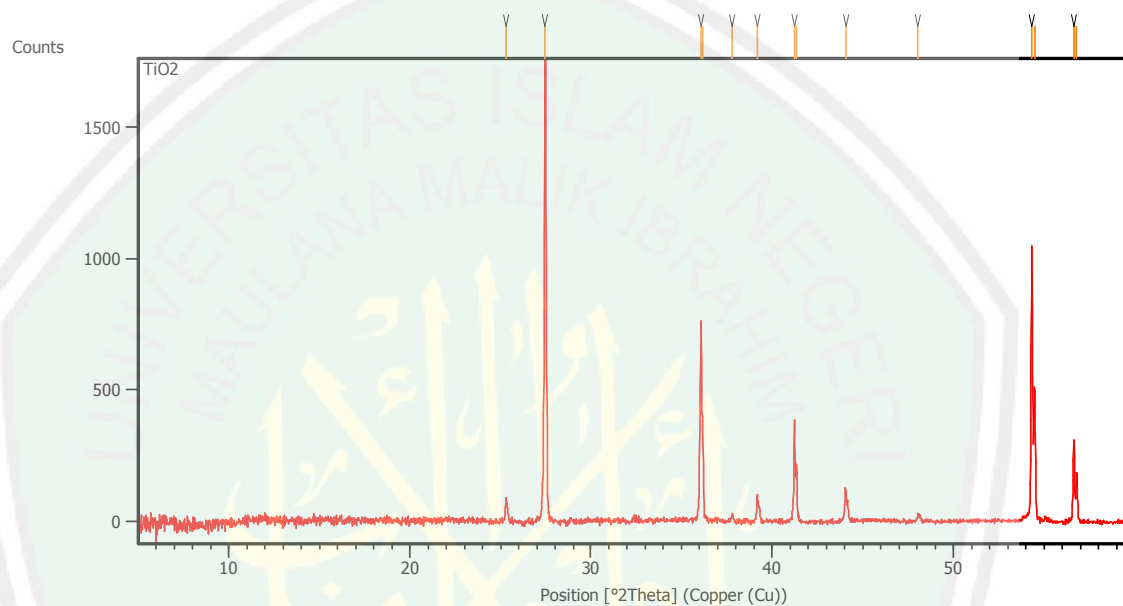
- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "1/29/2014 11:56:44 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

2. TiO₂-Rutil**Measurement Conditions:**

Dataset Name	TiO ₂
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Maret\Rohma\TiO ₂ \TiO ₂ .rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	3/21/2014 9:06:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0114
End Position [°2Th.]	59.9894
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	15.2500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1

Goniometer Radius [mm] 200.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00
 Incident Beam Monochromator No
 Spinning No

Main Graphics, Analyze View:



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2939	91.87	0.0669	3.52118	5.08
27.4402	1808.86	0.1004	3.25044	100.00
36.0690	756.08	0.1020	2.48813	41.80
36.1854	333.38	0.0612	2.48656	18.43
37.7961	22.54	0.1224	2.37831	1.25
39.1841	98.71	0.0816	2.29720	5.46
41.2262	367.99	0.0816	2.18800	20.34
41.3466	208.29	0.0612	2.18733	11.52
44.0556	118.44	0.0816	2.05382	6.55
48.0292	24.13	0.2448	1.89277	1.33
54.3143	1049.81	0.0816	1.68765	58.04
54.4695	514.18	0.0816	1.68739	28.43
56.6326	318.88	0.0816	1.62394	17.63
56.7866	193.25	0.0816	1.62393	10.68

Document History:**Insert Measurement:**

- File name = TiO2 .rd
- Modification time = "3/21/2014 8:58:29 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "3/21/2014 8:58:29 AM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "1/29/2014 11:56:44 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Subtract Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "24"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "85"
- Modification time = "2/26/2014 2:25:23 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

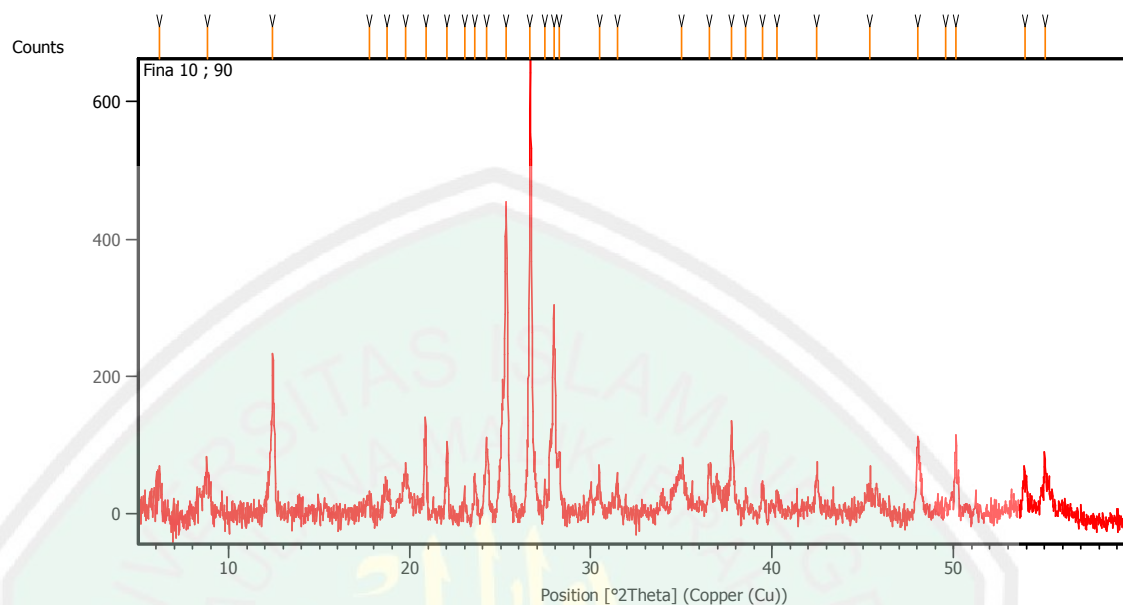
3. TiO₂-A₉₀:R₁₀/Zeolit

Measurement Conditions:

Dataset Name	Fina 10 ; 90
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Rohma\Fina 10 ; 90 Zeolit+TiO2 Anatase n rutile\Fina 10 ; 90.xrdml
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Spinner,
Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM	

Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum
 step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner
 PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data
 Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp, Identifier={BD46FEA2-3C20-
 438C-BE07-73F50E2D84A5}
 Measurement Date / Time 4/16/2014 10:51:56 AM
 Operator Institut Teknologi
 Raw Data Origin XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis Gonio
 Start Position [$^{\circ}$ 2Th.] 5.0084
 End Position [$^{\circ}$ 2Th.] 59.9864
 Step Size [$^{\circ}$ 2Th.] 0.0170
 Scan Step Time [s] 10.1600
 Scan Type Continuous
 PSD Mode Scanning
 PSD Length [$^{\circ}$ 2Th.] 2.12
 Offset [$^{\circ}$ 2Th.] 0.0000
 Divergence Slit Type Fixed
 Divergence Slit Size [$^{\circ}$] 0.2177
 Specimen Length [mm] 10.00
 Measurement Temperature [$^{\circ}$ C] 25.00
 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 0000000011119014
 Diffractometer Number 0
 Goniometer Radius [mm] 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 100.00
 Incident Beam Monochromator No
 Spinning No

Main Graphics, Analyze View:

**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1758	159.49	0.2676	14.31167	24.88
8.8143	78.54	0.2676	10.03262	12.25
12.4220	234.13	0.0502	7.12574	36.52
17.7441	21.42	0.2676	4.99866	3.34
18.7104	29.55	0.2676	4.74263	4.61
19.7464	55.78	0.2676	4.49610	8.70
20.8613	115.70	0.1171	4.25825	18.05
22.0313	98.83	0.1004	4.03469	15.41
23.0028	29.83	0.2007	3.86644	4.65
23.5685	60.27	0.1004	3.77491	9.40
24.2316	116.42	0.1673	3.67309	18.16
25.2776	442.77	0.1338	3.52342	69.06
26.6090	641.16	0.1171	3.35007	100.00
27.4254	50.69	0.1004	3.25217	7.91
27.9380	314.12	0.1338	3.19364	48.99
28.2237	103.42	0.1004	3.16197	16.13
30.4728	71.72	0.1004	2.93352	11.19
31.4654	47.28	0.2676	2.84322	7.37
35.0081	65.83	0.4684	2.56318	10.27
36.5608	62.24	0.1673	2.45782	9.71
37.7559	105.61	0.0669	2.38272	16.47
38.5474	27.41	0.2007	2.33560	4.27
39.4691	34.19	0.1673	2.28316	5.33
40.2365	17.61	0.4015	2.24136	2.75

42.4541	50.84	0.1338	2.12928	7.93
45.3764	43.85	0.2676	1.99872	6.84
48.0162	112.45	0.0836	1.89482	17.54
49.5577	20.30	0.1171	1.83943	3.17
50.1248	113.17	0.0669	1.81994	17.65
53.9168	51.03	0.2007	1.70056	7.96
55.0276	75.44	0.1004	1.66883	11.77

Document History:

Insert Measurement:

- File name = "Fina 10
- 90.xrdml"
- Modification time = "5/2/2014 4:58:46 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Spinner used = "No"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "5/2/2014 4:58:46 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "5/2/2014 4:58:46 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"

- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "1/29/2014 11:56:44 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Subtract Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "24"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "85"
- Modification time = "4/24/2014 2:15:19 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

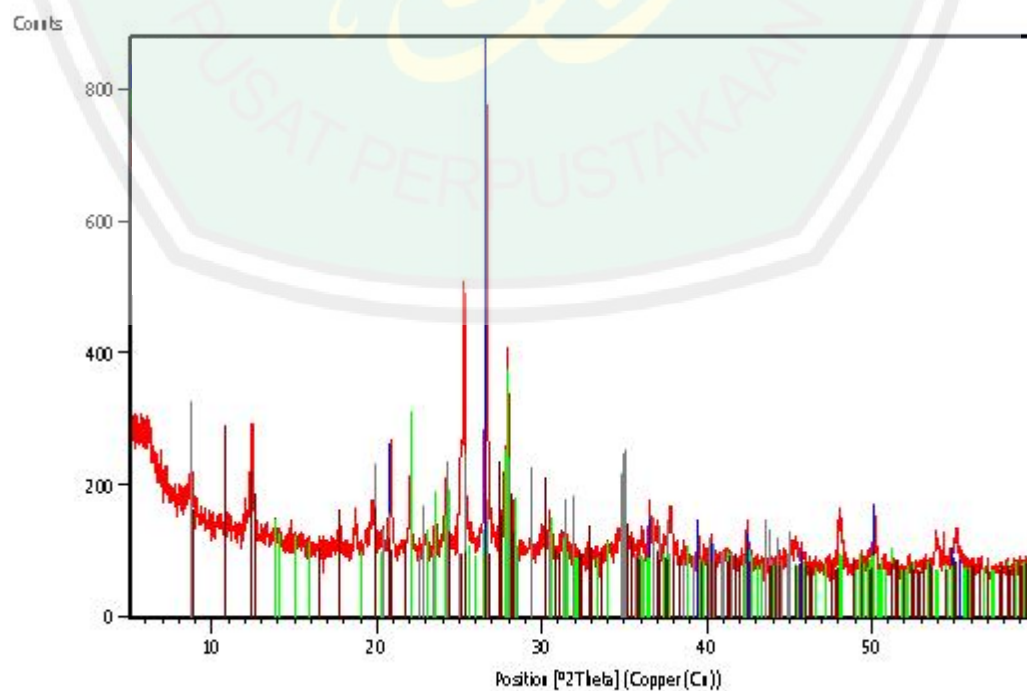
4. TiO₂-A₈₀:R₂₀/Zeolit
Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Fina 80;20
 File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Kholidah\Fina 80;20\Fina 80;20.xrdml
 Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp, Identifier={47403BC1-03D1-4E6A-8071-B808756E2AAF}

Measurement Date / Time: 5/16/2014 10:20:12 AM
 Operator: Institut Teknologi
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 5.0084
 End Position [°2Th.]: 59.9864
 Step Size [°2Th.]: 0.0170
 Scan Step Time [s]: 10.1600

Scan Type:	Continuous
PSD Mode:	Scanning
PSD Length [$^{\circ}2\theta$.]:	2.12
Offset [$^{\circ}2\theta$.]:	0.0000
Divergence Slit Type:	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]:	0.2177
Specimen Length [mm]:	10.00
Measurement Temperature [$^{\circ}\text{C}$]:	25.00
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:	0000000011119014
Diffractometer Number:	0
Goniometer Radius [mm]:	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]:	100.00
Incident Beam Monochromator:	No
Spinning:	No

Graphics



Peak List

Pos. [°2 θ .]	Height [cts]	FWHMLeft [°2 θ .]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1843	143.43	0.4015	14.29195	18.59
8.7656	60.50	0.2007	10.08820	7.84
12.4913	164.89	0.1338	7.08640	21.37
17.7161	26.42	0.2007	5.00651	3.42
18.7095	37.25	0.2007	4.74288	4.83
19.7643	63.06	0.2676	4.49206	8.17
20.8452	169.66	0.0836	4.26151	21.99
22.0498	102.18	0.1004	4.03134	13.24
23.6077	48.38	0.1673	3.76872	6.27
24.2418	102.58	0.1673	3.67156	13.29
25.3032	416.48	0.1004	3.51990	53.98
26.6260	771.57	0.1171	3.34797	100.00
27.4196	95.59	0.0836	3.25284	12.39
27.9309	289.57	0.0836	3.19445	37.53
28.2437	80.99	0.1004	3.15977	10.50
30.5031	42.88	0.2007	2.93068	5.56
31.4372	33.10	0.3346	2.84570	4.29
35.0199	69.24	0.2007	2.56235	8.97
36.5503	77.34	0.1004	2.45850	10.02
37.8106	80.06	0.2007	2.37940	10.38
39.4485	58.88	0.0669	2.28430	7.63
40.2235	20.35	0.4015	2.24206	2.64
42.4466	58.70	0.1004	2.12964	7.61
45.2747	27.84	0.6691	2.00297	3.61
48.0185	87.49	0.1338	1.89473	11.34
50.1203	101.36	0.0612	1.81859	13.14
51.2680	11.61	0.4015	1.78202	1.50
53.9384	44.11	0.2676	1.69993	5.72
55.1247	49.04	0.3346	1.66612	6.36

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Fina 80
- 20.xrdml"
- Modification time = "5/16/2014 2:56:28 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)

- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Spinner used = "No"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "5/16/2014 2:56:28 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "5/16/2014 2:56:28 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "5/16/2014 2:27:35 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "Yes"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Peak list"
- Demote unmatched strong = "No"
- Multi phase = "No"
- Restriction set = "Default"
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "10"
- Minimum score = "50"
- Min. new lines / total lines = "60"
- Search depth = "10"

- Minimum new lines = "5"
- Minimum scale factor = "0.1"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "5/16/2014 2:14:15 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "Yes"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Peak list"
- Demote unmatched strong = "No"
- Multi phase = "No"
- Restriction set = "Default"
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "10"
- Minimum score = "50"
- Min. new lines / total lines = "60"
- Search depth = "10"
- Minimum new lines = "5"
- Minimum scale factor = "0.1"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "5/16/2014 2:14:15 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 3:05:02 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 3:05:04 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 3:05:07 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 3:05:09 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

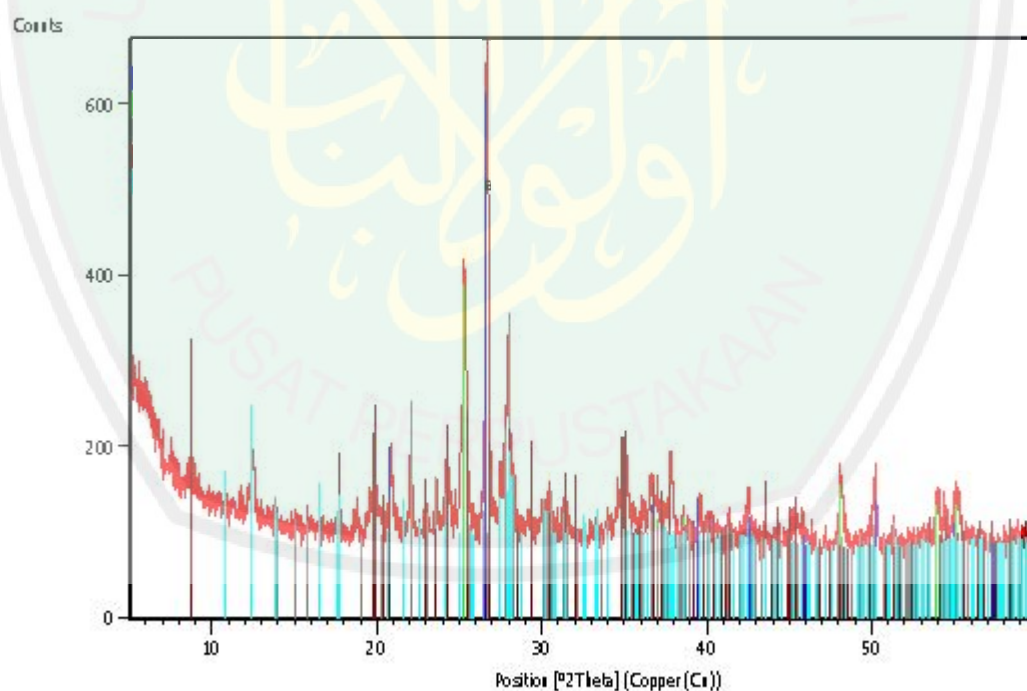
5. TiO₂-A₇₀:R₃₀/Zeolit

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Fina 70 ; 30
 File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Kholidah\Fina 70 ; 30\Fina 70 ; 30.xrdml
 Comment: Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Scan 10-60 (29 April).xrdmp, Identifier={47403BC1-03D1-4E6A-8071-B808756E2AAF}
 Measurement Date / Time: 5/14/2014 2:25:32 PM
 Operator: Institut Teknologi
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2Th.]: 5.0084
 End Position [°2Th.]: 59.9864
 Step Size [°2Th.]: 0.0170
 Scan Step Time [s]: 10.1600
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2Th.]: 2.12
 Offset [°2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.2177
 Specimen Length [mm]: 10.00

Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 0000000011119014
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

Graphics



Peak List

Pos.[°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft[°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8783	19.24	0.4015	9.96039	3.50
12.4003	79.99	0.1673	7.13820	14.55
18.7799	28.13	0.2676	4.72524	5.12

19.8722	59.11	0.2676	4.46791	10.75
20.8629	94.49	0.1338	4.25793	17.19
22.0598	94.74	0.1338	4.02954	17.24
23.5877	64.98	0.1171	3.77188	11.82
24.2629	86.44	0.1673	3.66842	15.73
25.2922	287.68	0.0836	3.52141	52.34
26.6510	549.68	0.0836	3.34488	100.00
27.4704	79.78	0.1004	3.24694	14.51
27.9642	227.31	0.0836	3.19071	41.35
30.4832	47.26	0.1673	2.93254	8.60
35.0731	91.29	0.2676	2.55858	16.61
36.5600	60.00	0.1673	2.45787	10.92
37.8115	91.84	0.1338	2.37934	16.71
39.5298	27.85	0.2007	2.27979	5.07
42.5714	47.89	0.2007	2.12369	8.71
45.2732	27.16	0.4015	2.00303	4.94
48.0597	89.03	0.1004	1.89321	16.20
50.1848	88.12	0.1338	1.81791	16.03
51.2806	20.55	0.2007	1.78161	3.74
53.9545	51.72	0.2007	1.69946	9.41
54.4191	33.35	0.1338	1.68604	6.07
55.1761	51.11	0.3346	1.66469	9.30

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Fina 70
- 30.xrdml"
- Modification time = "5/16/2014 2:50:15 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Spinner used = "No"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"

- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "5/16/2014 2:50:15 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "5/16/2014 2:50:15 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "5/16/2014 2:27:35 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "Yes"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Peak list"
- Demote unmatched strong = "No"
- Multi phase = "No"
- Restriction set = "Default"
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "10"
- Minimum score = "50"
- Min. new lines / total lines = "60"
- Search depth = "10"
- Minimum new lines = "5"
- Minimum scale factor = "0.1"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "5/16/2014 2:14:15 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 2:54:49 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 2:54:51 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 2:54:54 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 2:54:57 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

Convert Ref. Pattern to Phase:

- Modification time = "5/16/2014 2:55:00 PM"

- Modification editor = "Teknik Material"

L.6.3 Data XRD Standart

1. TiO₂-Anatas

Chemical Formula	TiO ₂
Composition	Molecular Weight = 79.88 g Titanium 59.94 at. % Oxygen 40.06 at. % (100% total oxide)
Environment	Usually Secondary, derived from other Ti-bearing
Axial Ratios	minerals
Lattice parameters	a:c = 1:2.51
Density	a= 3.793, c = 9.51
Hardness	3.9
Luminescence	5.5 – 6 (Orthoclase)
Cleavage	Non – Fluorescent
Electron Density	(110) Perfect, (001) Distinct Bulk Density = 3.69 g/cm ⁻³
Photoelectric	Specific Gravity = 3.88 g/cm ⁻³
Radioactivity	PE (Anatase) = 10.03 barns/electron
Tenacity	Not Radioactive
Unit Cell Volume	Brittle (Fracture Toughness – 3.2 MPa.m ^{-1/2})
Hardness (Vickers)	13.627 nm 616 – 698 kg/mm ²

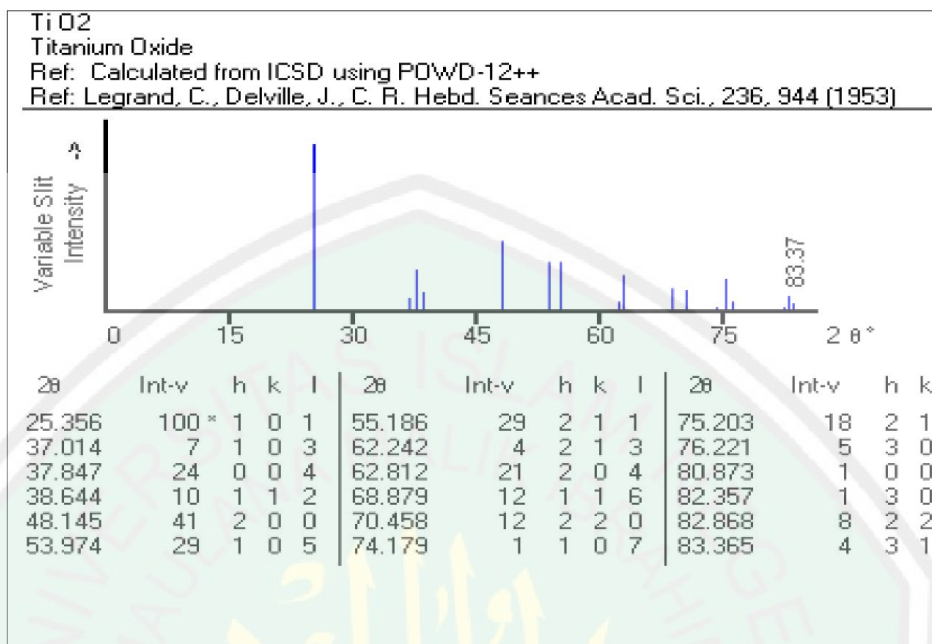
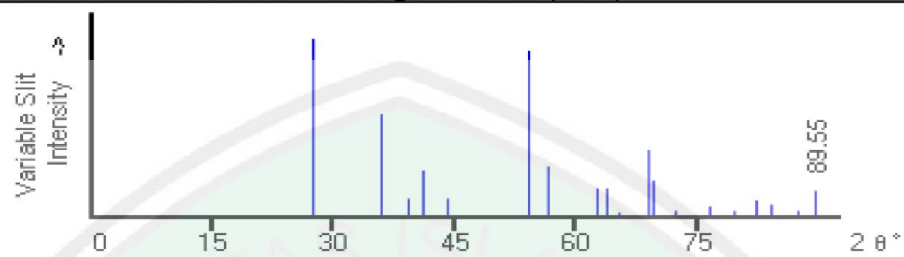


Figure 1.2 XRD chart of Anatase (Legrand, 1953)

2. TiO₂-Rutil

Chemical Formula	TiO ₂
Composition	Molecular Weight = 79.88 g Titanium 59.94 % Oxygen 40.06 % (100% total oxide)
Environment	High pressure and temperature accessory mineral in igneous rocks
Axial Ratios	a:c = 1:0.644
Lattice parameters	a = 4.594, c = 2.958
Density	4.25
Hardness	6 – 6.5 (Orthoclase - Pyrite)
Luminescence	Non – fluorescent
Cleavage	(110) Distinct Bulk density = 4.04 g/cm ⁻³
Electron Density	Specific gravity = 4.25 g/cm ⁻³
Photoelectric	PE (Anatase) = 10.03 barns/electron
Radioactivity	Not radioactive
Tenacity	Brittle
Unit Cell Volume	6.243 nm ³ 894 – 974 kg/mm ²

TiO₂
 Titanium Oxide
 Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
 Ref: Gonschorek, W., Z. Kristallogr., 160, 187 (1982)



2θ	Int-v	h	k	l	2θ	Int-v	h	k	l	2θ	Int-v	h	k
27.436	100 *	1	1	0	62.759	15	0	0	2	76.538	4	2	0
36.080	57	1	0	1	64.047	14	3	1	0	79.831	2	2	1
39.190	9	2	0	0	65.510	1	2	2	1	82.337	8	3	2
41.240	25	1	1	1	69.004	37	3	0	1	84.250	6	4	0
44.043	9	2	1	0	69.802	19	1	1	2	87.480	2	4	1
54.321	93	2	1	1	72.418	2	3	1	1	89.551	14	2	2
56.626	28	2	2	0	74.401	1	3	2	0				

3. Zeolit Modernit