

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT
FOTOKATALIS TiO₂ ANATAS DAN RUTIL DENGAN
ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI SERTA UJI AKTIVITASNYA
PADA REAKSI ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS**

SKRIPSI

oleh:
SELVI RINA ANGELIA
NIM. 10630010



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT FOTOKATALIS TiO₂
ANATAS DAN RUTIL DENGAN ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI
SERTA UJI AKTIVITASNYA PADA REAKSI ESTERIFIKASI
MINYAK GORENG BEKAS**

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:

**SELVI RINA ANGELIA
NIM. 10630010**

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

2014

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT FOTOKATALIS TiO₂
ANATAS DAN RUTIL DENGAN ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI
SERTA UJI AKTIVITASNYA PADA REAKSI ESTERIFIKASI
MINYAK GORENG BEKAS**

SKRIPSI

Oleh:

**SELVI RINA ANGELIA
NIM. 10630010**

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 11 September 2014

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Begum Fauziyah, S.Si, M. Farm.
NIP. 19830628200912 2 004

Mengetahui,
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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT FOTOKATALIS TiO₂
ANATAS DAN RUTIL DENGAN ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI
SERTA UJI AKTIVITASNYA PADA REAKSI ESTERIFIKASI
MINYAK GORENG BEKAS**

SKRIPSI

Oleh:

**SELVI RINA ANGELIA
NIM. 10630010**

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 11 September 2014

Penguji Utama : A.Ghanaim Fasya, M.Si (.....)
NIP. 19820616 200604 1 002
Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si (.....)
NIPT. 2013091022317
Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc (.....)
NIP. 19821104 200901 2 007
Anggota Penguji : Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm. (.....)
NIP. 19830628200912 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

LEMBAR PERSEMBAHAN

Skripsi ini penulis persembahkan untuk kedua orang tuaku, Ayahanda

H. Muchsin yang telah memberikan segalanya untuk anaknya baik melalui do'a disetiap shalatnya, panutan disetiap kesehariannya, nasihat serta tenaganya dalam menafkahi keluarga.

Ibunda **Hj. Siti Zulaikah** yang juga sama hebatnya, yang membimbing dan memberikan berjuta kasih sayangnya, tidak pernah berbenti untuk selalu berdoa yang terbaik untuk anak-anaknya.

Untuk adik-adikku tersayang **Septi Ning Tyas** dan **Aprilia Dewi Sandra** yang sudah mengajarkanku arti saling berbagi. Kakak sayang kalian.

Untuk **Rozi Riswanda** yang selalu memberikan dukungan, terima kasih.

Thanks to:

Bapak/Ibu dosen pembimbing, konsultan dan penguji

Sahabat-sahabatku

Teman-teman kimia angkatan '10

Seluruh staf Laboran Kimia

MOTTO

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

“Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan”
(QS. Al Insyiroh: 6)

Kesuksesan sejati akan kita dapatkan melalui
sebuah kegagalan.

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Selvi Rina Angelia

NIM : 10630010

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Komposit Fotokatalis TiO_2
Anatas dan Rutil dengan Zeolit Alam Teraktivasi serta Uji
Aktivitasnya pada Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng
Bekas.

menyatakan dengan sebenarnya 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 dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 18 September 2014
Yang Membuat Pernyataan,

Selvi Rina Angelia
NIM. 10630010

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur penulis panjatkan hanya kepada Allah SWT, Tuhan pemilik dan penguasa alam semesta, karena atas berkah rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi berjudul **“Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Fotokatalis TiO₂ Anatas Dan Rutil Dengan Zeolit Alam Teraktivasi Serta Uji Aktivitasnya Pada Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas”**

Penulis menyadari bahwa selama berlangsung penelitian, penyusunan sampai pada tahap penyelesaian skripsi ini tak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu iringan do'a dan ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si
2. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN)
Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Dr. drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si
3. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri
(UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si
4. Pembimbing dan Konsultan Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Nur Aini, M.Si
5. Bapak-Ibu penguji, Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si dan Ibu Susi Nurul
Khalifah, M.Si

6. Penguji agama sekaligus pembimbing agama Ibu Begum Fauziah, S.Si., M.Farm.
7. Kedua orang tua tercinta yang dengan sepenuh hati memberikan dukungan dan do'a sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
8. Seluruh staf Laboratorium dan Administrasi Jurusan Kimia atas seluruh bantuan dan sumbangan pemikiran selama penyelesaian skripsi ini.
9. Teman-teman angkatan 2010 Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang banyak membantu, berbagi semangat dan dukungan.

Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, 18 September 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
SURAT PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR PERSAMAAN	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
ABSTRAK	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan	7
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Biodiesel Sebagai Bahan Bakar Alternatif.....	9
2.2 Zeolit Alam Malang Sebagai Material Pengemban	16
2.3 Aktivasi Zeolit	20
2.4 Semikonduktor TiO ₂ Sebagai Material Fotokatalis	22
2.5 Metode Hidrotermal untuk Sintesis Material Komposit TiO ₂ -Zeolit	27
2.6 Karakterisasi Komposit Fotokatalis TiO ₂ dengan Zeolit Alam	
Teraktivasi.....	28
2.6.1 Analisis Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD).....	28
2.6.2 Analisis Luas Permukaan dengan Adsorpsi <i>Methylen Blue</i>	32
2.6.3 Analisis Keasaman Total mukaan Zeolit dengan Adsorpsi	
Amoniak	32
2.7 Pemanfaatan Zeolit sebagai Katalis pada Reaksi Esterifikasi FFA	
Minyak Goreng Bekas untuk Produksi Biodiesel	34
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat	38
3.2 Alat dan Bahan	38
3.2.1 Alat	38
3.2.2 Bahan	38
3.3 Tahapan Penelitian	39
3.4 Prosedur Penelitian.....	39
3.4.1 Preparasi Minyak Minyak Goreng Bekas	39

3.4.2 Preparasi Zeolit Alam	40
3.4.3 Aktivasi Kimia pada Zeolit Alam	40
3.4.4 Preparasi TiO ₂ dengan Struktur Rutil	40
3.4.5 Sintesis Komposit Fotokatalis TiO-Zeolit Alam Teraktivasi	41
3.4.5.1 Komposit TiO ₂ Anatas-Zeolit Alam Teraktivasi	41
3.4.5.2 Komposit TiO ₂ Rutil-Zeolit Alam Teraktivasi.....	41
3.4.6 Karakterisasi.....	42
3.4.6.1 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	42
3.4.6.2 Karakterisasi Luas Permukaan dengan Adsorpsi <i>Methylene Blue</i>	42
3.4.5.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum <i>Methylene Blue</i>	42
3.4.5.2.2 Penentuan Waktu Operasional	42
3.4.5.2.3 Pembuatan Kurva Baku.....	43
3.4.5.2.4 Penentuan Luas Permukaan	43
3.4.6.4 Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak.....	44
3.4.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO ₂	44
3.4.8 Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas menggunakan Titrasi Asam Basa	45
3.4.8.1 Standarisasi NaOH 0,5 N	46
3.4.8.2 Penentuan Jumlah FFA Awal.....	46
3.4.8.3 Penentuan Jumlah FFA Akhir	47
3.4.8.4 Penentuan Konversi FFA	47
3.5 Analisis Data	47

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika pada Zeolit Alam	49
4.2 Hasil Preparasi TiO ₂ dengan Struktur Rutil	51
4.3 Hasil Sintesis Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal	53
4.4 Hasil Karakterisasi Komposit TiO ₂ -Zeolit Alam Teraktivasi.....	55
4.4.1 Hasil Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	55
4.4.2 Hasil Karakterisasi Luas Permukaan Spesifik dengan <i>Methylene Blue</i>	59
4.4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum <i>Methylene Blue</i>	59
4.4.2.2 Penentuan Waktu Operasional <i>Methylene Blue</i>	60
4.4.2.3 Pembuatan Kurva Baku <i>Methylene Blue</i>	61
4.4.2.4 Penentuan Waktu Adsorpsi Optimum <i>Methylene Blue</i>	62
4.4.2.5 Penentuan Luas Permukaan Spesifik Material Komposit TiO ₂ -zeolit.....	63
4.4.3 Hasil Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak ..	64
4.5 Hasil Preparasi Minyak Goreng Bekas menjadi FFA	66
4.6 Hasil Uji Aktivitas Material Komposit TiO ₂ Anatas-Zeolit dan TiO ₂ Rutil-Zeolit pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas.....	67

4.7 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	73
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	76
5.2 Saran.....	77
DAFTAR PUSTAKA	78
LAMPIRAN-LAMPIRAN	84



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil analisis XRF zeolit alam Malang	18
Tabel 2.2 Perbandingan sifat dari struktur kristal TiO ₂ anatas dan TiO ₂ rutil	25
Tabel 2.3 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium.....	32
Tabel 4.1 Puncak difaktogram hasil transformasi	52
Tabel 4.2 Puncak difaktogram H-zeolit	56
Tabel 4.3 Puncak difaktogram TiO ₂ anatas-zeolit	57
Tabel 4.4 Puncak difaktogram TiO ₂ rutil-zeolit.....	57
Tabel 4.5 Penyerapan optimum padatan terhadap <i>methylene blue</i>	62
Tabel 4.6 Luas permukaan material padatan pada menit ke-40.....	63
Tabel 4.7 Hasil uji keasaman	65
Tabel 4.8 Hasil konversi FFA dan % efektifitas penggunaan katalis	68

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Reaksi transesterifikasi pada trigliserida.....	11
Gambar 2.2	Reaksi esterifikasi pada FFA	12
Gambar 2.3	Reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas dengan katalis H-zeolit	13
Gambar 2.4	Efek radiasi UV pada tiap waktu pada konversi %FFA	15
Gambar 2.5	Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi %FFA dari ZnO, Zn ^o , SiO ₂	15
Gambar 2.6	Struktur dari zeolit.....	17
Gambar 2.7	Hasil XRD zeolit alam Malang	18
Gambar 2.8	Struktur zeolit mordenit	19
Gambar 2.9	Bentuk H-zeolit	21
Gambar 2.10	Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor.....	23
Gambar 2.11	Struktur kristal <i>anatase</i> TiO ₂	24
Gambar 2.12	Struktur kristal <i>rutile</i> TiO ₂	24
Gambar 2.13	Diagram yang menjelaskan hubungan antara peningkatan suhu dan pertumbuhan butir partikel TiO ₂ (a)TiO ₂ anatas pada suhu 200 °C (b)Peningkatan suhu 450 °C menghilangkan batas butir partikel (c)Migrasi atom antarmuka butir partikel dari nanokristal kecil ke kristal yang besar dan pertumbuhan butir partikel baru (d)Penghilangan cacat batas butir partikel, pertumbuhan butir partikel, dan transformasi fasa ke nanokristal TiO ₂ rutil.....	26
Gambar 2.14	Mekanisme reaksi FFA dengan fotokatalis ZnO/SiO ₂	27
Gambar 2.15	Skema dari berkas sinar-X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg.....	29
Gambar 2.16	Difraktogram (A)Zeolit Alam (B)Kristal TiO ₂ (C)TiO ₂ -Zeolit	30
Gambar 3.1	Rangkaian reaktor uji foto-esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis TiO ₂ anatas-zeolit dan TiO ₂ rutil-zeolit.....	45
Gambar 4.1	Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit.....	50
Gambar 4.2	(a) Zeolit alam sebelum diaktivasi (b) Hasil zeolit alam setelah proses aktivasi kimia dan fisika.....	51
Gambar 4.3	Difaktogram TiO ₂ (a) Struktur anatas (b) Struktur anatas	52
Gambar 4.4	Hasil sintesis komposit TiO ₂ -zeolit.....	54
Gambar 4.5	Difaktogram dari komposit TiO ₂ anatas-zeolit	55
Gambar 4.6	Difaktogram dari komposit TiO ₂ rutil-zeolit.....	56
Gambar 4.7	Ilustrasi situs aktif TiO ₂ pada <i>support</i> zeolit.....	59
Gambar 4.8	Panjang gelombang maksimum <i>methylene blue</i>	60
Gambar 4.9	Grafik waktu operasional <i>methylene blue</i>	61
Gambar 4.10	Kurva baku <i>methylene blue</i>	61
Gambar 4.11	Hasil konversi biodiesel	68
Gambar 4.12	Skema proses fotokatalisis pada semikonduktor TiO ₂	70
Gambar 4.13	Skema fotoesterifikasi FFA minyak goreng bekas dengan menggunakan material komposit TiO ₂ -zeolit alam teraktivasi.....	72

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Luas Permukaan.....	43
Persamaan 3.2 Keasaman Total	44
Persamaan 3.3 <i>Free Fatty Acid</i> (FFA).....	46
Persamaan 3.4 Konversi <i>Free Fatty Acid</i> (% FFA).....	47



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	84
Lampiran 2. Skema Kerja	85
Lampiran 3. Perhitungan dan Pembuatan Larutan	95
Lampiran 4. Data dan Perhitungan.....	102
Lampiran 5. Data Mentah Karakterisasi	109
Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian.....	131



ABSTRAK

Angelia, S. R. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Fotokatalis TiO₂ Anatas dan Rutil dengan Zeolit Alam Teraktivasi serta Uji Aktivitasnya pada Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm.; Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci : Zeolit alam Malang, fotokatalis TiO₂, reaksi esterifikasi FFA, XRD, adsorpsi *methylen blue*, adsorpsi amoniak.

Biodiesel berasal dari minyak nabati yang ketersediaannya di alam cukup melimpah. Allah berfirman dalam surat Ali Imran ayat 191, bahwa *tidak ada segala sesuatu yang Allah ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia*, begitupula dengan mineral alam zeolit. Upaya yang dapat dilakukan untuk meningkatkan aktivitas zeolit yaitu melalui aktivasi dan modifikasi dengan pengemban TiO₂. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui struktur, luas permukaan, keasaman, dan uji aktivitas katalis pada reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas.

Zeolit alam diaktivasi kimia menggunakan NH₄NO₃ 2 M dan diaktivasi fisika dengan pemanasan pada suhu 400 °C selama 4 jam, sehingga dihasilkan H-zeolit. TiO₂ anatas/rutil dikompositkan pada H-zeolit dengan perbandingan 10:90 (%) menggunakan metode hidrotermal pada suhu 90 °C selama 12 jam dan kalsinasi pada suhu 500 °C. Karakterisasi material hasil sintesis meliputi analisis struktur dengan XRD, luas permukaan dengan adsorpsi *methylene blue*, dan keasaman total dengan adsorpsi amoniak. Uji aktivitas katalis dilakukan pada minyak goreng bekas selama 6 jam dengan menggunakan sinar UV pada panjang gelombang 366 nm. Hasil reaksi esterifikasi dianalisis menggunakan metode titrasi asam-basa (AOCS 940.28).

Hasil karakterisasi XRD pada komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi menunjukkan telah terbentuk sistem komposit antara TiO₂ dengan H-zeolit. Luas permukaan katalis H-zeolit, komposit TiO₂ anatas-zeolit, dan komposit TiO₂ rutil-zeolit berturut-turut adalah sebesar 16,4029; 13,6395; dan 16,3469 m²/gram, sedangkan keasaman katalis adalah 0,5830; 0,9075 dan 0,5411 mmol/g. Aktivitas material komposit TiO₂ anatas-zeolit menghasilkan konversi FFA terbaik sebesar 65,4534 % dibandingkan komposit TiO₂ rutil-zeolit, H-zeolit dan fotokatalis TiO₂ baik fasa anatas maupun fasa rutil.

ABSTRACT

Angelia, S. R. 2014. The Synthesis and Characterization of Composite Anatase and Rutile TiO₂ Photocatalysts with Activated Natural Zeolite and Its Activity Test on Esterification Reactions Used Cooking Oil. Lector I: Suci Amalia, M.Sc; Lector II: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm.; Lector Consultant: Nur Aini, M.Si.

Keywords: Natural zeolite Malang, TiO₂ photocatalyst, FFA esterification reaction, XRD, adsorption of methylene blue, adsorption of ammonia.

The biodiesel is derived from vegetable oil availability is relatively abundant in nature. Allah says in the letter of Ali Imran verse 191, *that there is no God created everything meaningless and in vain*, nor with the natural mineral zeolite. Efforts should be made to increase the activity of the zeolite through activation and modification with TiO₂ carrier. The purpose of this study was to determine the structure, surface area, acidity, and catalytic activity test on FFA esterification reaction used cooking oil.

Natural zeolite was chemistry activated by using NH₄NO₃ 2 M and physics activated by calcined at temperature of 400 °C for 4 hours, so that the resulting H-zeolites. TiO₂ anatase or rutile composite on H-zeolite with a ratio of 10:90 (%) using the hydrothermal method at temperature 90 °C for 12 hours and calcined at temperature 500 °C. The characterization of synthesized materials include structural analysis by XRD, surface area by adsorption of methylene blue, and total acidity by adsorption of ammonia. Catalyst activity test performed on used cooking oil for 6 hours using UV light at a wavelength of 366 nm. Esterification reaction results were analyzed using acid-base titration method (AOCS 940.28).

The results of XRD characterization on TiO₂-activated natural zeolite composite shows a composite system has been formed between TiO₂ with H-zeolite. The surface area of H-zeolite catalyst, anatase TiO₂-zeolite composite and rutile TiO₂-zeolite composite row is equal to 16.4029; 13.6395; and 16.3469 m²/g, while the acidity of the catalyst was 0.5830; 0.9075 and 0.5411 mmol/g. The best catalytic activity was performed by anatase TiO₂-zeolite composite, the conversion of FFA is 65.4534%.

مستخلص البحث

أنجليا، س. ر. 2014. التحضير وتوصيف مركب ثاني أكسيد التيتانيوم ضوئي أناستازي والروتيل مع المنشط الزيوليت الطبيعي ولها اختبار النشاط على ردود الفعل الأسترة زيت الطهي المستخدمة. المشرفة الأول: سوجي أماليا، الماجستير؛ المشرف الثاني: البيجوم فوزية، الماجستير؛ والمشرفالمستشار: نورالعيني، الماجستير

الكلمات الرئيسية: الزيوليت الطبيعي مالانج، وثاني أكسيد التيتانيوم ضوئي، والأسترة رد فعل من الأحماض الدهنية الحرة، حيود الأشعة السينية، الميثيلين الأزرق الامتزاز، الامتزاز الأمونيا.

ويستمد وقود الديزل الحيوي من الزيوت النباتية توفر وفيرة نسبيا في الطبيعة. قال الله تعالى في سورة ال عمران الآية 191، أن هناك خلق الله كل شيء لا معنى له وعبثا، ولا مع الزيوليت المعدنية الطبيعية. وينبغي بذل الجهود لزيادة نشاط الزيوليت من خلال تفعيل وتعديل حاملي ثاني أكسيد التيتانيوم. وكان الغرض من هذه الدراسة هو تحديد هيكل، مساحة السطح، الحموضة، واختبار النشاط التحفيزي في رد فعل الأسترة من الأحماض الدهنية الحرة زيت الطهو المستخدم.

الكيمياء الزيوليت تنشيط الطبيعي استخدام نترات الصوديوم م² والفيزياء تفعيلها عن طريق التسخين في درجة حرارة 400 درجة مئوية لمدة 4 ساعات، بحيث ينتج الزيوليت. ثاني أكسيد التيتانيوم أناستازي / الروتيل مركب على الزيوليت معنسة 10 : 90 (%) باستخدام أسلوب المائة عند درجة حرارة 90 درجة مئوية لمدة 12 ساعة والمكلسفي 500 درجة مئوية. توصيف المواد توليفها تشمل التحليل البنيوي بواسطة حيود الأشعة السينية، مساحة السطح بواسطة الامتزاز من الميثيلين الأزرق، والحموضة الكلية مع الأمونيا الامتزاز. اختبار النشاط المحفز تنفيذها على زيت الطهي المستخدمة لمدة 6 ساعات باستخدام الأشعة فوق البنفسجية في الطول الموجيم 366 نانومتر. وقد تم تحليل النتائج باستخدام تفاعل أسترة حمض قاعدة طريقة المعايرة.

النتائج توصيف حيود الأشعة السينية مركب التيتانيوم عل بتنشيط ثاني أكسيد الزيوليت الطبيعي معارض وقد تم تشكيل نظام مركب بين ثاني أكسيد التيتانيوم مع الزيوليت. المساحة السطحية للحفاز الزيوليت، وثاني أكسيد التيتانيوم مركب أناستازي-الزيوليت، والروتيل ثاني أكسيد التيتانيوم الصف مركب الزيوليت تساوي 16,4029 و 13,6395 و 16,3469 م² / ز، بينما كانت حموضة المحفز 0,5830 و 0,9075 و 0,5411 ملليمول / ز. نشاط المواد مركب ثاني أكسيد التيتانيوم أناستازي-الزيولي لتقديم الأفضل تحويل الأحماض الدهنية الحرة من 65,4534 % مقارنة الروتيل ثاني أكسيد التيتانيوم مركب، الزيوليت، الزيوليت وثاني أكسيد التيتانيوم أشباه الموصلات أناستازي كل من مرحلة ومرحلة الروتيل.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Ketergantungan Indonesia terhadap bahan bakar fosil sangatlah besar. Balia (2011) menyampaikan penggunaan minyak bumi mendominasi 49,7 % dalam pemakaian energi di Indonesia pada tahun 2010. Eksploitasi minyak bumi secara besar akan mengakibatkan cadangan minyak bumi habis sekitar 60 tahun yang akan datang (Darmanto dan Ireng, 2006). Agar dapat mencukupi kebutuhan bahan bakar masyarakat Indonesia beberapa alternatif dikaji untuk memproduksi bahan bakar terbarukan, salah satunya adalah biodiesel.

Biodiesel, secara kimia didefinisikan sebagai golongan mono alkil ester atau metil ester dengan panjang rantai karbon antara 12 sampai 20 (Darnoko, dkk., 2001). Biodiesel sebagai alternatif yang dapat dipilih, karena merupakan bahan bakar yang terbuat dari minyak tumbuhan dan tersedia sangat melimpah di alam. Kelemahan utama untuk produksi biodiesel adalah biaya produksinya yang tinggi. Hal ini disebabkan dalam produksi biodiesel menggunakan bahan baku yang relatif mahal yaitu minyak *virgin* (murni) dengan kualitas tinggi yang memiliki kandungan FFA (*Free Fatty Acid*) yang rendah. Sehingga untuk mengurangi biaya produksi tersebut dapat digunakan minyak goreng bekas.

Minyak goreng bekas dapat digunakan sebagai alternatif bahan baku dalam pembuatan biodiesel. Selama ini minyak goreng bekas hanya menjadi limbah rumah tangga karena memiliki sifat karsinogenik bagi tubuh manusia,

sehingga penggunaan minyak goreng bekas dalam produksi biodiesel akan mengurangi limbah rumah tangga tersebut. Potensi minyak goreng bekas sebagai bahan baku dalam produksi biodiesel telah dilaporkan oleh Suirta (2009) dengan menggunakan katalis homogen berupa asam sulfat pekat dengan konversi biodiesel sebesar 78,5 %, namun katalis sulit untuk dipisahkan atau diregenerasi kembali.

Pembuatan biodiesel melalui reaksi esterifikasi selama ini lebih banyak menggunakan katalis asam homogen seperti asam sulfat, yang mana menimbulkan permasalahan dalam produk biodiesel yang dihasilkan. Sehingga untuk mengatasi permasalahan tersebut dapat digunakan katalis asam heterogen, yang memiliki beberapa kelebihan antara lain dapat dengan mudah dipisahkan dengan produk biodiesalnya dan ramah lingkungan (Marchetti dan Errazu, 2008). Salah satu katalis asam heterogen yaitu zeolit alam.

Zeolit yang ada di Indonesia, khususnya yang ada di daerah Turen, Malang Jawa Timur pasti memiliki manfaat. Allah berfirman dalam surat Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ
 السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya:

190. Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.

191. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan

bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan Ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, Maka peliharalah kami dari siksa neraka.

Ayat 190 dalam Tafsir *Ibn Katsir* menjelaskan bahwa “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi*”. Artinya, yaitu dalam hal ketinggian dan keluasan langit, kerendahan dan ketebalan bumi, serta tanda-tanda kekuasaan yang besar yang terdapat pada keduanya (langit dan bumi), baik bintang-bintang, komet, daratan, lautan, hutan, pepohonan, binatang, barang tambang, serta manfaat berbagai jenis makanan, warna, dan bau-bauan yang khusus, serta “*pergantian malam dan siang*”, semua itu merupakan ketetapan dari Allah. Tafsir *Al-Maraghi* (1993) memberikan penjelasan pada surat Ali Imran ayat 191 bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat-maslahat yang besar. Berdasarkan ayat tersebut dapat dijelaskan bahwa zeolit alam juga memiliki manfaat yang besar. Sedangkan menurut Shihab (2003), ayat 191 mendefinisikan orang-orang yang mendalam pemahamannya dan berpikir tajam (*ulul albab*), yaitu orang yang berakal, orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil faedah, hidayah, dan menggambarkan keagungan Allah. Ia selalu mengingat Allah (berdzikir) di setiap waktu dan keadaan, baik di waktu ia berdiri, duduk atau berbaring. *Ulul albab* yaitu orang-orang yang terus menerus mengingat Allah dengan ucapan atau hati dalam seluruh situasi dan kondisi. Penggunaan zeolit sebagai katalis dalam produksi biodiesel merupakan bentuk usaha memikirkan pemanfaatan sumber daya alam yang belum optimal.

Zeolit merupakan salah satu sumber katalis asam heterogen yang sangat berlimpah ketersediaannya di alam. Sumber daya alam ini dapat dimanfaatkan sebagai katalis dalam produksi biodiesel dengan cara meningkatkan aktivitas, selektifitas dan stabilitas material zeolit alam. Untuk memperbesar aktivitas katalisis dari material zeolit, salah satunya dengan cara mengaktifkannya.

Penggunaan zeolit alam sebagai katalis heterogen dalam produksi biodiesel telah dilaporkan Sudradjat, dkk., bahwa penggunaan zeolit alam yang diaktivasi fisika pada suhu 750 °C selama 4 jam dengan dialiri uap air panas, dapat menghasilkan konversi biodiesel sebesar 79,33 %. Aziz (2012) juga melaporkan penggunaan zeolit alam yang telah diaktivasi kimia (HCl 6 N) dalam waktu reaksi 5 jam, dapat menghasilkan konversi biodiesel yang relatif sangat sedikit yakni 12 %. Hasil ini belum optimum karena zeolit tidak membentuk satu fasa dengan reaktan sehingga banyak waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi.

Beberapa metode telah dikembangkan untuk mendapatkan produk biodiesel yang maksimal. Salah satu metode tersebut adalah fotokatalis. Fotokatalis merupakan suatu kombinasi proses antara proses fotokimia dan katalis. Fotokimia itu sendiri merupakan suatu proses sintesis ataupun transformasi secara kimiawi dengan bantuan cahaya sebagai pemicunya. Katalis adalah substansi yang dapat mempercepat laju reaksi dan di akhir reaksi, katalis kembali menjadi substansi sesuai kondisi awal. Fotokatalis yang telah banyak dilaporkan penggunaannya yaitu ZnO dan TiO₂ (Dony, dkk., 2013; Corro, dkk., 2013; Slamet, dkk., 2003; Slamet, dkk., 2008; Slamet, dkk., 2010).

Corro, dkk., (2013) melaporkan perbandingan hasil konversi biodiesel dengan katalis ZnO/SiO₂ pada reaksi esterifikasi melalui proses fotokatalisis dan katalis heterogen biasa dengan dihasilkan konversi biodiesel masing-masing sebesar 96 % dan 3 %. Pada penelitian tersebut SiO₂ berperan sebagai material pengemban bagi fotokatalis ZnO. Salah satu material pengemban selain SiO₂ adalah zeolit alam, yang mana memiliki beberapa keunggulan yaitu ketersediannya di alam yang melimpah dan murah. Sehingga penggunaan zeolit alam sebagai material pengemban akan mengurangi biaya produksi biodiesel. Selain itu penggunaan zeolit alam sebagai material pengemban dapat berperan sebagai katalis asam heterogen pada reaksi esterifikasi FFA dalam pembuatan biodiesel, sehingga dapat menghasilkan konversi biodiesel yang lebih besar.

Fotokatalis TiO₂ juga dapat digunakan dalam aktivitas fotokatalisis pembuatan biodiesel. Hal ini disebabkan semikonduktor TiO₂ memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi dengan *band gap* energi sebesar 3,2 eV. Qamar dan Muneer (2009) melaporkan aktivitas fotokatalis Degussa P25 (TiO₂ dengan 80% anatas dan 20 % rutil) dalam degradasi vanillin lebih baik dibandingkan dengan fotokatalis ZnO. Aktivitas TiO₂, salah satunya dipengaruhi oleh bentuk kristalnya (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001). Katalis TiO₂ memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu anatas, rutil dan brukit. Namun hanya struktur rutil dan anatas yang keberadaannya di alam cukup stabil, karena struktur brukit sulit dimurnikan dari mineralnya sehingga sulit ditemukan dan diamati (Marlupi, 2003).

Fotokatalis TiO₂ belum pernah dilaporkan dalam reaksi esterifikasi minyak goreng bekas pada pembuatan biodiesel. Namun penggunaan fotokatalis

TiO₂ tanpa adanya material pengemban diperkirakan kesulitan dalam memisahkan fotokatalis TiO₂ dari substratnya, sehingga akan menurunkan durabilitas material katalis. Penggabungan fotokatalis TiO₂ pada suatu material pengemban dengan luas permukaan yang tinggi seperti zeolit diharapkan dapat menyatukan permukaan tersebut. Oleh karenanya TiO₂ akan digabungkan dengan zeolit alam teraktivasi pada suatu sistem komposit. Komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi diharapkan dapat menghasilkan konversi biodiesel yang tinggi namun dengan biaya produksi yang relatif murah, sehingga dapat berpotensi untuk dimanfaatkan lebih lanjut dalam produksi biodiesel.

Pada penelitian ini, akan dilakukan proses aktivasi zeolit, pembuatan komposit zeolit alam teraktivasi dengan TiO₂ struktur anatas dan rutil. Kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur material, adsorpsi *methylene blue* digunakan untuk mengetahui luas permukaan, dan adsorpsi amoniak digunakan untuk mengetahui keasaman total material. Selanjutnya dilakukan uji aktivitas fotokatalis pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas untuk produksi biodiesel pada suhu kamar selama 6 jam (Corro, dkk., 2013).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas permasalahan yang dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakter dari material komposit TiO₂ anatas-zeolit dan TiO₂ rutil-zeolit?

2. Bagaimana aktivitas fotokatalitik reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas menggunakan katalis TiO_2 anatas-zeolit dan TiO_2 rutil-zeolit?

1.3 Tujuan Penelitian

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

1. Untuk mengetahui karakter dari material komposit TiO_2 anatas-zeolit dan TiO_2 rutil-zeolit.
2. Untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas menggunakan katalis TiO_2 anatas-zeolit dan TiO_2 rutil-zeolit.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Zeolit alam yang digunakan merupakan zeolit alam Malang.
2. Minyak goreng bekas berasal dari minyak goreng merk X yang telah digunakan selama 3 jam.
3. Struktur TiO_2 yang digunakan dalam komposit fotokatalis TiO_2 dengan zeolit alam teraktivasi adalah anatas dan rutil.
4. Komposit dilakukan dengan metode hidrotermal.
5. Karakterisasi hasil komposit fotokatalis dilakukan dengan XRD, Adsorpsi *Methylene Blue*, dan Adsorpsi Amoniak.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini adalah:

1. Dapat menggunakan sumber daya alam lokal secara maksimal dan meningkatkan nilai guna zeolit alam.
2. Dapat memberikan informasi ilmiah tentang struktur material morfologi, luas area katalisis, dan keasaman TiO_2 anatas-zeolit dan TiO_2 rutil-zeolit yang dapat menjadi dasar pengembangan pemanfaatannya.
3. Dapat memberikan informasi tentang pengaruh struktur fotokatalis TiO_2 dalam komposit TiO_2 -zeolit pada reaksi foto-esterifikasi FFA minyak goreng bekas, sehingga dapat diketahui reaksi yang paling optimum.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel sebagai Bahan Bakar Alternatif

Permasalahan Indonesia saat ini yaitu produksi bahan bakar minyak bumi yang tidak dapat mengimbangi besarnya konsumsi bahan bakar minyak. Sebagai solusi dalam permasalahan tersebut dapat digunakan energi selain minyak bumi, salah satu energi lain yang dapat digunakan ialah biodiesel.

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang terbuat dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui, meliputi minyak tumbuhan dan hewan. Bahan bakar minyak ini dihasilkan melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi. Kuncahyo, dkk. (2013) memprediksi produksi dan konsumsi Bahan Bakar Minyak (BBM) tanpa adanya suplementasi biodiesel, maka diperkirakan produksi *crude oil* mengalami penurunan dan akan habis pada tahun 2053.

Prediksi biodiesel sebagai suplemen bahan bakar diesel di Indonesia, bahwa dengan adanya nilai peningkatan produksi biodiesel sebesar 2% setiap tahunnya dimulai pada tahun 2016, maka Indonesia akan dapat melewati krisis energi bahan bakar motor diesel pada tahun 2053. Sedangkan dengan penurunan produksi biodiesel pada puncak produksi sebesar 0,1 % setiap tahunnya, maka Indonesia mengalami krisis energi pada tahun 2101.

Biodiesel memiliki berbagai kelebihan antara lain merupakan bahan bakar yang stabil, bersifat mengurangi tingkat emisi gas buang, bercampur secara sempurna dengan minyak diesel mineral (solar), bekerja dengan baik pada semua

jenis mesin diesel, tidak diperlukan modifikasi mesin (Wijono, 2010). Biodiesel dapat diperoleh dengan menggunakan bahan dasar minyak goreng bekas. Minyak goreng bekas adalah merupakan minyak tumbuhan yang sudah digunakan dalam menggoreng. Minyak goreng bekas memiliki kandungan FFA yang tinggi, yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel dengan reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam.

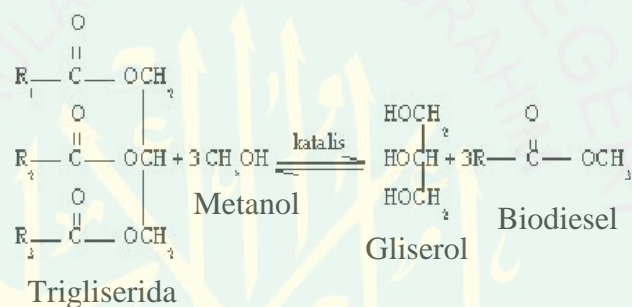
Minyak goreng bekas tidak hanya sebagai media transfer panas ke makanan, tetapi juga sebagai makanan. Selama penggorengan sebagian minyak akan teradsorpsi dan masuk ke bagian luar makanan yang digoreng dan mengisi ruangan kosong yang semula diisi oleh air. Makanan yang mengandung lemak dengan bilangan peroksida tinggi akan mempercepat ketengikan. Lemak dengan bilangan peroksida lebih besar dari 100 dapat meracuni tubuh (Ketaren, 2005). Selain itu, pembuangan minyak goreng bekas pada sembarang tempat dapat pula menyebabkan terjadinya polusi lingkungan (air dan tanah). Sehingga dapat membahayakan kelangsungan hidup makhluk hidup yang berada didalamnya.

Pemanfaatan minyak goreng bekas sebagai bahan baku pada produksi biodiesel merupakan suatu alternatif terbaik untuk menangani limbah yang tidak termanfaatkan. Hal ini juga akan meningkatkan nilai dari minyak goreng bekas menjadi produk yang memiliki nilai yang lebih tinggi. Selain itu biodiesel dari minyak goreng bekas relatif memiliki biaya produksi lebih murah dibandingkan dengan biodiesel dari bahan baku minyak goreng ataupun minyak sawit.

Ada dua cara dalam produksi biodiesel yaitu:

1. Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi adalah suatu proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati ataupun hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol menghasilkan metil ester (biodiesel) dan gliserol sebagai produk samping. Katalis yang biasa digunakan adalah basa kuat seperti natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH).



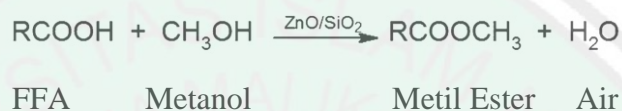
Gambar 2.1 Reaksi transesterifikasi pada trigliserida (Aziz, 2012)

Reaksi pada Gambar 2.1 menunjukkan bahwa trigliserida bereaksi dengan metanol dan katalis basa menghasilkan metil ester dan gliserol. Reaksi ini tidak akan berjalan sempurna apabila minyak mengandung FFA (*Free Fatty Acid*), karena kandungan FFA yang tinggi akan bereaksi dengan katalis basa (reaksi penyabunan), membentuk hasil samping berupa sabun, sehingga dapat menghambat pembentukan biodiesel dan mempersulit proses pemisahan serta pemurnian biodiesel. Dengan demikian, perlu mengetahui terlebih dahulu kandungan FFA yang terdapat dalam minyak nabati.

2. Reaksi Esterifikasi FFA

Reaksi biodiesel ini dilakukan menggunakan substrat yang berasal dari minyak nabati yaitu minyak goreng bekas sebagai sumber FFA. Reaksi

esterifikasi adalah suatu proses yang mereaksikan asam lemak bebas (FFA) dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol menghasilkan metil ester dan air, yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Katalis yang digunakan untuk reaksi esterifikasi adalah asam, biasanya asam sulfat (H_2SO_4) atau asam fosfat (H_3PO_4). Reaksi esterifikasi FFA adalah sebagai berikut :



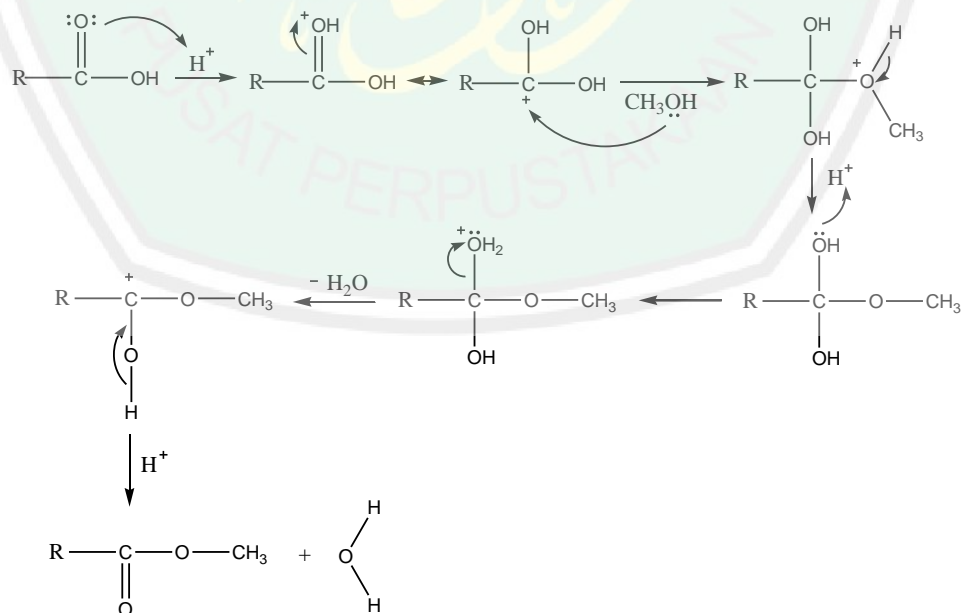
Gambar 2.2 Reaksi esterifikasi pada FFA (Corro, dkk., 2013)

Penggunaan katalis asam dalam reaksi esterifikasi dengan bahan dasar minyak goreng bekas yang kaya akan kandungan FFA merupakan suatu solusi untuk meminimalisir biaya produksi biodiesel yang besar. Namun penggunaan katalis asam homogen seperti asam sulfat (H_2SO_4) untuk reaksi esterifikasi menimbulkan permasalahan baru yaitu biodiesel yang dihasilkan masih terkandung katalis dan limbah yang dihasilkan beracun. Katalis asam heterogen telah dipelajari sebagai pengganti katalis homogen seperti asam sulfat, dengan keuntungan yaitu dapat dengan mudah dipisahkan dan ramah lingkungan (Marchetti dan Errazu, 2008). Zeolit merupakan katalis heterogen asam, yang mana untuk memperbesar aktivitas katalisisnya dapat dibuat dengan cara meningkatkan aktivasi, selektifitas dan stabilitas material zeolit.

Penggunaan zeolit alam sebagai katalis heterogen dalam produksi biodiesel telah dilaporkan Aziz (2012) bahwa penggunaan zeolit alam yang diaktivasi kimia (HCl 6 N) dalam waktu reaksi 5 jam, dengan menghasilkan konversi biodiesel yang relatif sangat sedikit yakni 12 %. Hasil ini belum

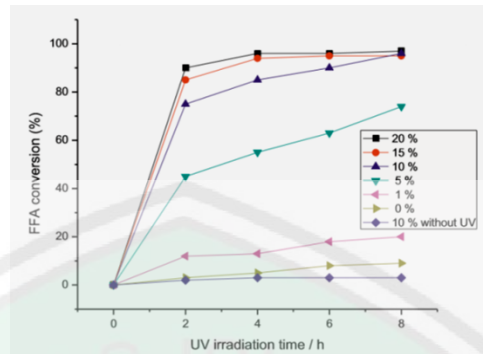
optimum karena zeolit tidak membentuk satu fasa dengan reaktan sehingga banyak waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi. Sudradjat, dkk. melaporkan penggunaan zeolit alam yang diaktivasi fisika pada suhu 750 °C selama 4 jam dengan dialiri uap air panas, dengan dihasilkan konversi biodiesel sebesar 79,33 %.

Mekanisme reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas ketika dikatalisis dengan H-zeolit, yaitu H^+ dari katalis akan berfungsi sebagai donor proton. Tahap pertama, atom oksigen pada gugus karbonil diprotonasi oleh katalis asam (H-zeolit). Alkohol yang bersifat nukleofilik menyerang atom karbon pada gugus karbonil. Selanjutnya terjadi proses deprotonasi dan eliminasi molekul air dan terbentuklah metil ester dan lepasnya H^+ yang berasal dari katalis asam. Tahapan mekanisme pembentukan metil ester dapat dilihat pada Gambar 2.3.



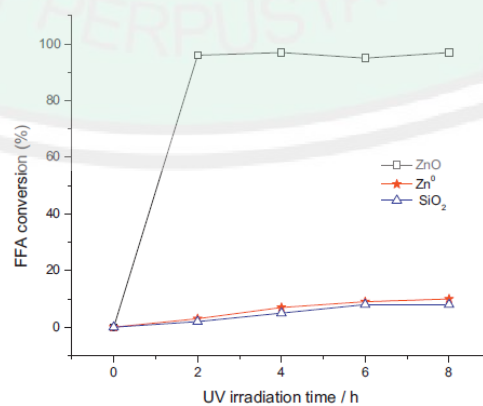
Gambar 2.3 Reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas dengan katalis H-zeolit

Beberapa metode telah dikembangkan untuk mendapatkan produk biodiesel yang maksimal. Salah satu metode tersebut adalah fotokatalis. Corro, dkk., (2013) melaporkan bahwa fotokatalis ZnO/SiO₂ pada suhu 20 °C tanpa kehadiran radiasi UV menghasilkan konversi biodiesel yang dinilai sangat sedikit, bahkan setelah reaksi berlangsung 8 jam. Hal ini mengindikasikan fotokatalis ZnO/SiO₂ tanpa adanya radiasi UV tidak dapat terjadi reaksi esterifikasi FFA. Konversi FFA meningkat dengan adanya radiasi UV. Angka konversi JJCO (*Jatropha Curcas Crude Oil*) meningkat seiring dengan meningkatnya perbandingan massa katalis/JJCO. Untuk katalis/JJCO yang memiliki massa rasio 10 %, angka reaksi tidak menunjukkan adanya peningkatan. Dengan mempertimbangkan tingginya kandungan katalis pada campuran reaksi tidak diperbolehkan semua partikel katalis disinari. Akan tetapi pada kenyataannya, presentase hasil konversi FFA 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 masa katalis/JJCO (20 %) dan meningkatnya waktu reaksi, mengakibatkan sedikitnya peningkatan konversi FFA. 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) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Efek radiasi UV pada konversi % FFA (Corro, dkk., 2013)

Adapun aktivitas fotokatalisis ZnO/SiO₂ pada reaksi esterifikasi FFA dan trans-esterifikasi trigliserida tidak dipengaruhi oleh adanya kontribusi dari SiO₂ sebagai material pengemban seperti dapat dilihat pada Gambar 2.5. Sebagai material pengemban, zeolit alam lebih memiliki banyak kelebihan dibanding SiO₂ yakni selain ketersediaannya yang melimpah diambil, zeolit juga memiliki biaya produksi yang sangat rendah dan dapat pula berperan sebagai katalis heterogen asam pada reaksi esterifikasi FFA dalam pembuatan biodiesel. Keunggulan tersebut menjadikan zeolit alam di mungkin sebagai material pengemban yang lebih baik dibanding SiO₂.



Gambar 2.5 Efek radiasi UV tiap waktu pada konversi % FFA dari ZnO, Zn^o, dan SiO₂ (Corro, dkk., 2013)

Biodiesel dari substrat minyak goreng bekas merupakan alternatif bahan bakar yang ramah lingkungan sebagaimana biodiesel dari minyak nabati lainnya. Hasil uji gas buang menunjukkan keunggulan FAME dibanding solar, terutama penurunan partikulat/debu sebanyak 65 %. Biodiesel dari minyak goreng bekas ini juga memenuhi persyaratan SNI untuk Biodiesel (Akbar, 2012).

Aktivitas fotokatalis TiO_2 banyak dilaporkan dalam fotokatalisis degradasi polutan organik seperti fenol, logam berat kromium (VI) serta zat warna (Slamet dkk, 2003; Slamet, dkk., 2008; Slamet dkk, 2008). Namun penggunaan fotokatalis TiO_2 pada reaksi esterifikasi FFA belum pernah dilaporkan. TiO_2 diketahui memiliki band gap sebesar 3,2 eV setara dengan ZnO sehingga dapat pula dimanfaatkan pada proses esterifikasi FFA.

2.2 Zeolit Alam Malang sebagai Material Pengemban

Zeolit merupakan suatu mineral berupa kristal silika alumina yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumina silikat dan air (Lestari, 2010). Rumus umum zeolit adalah $M_{x/n} [(SiO_2)_x (AlO_2)_y] \cdot m H_2O$. Kation M dengan valensi n menetralkan muatan negatif pada kerangka aluminosilikat, dimana x dan y adalah bilangan tetrahedral $[AlO_4]^{5-}$ atau $[SiO_4]^{4-}$ dan m adalah bilangan mol dari molekul air yang dapat dihilangkan dengan pemanasan tanpa merubah ataupun merusak struktur kerangka.

Struktur zeolit tersusun dari tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 secara berulang. Ikatan antar tetrahedral terbentuk dengan pemakaian bersama atom oksigen oleh

dua tetrahedral, sehingga setiap tetrahedral akan berikatan dengan 4 tetrahedral lainnya. Zeolit tersusun atas substitusi parsial Si^{4+} dan Al^{3+} yang menyebabkan zeolit bermuatan negatif yang umumnya diseimbangkan dengan molekul air dan kation-kation. Kation alkali dan alkali tanah seperti Na^+ , K^+ , dan lainnya mempunyai pergerakan/mobilitas yang cukup baik untuk menyeimbangkan muatan negatif dalam zeolit.

Perbandingan Si/Al dalam zeolit minimum 1, dengan setiap atom aluminium berikatan dengan empat atom silikon yang dihubungkan oleh atom oksigen. Oleh karena itu, tidak ada ikatan Al–O–Al dalam struktur, hanya ikatan Al–O–Si dan Si–O–Si yang stabil. Selain itu kandungan aluminium juga berkaitan dengan sifat keasaman dari zeolit. Kehadiran $(\text{AlO}_4)^{5-}$ menyebabkan kerangka zeolit bermuatan negatif. Kerangka zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur dari zeolit (Rakhmatullah, dkk., 2007).

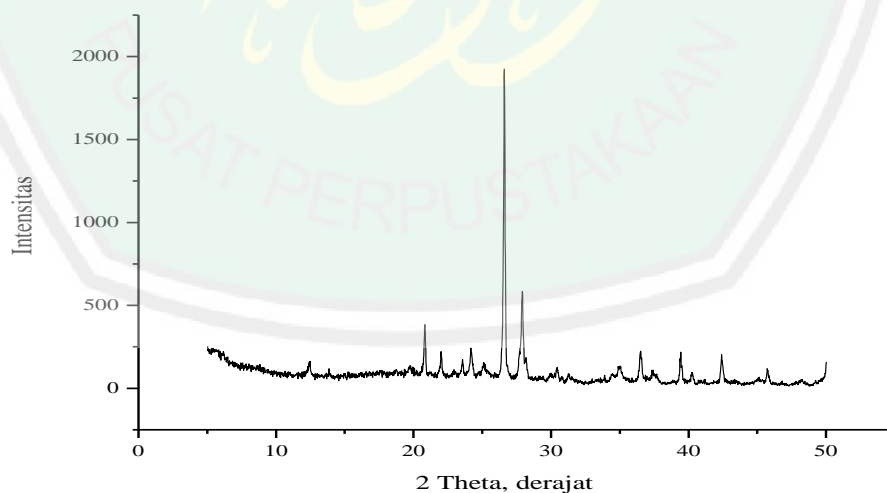
Komposisi kimia zeolit dipengaruhi oleh proses hidrotermal lingkungan seperti suhu, tekanan uap air dan komposisi air tanah dalam proses kejadiannya. Hal ini memungkinkan pada daerah yang berbeda, zeolit yang dihasilkan memiliki komposisi kimia yang berbeda. Komposisi kimia zeolit alam Malang berdasarkan *X-Ray Flouresensi* (XRF) ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Hasil Analisis XRF Zeolit Alam Malang

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

Sumber: Botianovi (2012)

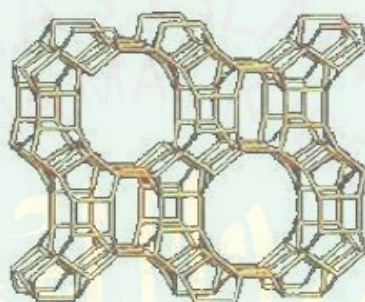
Hasil karakterisasi Botianovi (2012) melaporkan kandungan utama pada zeolit alam Malang Selatan berdasarkan hasil analisis dengan *X-Ray Fluoresensi* (XRF) adalah aluminium dan silika yang tinggi yaitu 13% dan 49,9%. Hasil karakteristik XRD menunjukkan bahwa zeolit alam Malang merupakan jenis mordenit. Puncak khas mordenit berada pada rentang sudut difraksi (2θ) antara $20-45^\circ$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Hasil XRD zeolit alam Malang (Botianovi, 2012)

Zeolit alam Malang banyak mengandung mineral mordenit. Menurut Supandi, dkk (1999) berdasarkan kristallografi dalam sel satuan, rumus struktur

sangkar mordenit adalah $M_{8/n} [(AlO_2)_8 (SiO_2)_{40}] 21 H_2O$ ($M = Na$ atau Ca). Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam dengan rasio Si/Al yang tinggi, sehingga sangat stabil terhadap asam dan panas. Zeolit alam jenis mordenit merupakan jenis zeolit yang memiliki kandungan Si sedang dengan perbandingan Si/Al = 5 (Lestari, 2010).



Gambar 2.8 Struktur zeolit mordenit (Utubira, dkk., 2006)

Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam yang dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam karena memiliki pori cukup besar sekitar 6,7-7 Å (Hasibuan, 2012). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator. Mordenit terbentuk dari cincin oksigen beranggotakan 12, sehingga termasuk zeolit yang berpori besar.

Berdasarkan kandungan zeolit alam Malang jenis mordenit dapat diketahui bahwa zeolit mordenit dapat digunakan sebagai katalis. Pemanfaatan ini karena sifat-sifat zeolit mordenit dan kuantitasnya yang banyak dengan kualitas yang baik. Penelitian ini zeolit alam Malang akan digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas menjadi biodiesel.

2.3 Aktivasi Zeolit

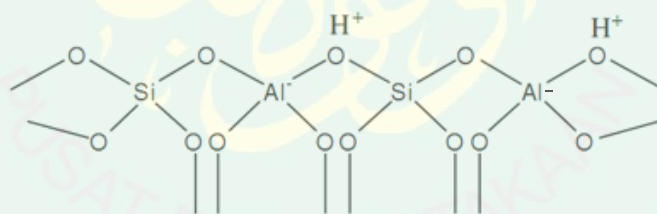
Aktivasi merupakan proses peningkatan mutu zeolit alam dengan cara mengurai pengotor-pengotor yang menutupi permukaan eksternal dan pori-pori zeolit yang dimaksudkan untuk memperbesar kemampuan zeolit baik dari segi daya katalisis, adsorben maupun pertukaran ion (Fatimah, 2000). Adapun proses aktivasi zeolit alam dapat menggunakan dua cara, yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia.

Aktivasi fisika merupakan proses pemanasan zeolit yang dilakukan pada suhu sekitar 300-400°C, baik secara kontak langsung (dengan udara panas) maupun secara kontak tidak langsung (sistem vakum) (Sugiarti dan Amiruddin, 2008). Perlakuan tersebut bertujuan untuk menguapkan air kristal yang terperangkap di dalam pori-pori zeolit, sehingga luas permukaan internal pori akan meningkat. Sedangkan aktivasi kimia merupakan pereaksi kimia yang dapat dipergunakan untuk proses aktivasi zeolit antara lain: H_2SO_4 , HCl , $NaOH$, HNO_3 (Sugiarti dan Amiruddin, 2008). Prinsip dari aktivasi kimia adalah penambahan pereaksi tertentu sehingga didapatkan pori-pori zeolit yang aktif (Fatimah, 2000). Proses aktivasi zeolit alam secara kimia ditujukan untuk mengurangi kandungan logam, membersihkan permukaan pori dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan (Syafii, dkk., 2010). Adanya penghilangan kandungan logam alkali, alkali tanah, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn yang terikat pada zeolit akan menyebabkan adanya AlO_4 yang bermuatan negatif, sehingga menjadikan zeolit memiliki ketidakseimbangan elektris. Aktivasi kimia dilakukan untuk menyediakan kation penukar H^+ yang bermuatan positif sebagai penyeimbang yang menempati rongga-rongga dalam kerangka zeolit.

Muatan negatif pada permukaan zeolit akan dinetralkan oleh kation-kation lain yang mengelilingi partikel tersebut melalui pertukaran ion. Adanya perbedaan kekuatan muatan antar kation yang ada disekeliling partikel zeolit bisa saling mendesak posisi atau bertukar. Kemampuan mendesak dari kation-kation dapat dilihat dari besarnya potensi mendesak sesuai urutan berikut ini (Sudjianto, 2012):



Kation-kation yang lemah seperti Na^+ dan K^+ dapat dengan mudah digantikan oleh kation-kation yang lain seperti kation NH_4^+ dari NH_4NO_3 . Sehingga aktivasi menggunakan NH_4NO_3 akan menghasilkan bentuk terprotonasi dari zeolit (H-zeolit) mengandung gugus hidroksil, yang mana proton berhubungan dengan muatan negatif kerangka oksigen dalam tetrahedral alumina seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Bentuk H-zeolit (Gates, 1992)

Suharto, dkk. (2007) melaporkan bahwa proses aktivasi dengan NH_4NO_3 menyebabkan terjadinya penurunan kadar logam Na^+ dan K^+ pada zeolit alam. Hal ini dikarenakan lemahnya ikatan ion-ion logam alkali/alkali tanah pada zeolit sehingga memungkinkan ion tersebut digantikan oleh ion NH_4^+ yang berasal dari NH_4NO_3 . Aktivasi asam yang dilakukan tidak menggunakan asam kuat seperti HCl , H_2SO_4 dan HF karena menurut Yuliusman, dkk. (2010) penggunaan asam

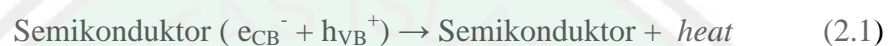
kuat HF menyebabkan rusaknya struktur zeolit sehingga luas permukaan zeolit menurun. Valentina (2011), menyebutkan bahwa kalsinasi pada suhu 500 °C ditujukan untuk meningkatkan kristalinitas katalis.

2.4 Semikonduktor TiO₂ sebagai Material Fotokatalis

Fotokatalitik adalah suatu proses transformasi kimia yang melibatkan katalis dan unsur cahaya secara bersama dalam melangsungkan dan mempercepat proses transformasi yang terjadi (Afrozi, 2010). Reaksi fotokatalitik dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Namun yang membedakan dalam reaksi fotokatalitik ialah aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, sedangkan reaksi katalitik jenis konvensional ialah aktivasi katalis dilakukan secara termal (Afrozi, 2010).

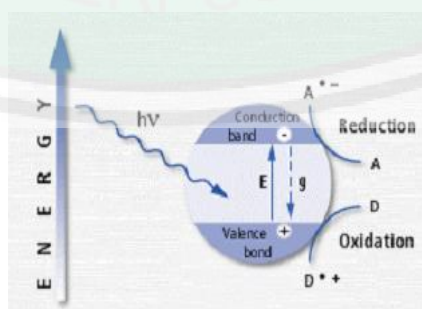
Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang (*band gap energy*). Berdasarkan pengertian tersebut, semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki *band gap* yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi. Proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat dipahami seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.10. Jika suatu semikonduktor tipe-n dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai atau yang lebih besar, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*, disingkat sebagai h^+) pada pita valensi. Ada beberapa kemungkinan yang terjadi pada pasangan elektron-hole yang terbentuk, yaitu (Afrozi, 2010) :

1. Sebagian pasangan berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*).
2. Pasangan elektron-hole berekombinasi di permukaan (*surface recombination*) atau pada bulk partikel hanya dalam waktu beberapa nanodetik(energi hilang sebagai panas). Reaksi rekombinasi pasangan elektron-hole dapat dituliskan sebagai berikut:



3. Pasangan elektron-hole masing-masing dapat bereaksi dengan spesies donor (D) dan akseptor (A) yang teradsorb di permukaan partikel. Dengan kata lain elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan akan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan hole pada pita valensi akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung melalui pembentukan radikal hidroksil.

Fenomena ini mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:



Gambar 2.10 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor (Licciulli, 2002)

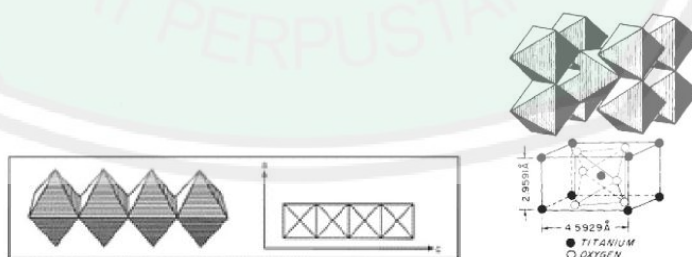
Salah satu fotokatalis yang sering digunakan adalah TiO_2 , karena fotokatalis TiO_2 merupakan semikonduktor yang memiliki berbagai keunggulan

yaitu antara lain, mempunyai aktivitas fotokatalis yang tinggi dari pada fotokatalis lain seperti ZnO, CdS, WNO₃ dan SnO₂, bersifat inert dalam reaksi, mempunyai sifat stabil dalam cahaya (fotostabil), mampu menyerap cahaya ultraviolet dengan baik, oksidator yang tinggi, dan relatif lebih murah jika digunakan dalam jumlah besar (Othmer, 1995).

Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalis TiO₂ yakni bentuk kristalnya (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001). Katalis TiO₂ memiliki 3 macam bentuk kristal yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite* yang ditunjukkan pada Gambar 2.11 dan Gambar 2.12. Akan tetapi hanya anatase dan rutil saja yang keberadaannya di alam cukup stabil.



Gambar 2.11 Struktur kristal *anatase* TiO₂ (Licciulli, 2002).



Gambar 2.12 Struktur kristal *rutile* TiO₂ (Licciulli, 2002).

Aktivitas fotokatalis terbaik adalah anatase (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001). Bentuk kristal anatase, memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta ukuran partikel lebih kecil dibandingkan bentuk kristal rutil. Serta *band gap*

energy anatas lebih besar dibandingkan rutil sehingga memiliki aktivitas fotokatalik yang lebih tinggi (Licciulli, 2002). Perbedaan struktur kristal TiO₂ anatas dan rutil dapat dilihat pada Tabel 2.2.

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

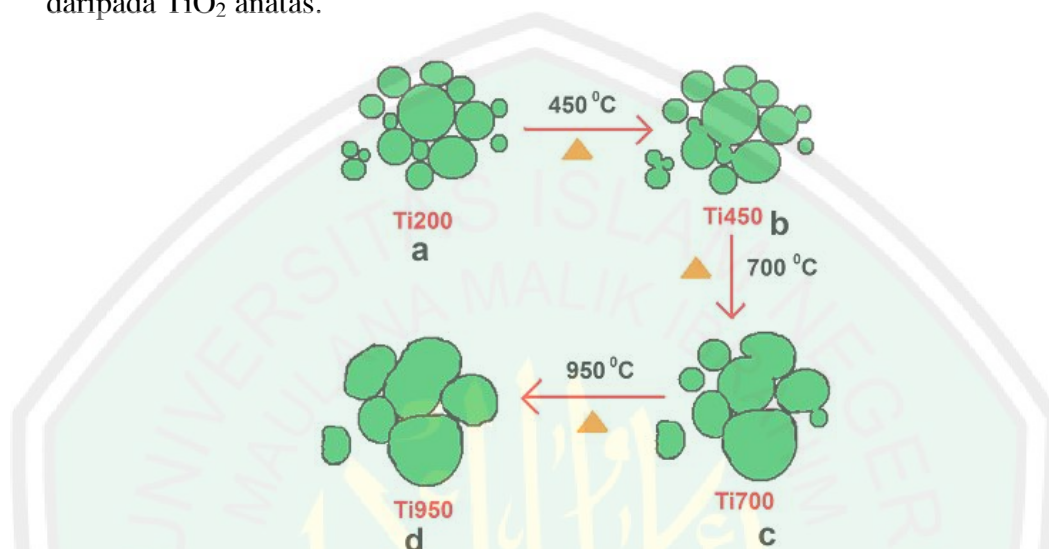
Faktor Perbedaan	<i>Anatase</i>	<i>Rutile</i>
<i>Band gap energy</i> (E _g), Ev	3,2	3,1
Massa jenis (ρ), g/cm ³	3,830	4,240
Jarak Ti-Ti, Å	3,97 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O, Å	1,934 dan 1,980	1,949 dan 1980
Parameter kisi	a = 3,784 c = 9,515	a = 4,593 c = 2,959

Sumber: Palupi. (2006)

Transformasi fasa TiO₂ dapat terjadi pada fasa anatas menjadi rutil, anatas menjadi brokit, brokit menjadi anatas dan juga brokit menjadi rutil. Pada pengaruh kenaikan suhu, struktur anatas memiliki kestabilan fasa hingga suhu 800 °C dan mulai mengalami transisi fasa menjadi rutil dengan fraksi tertentu pada suhu 900-1000 °C (Castro, dkk., 2008).

Choudhury dan Choudhury (2013), menyatakan bahwa konversi TiO₂ dari fasa anatas menjadi rutil, mengakibatkan terdistorsinya TiO₆ oktahedral dengan perlakuan pemanasan, sehingga mengakibatkan terjadinya pemutusan dan pembentukan ikatan Ti-O baru. Distorsi ini mengakibatkan pemutusan ikatan Ti-O dengan hilangnya ion oksigen sehingga terbentuk ikatan Ti-O baru dalam fasa rutil. Choudhury dan Choudhury (2013), bahwa dengan menggunakan pemanasan pada suhu tinggi menyebabkan hilangnya batas permukaan butir, penyusutan butir anatas, sehingga terjadi penggabungan butir-butir kristal menjadikan ukuran yang lebih besar atau mengalami sintering. Hal ini yang

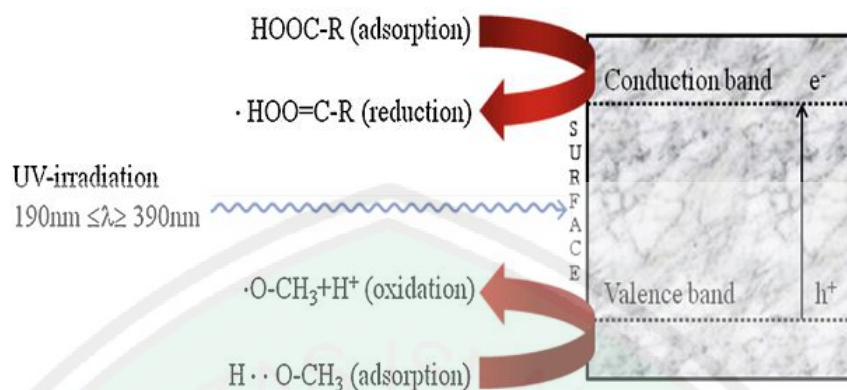
menyebabkan ukuran kristal dari TiO_2 rutil lebih besar dari TiO_2 anatase. Hannaor dan Sorrell (2010), juga menyebutkan bahwa ukuran butir TiO_2 rutil lebih besar daripada TiO_2 anatase.



Gambar 2.13 Diagram hubungan antara peningkatan suhu dan pertumbuhan butir partikel TiO_2 (a) TiO_2 anatase pada suhu 200 °C (b)Peningkatan suhu 450 °C menghilangkan batas butir partikel (c)Migrasi atom antarmuka butir partikel dari nanokristal kecil ke kristal yang besar dan pertumbuhan butir partikel baru (d)Penghilangan cacat batas butir partikel, pertumbuhan butir partikel, dan transformasi fasa ke nanokristal TiO_2 rutil (Choudhury dan Choudhury, 2013).

Penggunaan fotokatalis TiO_2 tanpa adanya material pengemban dapat menimbulkan permasalahan yakni sulitnya memisahkan katalis TiO_2 dari produk biodiesel, sehingga akan meningkatkan biaya produksi yang dikeluarkan. Material pengemban yang memiliki stabilitas yang tinggi diharapkan dapat dikombinasikan dengan material fotokatalis TiO_2 dalam suatu sistem komposit yang mana berfungsi untuk menangani berbagai masalah dalam produksi biodiesel.

Penggunaan fotokatalis ZnO/SiO_2 telah dilaporkan oleh Corro, dkk., (2013) untuk reaksi esterifikasi FFA dengan mekanisme yang digambarkan oleh Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Mekanisme reaksi FFA dengan fotokatalis ZnO/SiO₂ (Corro, dkk., 2013)

Pada saat fotokatalis ZnO/SiO₂ terkena radiasi sinar UV yang memiliki energi yang sesuai atau bahkan melebihi energi celah pita (*band gap energy*) dalam fotokatalis tersebut, maka di dalam fotokatalis akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang akan menghasilkan e⁻ dan menyebabkan adanya kekosongan atau *hole* (h⁺) di pita valensi. Selanjutnya *hole* (h⁺) akan bereaksi dengan pereaksi (metanol) dan menghasilkan CH₃O[·]. Untuk elektron yang ada pada pita konduksi akan bereaksi dengan FFA dan menghasilkan ·HOO=C-R, yang kemudian bereaksi dengan CH₃O[·] dan membentuk produk akhir *methyl ester*.

2.5 Metode Hidrotermal untuk Sintesis Material Komposit TiO₂-Zeolit

Metode hidrotermal adalah reaksi heterogen dalam media air dan sistem tertutup pada suhu tinggi (> 100 °C) dan tekanan tinggi (> 1 atm), yang ditujukan untuk melarutkan dan pembentukan kistral pada material yang relatif tidak dapat dilarutkan pada kondisi biasa (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Menurut Sugiarti (2012) kelebihan dari sintesis menggunakan metode hidrotermal adalah dapat

dilakukan pada suhu rendah, dihasilkan produk kristal yang homogen, tidak dibutuhkan waktu sintesis yang lama dan menjaga kemurnian bahan dari kontaminasi luar. Pada proses sintesis material komposit TiO₂-zeolit dilakukan dengan menggunakan botol hidrotermal.

Proses sintesis material komposit TiO₂-zeolit dilakukan dalam botol hidrotermal tertutup dan diberikan perlakuan pemanasan. Menurut Fernandez (2010) penggunaan metode hidrotermal dapat meningkatkan daya larut dari padatan dan kecepatan reaksi antar padatan, sehingga difusi TiO₂ pada pori zeolit menjadi lebih cepat. Modifikasi secara hidrotermal melibatkan panas dan juga air, botol hidrotemal yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar. Penggunaan suhu rendah dalam proses hidrotermal dimungkinkan partikel TiO₂ tidak terdistribusi kedalam pori-pori zeolit, namun hanya terikat pada permukaan H-zeolit.

2.6 Karakterisasi Komposit Fotokatalis TiO₂ dengan Zeolit Alam Teraktivasi

2.6.1 Analisis Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar X (*X-ray Diffractometer*) atau XRD merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit, dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Metode difraksi sinar-X memberikan informasi tentang orientasi bidang dari suatu kristal dalam material dan distribusi ukuran partikel yang dianalisa berdasarkan bentuk pola puncak spektra yang dimiliki (Arryanto dan Hermawan, 2009). Prinsip dari *X-ray Diffractometer* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar-X yang mengalami

penghamburan (*scattering*) setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal. Dari analisis pola difraksi dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, dan identifikasi fasa kristalin (Khaidir, 2011).

Hukum Bragg menyatakan bahwa jika berkas sinar-X ditembakkan pada permukaan kristal pada sudut θ , maka beberapa akan dipantulkan dengan sudut pantul yang sama dengan sudut datangnya, sedangkan sisanya diteruskan. Maka kondisi untuk interferensi konstruktif disinari pada sudut θ adalah:

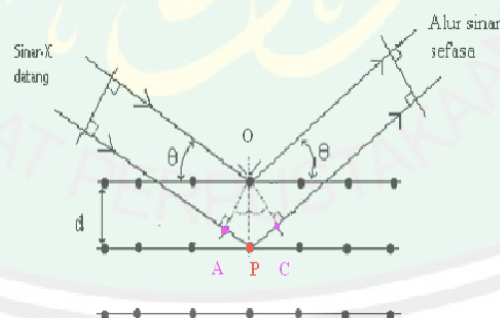
$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta$$

Keterangan : λ : Panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

d : Jarak antara dua bidang kisi

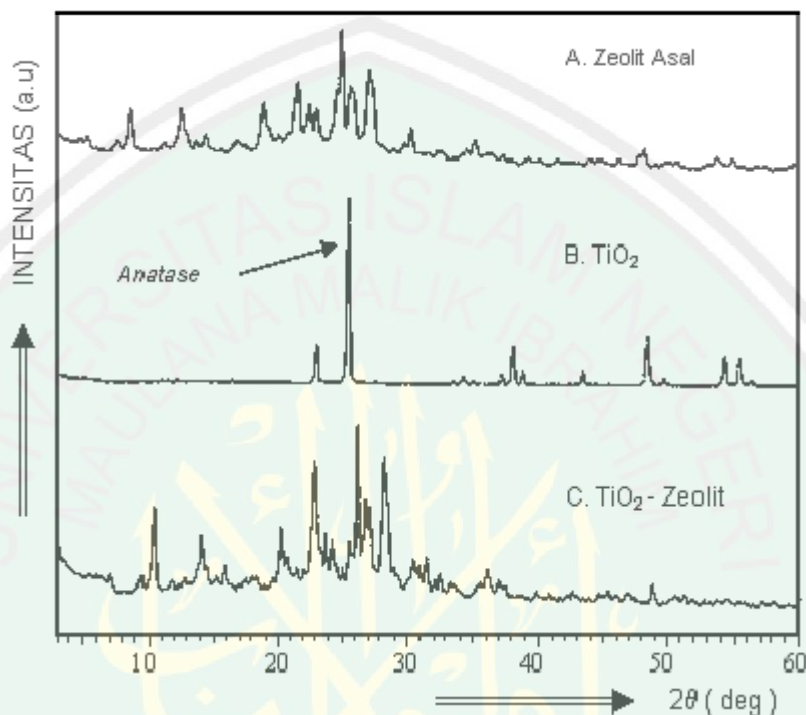
n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan



Gambar 2.15 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg

Berdasarkan persamaan Bragg tersebut, jika berkas sinar-X di jatuhkan pada kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi kristal tersebut. Maka detektor akan menangkap sinar-X yang dibiaskan, dan menerjemahkannya sebagai sebuah

puncak difraksi. Sehingga setiap material akan memberikan pola difraksi yang berbeda.



Gambar 2.16 Difraktogram (A) Zeolit alam (B) Kristal TiO₂ (C) TiO₂-Zeolit (Utubira, dkk., 2006)

Utubira, dkk (2006) melaporkan hasil analisis XRD pada Gambar 2.16, dimana pada daerah $2\theta = 13,50^\circ; 19,71^\circ; 25,70^\circ; 27,80^\circ; 28,08^\circ$ ($d=6,55 \text{ \AA}; 4,49 \text{ \AA}; 3,46 \text{ \AA}; 3,20 \text{ \AA}; 3,17 \text{ \AA}$) merupakan karakteristik mineral mordenit (M), sedangkan 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 ditunjukkan pada daerah $2\theta = 26,68^\circ$ ($d=3,33 \text{ \AA}$). Dari hasil karakterisasi diketahui bahwa zeolit alam yang digunakan mengandung campuran mineral mordenit dan klinoptilolit. Dari difraktogram TiO₂-zeolit tidak terlihat refleksi TiO₂ secara jelas pada daerah $2\theta = 20$ sampai 25° . Hal ini mungkin disebabkan oleh tumpang tindihnya refleksi

dari TiO₂ dengan zeolit. Namun dari difraktogram terlihat puncak-puncak kecil yang mungkin disebabkan oleh refleksi TiO₂ 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 TiO₂ telah terdispersi di dalam pori-pori atau permukaan eksternal zeolit.

Pola difraktogram yang dihasilkan dari analisis XRD dapat menampilkan substansi parameter kisi dan tipe kristal dan untuk mengetahui rincian lain seperti ukuran kristal. Jika dari hasil XRD diperoleh nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*), maka dengan persamaan Deybe Scherrer's dapat diperoleh ukuran butir kristal pada sampel. Persamaan Deybe Scherrer's dituliskan sebagai berikut (Choudhury dan Choudhury, 2013):

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

Keterangan: D = Ukuran kristal (Å)

λ = Panjang gelombang radiasi (Å)

β = *Full Width at Half Maximum* (rad)

θ = Sudut Bragg (°)

2.4.2 Analisis Luas Permukaan dengan Adsorpsi *Methylene Blue*

Penggunaan metode *methylene blue* dalam analisis luas permukaan lebih banyak dipilih karena metode ini sederhana dan relatif murah. Terdapat tiga tahap dalam penggunaan metode ini yaitu, tahap penentuan panjang gelombang

maksimum dari metilen biru, tahap pembuatan kurva kalibrasi dan tahap penentuan konsentrasi metilen biru yang terserap. Rianto (2012) melaporkan bahwa hasil pengukuran luas permukaan Ti-zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi Ti 0,1 M; 0,2 M; dan 0,3 M dengan adsorpsi zeolit maksimum pada menit ke 40 yaitu pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium

Konsentrasi Ti dalam Zeolit Alam Malang (M)	Luas Permukaan (m ² /gram)
0,1	23,159
0,2	23,365
0,3	21,530

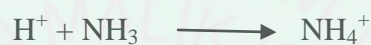
Sumber: Rianto (2012)

2.4.3 Analisis Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak

Keasaman adalah jumlah milimol asam per satuan berat atau luas permukaan. Keasaman padatan pada zeolit berasal dari situs asam Brønsted dan situs asam Lewis (Trisunaryati, 2009). Keasaman suatu katalis merupakan salah satu sifat penting yang berkaitan dengan kemampuan katalitiknya (Huuhtanen, 2006). Jenis keasaman tersebut dapat dipelajari menggunakan adsorpsi molekul probe. Metode ini menggunakan molekul piridin atau NH₃ sebagai molekul probe, kemudian dilakukan deteksi dengan teknik spektroskopi inframerah. Interaksi antara molekul probe dengan sisi asam Brønsted pada permukaan akan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1540-1545 cm⁻¹, sedangkan interaksi antara molekul probe dengan sisi asam Lewis permukaan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar 1440-1452 cm⁻¹ (Platon dan Thomson, 2003). Namun karena ukuran molekul NH₃ lebih kecil dibanding dengan molekul piridin, sehingga dapat dimungkinkan bahwa amoniak

akan lebih teradsorp daripada molekul piridin. Dalam penelitian ini digunakan molekul amoniak sebagai molekul probe dalam analisis keasaman total.

Amoniak dalam fasa gas akan diadsorpsi oleh permukaan padatan katalis, sehingga situs aktif padatan bereaksi dengan amoniak. Adanya basa amoniak yang teradsorpsi pada katalis mengakibatkan terjadinya reaksi pembentukan ion ammonium pada permukaan zeolit:



Penentuan jumlah situs asam dengan amoniak memberikan jumlah situs asam total katalis dengan asumsi bahwa ukuran molekul NH_3 yang kecil memungkinkan masuk sampai ke pori-pori katalis. Menurut Trisunaryanti (2013), zeolit dapat digunakan sebagai katalis asam karena memiliki situs asam Brønsted dan Lewis. Menurut Gervasini, dkk. (2000) dalam Hidayah (2004), ikatan yang dibentuk NH_3 dengan situs-situs asam dalam zeolit meliputi beberapa cara yaitu: (1) Transfer proton dari gugus hidroksil pada permukaan pengemban ke adsorbat dan terjadi dengan situs asam Brønsted (2) Membentuk koordinasi dengan kation-kation logam (situs asam Lewis) melalui pendonoran pasangan elektron bebas dari adsorbat (NH_3) (3) Pembentukan ikatan hidrogen, yang merupakan cara paling lemah.

Perlakuan hidrotermal, kalsinasi, oksidasi, impregnasi pada zeolit alam akan meningkatkan keasaman (Setyawan, 2002). Proses aktivasi terhadap zeolit juga merupakan cara yang baik dalam meningkatkan keasaman terhadap zeolit dengan cara menggantikan kation-kation yang terikat pada zeolit dengan ion H^+ . Keasaman yang dimaksud adalah jumlah total situs asam Brønsted dan asam

Lewis yang terdapat pada zeolit setelah mendapatkan beberapa perlakuan. Berdasarkan penelitian Nugrahaningtyas, dkk., (2011), logam mampu menyumbangkan situs asam Lewis sehingga memberikan kontribusi dalam meningkatkan keasaman zeolit modifikasi titanium. Peningkatan nilai keasaman menunjukkan bahwa terdapat situs-situs aktif pada katalis yang meningkat, sehingga akan meningkatkan nilai aktivitas dari katalis.

2.5 Pemanfaatan Zeolit sebagai Katalis dalam Proses Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas untuk Produksi Biodiesel.

Zeolit merupakan suatu mineral berupa kristal silika alumina yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumina silikat dan air. Mineral-mineral zeolit terbentuk dari produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami pelapukan karena pengaruh panas dan dingin (Lestari, 2010). Zeolit memiliki berbagai kegunaan yaitu digunakan sebagai katalis asam heterogen atau pengemban TiO_2 dalam proses esterifikasi FFA minyak goreng bekas untuk produksi biodiesel. Biodiesel merupakan bahan bakar terbarukan, yang dapat digunakan sebagai alternatif untuk mencukupi kebutuhan bahan bakar masyarakat Indonesia. Bahan bakar ini terbuat dari minyak tumbuhan dan tersedia sangat melimpah di alam. Hal ini disebabkan cadangan minyak bumi akan habis sekitar 60 tahun yang akan datang (Darmanto dan Ireng, 2006).

Cadangan minyak bumi yang akan habis merupakan akibat dari perilaku manusia yang tidak memanfaatkan minyak bumi secara benar, seperti dengan mengeksploitasi pemanfaatan minyak bumi secara besar-besaran tanpa

memperhatikan keseimbangan ekosistem. Sehingga menyebabkan rusaknya lingkungan yang ada di darat maupun di laut. Manusia sebagai pelaku terhadap rusaknya lingkungan sebagaimana yang telah disebutkan dalam surat ar-Ruum ayat 41. Eksploitasi minyak bumi secara besar-besaran merupakan bentuk pengrusakan sumber daya alam.

Al-Qur'an merupakan kalam Allah SWT, yang juga menjelaskan sebab-sebab kerusakan yang ada di Bumi. Surat ar-Ruum ayat 41, menjelaskan bahwa Allah SWT menyeru kepada manusia untuk mengendalikan diri agar tidak membuat kerusakan di bumi, baik itu terhadap sumber daya alam maupun lingkungan hidup yang mengakibatkan kerusakan pada ekosistem.

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

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

Menurut Al Jazairi (2007), *“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut”* maksudnya perbuatan maksiat telah menyebar di muka bumi yaitu di daratan, di lautan dan udara. *“Disebabkan karena perbuatan tangan manusia”* maksudnya disebabkan oleh kezaliman, kekufuran, kekafiran, dan kejahatan mereka. *“Allah menghendaki agar mereka merasakan sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka”* maksudnya Syirik dan maksiat, bukan karena semua yang telah mereka lakukan. Al Qurthubi (2009) menjelaskan tafsir surat ar-Ruum ayat 41 adalah telah nampak kemaksiatan di daratan dan di lautan, sehingga Allah

menahan hujan, meninggikan harga (kebutuhan) dan menyedikitkan pendapatan hidup. “Agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” maksudnya agar mereka bertaubat. Allah SWT berfirman, karena sebagian besar balasan ada di akhirat.

Penggantian bahan bakar diesel dengan biodiesel merupakan salah satu bentuk usaha memikirkan dan memanfaatkan ilmu pengetahuan. Hal tersebut adalah bukti bahwa ilmu pengetahuan memiliki kedudukan yang penting dalam kehidupan manusia. Allah berfirman dalam Alqur’an surat al-Mujadilah ayat 11.

يَأْتِيهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَافْسَحُوا يَفْسَحِ اللَّهُ لَكُمْ وَإِذَا قِيلَ أَنْشُرُوا فَأَنْشُرُوا يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ ءَامَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ ﴿١١﴾

Artinya: “Hai orang-orang beriman apabila kamu dikatakan kepadamu: “Berlapang-lapanglah dalam majlis”, Maka lapangkanlah niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. dan apabila dikatakan: “Berdirilah kamu”, Maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. dan Allah Maha mengetahui apa yang kamu kerjakan.”(QS. Al Mujadilah/58: 11)

Shihab (2003) menafsirkan ayat di atas bahwa Allah akan meninggikan derajat orang-orang mukmin yang ikhlas dan orang-orang yang berilmu menjadi beberapa derajat dan Allah Maha Mengetahui segala sesuatu yang manusia perbuat. Al Qurthubi (2009) menyebutkan bahwa orang-orang yang berilmu adalah mereka yang dapat mengambil manfaat dari ilmunya dan mengamalkannya. Orang yang tidak mengamalkan dan tidak bisa mengambil manfaat dari ilmunya sama dengan orang yang tidak berilmu.

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret-Mei 2014 di Laboratorium Instrumentasi UIN Malang, Laboratorium Anorganik dan Biokimia Riset 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 adalah sebagai berikut: *hotplate*, *magnetic stirrer*, *stirrer*, *beaker glass*, rangkaian reaktor uji foto-esterifikasi, ayakan 200 mesh, corong, cawan, pipet tetes, pipet volume, *stopwatch*, pH meter, neraca analitik, oven pengering, seperangkat difraksi sinar-X (XRD), dan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS), spektrofotometer UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: zeolit alam Turen, kota Malang, TiO₂-anatas 99,99 % Sigma-Aldrich No. 1907, minyak goreng bekas, metanol, aquabides, NH₄NO₃ 2 M, NaOH 0,5 N, dietil eter, etanol, *methylene blue*, amoniak, alumunium foil dan kertas saring.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi minyak goreng bekas.
2. Preparasi zeolit alam.
3. Aktivasi zeolit alam dengan NH_4NO_3 dan kalsinasi pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$.
4. Preparasi TiO_2 dengan Struktur Rutil
5. Sintesis komposit TiO_2 -zeolit alam teraktivasi.
6. Karakterisasi komposit fotokatalis TiO_2 -zeolit alam teraktivasi.
 - a. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD).
 - b. Karakterisasi Luas Permukaan dengan Analisis Adsorpsi *Methylene Blue*.
 - c. Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak.
7. Uji aktivitas fotokatalisis material komposit TiO_2 anatas-zeolit alam dan TiO_2 rutil-zeolit alam pada reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Minyak Goreng Bekas

Minyak goreng bekas ditimbang sebanyak 50 gram dan ditambahkan ke dalam air dengan komposisi perbandingan minyak:air (1:1). Selanjutnya campuran minyak:air dipanaskan sampai setengah dari volume awal. Campuran diendapkan dalam corong pemisah selama 1 jam, kemudian fraksi air pada bagian bawah dipisahkan, sehingga diperoleh minyak bebas air. Minyak yang dihasilkan, kemudian disaring untuk memisahkan kotoran yang tersisa.

3.4.2 Preparasi Zeolit Alam (Trisunaryanti, dkk., 2005)

Serbuk zeolit alam dari daerah Turen, kota Malang ditumbuk sampai halus kemudian diayak dengan ayakan 200 mesh. Zeolit alam Malang halus sebanyak 50 gram direndam dalam 100 mL aquabides dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam.

3.4.3 Aktivasi Kimia dan Fisika pada Zeolit Alam (Suharto, dkk., 2007)

Padatan zeolit kering ini diaktivasi dengan larutan NH_4NO_3 2 M dengan perbandingan berat zeolit dan volume larutan NH_4NO_3 adalah 1:2. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 4 jam, disaring dan dicuci dengan aquadest sampai pH filtrat netral. Padatan yang diperoleh dipanaskan pada oven dengan suhu 110 °C selama 12 jam. Kemudian di kalsinasi dengan suhu 400 °C selama 4 jam (Utubira, dkk., 2006) untuk menghasilkan zeolit alam teraktivasi yang siap digunakan.

3.4.4 Preparasi TiO_2 dengan Struktur Rutil

Padatan TiO_2 anatase diambil sebanyak 4 gram, kemudian disintering pada suhu 1000 °C dengan waktu sintering selama 6 jam (Widhayani dan Pratapa).

3.4.5 Sintesis Komposit Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam Teraktivasi

3.4.5.1 Komposit TiO₂ Anatas-Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal (Suharto, dkk., 2012)

Zeolit hasil aktivasi sebanyak 9 gram dicampur dengan 1 gram TiO₂ anatas yang di larutkan dalam 20 mL aquadest. Campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dipindahkan pada botol silika (botol hidrotermal) dan dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 90 °C dalam oven selama 12 jam. Selanjutnya zeolit tersebut didiamkan selama 24 jam, dan dilakukan penyaringan. Endapan hasil penyaringan kemudian dioven dengan suhu 100 °C selama 2 jam untuk menghilangkan air. Selanjutnya semua sampel komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi diaktivasi dengan cara kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam dalam tanur.

3.4.5.2 Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal (Suharto, dkk., 2012)

Zeolit hasil aktivasi sebanyak 9 gram dicampur dengan 1 gram TiO₂ rutil yang di larutkan dalam 20 mL aquadest. Campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dipindahkan pada botol silika (botol hidrotermal) dan dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 90 °C dalam oven selama 12 jam. Selanjutnya zeolit tersebut didiamkan selama 24 jam, dan dilakukan penyaringan. Endapan hasil penyaringan kemudian dioven dengan suhu 100 °C selama 2 jam untuk menghilangkan air. Selanjutnya semua sampel komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi diaktivasi dengan cara kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam dalam tanur.

3.4.6 Karakterisasi Komposit Fotokatalis TiO₂-Zeolit Alam Teraktivasi

Karakterisasi dilakukan pada zeolit alam teraktivasi, TiO₂ anatas, TiO₂ rutil, komposit TiO₂ anatas-zeolit alam teraktivasi dan komposit TiO₂ rutil-zeolit alam teraktivasi.

3.4.6.1 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap sampel zeolit alam teraktivasi, TiO₂ anatas, TiO₂ rutil, TiO₂ anas-zeolit alam teraktivasi dan TiO₂ rutil-zeolit alam teraktivasi. 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.

3.4.6.2 Karakterisasi Luas Permukaan dengan *Methylene Blue*

3.4.6.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum *Methylene Blue* (MB)

Larutan *methylene blue* 5 ppm diukur pada panjang gelombang 600-680 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang optimum ditentukan dengan melihat absorbansi terbesar atau panjang gelombang yang paling banyak diserap oleh *methylene blue*.

3.4.5.2.2 Penentuan Waktu Operasional

Larutan *methylene blue* 5 ppm diukur pada menit ke 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 dan 90 dengan spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh pada penentuan pertama. Kemudian dibuat kurva hubungan antara waktu operasional (x) dan absorbansi (y).

3.4.6.2.3 Pembuatan Kurva Baku

Larutan baku *methylene blue* dibuat dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 ppm. Diukur absorbansi masing-masing larutan pada panjang gelombang optimum dan waktu operasional optimum kemudian dibuat kurva standar dengan sumbu x menyatakan konsentrasi dan sumbu y menyatakan absorbansi. Maka akan diperoleh persamaan garis $y = ax + b$.

3.4.6.2.4 Penentuan Luas Permukaan

Sebanyak 20 mL *methylene blue* 16 ppm dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi 0,05 g material. Selanjutnya dikocok menggunakan *shaker* selama 5 menit dengan kecepatan aduk 150 rpm. Campuran disaring kemudian diukur absorbansi filtrat menggunakan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Nilai absorbansi akan digunakan untuk menentukan konsentrasi *methylene blue*. Kemudian luas permukaan spesifik dapat dihitung dengan persamaan 3.1. Perlakuan diulang dengan prosedur yang sama untuk variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Ditentukan waktu optimum adsorpsi yaitu waktu yang menunjukkan penyerapan terbanyak.

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)

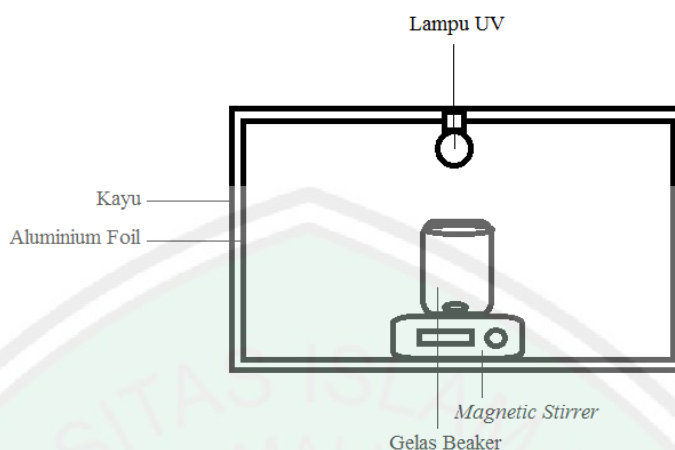
3.4.6.3 Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak (Rianto, 2012)

Keasaman total zeolit modifikasi dapat ditentukan dengan menggunakan metode gravimetri yaitu dengan adsorpsi gas amoniak pada permukaan zeolit. Zeolit dengan berat 0,5 gram diletakkan dalam kaca arloji yang sebelumnya telah diketahui beratnya selanjutnya dipanaskan dalam oven pada suhu 120 °C selama 2 jam. Zeolit didinginkan sebentar dalam suhu ruang, kemudian ditimbang kembali untuk mengetahui berat zeolit modifikasi sesungguhnya (tanpa kandungan air). Kaca arloji berisis zeolit modifikasi 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. Zeolit ditimbang dan amoniak yang terserap oleh katalis dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Keasaman Total} = \frac{W_{\text{NH}_3} \times 1000}{\text{BM}_{\text{NH}_3} \times W_{\text{Katalis}}} \text{ (mmol/gram) } \dots\dots\dots 3.2$$

3.4.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO₂ Anatas-Zeolit Alam dan TiO₂ Rutil-Zeolit Alam Pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas (Corro, dkk., 2013)

Uji esterifikasi FFA dengan fotokatalis komposit akan dilakukan dengan reaktor sederhana seperti pada Gambar 3.1 dengan radiasi sinar UV pada panjang gelombang 366 nm.



Gambar 3.1 Rangkaian reaktor uji foto-esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis komposit TiO_2 anatas-zeolit dan TiO_2 rutil-zeolit.

Minyak goreng bekas dicampur dengan metanol (Sigma Aldrich, 99 %) dalam gelas reaktor pada perbandingan metanol/minyak goreng bekas yaitu 12/1 (b/b) (Corro, dkk., 2013), kemudian ditambahkan katalis komposit pada minyak goreng bekas dengan perbandingan 1,5/10 (b/b). Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 300 rpm.

Perlakuan di atas secara berturut-turut dilakukan untuk fotokatalis komposit TiO_2 anatas-zeolit alam teraktivasi dengan radiasi UV, TiO_2 rutil-zeolit alam teraktivasi dengan radiasi UV, zeolit alam teraktivasi dengan UV, TiO_2 anatas dengan radiasi UV, dan TiO_2 rutil dengan radiasi UV. Reaksi dilakukan pada suhu kamar selama 6 jam.

3.4.8 Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas menggunakan Titrasi Asam Basa.

Penentuan persentase serta komposisi kimia pada hasil reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas dianalisis menggunakan titrasi asam basa.

3.4.8.1 Standarisasi NaOH 0,1 N

Langkah pertama pembuatan larutan standard primer, yaitu asam oksalat ditimbang seberat 0,315 gram kemudian dilarutkan menggunakan 25 mL aquades dalam *beaker glass*. Kemudian dipindahkan dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan dihomogenkan (didapatkan larutan asam oksalat 0,1 N).

Langkah kedua, padatan NaOH ditimbang seberat 1 gram. Kemudian dilarutkan menggunakan 50 mL aquades dalam *beaker glass*. Kemudian dipindahkan dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan dihomogenkan (didapatkan larutan NaOH 0,1 N).

Langkah berikutnya yaitu mentitrasi 10 mL larutan asam oksalat 0,1 N yang terdapat di dalam erlenmeyer yang telah ditambahkan indikator pp sebanyak 2 tetes menggunakan pentitrasi NaOH 0,1 N, titrasi ini dilakukan secara duplo.

3.4.8.2 Penentuan Jumlah FFA (*Free Fatty Acid*) Awal (AOAC, 940.28)

Sampel minyak goreng bekas ditimbang seberat 3,525 gram, kemudian dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL, ditambahkan 25 mL etanol 95 %. Kemudian di aduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit pada suhu ruang. Selanjutnya ditambahkan 2 mL indikator pp dan titik akhir titrasi ditentukan dengan perubahan warna awal bening menjadi merah muda bening. Kemudian dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N. Selanjutnya untuk menghitung % FFA awal dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Free Fatty Acid (\% FFA)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots 3.3$$

3.4.8.3 Penentuan Jumlah FFA (*Free Fatty Acid*) Akhir (AOAC, 940.28)

Sampel hasil reaksi esterifikasi ditimbang seberat 3,525 gram, kemudian dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL, ditambahkan 25 mL etanol 95 %. Kemudian di aduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit pada suhu ruang. Selanjutnya ditambahkan 2 mL indikator pp dan titik akhir titrasi ditentukan dengan perubahan warna awal bening menjadi merah muda bening. Kemudian dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N. Selanjutnya untuk menghitung % FFA akhir dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan 3.3.

3.4.8.4 Penentuan Konversi FFA

Penentuan konversi FFA dilakukan diawal dan diakhir reaksi esterifikasi asam FFA dengan titrasi asam basa pada semua produk reaksi foto-esterifikasi yang diambil secara periodik, dengan menggunakan pentitran NaOH 0,1 N. Titrasi asam basa yang digunakan mengikuti metode standar internasional (*American Oil Chemistry Society/AOCS 940.28*). Tahap selanjutnya, konversi *free fatty acid* (% FFA) ditentukan dengan menggunakan persamaan 3.4.

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{\% \text{FFA}_{\text{awal}} - \% \text{FFA}_{\text{setelah reaksi}}}{\% \text{FFA}_{\text{awal}}} \times 100\% \dots\dots\dots 3.4$$

3.5 Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO₂ anatas (JCPDS No. 21-1272) untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO₂ setelah diberi perlakuan.

2. Dari kurva standar yang diperoleh, ditentukan persamaan regresi $y = ax + b$.
3. Data yang diperoleh dari pengukuran aktivitas fotokatalisis TiO_2 -zeolit pada reaksi konversi minyak goreng bekas menjadi biodiesel menggunakan metode titrasi asam basa berupa nilai-nilai konsentrasi FFA dalam setiap sampel. Nilai ini akan diubah dalam bentuk persentase FFA. Kemudian dihitung persen konversi FFA dengan menggunakan persamaan 3.4.



BAB IV

PEMBAHASAN

Bab ini membahas tentang tahapan kerja yang diawali dengan preparasi sampel zeolit alam Malang, aktivasi zeolit, preparasi TiO₂ dengan struktur rutil, kemudian mensintesis komposit fotokatalis TiO₂-zeolit alam teraktivasi. Padatan hasil sintesis komposit fotokatalis yaitu TiO₂ anatas-zeolit dan TiO₂ rutil-zeolit, selanjutnya dikarakterisasi untuk mengetahui kekristalan dengan menggunakan XRD, luas permukaan spesifik dengan metode adsorpsi *methylene blue*, analisis keasaman dengan metode adsorpsi amoniak. Tahap selanjutnya dilakukan uji aktivitas fotokatalis material komposit TiO₂-zeolit alam teraktivasi pada reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas.

4.1 Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika pada Zeolit Alam

Proses aktivasi kimia pada zeolit alam menggunakan NH₄NO₃ 2 M. Penggunaan NH₄NO₃ dalam proses aktivasi zeolit alam terletak pada keefektifan bahan tersebut sebagai pengganti ion-ion pada zeolit, khususnya ion logam alkali/alkali tanah. Hal ini berhubungan dengan kemampuan mendesak dari ion NH₄⁺, yang sesuai dengan urutan besarnya potensi mendesak (Sudjianto, 2012):

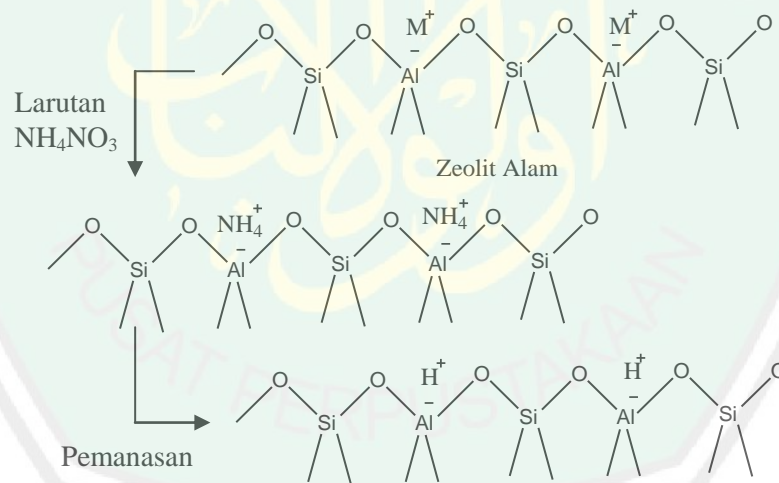


Proses aktivasi ini menyebabkan terjadinya adsorpsi kation ammonium pada permukaan zeolit dengan cara mengkombinasikan muatan positif dari kation ammonium dan muatan negatif pada permukaan zeolit. Adapun mekanisme reaksi

pertukaran ion “penyeimbang” dari zeolit dengan ion ammonium secara singkat adalah sebagai berikut:



Zeolit yang telah direndam dengan NH_4NO_3 disaring, dicuci dan dipanaskan dalam oven, sehingga dihasilkan zeolit alam teraktivasi (H-zeolit) dengan terurainya ion amonium yang terikat pada permukaan zeolit. Proses pemanasan pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ menyebabkan molekul amoniak (NH_3) terlepas (t.d NH_3 $-33\text{ }^\circ\text{C}$) dari permukaan zeolit, karena terurainya ion amonium (NH_4^+). Sehingga pada permukaan zeolit dipenuhi oleh ion-ion hidrogen (H^+) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit

Aktivasi fisika pada zeolit yang telah diaktivasi secara kimia dilakukan dengan cara kalsinasi dengan suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam, dan terjadi perubahan warna zeolit menjadi coklat dan lebih kering yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.b. Zeolit awal yang berwarna hijau keabu-abuan menunjukkan adanya kandungan air yang terikat di dalam pori-pori zeolit seperti pada Gambar 4.2.a.

Aktivasi fisika ditujukan untuk menguapkan air kristal yang terperangkap di dalam pori-pori zeolit serta untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik pada zeolit, sehingga luas permukaan internal pori akan meningkat. Setiadi dan Pertiwi (2007), melaporkan bahwa proses kalsinasi pada suhu tinggi (600 °C) tidak merusak kerangka struktur mordenit zeolit alam. Hasil yang diperoleh dari proses aktivasi kimia dan fisika, yaitu H-zeolit yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.

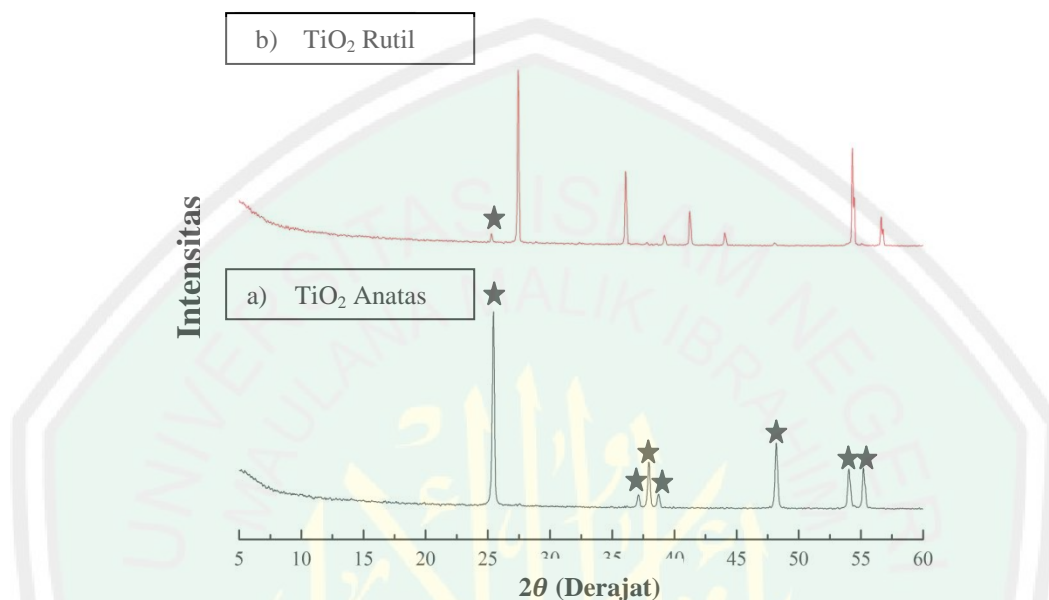


Gambar 4.2 (a) Zeolit alam sebelum diaktivasi (b) Hasil zeolit alam setelah proses aktivasi kimia dan fisika

4.2 Hasil Preparasi TiO_2 dengan Struktur Rutil

TiO_2 rutil dibuat dari TiO_2 anatase dengan fasa tunggal/murni. Pembuatan TiO_2 rutil dimulai dengan menggerus TiO_2 anatase dengan menggunakan mortar. Penggerusan TiO_2 anatase ditujukan untuk membuat ukuran kristalnya menjadi lebih kecil. Serbuk TiO_2 anatase yang telah digerus, selanjutnya dipres menjadi pelet. Pembuatan pelet ditujukan untuk mendapatkan partikel TiO_2 yang tersusun rapat dan padat, sehingga dengan perlakuan pemanasan akan meningkatkan kontak antar partikel TiO_2 . Kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 1000 °C selama 6 jam.

Hasil analisis sampel menggunakan XRD, didapatkan TiO_2 dengan fasa rutil yang ditunjukkan oleh difaktogram pada Gambar 4.3:



Gambar 4.3 Difaktogram TiO_2 (a) Struktur anatas (b) Struktur rutil

Tabel 4.1 Puncak difaktogram hasil transformasi

Rutil		Puncak Rutil Referensi (JCPDS No 21-1276)		Anatas		Puncak Anatas Referensi (JCPDS No 21-1272)	
Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas
25,2939	5,08			25,3689	100	25,281	100
27,4402	100	27,446	100	37,0448	5,47	36,947	10
36,0690	41,80	36,085	50	37,8449	22,08	37,801	20
39,1841	5,46	39,187	8	38,6159	6,85	38,576	10
41,2262	20,34	41,225	25	48,0863	28,02	48,050	35
44,0556	6,55	44,050	10	53,9460	17,63	53,891	20
54,3143	58,04	54,322	60	55,0946	17,22	55,062	20
56,6326	17,63	56,640	20				

Dari hasil penelitian, puncak TiO_2 yang diperoleh dari analisis XRD sesuai dengan JCPDS No. 21-1272 (Tabel 4.1), yang menunjukkan bahwa TiO_2 fasa anatas memiliki fasa tunggal/murni dengan puncak karakteristik seperti pada

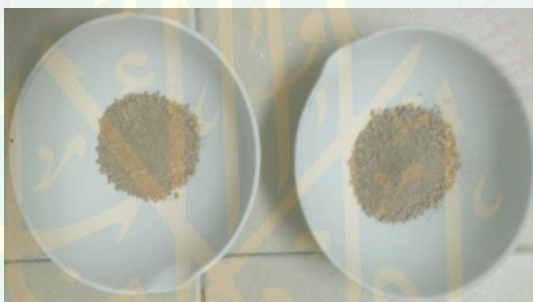
Gambar 4.3.a. TiO_2 yang diperoleh pada tahap preparasi, menghasilkan TiO_2 struktur rutil dengan puncak karakteristik seperti pada Gambar 4.3.b. Jika dibandingkan dengan JCPDS No. 21-1276 (Tabel 4.1), maka pada senyawa ini terdapat dua fasa yaitu fasa rutil dan fasa anatas ($2\theta = 25,2939$). Puncak anatas tersebut memiliki intensitas sebesar 5,08 %, sehingga tidak dominan.

Hasil perhitungan ukuran kristal dengan analisis persamaan Deybe Scherrer's didapatkan TiO_2 anatas dan TiO_2 rutil dengan ukuran kristal secara berturut-turut sebesar 48.09 nm dan 195.43 nm dengan perhitungan yang ditunjukkan pada Lampiran 4.4. Choudhury dan Choudhury (2013), menyatakan bahwa dengan menggunakan pemanasan pada suhu tinggi menyebabkan hilangnya batas permukaan butir, penyusutan butir anatas, sehingga terjadi penggabungan butir-butir kristal menjadikan ukuran yang lebih besar atau mengalami sintering. Hal ini yang menyebabkan ukuran kristal dari TiO_2 rutil lebih besar dari TiO_2 anatas.

4.3 Hasil Sintesis Komposit TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal

Proses sintesis komposit TiO_2 -zeolit, diawali dengan pendispersian TiO_2 anatas dan TiO_2 rutil ke dalam pori-pori zeolit adalah dengan mengambil TiO_2 anatas dan TiO_2 rutil sebanyak 10 % dari campuran material komposit, dan dicampurkan ke dalam akuades. Sedangkan H-zeolit sebanyak 90 % dari campuran material komposit dimasukkan ke dalam larutan yang berisi TiO_2 . Hal ini disebabkan sintesis material komposit TiO_2 -zeolit dilakukan dengan perbandingan berat 10:90. Selama proses pencampuran dilakukan pengadukkan

dengan *magnetic stirrer* yang ditujukan agar kontak interaksi antara TiO_2 dengan H-zeolit menjadi maksimal, sehingga difusi TiO_2 pada H-zeolit berlangsung lebih cepat dan merata. Selanjutnya campuran dari H-zeolit dan TiO_2 baik anatase maupun rutil dimasukkan ke dalam botol hidrotermal dan dipanaskan pada suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam. Penggunaan suhu rendah dalam proses hidrotermal mengakibatkan partikel TiO_2 tidak terdistribusi ke dalam pori-pori zeolit, namun hanya terikat pada permukaan H-zeolit. Hasil yang diperoleh dari proses sintesis komposit TiO_2 -zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.4.



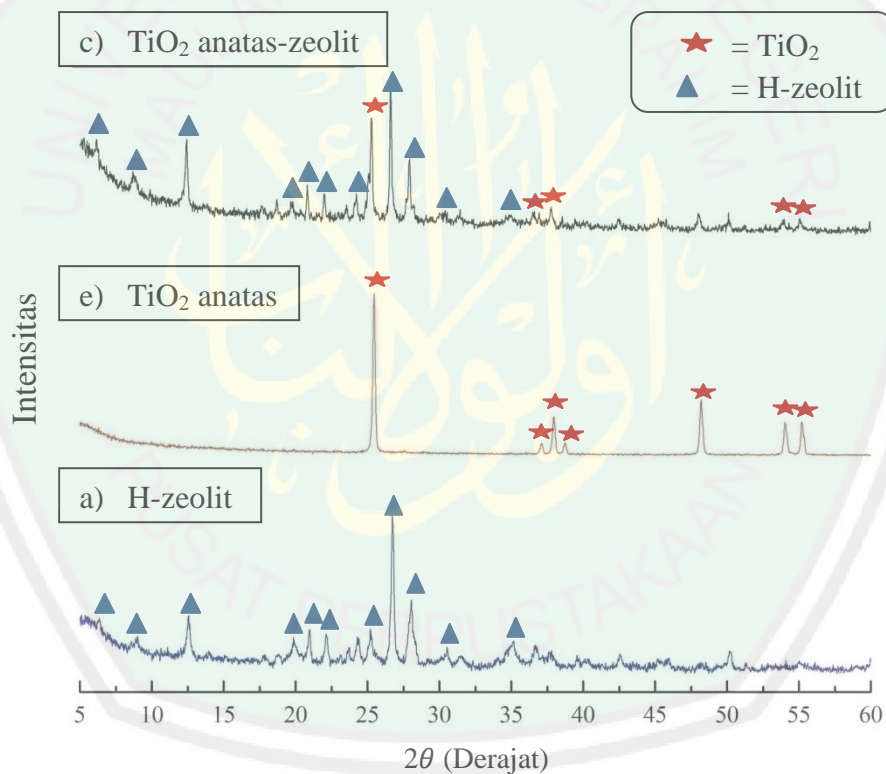
Gambar 4.4 Hasil sintesis komposit TiO_2 -zeolit

Hasil sintesis pada proses hidrotermal, selanjutnya diaktivasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam. Valentina (2011), menyebutkan bahwa kalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ ditujukan untuk meningkatkan kristalinitas katalis. Komposit TiO_2 -zeolit yang telah dikalsinasi tampak berwarna lebih gelap yang ditunjukkan pada Gambar 4.4. Hal ini menandakan bahwa molekul air dan zat-zat organik yang kemungkinan masih terperangkap dalam pori-pori komposit TiO_2 -zeolit telah menguap.

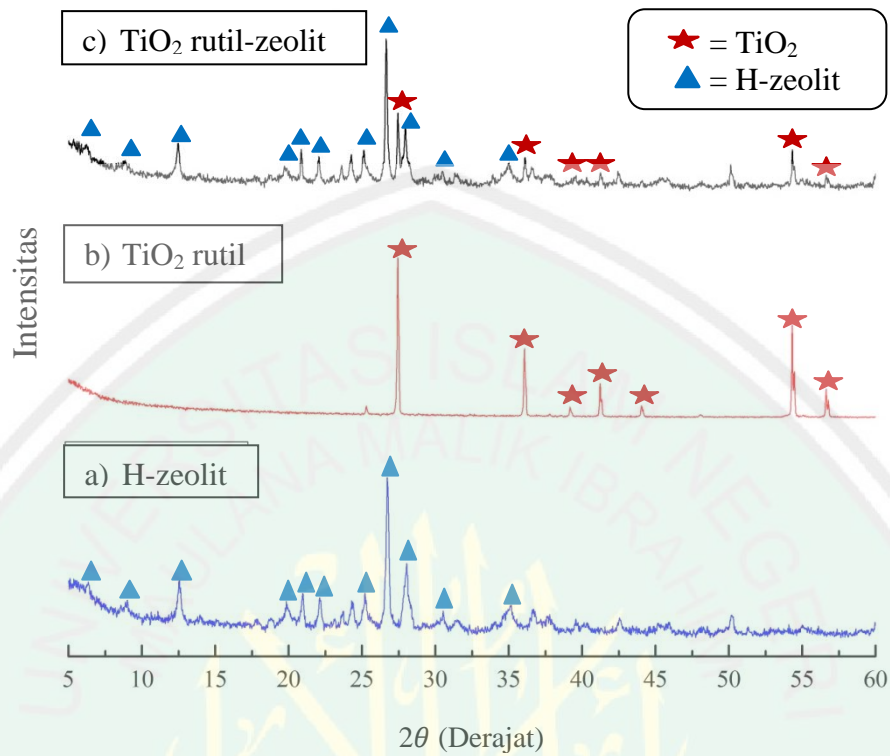
4.4 Hasil Karakterisasi Komposit TiO₂-Zeolit Alam Teraktivasi

4.4.1 Hasil Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan instrumentasi XRD berfungsi untuk mengidentifikasi struktur dan kristalinitas TiO₂-zeolit sebelum dan sesudah dilakukan modifikasi, serta untuk mengetahui kemungkinan pembentukan fasa baru selama modifikasi. Hasil uji dengan XRD dapat dilihat pada difaktogram Gambar 4.5 dan Gambar 4.6.



Gambar 4.5 Difaktogram dari komposit TiO₂ anatase-zeolit

Gambar 4.6 Difaktogram dari komposit TiO_2 rutil-zeolit

Tabel 4.2 Puncak difaktogram H-zeolit

Zeolit		Puncak Zeolit Mordenit Referensi (JCPDS No. 700232)	
Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas
6,3517	8,80	6,51	100
8,9696	6,51	8,61	13,1
12,5473	26,45	13,40	40,4
19,8788	14,53	19,61	22,7
22,1459	18,76	22,20	46,1
23,7037	11,85	23,16	16,9
25,2212	21,39	25,63	75,7
26,7158	100	26,25	43,5
28,0452	43,60	27,87	28,8
30,5261	10,55	30,89	12,9
35,1143	15,21	35,61	15,5

Tabel 4.3 Puncak difaktogram TiO₂ anatas-zeolit (10:90)

TiO ₂ Anatas		Zeolit		Komposit TiO ₂ anatas-zeolit	
Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas
25,3689	100	6,3517	8,80	6,1460	40,07
		8,9696	6,51	8,7355	15,50
		12,5473	26,45	12,4252	42,27
		19,8788	14,53	20,8011	23,87
		22,1459	18,76	21,9971	14,72
		23,7037	11,85	23,5643	7,32
		25,2212	21,39	25,0811	30,51
				25,2876	63,77
				26,7158	100
				28,0452	43,60
		30,5261	10,55		
		35,1143	15,21		
37,0448	5,47			36,5290	7,05
37,8449	22,08			37,7825	11,70
38,6159	6,85			39,8487	1,49
48,0863	28,02			48,0250	10,16
53,9460	17,63			53,9093	5,63
55,0946	17,22			55,0776	7,01

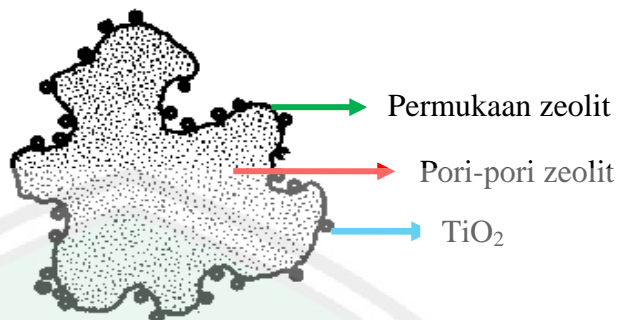
Tabel 4.4 Puncak difaktogram TiO₂ rutil-zeolit (10:90)

TiO ₂ Rutil		Zeolit		Komposit TiO ₂ rutil-zeolit	
Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas	Puncak	Intensitas
25,2939	5,08	6,3517	8,80	6,2815	5,00
		8,9696	6,51	8,8924	4,62
		12,5473	26,45	12,4584	21,57
		19,8788	14,53	19,7799	9,27
		22,1459	18,76	22,0725	18,41
		23,7037	11,85	23,6070	11,40
		25,2212	21,39	25,1052	19,73
				26,7158	100
				28,0452	43,60
				30,5261	10,55
		35,1143	15,21		
36,0690	41,80			36,1067	17,22
39,1841	5,46			39,5427	6,44
41,2262	20,34			41,2330	8,41
44,0556	6,55			44,0770	3,98
54,3143	58,04			54,3276	24,29
56,6326	17,63			56,6052	5,15

Dari hasil penelitian, puncak zeolit yang diperoleh sesuai dengan JCPDS No. 700232 (Tabel 4.2), menunjukkan bahwa zeolit merupakan jenis mordenit dengan puncak karakteristik seperti pada Gambar 4.5.a dan 4.6.a ditandai dengan tanda segitiga (▲). Pada komposit TiO₂-zeolit, puncak karakteristik dari zeolit masih dapat dipertahankan (Tabel 4.3 dan 4.4) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.c dan 4.6.c. Begitu juga dengan puncak karakteristik dari anatase dan rutil masih dapat dipertahankan (Tabel 4.3 dan 4.4) seperti pada Gambar 4.5.c dan 4.6.c yang ditunjukkan dengan tanda bintang (★).

Modifikasi TiO₂ dalam fasa anatase maupun rutil pada H-zeolit, tidak merubah struktur kristal zeolit maupun TiO₂. Hal ini mengindikasikan bahwa molekul TiO₂ dalam fasa anatase maupun rutil tidak bereaksi dengan zeolit dan tetap bertahan pada struktur kristalinitasnya. Difaktogram pada Gambar 4.5 dan 4.6 menunjukkan bahwa masih terdapat puncak khas dari TiO₂ anatase, TiO₂ rutil, dan H-zeolit pada hasil sintesis komposit TiO₂-zeolit, sehingga dapat diketahui bahwa antara zeolit dan TiO₂ membentuk sistem komposit.

Berdasarkan karakter ukuran kristal zeolit tipe mordenit diketahui termasuk dalam material dengan jari-jari pori mikro (6,7-7 Å/0,67-0,7 nm) yaitu dengan rentang $0 < d > 2$ nm. Dari perhitungan ukuran kristal TiO₂ anatase (48.09 nm) dan rutil (195.43 nm), maka diprediksikan bahwa TiO₂ tidak masuk ke dalam pori-pori zeolit dan dapat terdistribusi di permukaan zeolit, sebagaimana diilustrasikan pada Gambar 4.7.



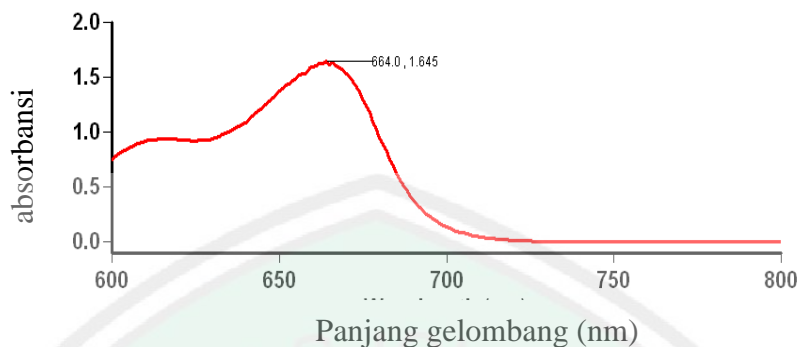
Gambar 4.7 Ilustrasi situs aktif TiO_2 pada *support* zeolit

4.4.2 Hasil Karakterisasi Luas Permukaan dengan *Methylene Blue*

Penentuan luas permukaan spesifik dengan *methylene blue* telah secara luas digambarkan untuk padatan alami seperti oksida, grafit, karbon aktif. *Methylene blue* dapat diadsorpsi secara kuat oleh material padatan, sehingga jumlah molekul yang teradsorpsi tersebut dapat menunjukkan luas permukaan material yang dianalisis.

4.4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum *Methylene Blue* (MB)

Data yang diperoleh dari pengukuran panjang gelombang maksimum yaitu kurva hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi. Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan bahwa *methylene blue* mempunyai panjang gelombang dengan absorbansi maksimum pada $\lambda = 664 \text{ nm}$. Data tersebut diperkuat dengan hasil penelitian Palupi (2006). Absorbansi maksimum pada panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa *methylene blue* terletak pada daerah sinar tampak dengan warna komplementer atau warna yang tampak oleh mata yaitu warna biru, sedangkan warna serapan yang dihasilkan adalah warna merah.

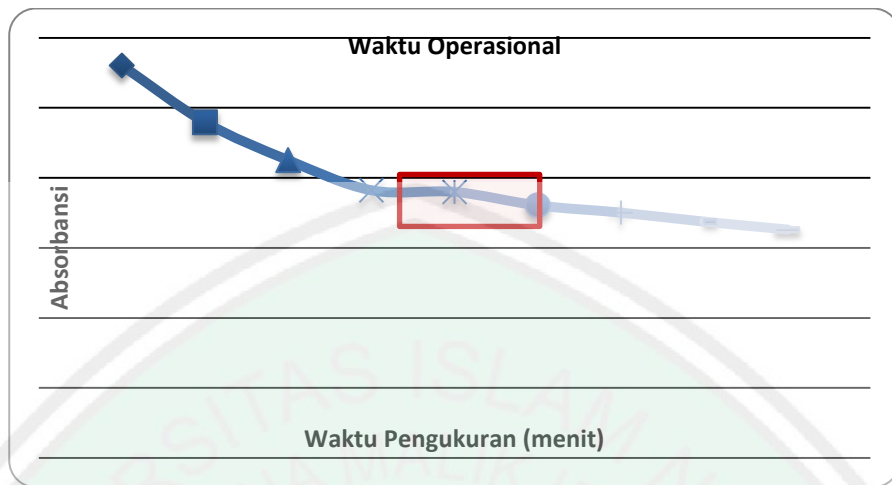


Gambar 4.8 Panjang gelombang maksimum *methylene blue*

4.4.2.2 Penentuan Waktu Operasional *Methylene Blue*

Penentuan waktu operasional bertujuan untuk mendapatkan nilai absorbansi maksimum yang cenderung stabil pada waktu tertentu. Waktu operasional merupakan waktu pembacaan alat dengan nilai absorbansi yang stabil. Hal ini dapat ditentukan dengan mengukur hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi.

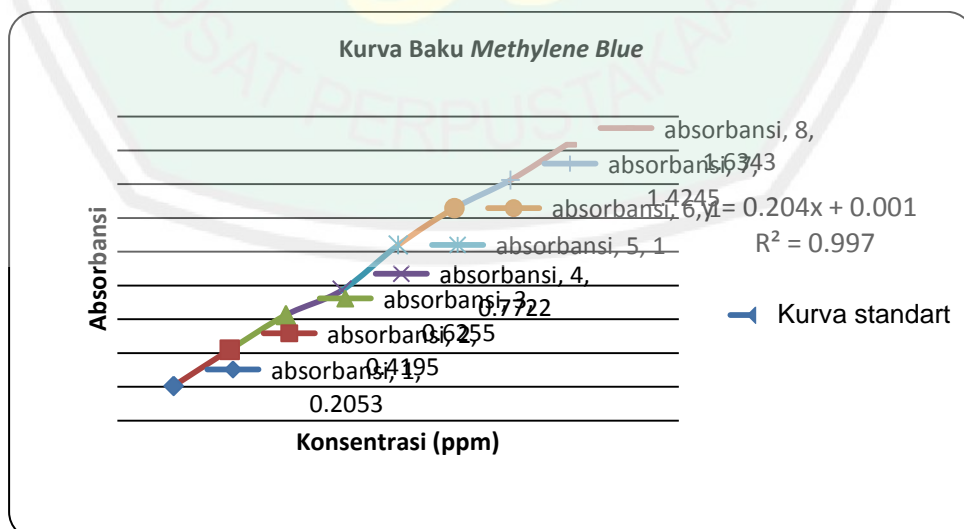
Berdasarkan grafik pada Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa *methylene blue* mengalami penurunan sampai mencapai kestabilan pada menit ke 40-50. Menurut Rohman (2007), untuk senyawa berwarna dengan bertambahnya waktu pengukuran, maka ada kemungkinan senyawa tersebut rusak atau terurai yang mengakibatkan intensitas warnanya menurun sehingga absorbansinya juga menurun. Karena alasan inilah, penentuan waktu operasional harus dilakukan untuk senyawa berwarna seperti *methylene blue*.



Gambar 4.9 Grafik waktu operasional *methylene blue*

4.4.2.3 Pembuatan Kurva Baku *Methylene Blue*

Penentuan kurva baku dilakukan dengan menggunakan berbagai konsentrasi larutan *methylene blue* yakni 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm. Pembuatan kurva baku bertujuan untuk menentukan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi *methylene blue*. Sehingga dari perlakuan tersebut didapatkan kurva baku seperti Gambar 4.10:



Gambar 4.10 Kurva baku *methylene blue*

Berdasarkan Gambar 4.10 ditunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi *methylene blue* maka semakin besar pula absorbansinya, sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa besarnya konsentrasi berbanding lurus dengan absorbansinya. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer, yang mana dari kurva baku tersebut didapatkan persamaan $y = 0,204x + 0,001$. Dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi *methylene blue*. Persamaan kurva baku yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan *methylene blue* yang tidak diketahui konsentrasinya hasil sisa yang tidak diadsorpsi oleh katalis pada analisis luas permukaan.

4.4.2.4 Penentuan Waktu Adsorpsi Optimum *Methylene Blue*

Waktu adsorpsi optimum adalah waktu yang diperlukan oleh suatu sampel (zeolit ataupun material komposit TiO_2 -zeolit) yang berperan sebagai adsorben untuk menyerap *methylene blue* dengan konsentrasi yang maksimum. Hasil perhitungan yang digunakan dalam penentuan waktu adsorpsi optimum dapat diketahui pada Lampiran 4.1, sehingga diperoleh nilai luas permukaan katalis yang tertutup adsorbat pada daerah waktu kontak yang ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Penyerapan optimum padatan terhadap *methylene blue*

Variasi waktu (menit)	Luas permukaan (m^2/gram)
40	16,4029
50	15,7445

Tabel 4.5 menunjukkan bahwa adsorpsi optimum terjadi pada menit ke 40. Semakin luas permukaan yang tertutup adsorbat maka semakin banyak adsorbat yang teradsorpsi oleh suatu padatan, sehingga dapat diasumsikan bahwa

semakin banyak pula situs-situs aktif yang tersedia pada adsorben untuk melakukan kontak dengan adsorbat. Luas permukaan sebanding dengan jumlah situs aktif pada suatu adsorben. Rianto (2012), menyebutkan bahwa semakin besar pori-pori adsorben maka semakin banyak molekul yang terserap dalam pori-pori adsorben, hal ini menunjukkan bahwa semakin besar luas permukaan adsorben.

4.4.2.5 Penentuan Luas Permukaan Spesifik Material Komposit TiO₂-Zeolit

Penentuan luas permukaan spesifik material komposit TiO₂-zeolit dilakukan pada waktu adsorpsi optimum yaitu menit ke 40. Rianto (2012), menyatakan bahwa pengukuran luas permukaan material komposit TiO₂-zeolit menggunakan pendekatan luas *methylene blue* dapat diketahui dengan banyaknya *methylene blue* yang teradsorpsi dalam pori. Setiap 1 molekul *methylene blue* mengisi volume pori TiO₂-zeolit sebesar $197,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$, dimana dalam setiap satu mol terdiri atas $6,02 \times 10^{23}$ molekul sesuai dengan bilangan Avogadro.

Tabel 4.6 Luas permukaan material komposit TiO₂-zeolit pada menit ke 40

Nama Padatan	Luas Permukaan Spesifik (m ² /gram)
H-zeolit	16,4029
TiO ₂ anatas-zeolit	13,6395
TiO ₂ rutil-zeolit	16,3469

Berdasarkan Tabel 4.6, ditunjukkan bahwa katalis H-zeolit memiliki luas permukaan spesifik yang lebih besar dibandingkan dengan material yang lain. Dengan adanya TiO₂ anatas maupun TiO₂ rutil dapat menurunkan luas permukaan katalis. Hal ini disebabkan ukuran kristal dari TiO₂ anatas ialah sebesar 48,09 nm, dan untuk TiO₂ rutil sebesar 195,43 nm. Ukuran kristal TiO₂ anatas dan TiO₂ rutil ialah lebih besar dari pori-pori zeolit jenis mordenit yaitu 6,7-7 Å/0,67-0,7 nm (Hasibuan, 2012). Hal ini dapat mengakibatkan TiO₂ sulit untuk masuk dalam

pori-pori zeolit. Penurunan luas permukaan spesifik juga dapat dimungkinkan karena penutupan pori zeolit oleh oksida logam. Sehingga diperoleh luas permukaan spesifik komposit TiO₂ rutil-zeolit dan komposit TiO₂ anatas-zeolit yaitu lebih kecil dibandingkan dengan H-zeolit.

Pada komposit TiO₂ rutil-zeolit dan komposit TiO₂ anatas-zeolit, luas permukaan spesifik secara berturut-turut sebesar 16,3469 m²/gram dan 13,6395 m²/gram. Hal ini mengalami penurunan luas permukaan bila dibandingkan dengan tanpa adanya proses pengembunan TiO₂ pada H-zeolit yaitu sebesar 16,4029 m²/gram. TiO₂ anatas yang memiliki ukuran kristal lebih kecil daripada rutil, menghasilkan luas permukaan spesifik komposit TiO₂ anatas-zeolit lebih kecil dibandingkan dengan komposit TiO₂ rutil-zeolit. Dalam 10 % TiO₂, ukuran anatas yang lebih kecil menghasilkan partikel TiO₂ yang lebih banyak dibandingkan TiO₂ rutil yang ukurannya sekitar 4 kali lebih besar. Sehingga diduga semakin banyak TiO₂ anatas yang dapat menutupi pori-pori zeolit dan menghalangi adsorpsi *methylene blue* oleh komposit TiO₂ anatas-zeolit, sehingga dihasilkan luas permukaan lebih kecil.

4.4.3 Hasil Karakterisasi Keasaman Total dengan Adsorpsi Amoniak

Sifat keasaman zeolit merupakan karakter penting untuk menentukan aktifitasnya dalam proses reaksi esterifikasi FFA. Hal ini disebabkan pada proses reaksi esterifikasi dibutuhkan suatu katalis yang bersifat asam. Keasaman adalah jumlah asam persatuan berat atau luas permukaan. Besaran ini diperoleh melalui pengukuran jumlah basa amoniak yang bereaksi dengan gugus asam padatan,

dimana jumlah basa amoniak dari fasa gas yang diadsorpsi oleh permukaan padatan adalah ekuivalen dengan jumlah asam pada permukaan padatan yang menyerap basa tersebut.

Hasil uji keasaman pada sampel H-zeolit, komposit TiO₂ anatas-zeolit dan komposit TiO₂ rutil-zeolit dapat diketahui pada Tabel 4.7 dengan perhitungan pada Lampiran 4.2.

Tabel 4.7 Hasil uji keasaman

Sampel	Keasaman (mmol/gram)
H-zeolit	0,5830
TiO ₂ anatas-zeolit	0,9075
TiO ₂ rutil-zeolit	0,5411

Berdasarkan hasil pada Tabel 4.8 menunjukkan bahwa jumlah keasaman komposit TiO₂ anatas-zeolit > H-zeolit > komposit TiO₂ rutil-zeolit. Hal ini disebabkan ukuran kristal TiO₂ anatas ialah sebesar 48,09 nm. Ukuran kristal TiO₂ anatas ialah lebih kecil dari TiO₂ rutil. Semakin kecil ukuran kristal mengakibatkan luas permukaan area dari TiO₂ anatas cukup tinggi. Menurut Nugrahaningtyas (2011), nilai keasamaan dipengaruhi oleh banyaknya situs aktif logam pada zeolit. Sehingga campuran oksida logam TiO₂ anatas diduga juga dapat berperan sebagai situs aktif yang dapat mengadsorpsi amoniak, sehingga jumlah amoniak yang teradsorpsi dari komposit TiO₂ anatas-zeolit lebih banyak dibandingkan dengan H-zeolit yang hanya memiliki situs asam Brønsted dan asam Lewis. Berdasarkan hasil uji keasaman tersebut disimpulkan bahwa adanya perlakuan modifikasi zeolit juga dapat meningkatkan nilai keasaman.

Komposit TiO₂ rutil-zeolit menghasilkan karakter keasaman lebih rendah daripada material yang lain. Fenomena ini dapat disebabkan oleh ukuran kristal

TiO₂ rutil yang besar yaitu 195,43 nm. Ukuran kristal TiO₂ rutil yang besar mengakibatkan dispersi TiO₂ rutil pada permukaan zeolit menjadi lebih sedikit akibat proses sintering. Dispersi TiO₂ rutil yang berukuran besar menyebabkan semakin sedikit jumlah TiO₂ rutil yang teremban pada zeolit, sehingga akan memberikan situs aktif yang sedikit. Oleh karenanya, situs-situs aktif oksida logam TiO₂ yang letaknya pada bagian permukaan saja yang dapat dijangkau oleh molekul amoniak dan memberikan karakter keasaman. Penurunan nilai keasaman juga dapat dimungkinkan karena penutupan pori zeolit oleh oksida logam. Sehingga diperoleh nilai keasaman komposit TiO₂ rutil-zeolit yaitu lebih kecil dibandingkan dengan material lain.

4.5 Hasil Preparasi Minyak Goreng Bekas menjadi FFA

Minyak goreng bekas merupakan minyak tumbuhan yang telah digunakan dalam menggoreng makanan. Minyak goreng bekas memiliki kandungan FFA yang tinggi, namun dimungkinkan masih terdapat trigliserida yang terkandung dalam minyak goreng tersebut. Sehingga perlu dilakukan preparasi pada minyak goreng bekas, sebelum digunakan dalam proses esterifikasi FFA untuk produksi biodiesel.

Preparasi minyak goreng bekas diawali dengan minyak goreng bekas disaring untuk menghilangkan pengotor padat. Akan tetapi sebelum proses penyaringan, terlebih dahulu dilakukan pemanasan minyak goreng bekas pada suhu sekitar 30-35 °C untuk mempermudah dalam proses penyaringan karena minyak goreng bekas menjadi lebih encer. Adanya pemanasan pada minyak

goreng bekas mengakibatkan viskositasnya menjadi semakin kecil, sehingga menyebabkan molekul-molekul pada minyak bergerak lebih cepat.

Minyak goreng bekas hasil penyaringan dicampurkan dengan air dan dipanaskan untuk mendapatkan FFA yang lebih banyak. FFA diperoleh dari proses hidrolisa, yaitu penguraian lemak atau trigliserida oleh molekul air yang menghasilkan FFA dan gliserol. Kemudian dilakukan proses penyaringan minyak goreng bekas kedua kalinya untuk memisahkan pengotor padat yang mungkin masih tersisa dan berukuran kecil. Proses pemisahan juga dilakukan dengan menggunakan corong pemisah, hal ini ditujukan untuk memisahkan gliserol dan FFA.

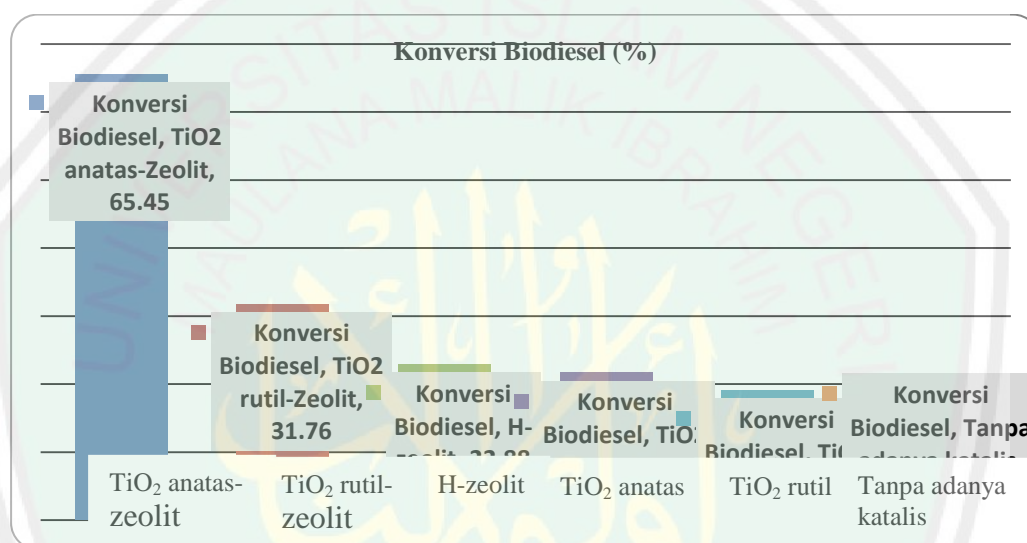
4.6 Hasil Uji Aktivitas Material Komposit TiO_2 Anatas-Zeolit dan TiO_2 Rutil-Zeolit pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas

Material yang telah dikarakterisasi kemudian digunakan sebagai katalis pada reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas. Masing-masing material katalis digunakan untuk mengubah FFA menjadi metil ester, sehingga kandungan FFA akan berkurang. Reaksi esterifikasi FFA dengan metanol membutuhkan katalis asam untuk mempercepat proses reaksi, sehingga reaksi esterifikasi dapat dilakukan dengan cepat. Reaksi esterifikasi dilakukan pada suhu kamar selama 6 jam dengan menggunakan radiasi sinar UV pada panjang gelombang 366 nm.

Hasil reaksi esterifikasi selanjutnya dianalisis jumlah FFA menggunakan metode titrasi asam-basa. Titik ekuivalen titrasi ditandai dengan terjadinya perubahan warna larutan dari kuning menjadi merah muda. Dengan tercapainya

titik ekuivalen titrasi maka dapat diketahui jumlah FFA dari minyak, dengan cara menggunakan persamaan 3.4.

Konversi FFA menjadi metil ester yang dilakukan menggunakan metode titrasi asam-basa dan % efektifitas penggunaan masing-masing katalis didapatkan hasil pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Hasil konversi biodiesel

Tabel 4.8 Hasil konversi FFA dan % efektifitas penggunaan katalis

Reaksi Esterifikasi dengan menggunakan katalis	Hasil Konversi (%)	% Efektifitas
Tanpa adanya katalis	5,89	0
Komposit TiO ₂ anatas-zeolit	65,45	59,56
Komposit TiO ₂ rutil-zeolit	31,76	25,87
H-zeolit	22,88	16,99
TiO ₂ anatas	21,66	15,77
TiO ₂ rutil	19,06	13,17

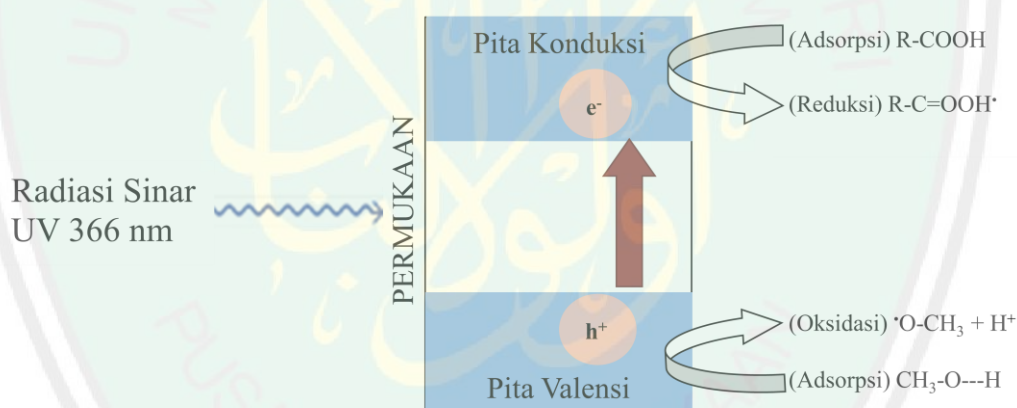
Berdasarkan Tabel 4.8 ditunjukkan efektifitas dari katalis komposit TiO₂ anatas-zeolit, komposit TiO₂ rutil-zeolit, H-zeolit, TiO₂ anatas, dan TiO₂ rutil. Tanpa adanya katalis, konversi FFA yang dihasilkan adalah sebesar 5,89 %. Dengan adanya katalis komposit TiO₂ anatas-zeolit 1,5/10 (b/b) dihasilkan

konversi FFA sebesar 65,45 %. Dengan demikian terjadi peningkatan efektifitas konversi sebesar 59,56 %. Adanya katalis komposit TiO₂ rutil-zeolit 1,5/10 (b/b) dihasilkan konversi FFA sebesar 31,76 %, yang mana terjadi peningkatan efektifitas konversi sebesar 25,87 %. Hal ini menunjukkan peranan gabungan masing-masing komponen dari komposit TiO₂-zeolit.

Zeolit alam yang telah diaktivasi kimia dan fisika yaitu H-zeolit bersifat asam, sehingga dapat digunakan sebagai katalis dalam proses esterifikasi FFA. Pada penggunaannya dihasilkan konversi sebesar 22,88 %. Namun setelah dilakukan penggabungan dengan TiO₂ anatas dan rutil dihasilkan konversi yang lebih besar yaitu 65,45 % dan 31,76 %. Hasil tersebut juga lebih besar dari konversi FFA dengan katalis tunggal TiO₂ anatas (21,66 %) dan TiO₂ rutil (19,06 %). Kenaikan konversi terbesar diperoleh pada katalis komposit TiO₂ anatas-zeolit. Hasil tersebut menunjukkan adanya efek positif ketika digabungkan dengan sistem komposit. Hasil ini relevan dengan hasil analisis keasaman total dari komposit TiO₂ anatas-zeolit dimana situs aktif katalis TiO₂ anatas-zeolit adalah lebih besar, sehingga lebih efektif pada proses konversi FFA. Menurut Trisunaryanti (2005), suatu logam dapat secara langsung berperan sebagai suatu katalis tanpa diimbangkan terlebih dahulu pada pengemban. Begitu juga dengan oksida logam seperti semikonduktor TiO₂ anatas dan rutil yang dapat berperan dalam proses katalisis, tanpa diimbangkan terlebih dahulu pada H-zeolit. Akan tetapi dengan diimbangkan pada H-zeolit terbukti dapat meningkatkan efektifitas dari proses katalisis. Pendispersian TiO₂ pada pengemban H-zeolit diduga dapat

mencegah sintering dan dapat meningkatkan *lifetime* fotokatalis dengan adanya penyinaran UV.

Adanya radiasi UV pada λ 366 nm, maka elektron (e^-) pada pita valensi semikonduktor TiO_2 akan berpindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*) pada pita valensi. Selanjutnya *hole* akan bereaksi dengan pereaksi (metanol) dan menghasilkan $\text{CH}_3\text{O}^\cdot$. Untuk elektron yang ada pada pita konduksi akan bereaksi dengan FFA dan menghasilkan $\cdot\text{HOOC-R}$, yang kemudian bereaksi dengan $\text{CH}_3\text{O}^\cdot$ dan membentuk produk akhir metil ester yang ditunjukkan pada Gambar 4.12.



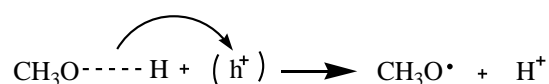
Gambar 4.12 Skema proses fotokatalisis pada semikonduktor TiO_2

Dari hasil yang telah diuraikan, konversi FFA dapat dipengaruhi oleh struktur dari TiO_2 , luas permukaan dan keasaman katalis. Dengan struktur TiO_2 yang berbeda maka dihasilkan konversi FFA yang berbeda pula. Struktur TiO_2 anatas menghasilkan aktivitas konversi FFA yang lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 rutil. Ukuran kristal TiO_2 anatas lebih kecil dibandingkan TiO_2 rutil. Semakin kecil ukuran kristal dari TiO_2 maka semakin banyak situs aktif yang terdispersi di permukaan zeolit, sehingga keasaman meningkat dan konversi FFA

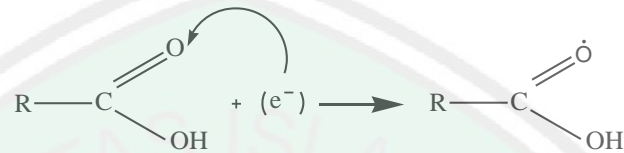
yang dihasilkan juga semakin besar. Sebaliknya, semakin kecil ukuran TiO₂ maka akan semakin banyak partikel TiO₂ anatas yang dapat menutup pori-pori zeolit sehingga luas permukaan spesifiknya menjadi turun. Sehingga TiO₂ anatas yang ukuran kristalnya 4 kali lebih kecil dari TiO₂ rutil maka luas permukaan spesifiknya menjadi turun.

Tahapan reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan metanol dengan menggunakan komposit TiO₂-zeolit ialah sebagai berikut (Corro, dkk., 2013):

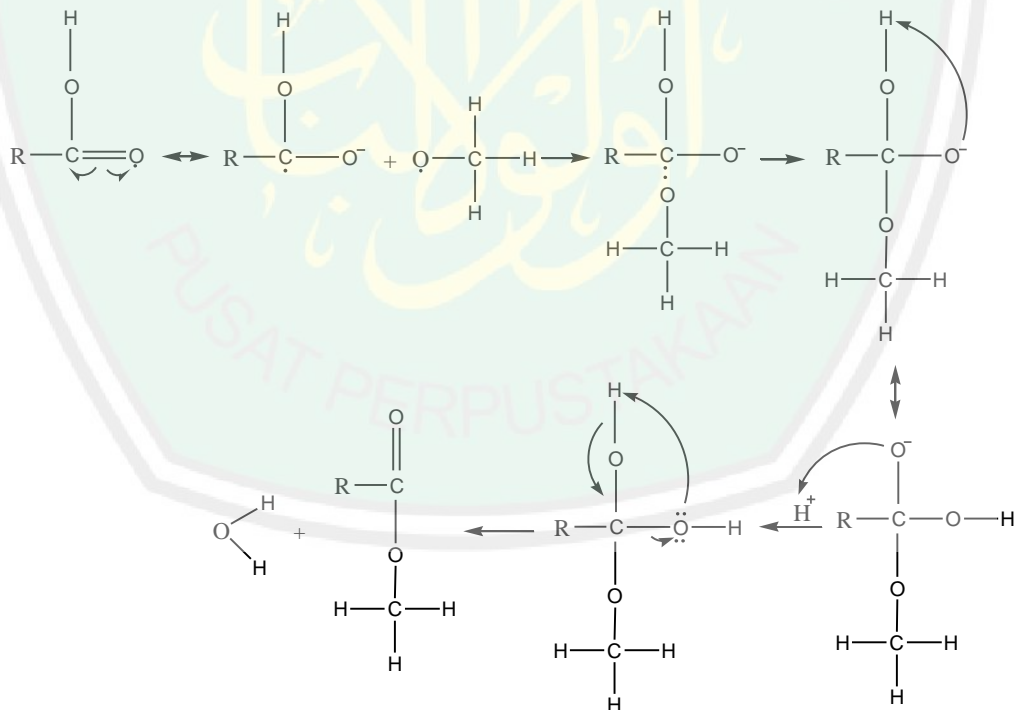
1. Transfer metanol (CH₃OH) dan FFA (HOOC-R) ke permukaan fotokatalis TiO₂-zeolit.
2. Adsorpsi metanol dan FFA pada permukaan fotokatalis. FFA teradsorpsi pada Ti²⁺ yang bertindak sebagai situs asam Lewis, dan metanol teradsorpsi pada atom oksigen yang bertindak sebagai situs basa Lewis.
3. Reaksi dalam fase teradsorpsi mengikuti langkah-langkah berikut :
 - Energi foton dari sinar UV sebesar 366 nm (lebih besar dari band gap TiO₂ baik fasa anatas (388 nm) maupun rutil (401 nm)) terserap oleh fotokatalis TiO₂. Hal ini menyebabkan tereksitasinya sejumlah elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Peristiwa ini menyebabkan terbentuknya pasangan elektron-*hole* dalam semikonduktor TiO₂.
 - *Hole* (h⁺) dapat bereaksi dengan CH₃OH yang teradsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO₂ , menghasilkan ion hidrogen dan CH₃O[•] radikal:



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



4. Terbentuk H^+ , $\bullet\text{O-CH}_3$, dan $\bullet\text{HOOC-R}$, kemudian akan bereaksi membentuk intermediet dan produk akhir yang ditunjukkan pada Gambar 4.13.
5. Desorpsi dari metil ester asam lemak (biodiesel) dan air akan dihasilkan selama reaksi fotoesterifikasi FFA.



Gambar 4.13 Skema fotoesterifikasi FFA minyak goreng bekas dengan menggunakan material komposit TiO_2 -zeolit alam teraktivasi

4.7 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Berdasarkan penelitian ini diketahui bahwa zeolit alam dapat mengkatalisis reaksi esterifikasi FFA pada minyak goreng bekas untuk produksi biodiesel. Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif pengganti BBM (Bahan Bakar Minyak). BBM adalah bahan bakar yang terbuat dari minyak bumi dan batu bara. Penggunaan BBM yang semakin meningkat, mengakibatkan cadangan minyak bumi akan habis sekitar 60 tahun yang akan datang. Selain itu, penambangan minyak bumi dan batu bara secara berlebih-lebihan akan mengakibatkan berkurangnya debit air sungai dan tanah, pencemaran air, kerusakan hutan (Suhala, dkk., 1995). Produksi biodiesel dapat dilakukan dengan bahan baku minyak goreng bekas.

Penggunaan minyak goreng bekas dalam produksi biodiesel merupakan suatu pemanfaatan limbah rumah tangga maupun industri, dan untuk mengurangi pencemaran lingkungan. Pembuangan minyak goreng bekas yang memiliki kandungan organik yang cukup tinggi dapat menyebabkan terjadinya pencemaran lingkungan (air dan tanah), sehingga dapat membahayakan kelangsungan makhluk hidup yang ada didalamnya dan kerusakan lingkungan. Larangan untuk melakukan perusakan lingkungan telah dijelaskan dalam al-Qur'an 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 berbuat kerusakan di muka bumi sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepadanya rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Ayat diatas merupakan larangan pelampauan batas dengan cara perusakan bumi (seperti penambangan minyak bumi dan batu bara secara besar-besaran). Alam raya telah diciptakan oleh Allah SWT dalam keadaan yang sangat harmonis, serasi dan memenuhi kebutuhan makhluk. Allah telah menjadikan baik, bahkan memerintahkan hamba-hambaNya untuk memperbaikinya (Shihab, 2003).

Zeolit alam yang diperoleh dari alam masih berupa zeolit yang mengandung banyak pengotor, dan jika zeolit alam ini langsung digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi FFA pada minyak goreng bekas maka daya katalisisnya rendah, sehingga perlu di lakukan komposit dengan fotokalis TiO_2 untuk meningkatkan daya katalisisnya. Hal ini terbukti dari nilai konversi FFA untuk komposit TiO_2 -zeolit anatas lebih besar dari pada H-zeolit. Dimana dalam penelitian ini nilai konversi FFA untuk komposit TiO_2 -zeolit anatas adalah 65,45 % dan 22,88 % untuk H-zeolit.

Ditinjau dari segi kemanfaatannya, komposit TiO_2 -zeolit anatas dapat meningkatkan konversi FFA, sehingga metil ester (biodiesel) yang terbentuk semakin besar. Perbuatan memperbaiki sesuatu menjadi lebih baik merupakan perbuatan amal shaleh yang dianjurkan dalam islam. Hal ini sesuai dengan perintah Allah SWT yang terdapat dalam al Qur'an surat an Nahl ayat 97.

مَنْ عَمِلَ صَالِحًا مِّنْ ذَكَرٍ أَوْ أُنْثَىٰ وَهُوَ مُؤْمِنٌ فَلَنُحْيِيَنَّهٗ حَيٰوةً طَيِّبَةً ۖ وَلَنَجْزِيَنَّهُمْ أَجْرَهُمْ بِأَحْسَنِ مَا كَانُوا يَعْمَلُونَ ﴿٩٧﴾

Artinya: “Barangsiapa yang mengerjakan amal saleh, baik laki-laki maupun perempuan dalam keadaan beriman, Maka Sesungguhnya akan kami berikan kepadanya kehidupan yang baik, Dan sesungguhnya akan kami beri balasan kepada mereka dengan pahala yang lebih baik dari apa yang telah mereka kerjakan”. (Q.S an Nahl ayat 97)

Ayat diatas merupakan janji dari Allah SWT bagi orang yang mengerjakan amal shalih, yaitu amal yang mengikuti al-Qur'an dan sunnah Nabi-Nya, baik laki-laki maupun perempuan yang hatinya beriman kepada Allah dan RasulNya (Abdullah, 2007). *“Dan sesungguhnya akan kami beri balasan kepada mereka”*, maksudnya di akhirat kelak *“Dengan pahala yang lebih baik dari apa yang telah mereka kerjakan”*(Al Qurthubi, 2009). Kehidupan yang baik mencakup seluruh bentuk ketenangan (Abdullah, 2007).



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil karakterisasi XRD pada komposit TiO_2 -zeolit alam teraktivasi menunjukkan telah terbentuk sistem komposit antara TiO_2 dengan H-zeolit. Luas permukaan H-zeolit, komposit TiO_2 anatas-zeolit dan komposit TiO_2 rutil-zeolit berturut-turut adalah sebesar 16,4029; 13,6395; dan 16,3469 m^2/gram , sedangkan keasaman katalis adalah 0,5830; 0,9075 dan 0,5411 mmol/g. Adanya perbedaan ukuran partikel dari TiO_2 mengakibatkan perbedaan luas permukaan spesifik dan keasaman total dari komposit TiO_2 -zeolit.
2. Uji aktivitas reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas dengan material komposit TiO_2 anatas-zeolit lebih baik dari pada material komposit TiO_2 rutil-zeolit, H-zeolit dan fotokatalis TiO_2 anatas dan rutil dengan konversi biodiesel sebesar 65,45 % hasil metode titrasi asam-basa.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan sintesis komposit TiO_2 -zeolit menggunakan metode sintesis lain untuk mendapatkan komposit TiO_2 -zeolit dengan perbandingan yang lebih tepat.
2. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan analisis SEM untuk mengetahui dispersi TiO_2 pada H-zeolit
3. Perlu dilakukan penelitian lanjutan adanya variasi perbandingan metanol dan minyak goreng bekas untuk mengetahui efektifitasnya dalam reaksi esterifikasi FFA minyak goreng bekas.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 2*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Abdullah. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 3*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Abdullah. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Afrozi, A. S.. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbagai Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air. *Tugas Akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Jakarta: Fakultas Teknik, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Indonesia.
- Akbar, R.. 2012. Karakteristik Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Menggunakan Metil Asetat Sebagai Pensuplai Gugus Metil. *Tugas Akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Al-Jazairi, Syaikh Abu Bakar Jabir. 2007. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar/Syaikh Abu Bakar Jabir Al-Jazairi*. Jakarta: Darus Sunnah.
- Al-Maraghi, Ahmad Mustafa. 1993. *Terjemah tafsir Al-Maraghi Jilid 4*. Semarang: Toha Putra
- Al Qurthubi, Syaikh Imam. 2009. *Tafsir Al Qurthubi/Syaikh Imam Al Qurthubi*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Arryanto, Y., Hermawan, P.. 2009. Karakterisasi Material Berpori dengan Adsorpsi Gas. *Material Canggih; Rekayasa Material Berbasis Sumber Daya Alam Silika-Alumina*. Yogyakarta : Kelompok Minat Material Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada.
- Aziz, I., Nurbayti, S., dan Rahman, A. 2012. Penggunaan Zeolit Alam sebagai Katalis dalam Pembuatan Biodisel. *Valensi*, Vol. 2 No. 4, 511-515.
- Balia, M. L.. 2011. *Indonesia's National Energy Security Policy*. Presenting in KEEI-ACE Joint Research 2012. 2 May 2011.
- Banon, C dan Suharto, E. 2008. Adsorpsi Amoniak oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*, Vol. 4 No. 2: 354-360.
- Botianovi, A.. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari Mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (*Cetyltrimethylammoniumbromide*). *Tugas Akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Malang: Jurusan Kimia Fakultas

Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Byrappa, K., Subramani, A.K., Ananda, S., Rai, K. M. L., Dinesh, R., dan Yoshimura, M. 2006. Photocatalytic Degradation of Rhodamine B Dye Using Hydrothermally Synthesized ZnO. *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 29, No. 5, hlm. 433-438.
- Castro, A.L., Nunes, M.R., Carvalho, A.P., Costa, F.M., dan Florêncio, M.H. 2008. Synthesis of Anatase TiO₂ Nanoparticles With High Temperature Stability and Photocatalytic Activity. *Solid State Sciences*, Vol. 10: 602-606.
- Choudhury, B. dan Choudhury, A. 2013. Local Structure Modification and Phase Transformation of TiO₂ Nanoparticles Initiated by Oxygen Defects, Grain Size, and Annealing Temperature. *International Nano Letters*, Vol. 3, No. 55.
- Corro, G., Pal, U., dan Tellez, N. 2013. Biodiesel Production from Jatropha Curcas Crude Oil using ZnO/SiO₂ Photocatalysts for Free Fatty Acid Esterification. *Applied Catalysts B: Environmental*, Vol. 129: 39-47.
- Darmanto, S. dan Ireng S.A.. 2006. Analisa Biodiesel Minyak Kelapa sebagai Bahan Bakar Alternatif Minyak Diesel. *Traksi*, Vol. 4, No.2
- Darnoko, Herawan T, Guritna P. 2001. Teknologi Produksi Biodiesel dan Prospek Perkembangan di Indonesia. *Warta PPKS*, Vol. 9 No. 1: 17-27.
- Dony, N., Azis, H., dan Syukri. 2013. Fotodegradasi Biru Metilen di Bawah Sinar Matahari oleh ZnO-SiO₂ yang dibuat dengan Metode *Solid State Reaction*. *Media Sains*, Vol. 5 No. 1: 66-74.
- Fatimah, I.. 2000. Penggunaan Na-Zeolit Alam Teraktivasi sebagai Penukar Ion Cr³⁺ dalam Larutan. *Logika*, Vol. 4 No 5.
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gates, B.C. 1992. *Catalytic Chemistry*. New York: John Wiley and Sons Inc.
- Hanaor, D. A. H. dan Sorrell, C. C. 2011. Review of The Anatase to Rutile Phase Transformation. *J Mater Sci*, Vol. 46: 855-874.
- Hasibuan, R. A.. 2012. Modifikasi Zeolit Alam dengan TiO₂ untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Tugas akhir/Skripsi* Tidak

Diterbitkan. Jakarta: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

- Hidayah, C. N.. 2004. Sintesis Katalis Co/FAAH, Ni/FAAH, dan Cu/FAAH: Hubungan Pola Pengembangan dengan Urutan Nomor Atom Logam Katalis dalam Sistem Periodik Unsur. *Tugas akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Surakarta: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Huuhtanen, M. 2006. Zeolite Catalysts in the Reduction of NO_x in Lean Automotive Exhaust Gas Conditions. *Thesis*. Oulu: Faculty of Technology Department of Process and Environmental Engineering University of Oulu.
- Ketaren, S.. 2005. *Pengantar Teknologi Dan Lemak Pangan*. Jakarta: Penerbit UI-Press.
- Khaidir. 2011. Modifikasi Zeolit Alam sebagai Material *Molecular Sieve* dan Aplikasinya pada Proses Dehidrasi Bioetanol. *Tesis* Tidak Diterbitkan. Bogor: Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.
- Kuncahyo, P., Fathallah, A.Z.M., Semin. 2013. Analisa Prediksi Potensi Bahan Baku Biodiesel sebagai Suplemen Bahan Bakar Motor Diesel di Indonesia. *Jurnal Teknik Pomits*, Vol. 2 No. 1.
- Lestari, D. Y.. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia UNY*. 30 Oktober 2010.
- Licciulli, H., Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universitas Degli: Studio Di Lecce.
- Marchetti, J. M., dan Errazu, A. F.. 2008. Comparison of Different Heterogeneous Catalysts and Different Alcohols for The Esterification Reaction of Oleic Acid. *Fuel*, Vol. 87: 3477-3480.
- Marlupi, I. 2003. Desinfeksi *Escherichia coli* Melalui Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Bubuk Fase *Rutile*. *Tugas Akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Bogor: Jurusan Fisika FMIPA Universitas Institut Pertanian Bogor.
- Nugrahaningtyas, K. D., Trisunaryanti, W., Triyono, Nuryono, dan Maruto, D.. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Monometal Mo/USY. *ALCHEMY jurnal penelitian kimia*, Vol. 8 No. 1: 34-46.
- Othmer dan Kirk. 1995. *Encyclopedia of Chemical Technology Editions 4*. New York: J. Wiley.

- Palupi, E.. 2006. Degradasi Mrthylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis menggunakan Film TiO₂. *Tugas Akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Bogor: Jurusan Fisika FMIPA Universitas Institut Pertanian Bogor.
- Platon, A. dan Thomson. W. J. 2003. Quantitative Lewis/ Brønsted Ratios using DRIFTS. *Applied Catalysis Industrial Engineering Chemistry Research*, Vol 42: 5988-5992.
- Prambasto, S. B. U. 2013. Sintesis Fotokatalis M/TiO₂ dan Aplikasinya untuk Dekomposisi Air. *Tugas Akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Qamar, M. dan Muneer, M.. 2009. A Comparative Photocatalytic Activity of Titanium Dioxide and Zinc Oxide Investigating the Degradation of Vanillin. *Desalination*, Vol 249: 535-540.
- Radiansono, Irawan, Ch., dan Mujiyanti, D.R.. 2009. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni, Co yang Diimbangkan pada Zeolit-ZCP-50 Menggunakan Metode Matrik Polimer. *Sains dan Terapan Kimia*, Vol.2 No.1: 1-13.
- Rakhmatullah, D.K.A., Wiradani, G., dan Ariyanto, N.P. 2007. Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Memurnikan Bioetanol. *Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri*. Bandung: ITB.
- Rianto, L. B.. 2012. Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang dengan Penambahan Logam Titanium Menggunakan Metode Impregnasi. *Tugas Akhir/Skripsi* Tidak Diterbitkan. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Riesthandie. 2010. Pemanfaatan Cu-NaA dan NaA dengan Prekursor SiO₂ dari Sekam Padi untuk Adsorpsi Gas NO_x. *Tugas Akhir* Tidak Diterbitkan. Surabaya: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Setiadi dan Pertiwi, A.. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa ABE menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS 2007*.
- Setyawan, D.. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 3 No. 2.

- Shihab, M. Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Siswodiharjo. 2006. Reaksi Hidrorengkah Katalis Ni/Zeolit, Mo/Zeolit, NiMo/Zeolit terhadap Parafin. *Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan*. Surakarta: Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.
- Slamet, Ellyana, M., dan Bismo, S.. 2008. Modifikasi Zeolit Alam Lampung dengan Fotokatalis TiO_2 melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya untuk Penyisihan Fenol. *Jurnal Teknologi*, Edisi No 1.
- Slamet, Ermawati, R., Ratnawati, E., Naimah, S.. 2010. Degradasi Fotokatalisis Limbah Fenol dengan Komposit TiO_2 -*Precipitated Calcium Carbonate*. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol.12 No.1: 1-6.
- Slamet, Syakur, R., dan Danumulyo, W.. 2003. Pengolahan Limbah Logam Berat *Chromium (VI)* dengan Fotokatalis TiO_2 . *Makara, Teknologi*, Vol 7 No 1.
- Sudjipto, A.T. 2012. *Pemodelan Perilaku Kembang Tiga Dimensi Tanah Lempung Ekspansif Menggunakan Oedometer Modifikasi*. Yogyakarta: UGM
- Sudradjat, Marsubowo, A., dan Yuniarti, K.. *Pengaruh Penggunaan Zeolit Sebagai Katalis dalam Proses Esterifikasi terhadap Rendemen dan Kualitas Biodiesel Asal Minyak Jarak Pagar (Jatropha Curcas L.)*. Bogor: Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Sugiarti dan Amiruddin, St. Z.. 2008. Pengaruh Jenis Aktivasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Zeolit pada Ion Kromium (VI). *Jurnal chemica*, Vol 9 No 2: 20-25.
- Sugiarti, M..2012. Sintesis Hidrotermal dan Karakterisasi Kristal Titanium Dioksida (TiO_2). *Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan*. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Suhala, S. A. F. Yoesoef dan Muta'alim. 1995. *Teknologi Pertambangan Indonesia*. Jakarta: Direktorat Jendral Pertambangan Umum Departemen Pertambangan dan Energi.
- Suharto, T. E., Gustian, I. dan Sundaryono, A.. 2007. Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Bifungsional dari Zeolit Alam. *Jurnal Gradien*, Vol 3 No 2: 267-272.
- Suirta, I. W.. 2009. Preparasi Biodiesel dari Minyak Jelantah Kelapa Sawit. *Jurnal Kimia*, Vol. 3 No. 1: 1-6.

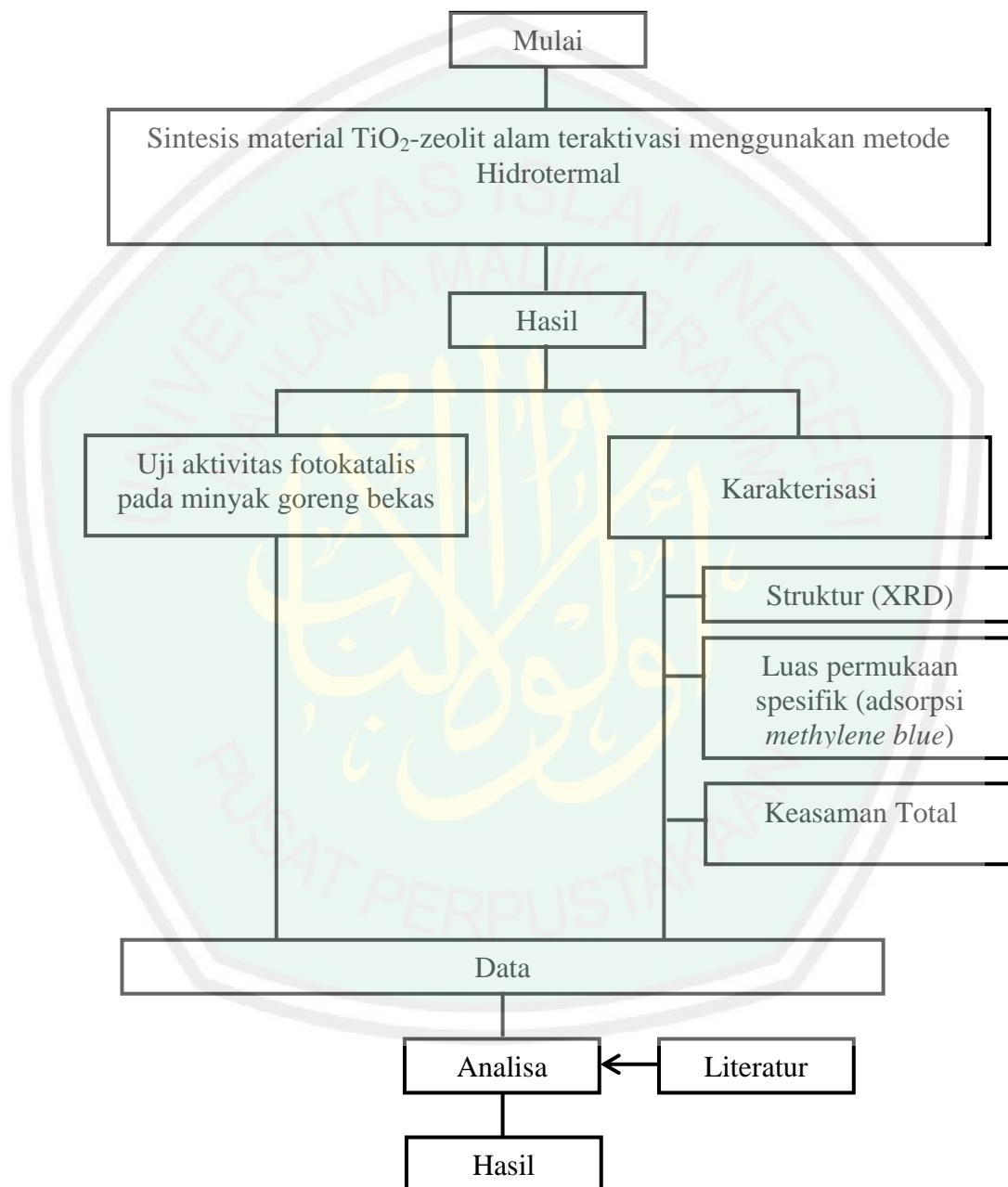
- Supandi, Purwanto, A., dan P, Bambang Heru. 1999. Analisis Stuktur Kristal Klinoptilolit dan Mordenit Alam. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah*. P3TM-BATAN. 14-15 Juli 1999.
- Syafii, F., Sugiarti, S., dan Charlena. 2010. Modifikasi Zeolit Melalui Interaksi Dengan $\text{Fe}(\text{OH})_3$. *Prosiding Seminar Nasional Sains III*, November: 307-315.
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi, J.. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO_2 sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Makara, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, Vol. 5 No. 2: 81-91.
- Trisunaryanti, W.. 2009. *Zeolit Alam Indonesia: Sebagai Absorben Dan Katalis dalam Mengatasi Masalah Lingkungan dan Krisis Energi*. Yogyakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., Sudiono, S. 2005. Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin*, Vol. 10 No. 4: 269 -282.
- Trisunaryanti, W., Triyono, Rizki, C. N., Saptoadi, H., Alimuddin, Z., Syamsiro, M., dan Yoshikawa, K.. 2013. Characteristic of Metal Supported-Zeolite Catalysts for Hydrocracking of Polyethylene Terephthalat. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, Vol. 3:29-34.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyoono, Sugiharto, E.. 2006. Preparasi dan Karakterisasi TiO_2 -Zeolit serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik. *Indo. J. Chem*, Vol. 6 No. 3:231-237.
- Valentina. 2011. Uji Kinerja Komposit Pt-N-TiO₂ Nanotubes yang Diaktivasi Sinar Tampak untuk Produksi Hidrogen dari Air dan Gliserol. *Tugas Akhir/Skripsi Tidak Diterbitkan*. Depok: Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Widhayani, D. A. A., dan Pratapa, S.. *Sintesis Titanium Dioksida (TiO₂) dengan Metode Kopersipitasi dari Serbuk Titanium Terlarut dalam HCl*. Surabaya: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Wijono, R.A.. 2010. Rancangan Strategi Perencanaan Industri Biodiesel Kelapa Sawit yang Ramah Lingkungan dan Berkelanjutan. *Tesis Tidak Diterbitkan*. Jakarta: Fakultas Teknik Pascasarjana Teknik Industri Universitas Indonesia.

Yuliusman, W., P. Widodo, S., N. Yulianto, dan P., Yuda. 2010. Preparasi Zeolit Alam Lampung dengan Larutan HF, HCl, dan Kalsinasi untuk Adsorpsi Gas CO. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*. ISSN: 1411-4216.



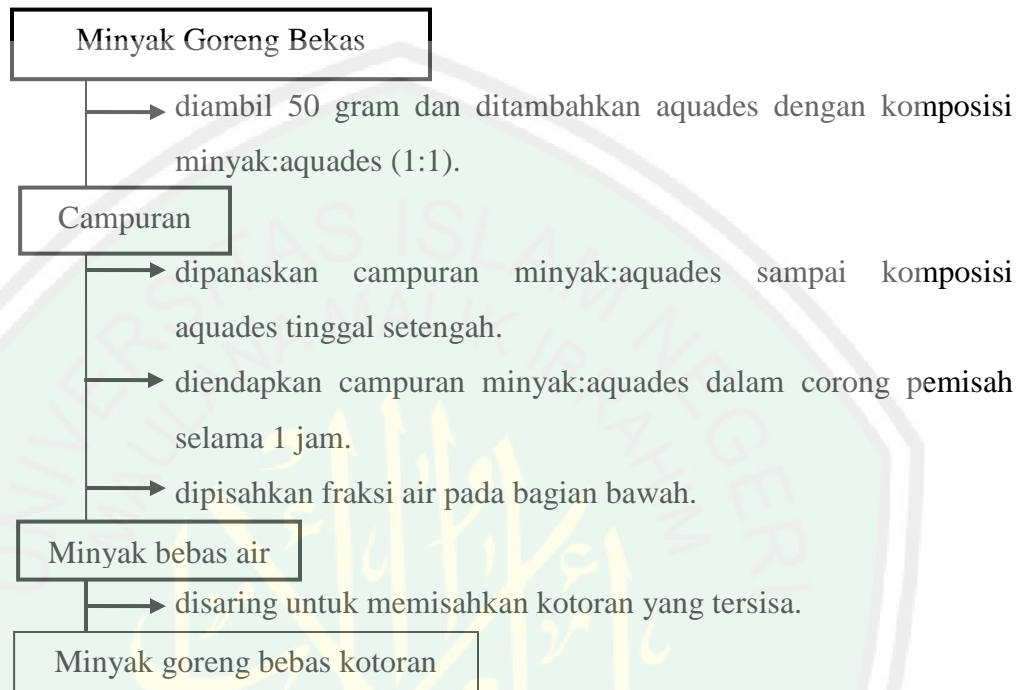
LAMPIRAN-LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir Penelitian

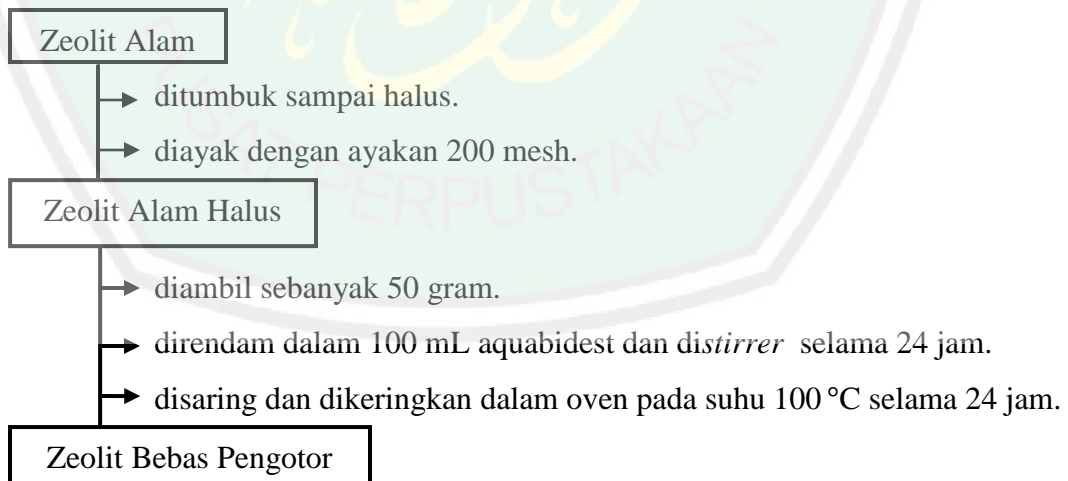


Lampiran 2. Skema Kerja

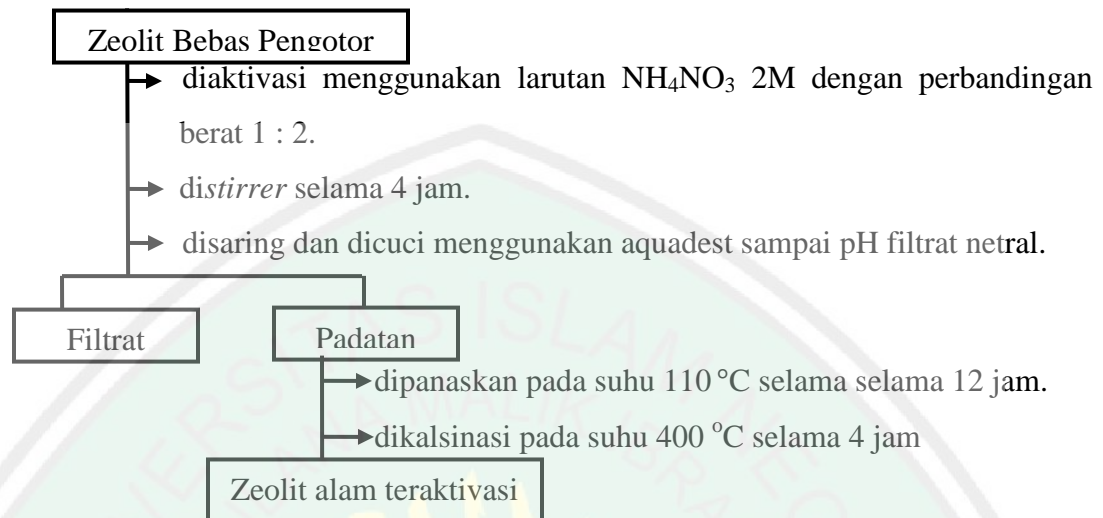
L.2.1 Preparasi Minyak Goreng Bekas



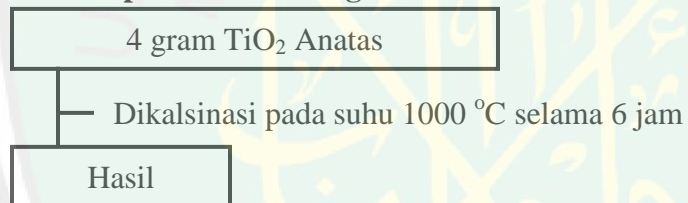
L.2.2 Preparasi Zeolit Alam



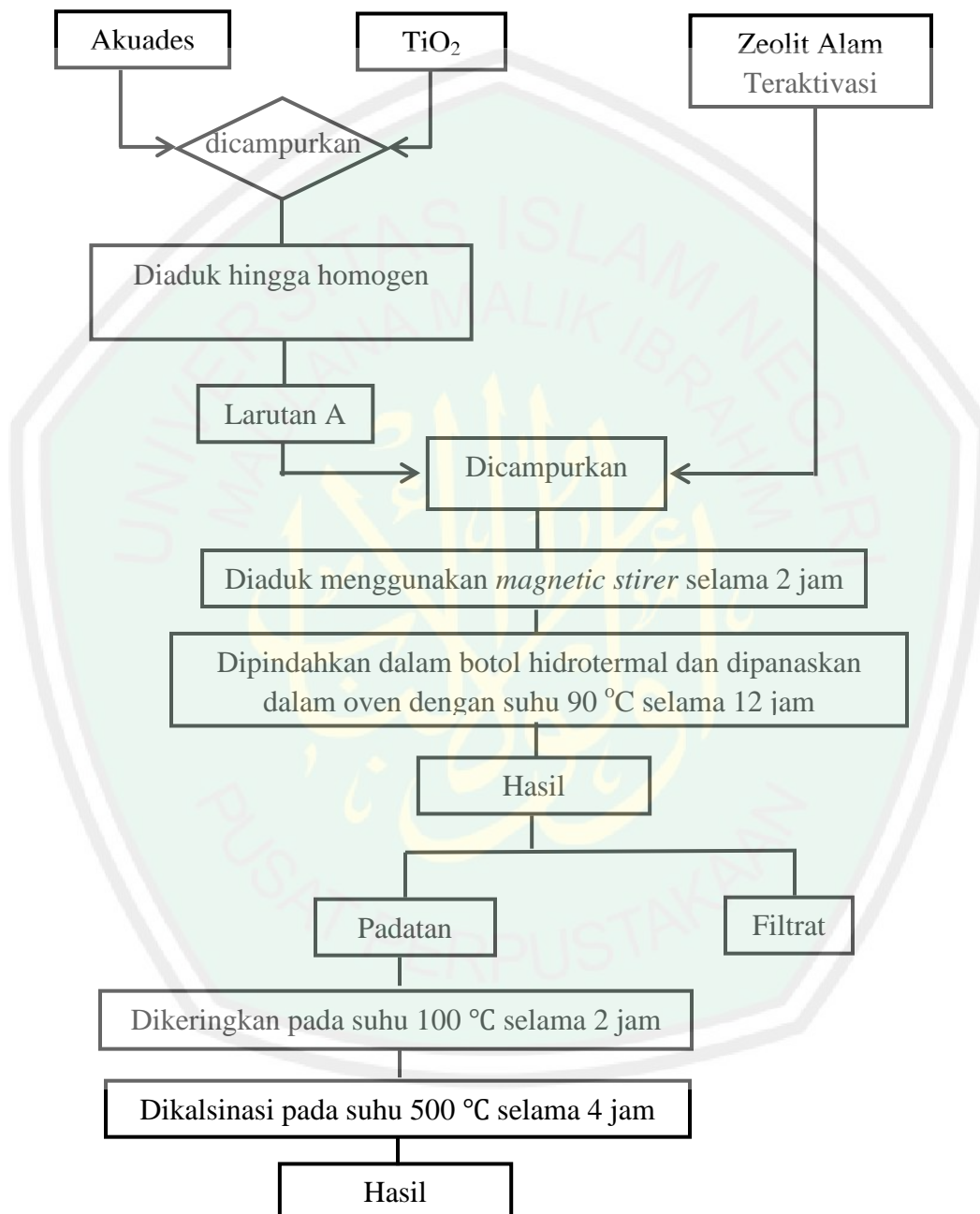
L.2.3 Aktivasi Zeolit



L.2.4 Preparasi TiO_2 dengan Struktur Rutil

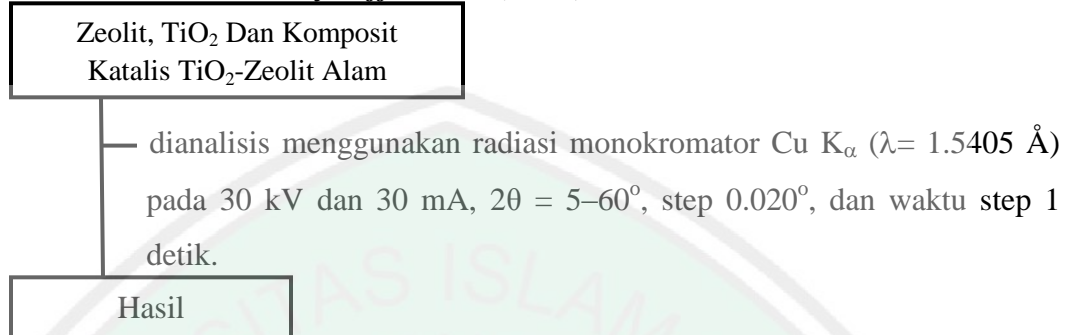


L.2.5 Sintesis Komposit Fotokatalis TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Hidrotermal



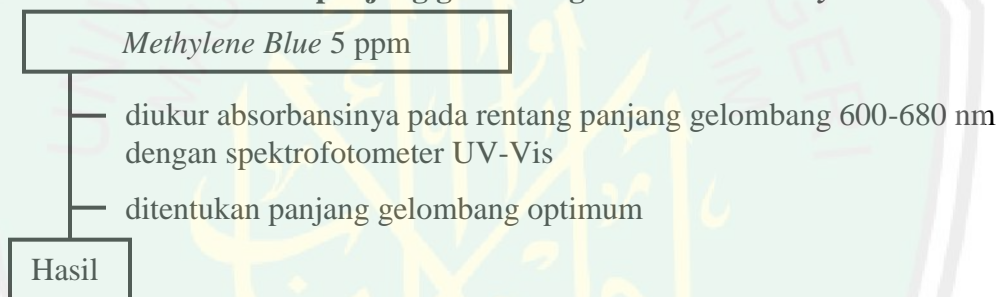
L.2.6 Karakterisasi

L.2.6.1 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

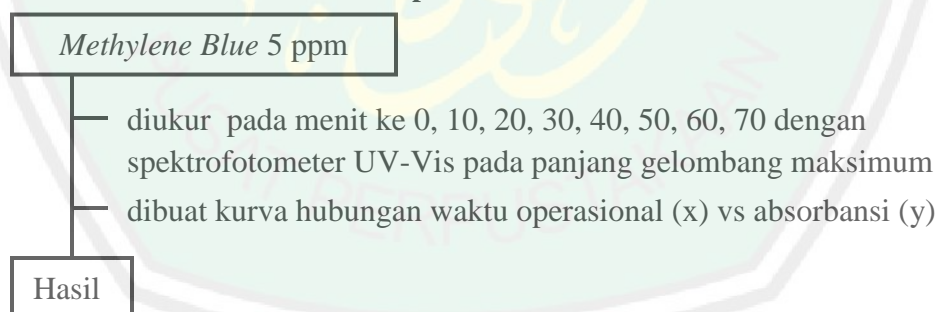


L.2.6.2 Karakterisasi Adsorpsi *Methylene Blue*

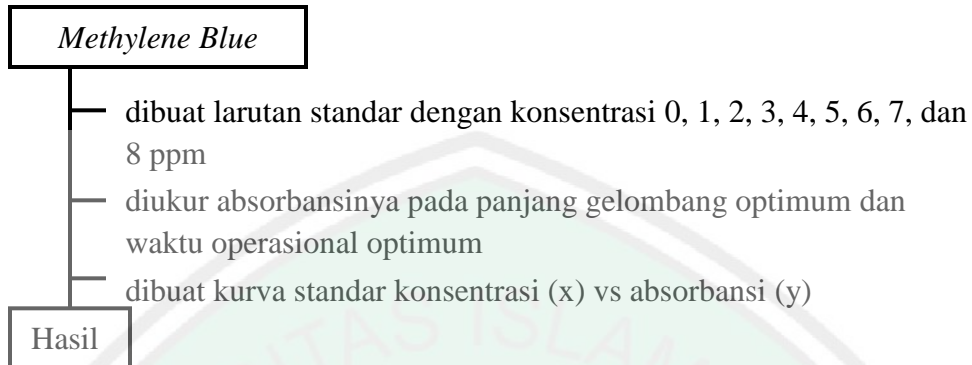
L.2.6.2.1 Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue*



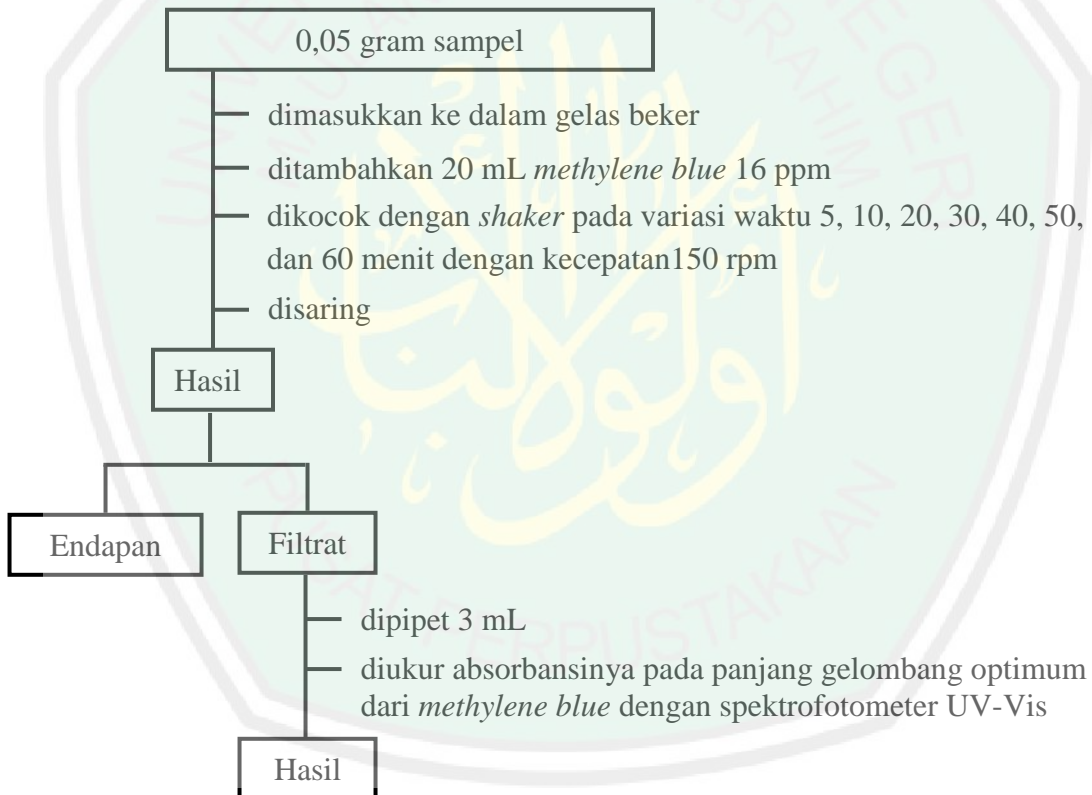
L.2.6.2.2 Penentuan Waktu Operasional



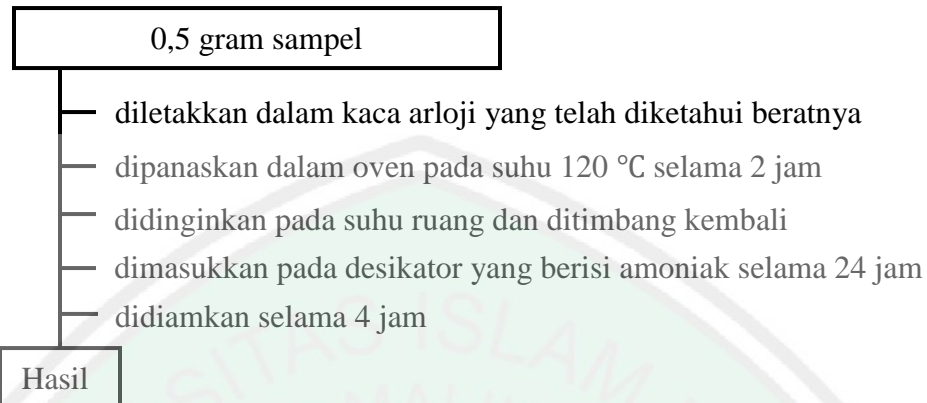
L.2.6.2.3 Pembuatan Kurva Baku



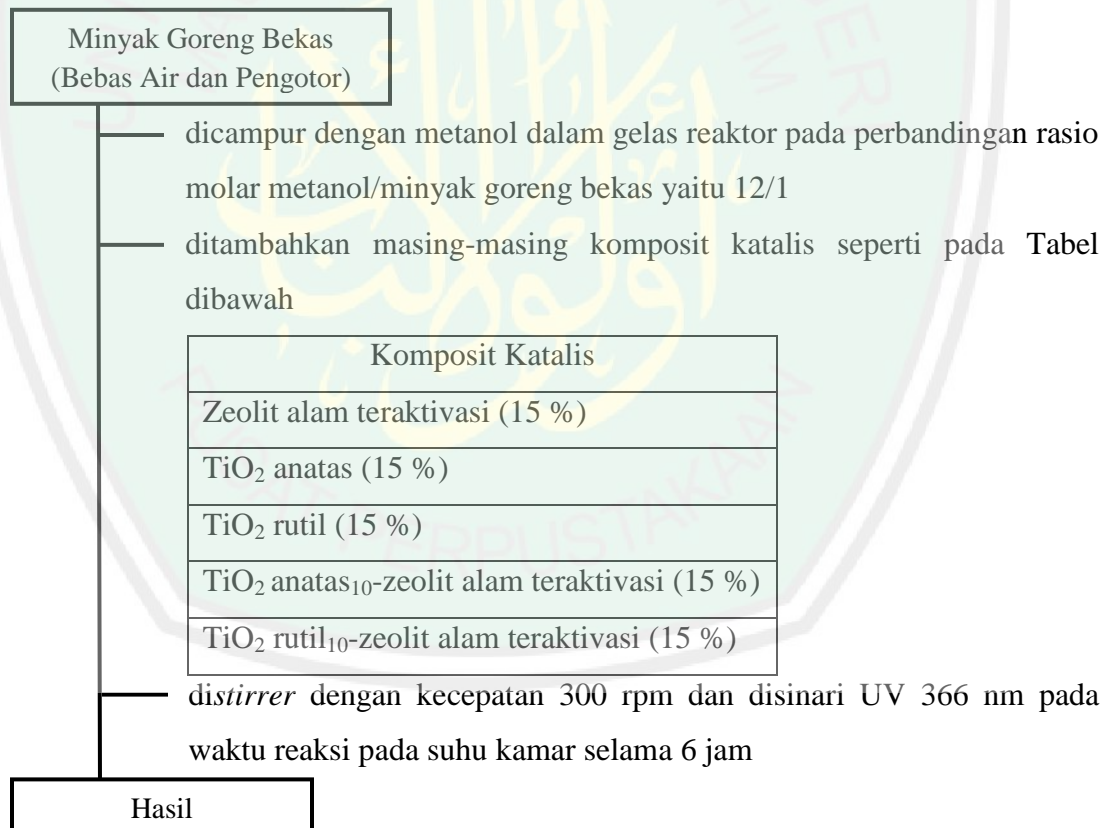
L.2.6.2.4 Penentuan Luas Permukaan



L.2.6.3 Karakterisasi Keasaman Total



L.2.7 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material Komposit TiO₂ Anatas-Zeolit Alam dan TiO₂ Rutil-Zeolit Alam Pada Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas



L.2.8 Analisis Hasil Reaksi Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas

L.2.8.1 Standarisasi NaOH 0,1 N

0,315 gram asam oksalat

- dimasukkan kedalam beaker glass
- ditambahkan 25 mL aquades
- dipindahkan larutan asam oksalat kedalam labu ukur 50 mL
- ditambahkan aquades sampai tanda batas

Hasil

1 gram NaOH

- dimasukkan kedalam beaker glass
- ditambahkan 50 mL aquades
- dipindahkan larutan NaOH kedalam labu ukur 250 mL
- ditambahkan aquades sampai tanda batas

Hasil

10 mL larutan asam oksalat

- dimasukkan kedalam erlenmeyer
- ditambahkan 2 tetes indikator pp
- dititrasi dengan NaOH 0,1 N

Hasil

L.2.8.2 Penentuan Jumlah FFA Awal

3,525 gram Minyak Goreng

- dilarutkan dalam 25 mL etanol 95 %
- diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit
- ditambahkan 2 mL indikator pp.
- dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,1 N.
- dihitung konversi asam lemak bebas

Hasil

L.2.7.2 Penentuan Jumlah FFA Akhir

3,525 gram minyak hasil analisis

- dilarutkan dalam 25 mL etanol 95 %.
- diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit.
- ditambahkan 5 tetes indikator pp.
- dititrasikan menggunakan larutan NaOH 0,1 N.
- dihitung konversi asam lemak bebas.

Hasil

Lampiran 3 Perhitungan dan Pembuatan Larutan

L.3.1 Preparasi Zeolit

Diketahui : Perbandingan volume larutan NH_4NO_3 2 M : berat zeolit = 2 : 1

Sehingga untuk berat zeolit 50 gram dibutuhkan larutan NH_4NO_3 2 M 100 mL.

Ditanya : w NH_4NO_3 yang dibutuhkan = ... ?

Jawab :

$$M = \frac{\text{gram}}{M_r} \times \frac{1000}{v}$$

$$2 \text{ M} = \frac{\text{gram}}{80 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100}$$

$$2 \text{ M} = \frac{1000 \text{ gram}}{8000 \text{ g/mol}}$$

$$\begin{aligned} \text{gram} &= \frac{16000}{1000} \\ &= 16 \text{ gram} \end{aligned}$$

Cara Pembuatan :

Padatan NH_4NO_3 ditimbang sebanyak 16 gram. Dimasukkan ke dalam gelas beker. Dilarutkan dengan akuades sampai larut sempurna. Dipindahkan dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

L.3.2 Pembuatan Komposit Fotokatalis TiO_2 -Zeolit Alam Teraktivasi

L.3.2.1 Penentuan Komposit Katalis

Diketahui : berat minyak goreng bekas 50 g.

Komposit katalis dibuat 10% dari berat minyak goreng bekas

Ditanya : w komposit total = ...?

Jawab :

$$\begin{aligned} \text{Berat komposit total} &= 10\% \times 50 \text{ g} \\ &= 0,1 \times 50 \text{ g} \\ &= 5 \text{ gram} \end{aligned}$$

Sehingga total fotokatalis yang dibutuhkan sebesar 5 gram

L.3.2.2 Perhitungan dan Pembuatan Material Komposit TiO₂-Zeolit

Diketahui : Perbandingan komposit antara zeolit dan TiO₂ sebesar 90:10. Sehingga untuk berat masing-masing zeolit dan TiO₂ yang dibutuhkan ialah :

$$\text{Zeolit} = \frac{90}{100} \times 5 \text{ gram} = 4,5 \text{ gram.}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{10}{100} \times 5 \text{ gram} = 0,5 \text{ gram.}$$

L.3.3 Pembuatan larutan *methylene blue* (MB)

L.3.3.1 Pembuatan larutan *methylene blue* 100 ppm

Diketahui : [MB] yang diinginkan = 20 ppm

$$V_{R-B} = 1 \text{ L}$$

Ditanya : w *methylene blue* yang dibutuhkan = ... ?

Jawab :

$$\begin{aligned} w_{MB} &= [\text{MB}] \text{ yang diinginkan} \times V_{MB} \\ &= 20 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} = 20 \text{ mg} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Ditimbang padatan *methylene blue* sebanyak 20 mg kemudian dilarutkan di dalam 500 mL akuades. Diaduk larutan hingga homogen. Dimasukkan larutan ke dalam labu ukur 1 L kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu digoyang-goyangkan.

L.3.3.2 Pembuatan larutan *methylene blue* 1 ppm

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

$$20 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 5 \text{ mL}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (20 ppm) dipipet sebanyak 5 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades

hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.3 Pembuatan larutan *methylene blue* 2 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 2 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{200 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 10 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (20 ppm) dipipet sebanyak 10 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.4 Pembuatan larutan *methylene blue* 3 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 3 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{300 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 15 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (20 ppm) dipipet sebanyak 15 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.5 Pembuatan larutan *methylene blue* 4 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 4 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{400 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 20 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 20 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan

akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.6 Pembuatan larutan *methylene blue* 5 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 5 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{500 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 25 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 25 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.7 Pembuatan larutan *methylene blue* 6 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 6 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{600 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 30 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 30 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.8 Pembuatan larutan *methylene blue* 7 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 7 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{700 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 35 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 35 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan

akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.9 Pembuatan larutan *methylene blue* 8 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 8 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{800 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 40 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 40 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.3.10 Pembuatan larutan *methylene blue* 16 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times V_1 &= 16 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{1600 \text{ ppm mL}}{20 \text{ ppm}} = 80 \text{ mL} \end{aligned}$$

Cara pembuatan :

Larutan stok *methylene blue* (100 ppm) dipipet sebanyak 80 mL kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades hingga mendekati tanda batas. Sisa akuades ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes hingga mencapai tanda batas. Setelah itu dihomogenkan

L.3.4 Uji Aktivitas Fotokatalis

L.3.4.1 Perhitungan Jumlah Metanol

Perbandingan yang digunakan untuk Minyak goreng bekas dan metanol adalah 1:12. Sehingga untuk penggunaan minyak goreng bekas 50 gram maka metanol yang dibutuhkan adalah:

$$\text{Metanol} = 12 \times 50 \text{ gram} = 600 \text{ gram}$$

$$\text{Diketahui} : m \text{ metanol} = 600 \text{ gram}$$

$$\rho = 0,7918 \text{ g/cm}^3$$

Ditanya : volume = ...?

Jawab :

$$\rho = \frac{\text{massa}}{\text{volume}}$$

$$0,7918 \text{ g/cm}^3 = \frac{600 \text{ gram}}{v}$$

$$\text{Volume} = \frac{600 \text{ gram}}{0,7918 \text{ gram/cm}^3}$$

$$\text{Volume} = 757,77 \text{ cm}^3 = 757,77 \text{ mL}$$

Sehingga untuk tiap perlakuan dibutuhkan metanol sebanyak $\frac{757,77 \text{ mL}}{5} = 151,6 \text{ mL}$

L.3.4.2 Standarisasi NaOH 0,1 N

L.3.4.2.1 Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 N dalam 50 mL

Diketahui : Konsentrasi As Oksalat : 0,1 N
 Mr As oksalat : 126 g/mol
 V As Oksalat : 50 mL

Ditanya : w yang dibutuhkan = ...?

Jawab :

$$N = \text{bilangan ekuivalen} \times M$$

$$N = 2 \times \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$0,1 = \frac{\text{gram}}{126 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{50}$$

$$= \frac{0,1 \times 126 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 50}{2 \times 1000}$$

$$\text{Gram} = 0,315 \text{ gram}$$

Cara Pembuatan :

Padatan asam oksalat ditimbang sebanyak 0,315 gram. Dimasukkan ke dalam gelas beker. Dilarutkan dengan akuades sampai larut sempurna. Dipindahkan dalam labu ukur 50 mL. Ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

L.3.4.2.2 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N dalam 250 mL

Diketahui : Konsentrasi NaOH : 0,1 N
 Mr NaOH : 40 g/mol
 V NaOH : 250 mL

Ditanya : w yang dibutuhkan = ...?

Jawab :

$N = \text{bilangan ekuivalen} \times M$

$$N = 1 \times \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$0,1 = \frac{\text{gram}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{250}$$

$$= \frac{0,1 \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 250}{1000} = 1 \text{ gram}$$

Cara Pembuatan :

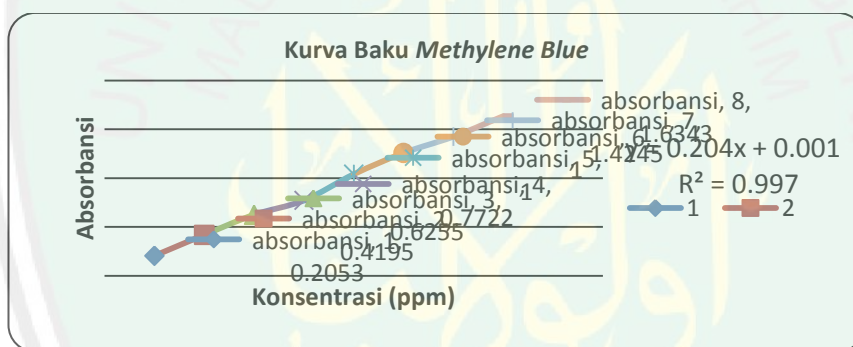
Padatan NaOH ditimbang sebanyak 1 gram. Dimasukkan ke dalam gelas beker. Dilarutkan dengan akuades sampai larut sempurna. Dipindahkan dalam labu ukur 250 mL. Ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

Lampiran 4. Data dan Perhitungan

L.4.1 Penentuan Luas Permukaan

L.4.1.1 Pembuatan kurva baku *methylene blue*

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0.2053
2	0.4195
3	0.6255
4	0.7722
5	1.0399
6	1.2581
7	1.4245
8	1.6343



L.4.1.2 Luas Permukaan Spesifik Zeolit Alam Teraktivasi (H-zeolit)

Waktu	Berat Zeolit yg Dipakai (gram)	Absorbansi	Xm (mg/gram)	Luas Permukaan (m ² /gram)
40	0,0503	0,4230	4,4215	16,4029
50	0,0500	0,5266	4,244	15,7445

L.4.1.3 Luas Permukaan Spesifik Material Komposit TiO₂ Anatas-Zeolit

Waktu	Berat Zeolit yg Dipakai (gram)	Absorbansi	Xm (mg/gram)	Luas Permukaan (m ² /gram)
40	0,0504	0,8017	3,6766	13,6395
50	0,0510	0,7705	3,6922	13,6974

L.4.1.4 Luas Permukaan Spesifik Material Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit

Waktu	Berat Zeolit yg Dipakai (gram)	Absorbansi	X _m (mg/gram)	Luas Permukaan (m ² /gram)
40	0,0502	0,4352	4,4064	16,3469
50	0,0504	0,3949	4,4663	16,5692

Contoh Perhitungan Penentuan Luas Permukaan

- a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit alam teraktivasi (H-zeolit)

Hasil absorbansi : 0,4230

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$y = 0,204x + 0,001$$

$$0,4230 = 0,204x + 0,001$$

$$x = (0,4230 - 0,001) / 0,204$$

$$x = 2,0686 \text{ ppm}$$

- b. Menentukan konsentrasimethylene blue teradsorpsi

$$\begin{aligned} [\text{Methylene blue yang diserap zeolit}] &= [\text{MB 16 ppm}] - [\text{MB sisa}] \\ &= 13,1880 \text{ ppm} - 2,1098 \text{ ppm} \\ &= 11,1194 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ppm} &= \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ &= 11,1194 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2224 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2224 \text{ mg}}{0,0503 \text{ gram}}$$

$$X_m = 4,4215 \text{ mg/gram}$$

- c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$\begin{aligned} S &= \frac{X_m \cdot N \cdot A}{M_r (\text{MB})} \\ S &= \frac{4,4215 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320000} \\ &= 16,4029 \text{ m}^2/\text{gram} \end{aligned}$$

Keterangan:

S = luas permukaan adsorben (m²/g)

N = bilangan avogadro (mol⁻¹)

X_m = berat adsorbat teradsorpsi (mg/g)

A = luas penutupan oleh 1 molekul *methylene blue* (m²)

M_r = massa molekul relatif *methylene blue* (mg/mol)

Dimana :

$$\text{bilangan avogadro (N)} = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

$$\text{berat adsorbat teradsorpsi (X}_m) = 18,9082 \text{ mg/g}$$

$$\text{luas penutupan oleh 1 molekul methylene blue (A)} = 197 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$\begin{aligned} \text{massa molekul relatif } \textit{methylene blue} \text{ (Mr)} &= 320 \text{ g/mol} \\ &= 320000 \text{ mg/mol} \end{aligned}$$

L.4.2 Penentuan Keasaman

L.4.2.1 Hasil uji keasaman zeolit aktivasi dan zeolit modifikasi

Nama Katalis	(W ₁)	(W ₂)	(W ₃)	Keasaman total (mmol/gram)
H-zeolit	22,2345	22,7188	22,7236	0,5830
TiO ₂ anatas-zeolit	22,6988	23,1979	23,2056	0,9075
TiO ₂ rutil-zeolit	26,5301	27,0302	27,0348	0,5411

Contoh Perhitungan :

$$\begin{aligned} \text{Keasamaan} &= \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1) \times \text{Mr NH}_3} \\ &= \frac{(22,7236 - 22,7188) \text{ gr}}{(22,7188 - 22,2345) \text{ gr} \times 17 \text{ gr/mol}} \\ &= 0,0005830 \text{ mol/gram} = 0,5830 \text{ mmol/gram} \end{aligned}$$

Keterangan :

- W₁ = Berat gelas arloji kosong setelah pemanasan (gram)
- W₂ = Berat gelas arloji dan zeolit setelah pemanasan (gram)
- W₃ = Berat gelas arloji dan zeolit setelah adsorpsi amoniak (gram)
- W₃-W₂ = Berat amoniak yang teradsorp katalis
- W₂-W₁ = Berat katalis tanpa air

L.4.3 Perhitungan Konversi Biodiesel

L.4.3.1 Perhitungan FFA Awal

Berat Sampel (Minyak Goreng Bebas Air dan Pengotor) (gram)	V. Titrasi (mL)
3,6203	0,6
3,7401	0,6

$$\begin{aligned} \text{FFA Awal (\%)} &= \frac{v_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100 \\ &= \frac{0,6 \times 0,1124 \times 40}{3,6802 \times 1000} \times 100 \\ &= 0,0733 \% \end{aligned}$$

L.4.3.2 Perhitungan FFA Akhir dan Konversi Biodiesel

L.4.3.2.1 Hasil Uji Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas dengan Material Komposit TiO₂ Anatas-Zeolit

Berat Sampel (Minyak Goreng Bebas Air dan Pengotor) (gram)	V. Titrasi (mL)
3,5950	0,2
3,5100	0,2

$$\begin{aligned} \text{FFA Akhir (\%)} &= \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100 \\ &= \frac{0,2 \times 0,1124 \times 40}{3,5525 \times 1000} \times 100 \\ &= 0,0253 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Konversi Biodiesel} &= \frac{\% \text{ FFA Awal} - \% \text{ FFA Akhir}}{\% \text{ FFA Awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0733\% - 0,0253\%}{0,0733\%} \times 100 \% \\ &= 65,48 \% - 0,0266\% \\ &= 65,4534 \% \end{aligned}$$

L.4.3.2.2 Hasil Uji Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas dengan Material Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit

Berat Sampel (Minyak Goreng Bebas Air dan Pengotor) (gram)	V. Titrasi (mL)
3,6820	0,5
3,4382	0,4

$$\begin{aligned} \text{FFA Akhir (\%)} &= \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100 \\ &= \frac{0,45 \times 0,1124 \times 40}{3,5601 \times 1000} \times 100 \\ &= 0,0500 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Konversi Biodiesel} &= \frac{\% \text{ FFA Awal} - \% \text{ FFA Akhir}}{\% \text{ FFA Awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0733\% - 0,0500\%}{0,0733\%} \times 100 \% \\ &= 31,79 \% - 0,0266 \% = 31,7634 \% \end{aligned}$$

L.4.3.2.3 Hasil Uji Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas dengan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi (H-Zeolit)

Berat Sampel (Minyak Goreng Bebas Air dan Pengotor) (gram)	V. Titrasi (mL)
3,5901	0,5
3,5725	0,5

$$\begin{aligned}
 \text{FFA Akhir (\%)} &= \frac{v_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100 \\
 &= \frac{0,5 \times 0,1124 \times 40}{3,5813 \times 1000} \times 100 \\
 &= 0,0565 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi Biodiesel} &= \frac{\% \text{ FFA Awal} - \% \text{ FFA Akhir}}{\% \text{ FFA Awal}} \times 100 \% \\
 &= \frac{0,0733\% - 0,0565\%}{0,0733\%} \times 100 \% \\
 &= 22,91 \% - 0,0266 \% \\
 &= 22,8834 \%
 \end{aligned}$$

L.4.3.2.4 Hasil Uji Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas dengan Fotokatalis TiO₂ Anatas

Berat Sampel (Minyak Goreng Bebas Air dan Pengotor) (gram)	V. Titrasi (mL)
3,3579	0,5
3,4713	0,5

$$\begin{aligned}
 \text{FFA Akhir (\%)} &= \frac{v_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100 \\
 &= \frac{0,5 \times 0,098 \times 40}{3,4146 \times 1000} \times 100 \\
 &= 0,0574 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi Biodiesel} &= \frac{\% \text{ FFA Awal} - \% \text{ FFA Akhir}}{\% \text{ FFA Awal}} \times 100 \% \\
 &= \frac{0,0733\% - 0,0574\%}{0,0733\%} \times 100 \% \\
 &= 21,69 \% - 0,0266\% \\
 &= 21,6634 \%
 \end{aligned}$$

L.4.3.2.5 Hasil Uji Esterifikasi FFA Minyak Goreng Bekas dengan Fotokatalis TiO₂ Rutil

Berat Sampel (Minyak Goreng Bebas Air dan Pengotor) (gram)	V. Titrasi (mL)
3,5802	0,5
3,5001	0,5

$$\begin{aligned}
 \text{FFA Akhir (\%)} &= \frac{v_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BM}}{\text{gram sampel} \times 1000} \times 100 \\
 &= \frac{0,2 \times 0,1124 \times 40}{3,5401 \times 1000} \times 100 \\
 &= 0,0593 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi Biodiesel} &= \frac{\% \text{ FFA Awal} - \% \text{ FFA Akhir}}{\% \text{ FFA Awal}} \times 100 \% \\
 &= \frac{0,0733\% - 0,0593\%}{0,0733\%} \times 100 \% \\
 &= 19,09 \% - 0,0266 \% \\
 &= 19,0634 \%
 \end{aligned}$$

L.4.4 Penentuan Ukuran Partikel

L.4.4.1 TiO₂ Anatas

Diketahui :

λ (K α) : 1.54060 Å

β (FWHM*) : 0.1673°

β (FWHM) : $\frac{\beta(\text{FWHM}^*)}{180} \times 3.14 = \frac{0.1673}{180} \times 3.14 = 0.0029185$ rad

2θ : 25.4449

θ : $\frac{2\theta}{2} = \frac{25.4449}{2} = 12.72245^\circ$

Cos θ : 0.987844

Ditanya : D ?

Jawab :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.0029185 \times 0.987844} = 480.9399 \text{ \AA} = \mathbf{48.094 \text{ nm}}$$

L.4.4.1 TiO₂ Rutil

Diketahui :

$$\lambda (K\alpha) : 1.54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}^*) : 0.1004^\circ$$

$$\beta (\text{FWHM}) : \frac{\beta (\text{FWHM}^*)}{180} \times 3.14 = \frac{0.1004}{180} \times 3.14 = 0.0017514 \text{ rad}$$

$$2\theta : 27.4402$$

$$\theta : \frac{2\theta}{2} = \frac{27.4402}{2} = 13.7201^\circ$$

$$\text{Cos } \theta : 0.405081$$

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. Data Mentah Karakterisasi

5.1 Karakterisasi XRD

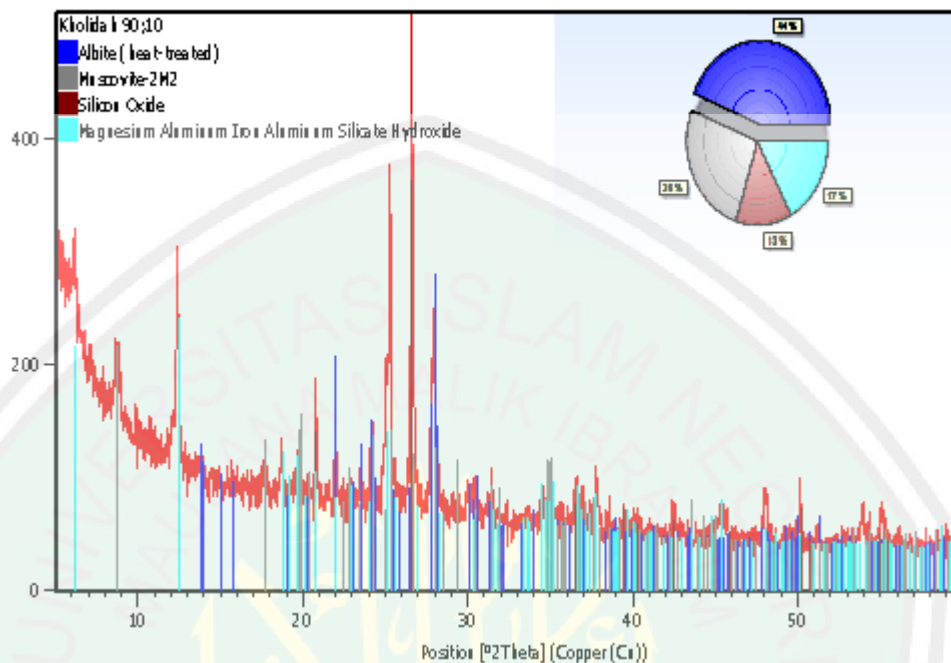
a) Material Komposit TiO₂ Anatas-Zeolit (10:90)

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name:	Material Komposit TiO ₂ Anatas-Zeolit (10:90)
File name:	E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Selvi\ Material Komposit TiO ₂ Anatas-Zeolit (90;10)\ Material Komposit TiO ₂ Anatas-Zeolit (90;10).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=XPRT-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 10:11:20 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 [°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

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)

Counts



Peak List (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.] Int. [%]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel.
6.1460	179.52	0.1673	14.38091	
40.07				
8.7355	69.43	0.3346	10.12292	
15.50				
12.4252	189.34	0.1171	7.12392	
42.27				
17.6610	25.53	0.2676	5.02199	
5.70				
18.6969	44.14	0.1004	4.74604	
9.85				
19.7485	33.58	0.2007	4.49563	
7.50				
20.8011	106.96	0.0669	4.27044	
23.87				
21.9971	65.95	0.1338	4.04089	
14.72				
23.5643	32.78	0.1338	3.77556	
7.32				
24.2394	65.13	0.2342	3.67192	
14.54				
25.0811	136.67	0.1338	3.55057	
30.51				
25.2876	285.68	0.1338	3.52204	

63.77				
	26.5834	447.98	0.0836	3.35323
100.00				
	27.9139	181.74	0.1338	3.19636
40.57				
	28.2439	46.79	0.1171	3.15975
10.45				
	30.1937	21.65	0.6691	2.96001
4.83				
	31.3885	28.38	0.3346	2.85001
6.34				
	34.8871	24.26	0.5353	2.57180
5.42				
	36.5290	31.60	0.2007	2.45988
7.05				
	37.7825	52.42	0.1338	2.38110
11.70				
	39.8487	6.68	0.5353	2.26228
1.49				
	42.4721	23.63	0.2007	2.12842
5.28				
	45.4975	14.70	0.9368	1.99368
3.28				
	48.0250	45.50	0.1338	1.89449
10.16				
	50.1032	37.91	0.1338	1.82068
8.46				
	53.9093	25.20	0.2676	1.70078
5.63				
	55.0776	31.42	0.2676	1.66743
7.01				

Pattern List (Bookmark 4)

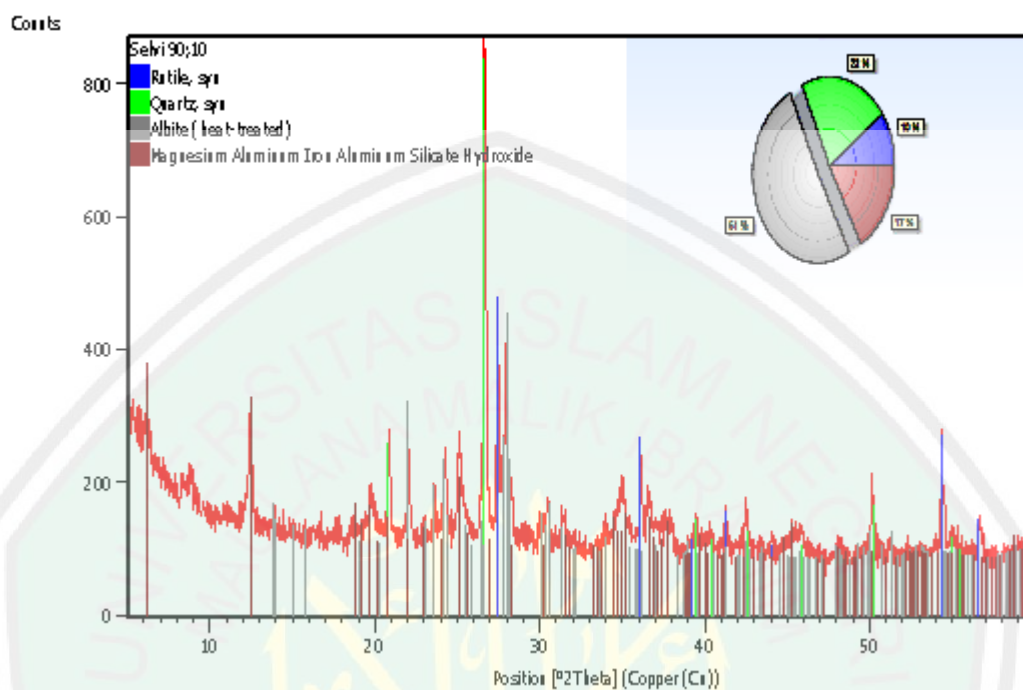
Visible Scale	Ref.Code Fac.	Chem. Formula	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]
*	01-089-6427		37	Sodium Aluminum Si..	-0.013
0.384	Na	(Al Si ₃ O ₈)			
*	01-070-1869		12	Potassium Aluminum..	-0.046
0.157	K _{0.77}	Al _{1.93} (Al ₀ ..			
*	01-078-1254		29	Silicon Oxide	-0.246
0.529	Si	O ₂			
*	01-079-1270		12	Magnesium Aluminum..	0.029
0.230	(Mg _{2.96}	Fe _{1.69} Al..			

b) Material Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit (10:90)

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name : Material Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit (10:90)
 File name: E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Selvi\ Material Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit (10:90)\ Material Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit (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={47403BC1-03D1-4E6A-8071-B808756E2AAF}
 Measurement Date / Time: 5/16/2014 9:47:27 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 [°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

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.] Int. [%]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel.
6.2815	38.31	0.2676	14.07113	
5.00				
8.8924	35.44	0.5353	9.94461	
4.62				
12.4584	165.41	0.1171	7.10502	
21.57				
13.9012	20.21	0.4015	6.37066	
2.63				
17.9169	17.61	0.4015	4.95085	
2.30				
19.7799	71.13	0.2676	4.48855	
9.27				
20.8513	165.25	0.1004	4.26027	
21.54				
22.0725	141.17	0.1338	4.02726	
18.41				
23.6070	87.45	0.1338	3.76884	
11.40				
24.2773	143.03	0.1004	3.66628	
18.65				
25.1052	151.33	0.1338	3.54722	
19.73				

26.6489	766.99	0.0836	3.34514
100.00			
27.4463	358.64	0.0836	3.24974
46.76			
27.9542	291.16	0.0836	3.19183
37.96			
30.5002	65.57	0.1338	2.93095
8.55			
31.4038	44.87	0.2676	2.84865
5.85			
33.9426	35.61	0.2007	2.64117
4.64			
35.0294	98.72	0.2676	2.56168
12.87			
36.1067	132.06	0.0502	2.48768
17.22			
36.6025	84.13	0.2007	2.45511
10.97			
37.9325	43.33	0.4015	2.37203
5.65			
39.5427	49.42	0.2007	2.27907
6.44			
41.2330	64.50	0.1673	2.18947
8.41			
42.4495	69.62	0.1673	2.12950
9.08			
44.0770	30.56	0.1673	2.05457
3.98			
45.7007	32.98	0.8029	1.98529
4.30			
48.0390	18.51	0.4015	1.89397
2.41			
50.1277	124.14	0.0836	1.81985
16.19			
54.3276	186.34	0.0669	1.68867
24.29			
56.6052	39.52	0.1004	1.62601
5.15			

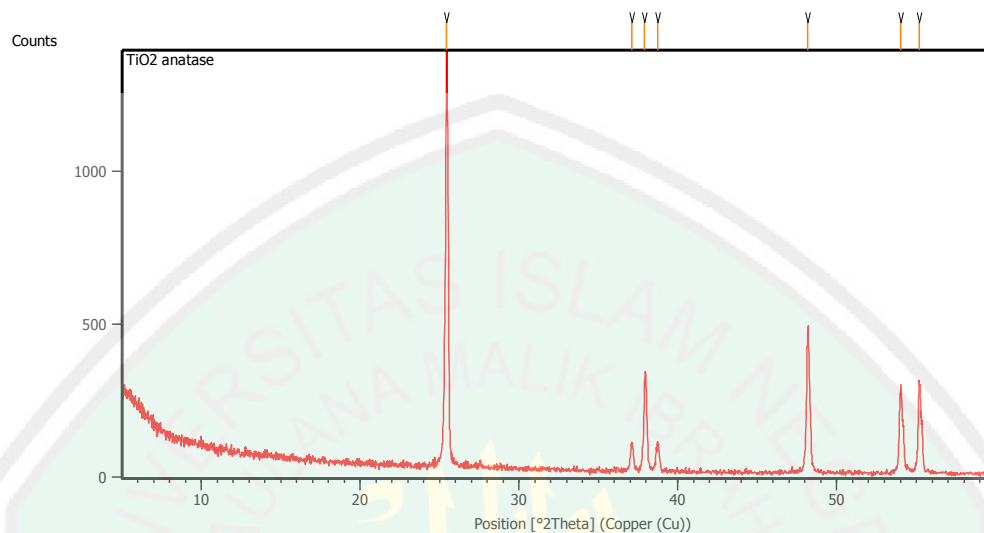
Pattern List (Bookmark 4)

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2Th]
Scale Fac.	Chem. Formula			
*	01-078-4185	41	Titanium Oxide	0.034
0.393	Ti O ₂			
*	01-074-3485	39	Silicon Oxide	-0.127
0.768	Si O ₂			
*	01-089-6427	31	Sodium Aluminum Si..	-0.005
0.369	Na (Al Si ₃ O ₈)			
*	01-079-1270	15	Magnesium Aluminum..	0.007
0.199	(Mg _{2.96} Fe _{1.69} Al..			

c) TiO₂ Anatas

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	TiO ₂ anatas
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Januari\Selvi\TiO2 anatas\TiO2 anatas.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/23/2014 4:08:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	59.9864
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
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: (Bookmark 2)**Peak List:** (Bookmark 3)

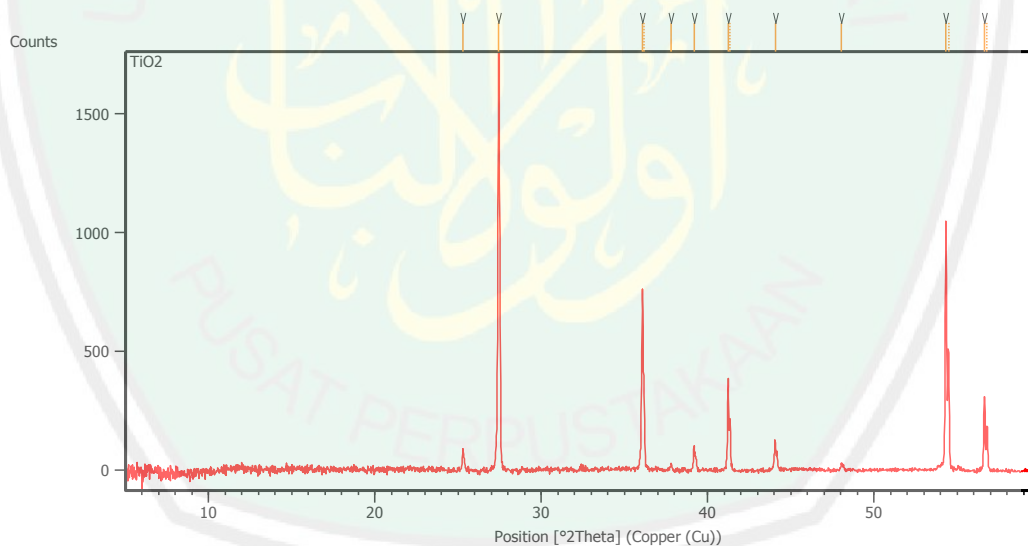
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4449	1357.24	0.1673	3.50062	100.00
37.1056	95.43	0.1171	2.42297	7.03
37.9059	297.80	0.1673	2.37364	21.94
38.7117	94.91	0.2007	2.32606	6.99
48.1712	449.91	0.1171	1.88908	33.15
54.0073	274.55	0.1506	1.69792	20.23
55.1649	254.15	0.1171	1.66500	18.73

d) TiO₂ Rutil**Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	TiO2
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Maret\Selvi\TiO2\TiO2..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 [$^{\circ}2\theta$.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [$^{\circ}\text{C}$]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1.54060
K-Alpha2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

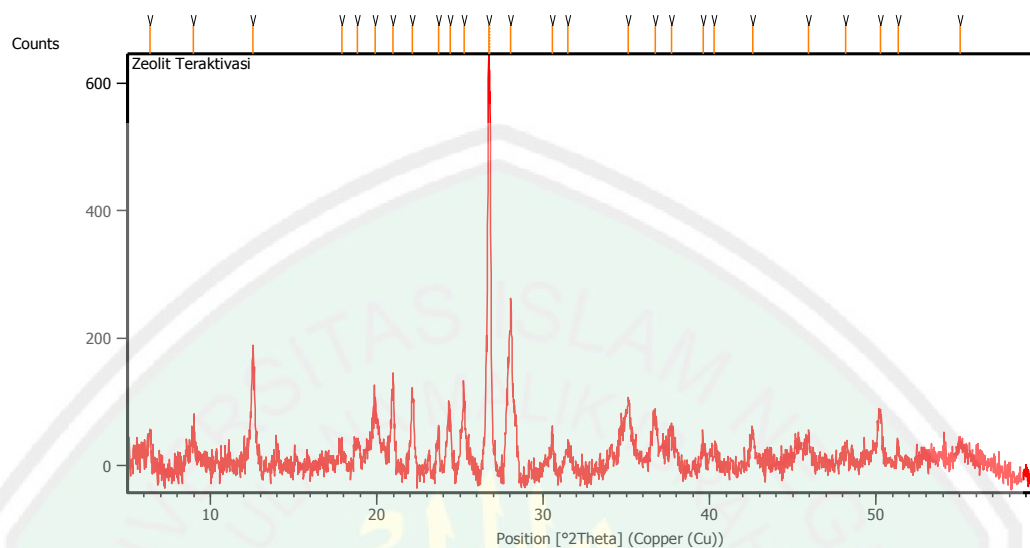
Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.2939	91.87	0.0669	3.52118	5.08
27.4402	1808.86	0.1004	3.25044	100.00
36.0690	756.08	0.1020	2.48813	41.80
36.1854	333.38	0.0612	2.48656	18.43

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

e) Zeolit Alam Teraktivasi

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

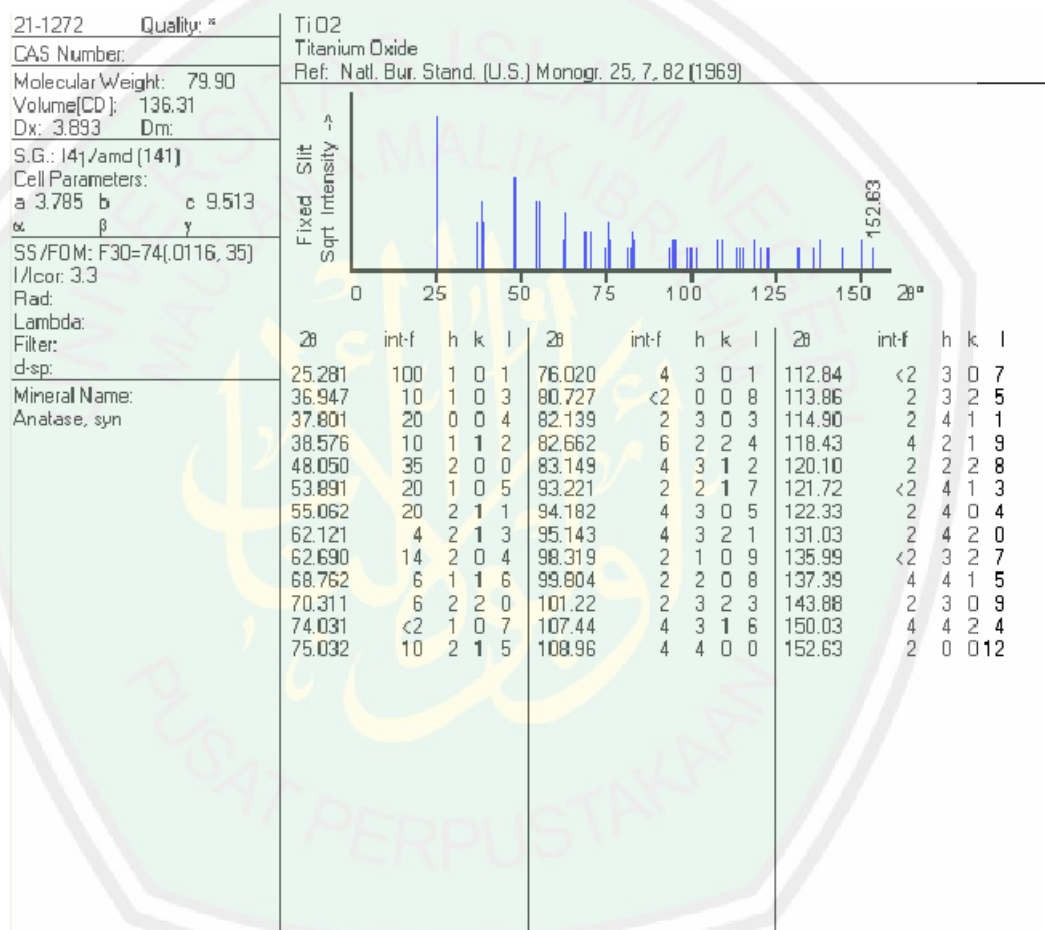
Dataset Name	Zeolit Teraktivasi
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Juni\Selvi Rina\Zeolit Teraktivasi\Zeolit Teraktivasi.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	6/6/2014 5:24:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	59.9864
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
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: (Bookmark 2)**Peak List:** (Bookmark 3)

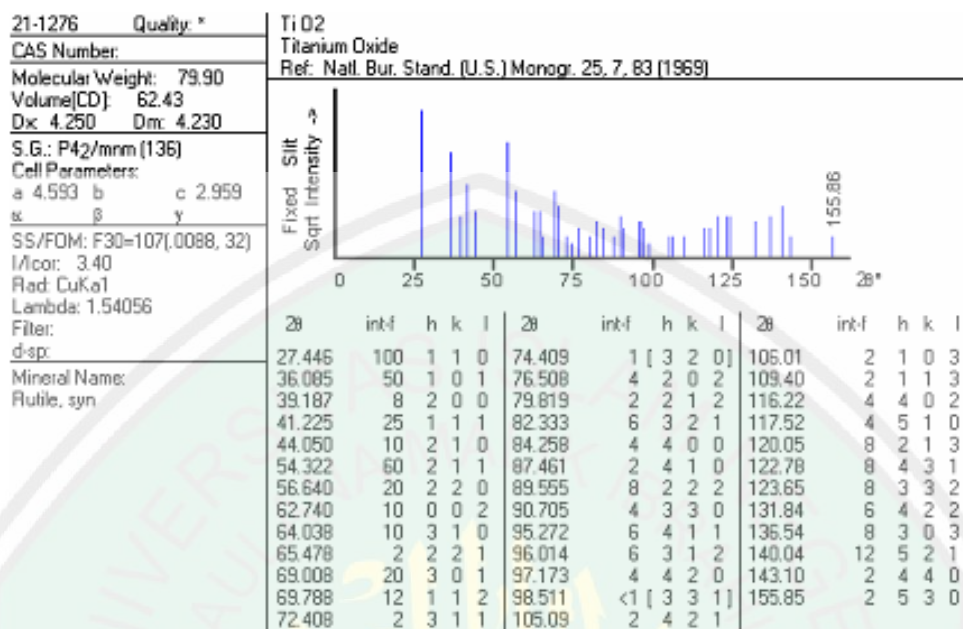
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.3517	59.94	0.2007	13.91566	8.80
8.9696	44.33	0.2007	9.85917	6.51
12.5473	180.13	0.2007	7.05486	26.45
17.8817	23.11	0.4015	4.96052	3.39
18.8051	36.84	0.3346	4.71896	5.41
19.8788	98.95	0.2676	4.46645	14.53
20.9822	141.95	0.1506	4.23399	20.84
22.1459	127.77	0.1673	4.01408	18.76
23.7037	80.71	0.1004	3.75367	11.85
24.4123	110.79	0.2342	3.64630	16.27
25.2212	145.69	0.1673	3.53116	21.39
26.7158	681.00	0.0816	3.33415	100.00
26.7825	624.14	0.0612	3.33426	91.65
28.0452	296.91	0.1224	3.17905	43.60
30.5261	71.82	0.2448	2.92611	10.55
31.4531	44.18	0.4896	2.84195	6.49
35.1143	103.55	0.3264	2.55356	15.21
36.7039	80.10	0.4080	2.44653	11.76
37.6908	51.40	0.4080	2.38471	7.55
39.6106	33.84	0.2448	2.27344	4.97
40.2701	25.69	0.4896	2.23772	3.77
42.5767	52.13	0.2856	2.12168	7.65
45.9367	39.53	0.2448	1.97400	5.80

48.1809	17.59	0.6528	1.88716	2.58
50.2592	74.55	0.2856	1.81389	10.95
51.3438	23.54	0.2448	1.77809	3.46
55.0674	24.84	0.6528	1.66634	3.65

f) JCPDS TiO₂ Fasa Anatase



g) JCPDS TiO₂ Fasa Rutil



h) Standar Mordenit

MOR

Mordenite

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

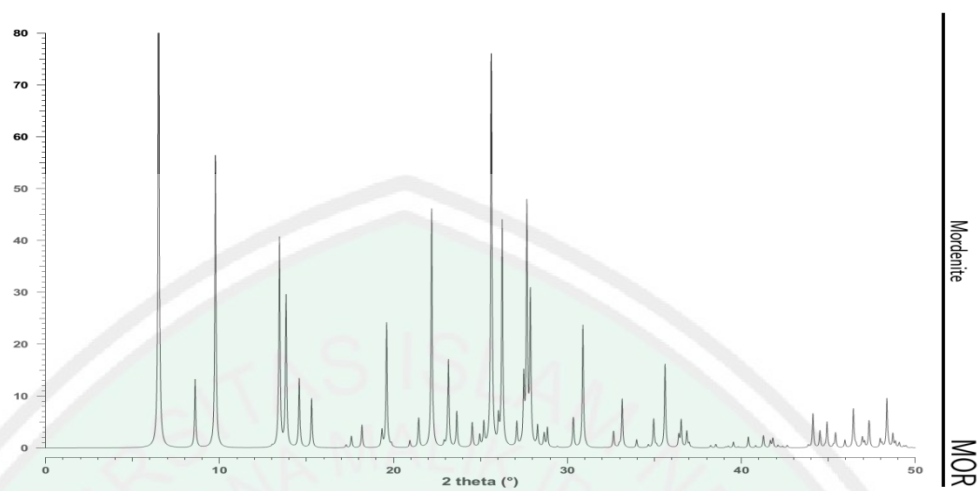
REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{25}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$

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

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

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	
1	1	0	6.51	13.581	4	100.0	5	3	1	30.34	2.946	8	0.3	3	7	2	41.81	2.160	8	1.8	
0	2	0	8.61	10.265	2	13.1	2	6	1	30.34	2.946	8	5.5	4	2	3	42.10	2.146	8	0.5	
2	0	0	9.77	9.055	2	56.4	6	2	0	30.88	2.896	4	2.0	6	4	2	42.22	2.140	8	0.2	
2	2	0	13.04	6.791	4	0.3	4	0	2	30.89	2.894	4	12.9	3	9	0	42.36	2.134	4	0.3	
1	1	1	13.45	6.584	8	40.4	3	3	2	30.89	2.894	8	8.8	0	8	2	42.64	2.120	4	0.5	
1	3	0	13.83	6.402	4	29.1	2	4	2	31.08	2.878	8	0.2	2	8	2	43.85	2.064	8	0.5	
0	2	1	14.59	6.071	4	13.3	1	5	2	32.65	2.743	8	3.2	0	10	0	44.11	2.053	2	5.3	
3	1	0	15.30	5.791	4	9.5	5	5	0	32.98	2.716	4	0.6	3	9	1	44.11	2.053	8	0.8	
0	4	0	17.28	5.133	2	0.6	6	2	1	33.15	2.703	8	2.8	5	1	3	44.13	2.052	8	0.6	
2	2	1	17.59	5.042	8	2.3	1	7	1	33.15	2.702	8	6.6	7	3	2	44.51	2.036	8	3.3	
1	3	1	18.19	4.877	8	4.4	3	7	0	33.98	2.638	4	1.6	0	6	3	44.79	2.024	4	0.3	
3	1	1	19.34	4.590	8	3.2	5	1	2	34.65	2.589	8	0.6	4	4	3	44.92	2.018	8	4.9	
4	0	0	19.61	4.528	2	1.4	7	1	0	34.95	2.567	4	0.2	9	1	0	45.28	2.003	4	0.5	
3	3	0	19.61	4.527	4	22.7	0	8	0	34.96	2.566	2	5.4	8	4	1	45.41	1.997	8	2.9	
2	4	0	19.88	4.465	4	0.6	5	5	1	35.12	2.555	8	0.5	5	3	3	45.95	1.975	8	0.8	
0	4	1	20.95	4.241	4	1.4	4	4	2	35.61	2.521	8	0.6	2	6	3	45.95	1.975	8	0.7	
4	2	0	21.45	4.142	4	5.7	3	5	2	35.61	2.521	8	15.5	6	8	0	46.44	1.955	4	7.5	
1	5	0	22.20	4.004	4	46.1	2	8	0	36.39	2.469	4	1.3	5	7	2	46.58	1.950	8	0.6	
3	3	1	22.92	3.880	8	1.0	1	1	3	36.41	2.468	8	1.2	9	1	1	46.95	1.935	8	1.8	
2	4	1	23.16	3.840	8	16.9	6	4	1	36.54	2.459	8	5.3	2	10	1	46.96	1.935	8	0.2	
0	0	2	23.64	3.764	2	6.9	5	3	2	36.86	2.439	8	1.2	9	3	0	47.07	1.930	4	0.9	
4	2	1	24.53	3.629	8	4.5	2	6	2	36.86	2.438	8	1.8	5	9	0	47.08	1.930	4	0.2	
1	1	2	24.54	3.627	8	0.3	0	2	3	36.87	2.438	4	0.2	4	8	2	47.34	1.920	8	5.2	
5	1	0	24.96	3.567	4	2.3	7	1	1	37.00	2.429	8	0.4	6	2	3	47.97	1.896	8	0.6	
1	5	1	25.19	3.535	8	0.3	0	8	1	37.01	2.429	4	0.5	1	7	3	47.98	1.896	8	1.1	
0	2	2	25.20	3.534	4	4.3	7	3	0	37.15	2.420	4	0.1	7	5	2	48.08	1.892	8	0.7	
2	0	2	25.63	3.476	4	75.7	6	0	2	38.22	2.355	4	0.1	0	0	4	48.36	1.882	2	9.4	
0	6	0	26.04	3.422	2	5.0	2	2	3	38.24	2.354	8	0.4	7	7	1	48.45	1.879	8	0.5	
3	5	0	26.25	3.395	4	43.5	1	3	3	38.53	2.336	8	0.7	4	10	0	48.70	1.870	4	0.1	
2	2	2	27.09	3.292	8	4.7	7	3	1	39.10	2.304	8	0.2	5	9	1	48.70	1.870	8	2.5	
1	3	2	27.49	3.245	8	12.6	6	2	2	39.25	2.295	8	0.4	1	1	4	48.85	1.864	8	1.2	
5	1	1	27.67	3.223	8	46.1	5	7	0	39.54	2.279	4	1.1	1	11	0	49.07	1.857	4	0.5	
5	3	0	27.87	3.201	4	28.8	8	0	0	39.82	2.264	2	0.1	3	9	2	49.07	1.856	8	0.5	
2	6	0	27.87	3.201	4	0.1	0	4	3	39.99	2.254	4	0.1	4	6	3	49.33	1.847	8	0.4	
3	1	2	28.28	3.156	8	4.0	4	8	0	40.40	2.233	4	2.2	5	5	3	49.45	1.843	8	0.1	
0	6	1	28.66	3.115	4	2.7	8	2	0	40.82	2.211	4	0.4	2	0	4	49.46	1.843	4	0.3	
4	4	1	28.85	3.095	8	3.3	7	5	0	41.24	2.189	4	0.3	8	6	1	49.79	1.831	8	0.1	
3	5	1	28.85	3.095	8	0.5	2	4	3	41.27	2.188	8	2.2								
0	4	2	29.43	3.035	4	0.2	6	6	1	41.67	2.168	8	1.4								

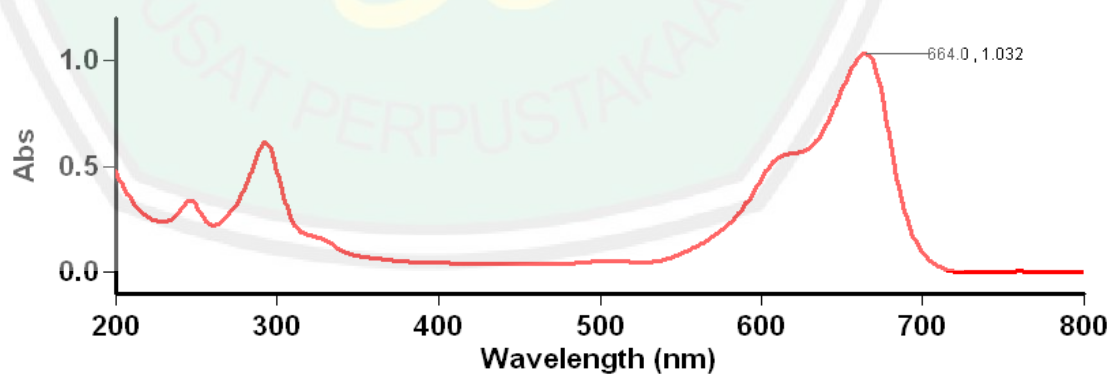
5.2 Karakterisasi Luas Permukaan adsorpsi *Methylen blue* dengan UV-Vis



a) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{\max})

Panjang Gelombang Maksimum *Methylen Blue*

Tanggal Analisa : 21 April 2014



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 21 Apr 01:43:39 AM 2014
 Method:
 Batch: D:\Selvi Rina\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 Kestabilan (Waktu Operasional)

Absorbansi Waktu Kestabilan *MethylenBlue*

Tanggal Analisa : 5 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/5/2014 9:20:30 PM
 Method
 Batch name D:\Selvi Rina\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
	0.9587	0.0008	0.08	0.9592
30 menit				0.8508
				0.8505
	0.8505	0.0003	0.03	0.8502
40 menit				0.7644
				0.7639
	0.7645	0.0007	0.09	0.7653
50 menit				0.7601
				0.7615
	0.7598	0.0018	0.24	0.7579
60 menit				0.7210
				0.7210
	0.7212	0.0004	0.06	0.7217
70 menit				0.7013
				0.7007
	0.7007	0.0006	0.08	0.7002
80 menit				0.6740
				0.6758
	0.6750	0.0010	0.14	0.6753
90 menit				0.6528
				0.6524
	0.6526	0.0002	0.03	0.6526

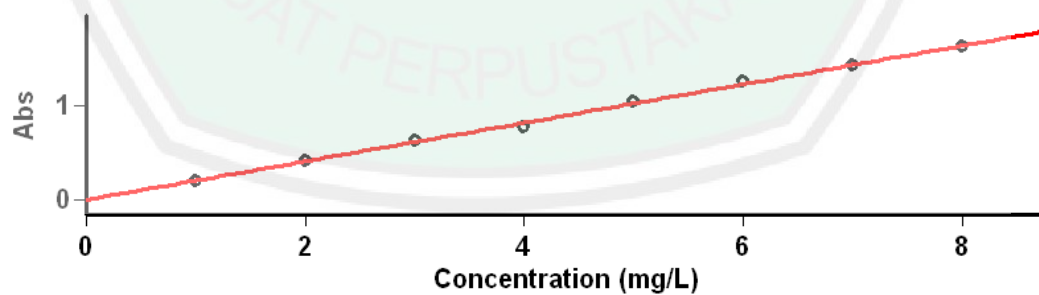
Results Flags Legend

R = Repeat reading

c) Penentuan Kurva Baku

Kurva Standar *Methylen Blue*

Tanggal Analisa : 8 Mei 2014



Concentration Analysis Report

Report time 5/8/2014 2:30:34 AM
 Method
 Batch name D:\Selvi Rina\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	6.0		1.2581	0.0055	0.43	1.2634
						1.2525
						1.2585
Std 7	7.0		1.4245	0.0028	0.20	1.4233
						1.4225
						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 Luas Permukaan

Absorbansi MB-Kesetimbangan Adsorpsi Komposit TiO₂ Anatas-Zeolit
 Tanggal Analisa : 23 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/23/2014 2:33:28 AM
 Method
 Batch name D:\Selvi Rina\Absorbansi Methylen Blue TiO2
 Anatas-Zeolit (23-05-2014)1.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	(0.1085)	664.0

Analysis

Collection time 5/23/2014 2:33:28 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.3517 0.3521
		0.3521	0.0005	0.13	0.3526
20 menit					0.5378 0.5368
		0.5365	0.0015	0.27	0.5349
30 menit					0.4657 0.4678
		0.4676	0.0018	0.38	0.4693
40 menit					0.8035

	0.8017	0.0023	0.28	0.8025 0.7992
50 menit				0.7722 0.7688
	0.7705	0.0017	0.22	0.7704
60 menit				0.7973 0.7952
	0.7975	0.0024	0.30	0.8000
70 menit				1.2612 1.2633
	1.2649	0.0046	0.37	1.2701

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB-Keseimbangan Adsorpsi Komposit TiO₂ Rutil-Zeolit

Tanggal Analisa : 22 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/22/2014 8:36:55 PM
 Method
 Batch name D:\Selvi Rina\Absorbansi Methylen Blue TiO2 Rutil-Zeolit(23-05-2014)- 2.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	(0.1056)	664.0

Analysis

Collection time 5/22/2014 8:36:55 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.3423 0.3422 0.3438
		0.3428	0.0009	0.25	
20 menit					0.3456 0.3473 0.3470
		0.3466	0.0009	0.27	
30 menit					0.4977

	0.4977	0.0000	0.01	0.4976 0.4977
40 menit				0.4355 0.4351
	0.4352	0.0003	0.06	0.4349
50 menit				0.3944 0.3956
	0.3949	0.0006	0.16	0.3948
60 menit				0.5663 0.5673
	0.5660	0.0015	0.27	0.5643
70 menit				0.8620 0.8699
	0.8664	0.0040	0.46	0.8673

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB-Kesetimbangan Adsorpsi H-Zeolit

Tanggal Analisa : 18 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/18/2014 9:57:56 PM
 Method
 Batch name D:\Selvi Rina\Absorbansi Methylen Blue Zeolit
 (19-05-2014).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	(0.0900)	664.0

Analysis

Collection time 5/18/2014 9:57:56 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.4300 0.4309 0.4334
		0.4314	0.0018	0.41	
20 menit					0.4314

	0.4317	0.0002	0.05	0.4318 0.4317
30 menit				0.4340 0.4353
	0.4339	0.0015	0.35	0.4323
40 menit				0.4211 0.4229
	0.4230	0.0019	0.44	0.4248
50 menit				0.5270 0.5258
	0.5266	0.0007	0.14	0.5271
60 menit				0.6054 0.6057
	0.6044	0.0019	0.32	0.6022
70 menit				0.5248 0.5211
	0.5233	0.0020	0.38	0.5241

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian

6.1 Preparasi Sampel



Gambar 1. Perendaman dan pengadukan zeolit dengan aquades

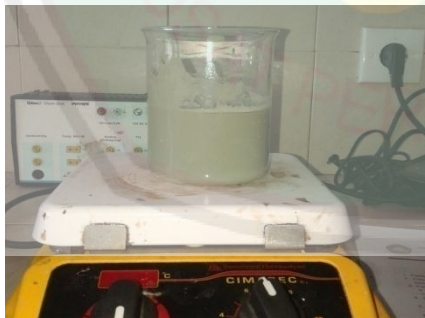


Gambar 2. Penyaringan zeolit



Gambar 3. Zeolit setelah proses pengeringan

6.2 Aktivasi Zeolit



Gambar 4. Aktivasi zeolit dengan amonium nitrat



Gambar 5. Penyaringan dan pencucian zeolit dari amonium nitrat



Gambar 6. Pengukuran pH netral dengan pH meter

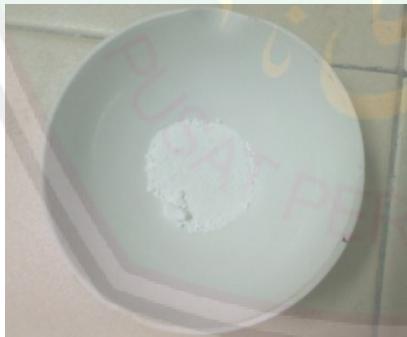


Gambar 7. Hasil zeolit aktivasi setelah pengeringan



Gambar 8. Hasil zeolit aktifasi kimia dan fisika

6.3 Transformasi TiO_2 dengan Struktur Rutil



Gambar 9. Serbuk TiO_2 fasa anatas



Gambar 10. Serbuk TiO_2 fasa rutil

6.4 Sintesis Komposit TiO_2 -Zeolit



Gambar 11. Perendaman dengan larutan TiO_2



Gambar 12. Proses sintesis dengan metode hidrotermal



Gambar 13. Hasil sintesis setelah perlakuan hidrotermal



Gambar 14. Hasil sintesis setelah dikalsinasi

6.5 Karakterisasi

6.5.1 Penentuan luas permukaan adsorpsi *methylen blue*



Gambar 15. Hasil uji luas permukaan setelah disentrifugase



Gambar 16. Pengocokan dengan shaker

6.6 Uji aktivitas material komposit TiO_2 -zeolit dengan metode titrasi asam basa



Gambar 17. Hasil uji dengan metode titrasi asam-basa

