



TESIS - SK185401

SINTESIS KOMPOSIT ZSM-5-TiO₂-OTMS SEBAGAI SENYAWA HIDROFOBİK

RISKAVIANA KURNIAWATI
NRP 01211650012011

Dosen Pembimbing :
Dr. Djoko Hartanto, M.Si

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN KIMIA ANORGANIK
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019



THESIS - SK185401

SYNTHESIS ZSM-5-TiO₂-OTMS AS HYDROPHOBIC COMPOUNDS

RISKAVIANA KURNIAWATI
NRP 01211650012011

Supervisor:
Dr. Djoko Hartanto, M.Si

MASTER PROGRAM
FIELD OF EXPERTISE INORGANIC CHEMISTRY
DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF SCIENCE
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019

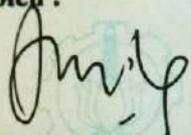
HALAMAN PENGESAHAN TESIS

Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat gelar
Magister Sains (M.Si)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

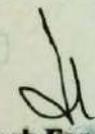
Oleh
RISKAVIANA KURNIAWATI
NRP. 01211650012011

Tanggal Ujian : 31 Januari 2019
Periode Wisuda : Maret 2019

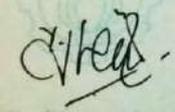
Disetujui oleh :


1. **Dr. Djoko Hartanto, M.Si**
NIP. 19621028 198803 1 003

(Pembimbing)


2. **Hamzah Fansuri, M.Si., Ph.D**
NIP. 19691017 199412 1 001

(Penguji)


3. **Dr. Yuly Kusumawati, M.Si.**
NIP. 19810128 200812 2 003

(Penguji)



Prof. Dr. rer.nat. Agus Rubiyanto, M.Eng., Sc.
NIP. 19650619 198903 1 001

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SINTESIS KOMPOSIT ZSM-5-TiO₂-OTMS SEBAGAI SENYAWA HIDROFOBİK

Nama mahasiswa : Riskaviana Kurniawati
NRP : 01211650012011
Pembimbing : Dr. Djoko Hartanto, M. Si

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS dengan metode sol gel dan mengubah sifat hidrofil menjadi hidrofob. Sintesis diawali pembuatan komposit ZSM-5-TiO₂, dengan prekursor Titanium Isopropoksida (TiIP) dan isopropanol sebagai pengontrol hidrolisis. Fasa komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TPZ) adalah anatase yang memiliki luas permukaan 329,25 m²/g, namun distribusi TiO₂ kurang merata. Selanjutnya, komposit 10% TPZ ditambahkan kedalam OTMS. Hasil padatan dikeringkan dan dikarakterisasi. Difraktogram XRD tetap menunjukkan karakteristik puncak difraksi anatase sehingga tidak mengubah kristalinitasnya. Pada karakterisasi FTIR, terdapat 2 pita serapan baru pada bilangan gelombang sekitar 1471 dan 2900 cm⁻¹. Pita serapan 2900cm⁻¹ menunjukkan vibrasi C-H *stretching*. Pita serapan 1470cm⁻¹ menunjukkan vibrasi C-O *stretching*, namun intensitasnya sangat kecil. Penambahan OTMS pada permukaan komposit ZSM-5-TiO₂ menurunkan luas permukaan spesifik dan diameter pori komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS. Uji hidrofobik dilakukan dengan metode gravimetri. Semakin sedikit perubahan massa pada sampel seiring dengan bertambahnya waktu, semakin bertambah sifat hidrofobiknya. Komposit 2,12 HTPZ yang mengandung 18,17% berat C merupakan komposit hidrofobik yang paling baik dengan perubahan massa yang konstan selama 90menit.

Kata kunci: ZSM-5, ZSM-5-TiO₂, OTMS, ZSM-5-TiO₂-OTMS, hidrofobik.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SYNTHESIS ZSM-5-TiO₂-OTMS COMPOSITE AS A HYDROPHOBIC COMPOUNDS

Student name : Riskaviana Kurniawati
Student ID : 01211650012011
Supervisor : Dr. Djoko Hartanto, M. Si.

ABSTRACT

In this study, synthesis of ZSM-5-TiO₂-OTMS composites was carried out by the sol gel method and changed the hydrophilic properties to hydrophobicity. Synthesis of ZSM-5-TiO₂ composites is made first in which the ZSM-5 is loaded into the TiO₂ precursor, Titanium Isopropoxide (TiIP) and the hydrolysis process is controlled by the addition of isopropanol. The ZSM-5-TiO₂ composite (10% TPZ) phase is anatase which has a surface area of 329.25 m²/g, but the distribution of TiO₂ is less uniform. After that, 10% TPZ composite was modified by the addition of OTMS. Solids are dried and characterized. Diffractogram XRD still shows the characteristics of peak anatase diffraction. In FTIR characterization, there are 2 new absorption bands at wavenumbers around 1471 and 2900cm⁻¹. The 2900cm⁻¹ absorption band shows the C-H stretching vibration. The absorption band of 1470cm⁻¹ shows the vibration of C-O stretching, but the intensity is very small. The addition of OTMS on the ZSM-5-TiO₂ composite reduced the spesific surface area and pore diameter of ZSM-5-TiO₂-OTMS composites. The hydrophobic test was carried out by the gravimetric method. The fewer changes in mass in the sample as time increases, the hydrophobic properties increases. Composite 2.12 HTPZ containing 18.17% by weight C is the best hydrophobic composite with constant mass change for 90 minutes.

Key words : ZSM-5, ZSM-5-TiO₂, OTMS, ZSM-5-TiO₂-OTMS, hydrophobic.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT karena atas rahmat, taufik dan hidayahnya sehingga tesis berjudul “Sintesis Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS Sebagai Senyawa Hidrofobik” dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan, dukungan dan dorongan dari semua pihak. Untuk ini, penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si. selaku dosen pembimbing, dosen wali serta Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi (KME) yang telah memberikan pengarahan bimbingan dan motivasi selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko selaku Kepala Departemen Kimia yang telah memberikan fasilitas selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Prof. Mardi Santoso, Ph.D selaku Kaprodi Pascasarjana Kimia FMIPA ITS.
4. Prof. Dr. Hadi Nur selaku *Director Centre for Sustainable Nanomaterials* (CSNano), Universiti Teknologi Malaysia atas bimbingan dan fasilitas riset yang telah diberikan.
5. Ayah (Alm), ibu dan kakak tercinta yang telah memberikan dukungan moral dan materil serta doa yang tanpa henti selama menyelesaikan studi S2 di ITS Surabaya.
6. Seluruh anggota tim riset dibawah bimbingan Dr. Djoko Hartanto, M.Si., seluruh rekan C08 UTM, rekan mahasiswa S2 Kimia ITS, anggota Lab KME serta semua pihak yang telah mendukung hingga penyelesaian tesis.
7. LPPM ITS atas dana penelitian lokal hibah pascasarjana 2018.

Penulis menyadari bahwa tesis ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dan kritik untuk meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga tugas akhir ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca. Aamiin.

Surabaya, 2 Agustus 2018

Penulis

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR ISI

| | |
|---|------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | iii |
| ABSTRAK | v |
| ABSTRACT | vii |
| DAFTAR ISI | ix |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR TABEL | xiii |
| BAB 1 PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1. Latar Belakang | 1 |
| 1.2. Rumusan Masalah | 3 |
| 1.3. Tujuan Penelitian | 4 |
| 1.4. Manfaat Penelitian | 4 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1. ZSM-5 | 5 |
| 2.2. Padatan TiO ₂ | 6 |
| 2.3. Prekursor TiO ₂ | 8 |
| 2.4. Preparasi Komposit ZSM-5-TiO ₂ dengan Penempelan Permukaan | 9 |
| 2.5. Modifikasi Komposit ZSM-5-TiO ₂ dengan penambahan alkylsilane | 11 |
| 2.6. Tinjauan Instrumen | 14 |
| 2.6.1. Difraktometer Sinar-X (XRD) | 14 |
| 2.6.2. Fourier Transform Infrared (FTIR) | 16 |
| 2.6.3. Scanning Electron Microscopy (SEM) | 17 |
| 2.6.4. Adsorpsi-desorpsi Nitrogen..... | 19 |
| BAB 3 METODE PENELITIAN | 23 |
| 3.1. Alat dan Bahan | 23 |
| 3.1.1. Alat | 23 |
| 3.1.2. Bahan | 23 |

| | |
|---|-----------|
| 3.2. Prosedur Penelitian | 23 |
| 3.2.1. Sintesis komposit ZSM-5-TiO ₂ dengan metode sol gel | 23 |
| 3.2.2. Preparasi Komposit ZSM-5-TiO ₂ dengan Penambahan Octadecyltrimethoxysilane (OTMS)..... | 24 |
| 3.3. Karakterisasi komposit ZSM-5-TiO ₂ sebelum dan sesudah penambahan OTMS..... | 25 |
| 3.3.1. Difraktometer sinar-X (XRD) | 25 |
| 3.3.2. Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FT-IR) | 25 |
| 3.3.3. Scanning Electron Microscopy (SEM) | 26 |
| 3.3.4. Adsorpsi-desorpsi Nitrogen | 26 |
| 3.4. Uji hidrofobik | 26 |
| BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN | 27 |
| 4.1 Hasil Sintesis Komposit ZSM-5-TiO ₂ | 27 |
| 4.2 Karakterisasi Padatan ZSM-5-TiO ₂ | 28 |
| 4.2.1 Difraktometer sinar-X (XRD) | 28 |
| 4.2.2 Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FT-IR) | 30 |
| 4.2.3 Scanning Electron Microscopy (SEM) | 31 |
| 4.2.4 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen | 34 |
| 4.3 Modifikasi komposit ZSM-5-TiO ₂ dengan penambahan OTMS | 37 |
| 4.4 Karakterisasi padatan ZSM-5-TiO ₂ -OTMS..... | 38 |
| 4.4.1 Difraktometer sinar-X (XRD) | 38 |
| 4.4.2 Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FT-IR) | 39 |
| 4.4.3 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen | 41 |
| 4.4.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) | 43 |
| 4.5 Uji hidrofobik | 45 |
| BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN | 47 |
| 5.1 Kesimpulan | 47 |
| 5.2 Saran | 47 |
| DAFTAR PUSTAKA | 49 |
| LAMPIRAN | 55 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|-------------|---|----|
| Gambar 2.1 | Representasi dimensi ZSM-5 | 5 |
| Gambar 2.2 | Struktur titanium dioksida (a) anatase, (b) rutile dan (c) brookite | 6 |
| Gambar 2.3 | Model efektif katalis <i>phase-boundary</i> | 11 |
| Gambar 2.4 | Skema pembentukan serat hidrofobik yang terlapisi OTMS/TCPP/TiO ₂ | 12 |
| Gambar 2.5 | Skema preparasi hidrofobik SBA.15H dan SBA.16H | 13 |
| Gambar 2.6 | Struktur dari (a) toluena dan (b) Octadecyltrimethoxysilane (OTMS) | 13 |
| Gambar 2.7 | Prinsip difraksi sinar X | 14 |
| Gambar 2.8 | Difraktogram Sinar-X (a) pristine (b) serat terlapisi TiO ₂ dan (c) serat yang terlapisi OTMS/TCPP/TiO ₂ (a = puncak terkait dengan anatase)..... | 15 |
| Gambar 2.9 | Spektra FTIR dari kontrol dan modifikasi silane pada serat kayu | 16 |
| Gambar 2.10 | SEM dari komposit ZSM-5-TiO ₂ rasio 50/50 dengan metode (a) pencampuran mekanik, (b) dispersi solid state dan (c) sol gel | 18 |
| Gambar 2.11 | FESEM dari komposit (a dan e) serat pristine, (b dan f) serat terlapisi TiO ₂ , (c dan g) serat terlapisi TCPP/TiO ₂ , (d dan h) serat terlapisi OTMS/TCPP/TiO ₂ | 19 |
| Gambar 2.12 | Tipe isotherm adsorpsi menurut IUPAC | 20 |
| Gambar 4.1 | Padatan hasil kalsinasi (TPZ) dengan variasi (a) 2,5; (b) 5 dan (c) 10% TiO ₂ | 28 |
| Gambar 4.2 | Difraktogram dari TiO ₂ referensi, TiO ₂ hasil sintesis, ZSM-5, dan TPZ (2,5; 5 dan 10%) | 29 |
| Gambar 4.3 | Spektra FTIR dari TiO ₂ referensi, TiO ₂ hasil sintesis, ZSM-5, dan TPZ (2,5; 5 dan 10%) | 30 |
| Gambar 4.4 | Foto SEM dari (a) ZSM-5, (b) TiO ₂ , (c) 2,5% TPZ, (d) 5% TPZ dan 10% TPZ | 32 |
| Gambar 4.5 | Distribusi titanium pada (a) 2,5% TPZ, (b) 5% TPZ dan (c) 10% TPZ | 34 |

| | |
|--|----|
| Gambar 4.6 Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari (a) ZSM-5, (b) 2,5% TPZ, (c) 5% TPZ dan (d) 10% TPZ..... | 35 |
| Gambar 4.7 Distribusi pori dari (a) ZSM-5, (b) 2,5% TPZ, (c) 5% TPZ dan (d) 10% TPZ..... | 36 |
| Gambar 4.8 Padatan TPZ (a) sebelum dimodifikasi dan (b) setelah dimodifikasi dengan OTMS | 38 |
| Gambar 4.9 Difraktogram dari (a) 10% TPZ dan (b) HTPZ..... | 39 |
| Gambar 4.10 Spektra FTIR dari (a) 10% TPZ, (b) 0,53 HTPZ, (c) 1,06 HTPZ dan (d) 2,12 HTPZ | 40 |
| Gambar 4.11 Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari (a) 0,53 HTPZ, (b) 1,06 HTPZ dan (c) 2,12 HTPZ..... | 41 |
| Gambar 4.12 Distribusi pori dari (a) 0,53 HTPZ, (b) 1,06 HTPZ dan (c) 2,12 HTPZ..... | 42 |
| Gambar 4.13 Foto SEM dan pemetaan dari 0,53 HTPZ (a-c), 1,06 HTPZ (b-d) dan 2,12 HTPZ (e-f)..... | 44 |
| Gambar 4.14 Diagram hasil uji hidrofobik dengan variasi waktu..... | 46 |

DAFTAR TABEL

| | | |
|-----------|---|----|
| Tabel 2.1 | Sifat dari TiO ₂ dalam fasa anatase dan rutile..... | 7 |
| Tabel 2.2 | Sebagian padatan TiO ₂ yang disintesis dengan metode sol gel... .. | 8 |
| Tabel 2.3 | Sebagian padatan TiO ₂ yang berhasil dikontrol hidrolisisnya dengan penambahan pelarut organik | 9 |
| Tabel 3.1 | Komposisi komposit ZSM-5-TiO ₂ | 24 |
| Tabel 3.2 | Komposisi komposit ZSM-5-TiO ₂ dengan penambahan OTMS | 25 |
| Tabel 4.1 | Hasil EDX komposit ZSM-5-TiO ₂ (TPZ)..... | 33 |
| Tabel 4.2 | Data analisis adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen komposit ZSM-5-TiO ₂ (TPZ) | 37 |
| Tabel 4.3 | Data analisis adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen komposit ZSM-5-TiO ₂ -OTMS (HTPZ)..... | 43 |
| Tabel 4.4 | Hasil EDX komposit ZSM-5-TiO ₂ -OTMS (HTPZ) | 45 |

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Limbah industri tekstil merupakan limbah yang kompleks dimana komponen utamanya berupa zat warna baik yang larut dalam air maupun yang tersuspensi atau tidak larut dan kebanyakan adalah zat organik. Banyak zat warna yang digunakan dalam industri tekstil, diantaranya Congo Red untuk warna merah, Auramin untuk warna kuning, Metilen biru dan Rodamin B untuk warna biru, yang dapat dikelompokkan dalam senyawa diazo dan xanthat, yang larut dalam air dengan kelarutan sangat tinggi (di atas 3,5g/100mL) (Iryani dan Hartanto, 2017). Selain itu, Frijters dkk. (2006) mengelompokkan zat warna yang tidak dapat larut dalam air yaitu pewarna dispersi (*disperse dye*), pewarna kaleng (*vat dyes*) dan pewarna sulfur (*sulphur dyes*). Disperse red 60 untuk warna merah sering disubstitusi dengan senyawa azo, antrakuinon atau difenilamin dan tidak mengandung gugus yang larut dalam air (Koh, 2011). Indigo untuk warna biru merupakan salah satu contoh dari *vat dyes* untuk pewarna wol dan serat (Kim, 2013). Zat warna yang terkandung juga ditambah dengan pengemulsi dan logam berat yang dapat mencemari sistem perairan (Imamura dkk., 2002) sehingga dapat menyebabkan mata merah, iritasi kulit, gangguan pencernaan dan saluran pernafasan. Oleh karena itu, diperlukan pengembangan teknologi sebagai usaha untuk mengurangi dampak tersebut yang dapat membuat lingkungan menjadi ramah secara berkelanjutan.

Salah satu metode pengolahan limbah zat warna adalah adsorpsi. Metode adsorpsi ini, selain ekonomis, juga terbukti dapat menghilangkan zat warna dari limbah dengan adsorben. Iryani dan Hartanto (2017) menggunakan adsorben berupa ZSM-5 namun masih kurang optimal. Modifikasi ZSM-5 dengan penambahan oksida logam (TiO_2) yang merupakan material fotokatalis (sehingga membantu proses fotodegradasi zat warna) dapat meningkatkan daya adsorpsi zat warna dalam larutan dan konduktivitas molekul air sehingga komposit ZSM-5- TiO_2 mempunyai sifat hidrofilik yang tinggi (Lakhane dkk., 2016) yang dapat

diaplikasikan sebagai fotodegradasi zat warna (Tawari dkk., 2016; Takeuchi dkk., 2007; Zhou dkk., 2016).

ZSM-5 selain mempunyai pori $5,3\text{\AA}$ dan ukuran partikel nano sampai ukuran mikro juga mempunyai keasaman yang tinggi. Bila ZSM-5 ditambahkan dengan TiO_2 yang berukuran 3nm, maka TiO_2 tidak terdispersi merata dan tidak memiliki keteraturan di permukaan ZSM-5 (Tawari dkk., 2016) sehingga hanya akan mempengaruhi luas permukaan eksternal, volume pori dan volume mesopori menjadi lebih besar (Li dkk., 2010). Jika ingin mendapatkan TiO_2 yang terlapis pada ZSM-5 dengan keteraturan yang tinggi dan merata maka harus menggunakan teknik yang berbeda dengan teknik di atas. Hipotesis teknik ini dilakukan dengan menambahkan senyawa prekursor TiO_2 misalnya alkoksi titania yang dapat terdistribusi merata pada ZSM-5, sehingga ketika prekursor tersebut diubah menjadi TiO_2 dengan pemanasan, maka akan didapat komposit ZSM-5- TiO_2 yang terdispersi merata dan menyebabkan pori eksternal yang lebih teratur dengan ukuran meso, namun komposit tersebut masih kurang efektif dalam pengolahan limbah zat warna yang tersuspensi atau tidak larut dalam air sehingga perlu modifikasi dengan penambahan zat organik yang dapat bereaksi dengan limbah zat warna tersebut.

Penambahan zat organik *alkylsilane* merupakan salah satu zat yang dapat mengurangi sifat hidrofilik pada beberapa komposit dan dapat bereaksi dengan limbah zat warna. Nur dkk. (2001) berhasil sintesis komposit Ti-NaY dengan titanium(IV) tetra-2-propoksida sebagai prekursor titanium. Selanjutnya, komposit Ti-NaY dimodifikasi dengan penambahan octadecyltrichlorosilane (ODS) sehingga komposit yang dihasilkan bersifat amfilik untuk reaksi epoksidasi reaksi alkena. Selain itu, Naik dkk. (2014) juga memodifikasi permukaan silika dengan menambahkan octadecyltrichlorosilane (OTCS), octadecyltrimethoxysilane (OTMS) dan octadecyltriethoxysilane (OTES). Giraldo dkk. (2016) juga memodifikasi permukaan silika dengan penambahan (N,N-dimethyl-amino)-alkyl-dimethylsilanes pada SBA-15 dan SBA 16 hidrofobik untuk adsorpsi alkohol. Penambahan zat hidrofobik pada permukaan silika dan komposit dapat mengubah sifat permukaan menjadi hidrofobik, namun penambahan alkylsilane pada komposit zeolit belum banyak dilakukan sehingga perlu dipelajari pengaruh

penambahan octadecyltrimethoxysilane (OTMS) pada komposit ZSM-5-TiO₂ menjadi hidrofobik yang diharapkan dapat digunakan dalam pengolahan limbah zat warna yang tersuspensi atau tidak larut dalam air.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel dan sebagian dari hasil sintesis dimodifikasi dengan menambahkan octadecyltrimethoxysilane (OTMS) untuk dapat bereaksi dengan zat organik yang terkandung dalam zat warna dan mengurangi sifat hidrofilik komposit tersebut sehingga didapatkan komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS yang bersifat hidrofobik.

1.2. Rumusan Masalah

Zat warna dapat dikelompokkan menjadi zat warna yang larut dalam air dan tidak dapat larut dalam air. Zat warna juga ditambah dengan pengemulsi dan logam berat yang dapat mencemari sistem perairan (Imamura dkk., 2002). Pengolahan limbah zat warna yang tidak dapat larut dalam air masih jarang dilakukan sehingga menjadi fokus utama dalam penelitian ini. Salah satu pengolahan limbah zat warna yaitu dengan metode adsorpsi. Metode adsorpsi selain ekonomis juga terbukti dapat menghilangkan zat warna dari limbah dengan adsorben. Adsorben yang digunakan dalam penelitian ini yaitu komposit ZSM-5-TiO₂, namun komposit tersebut mempunyai sifat hidrofilik yang tinggi sehingga kurang efektif dalam adsorpsi zat warna yang tidak dapat larut dalam air. Oleh karena itu, komposit ZSM-5-TiO₂ dimodifikasi dengan penambahan zat hidrofobik untuk menjadi material yang dapat bereaksi dengan zat organik atau zat warna yang tersuspensi atau tidak larut dalam air. Berdasarkan hasil penelitian Nur dkk. (2001) yang berhasil membuat komposit Ti-NaY menjadi senyawa amfilik, Naik dkk. (2014) yang memodifikasi permukaan silika dan Di (2016) memodifikasi nilon menjadi hidrofobik dengan penambahan *alkylsilane*, maka pada penelitian ini akan dibuat komposit ZSM-5-TiO₂ yang memiliki sifat hidrofobik dengan penambahan OTMS pada permukaan komposit tersebut. Oleh karena itu, perumusan masalah tersebut apabila dijabarkan yakni penambahan octadecyltrimethoxysilane (OTMS) akan merubah sifat hidrofilik komposit ZSM-5-TiO₂ menjadi hidrofobik, sehingga perlu dipelajari pengaruh penambahan OTMS tersebut terhadap sifat hidrofobiknya sehingga dapat diterapkan dalam

pengolahan zat warna tak larut dalam air melalui mekanisme adsorpsi. Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS yang bersifat hidrofobik akan mempengaruhi kapasitas adsorpsi bahan yang tidak larut dalam air, kurang terlarut dalam air atau tersuspensi, atau semakin tinggi sifat hidrofobik komposit tersebut akan menurunkan interaksi air dengan permukaan komposit dan akan meningkatkan kapasitas adsorpsi senyawa yang tidak atau kurang atau tersuspensi atau bersifat koloid dalam air.

1.3. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS yang bersifat hidrofobik yang memiliki kemampuan tinggi dalam adsorpsi bahan yang tersuspensi atau terkoloid atau bahkan tidak campur dengan air. Sintesis komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS dilakukan dengan dua tahap yaitu sintesis komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel dan modifikasi komposit ZSM-5-TiO₂ dengan penambahan octadecyltrimethoxysilane (OTMS). Pada tahap pertama tersebut diharapkan semua matrik TiO₂ menempel pada permukaan ZSM-5, setelah berhasil mendapatkan komposit ZSM-5-TiO₂ dilanjutkan tahap kedua dengan menempelkan OTMS.

1.4. Manfaat Penelitian

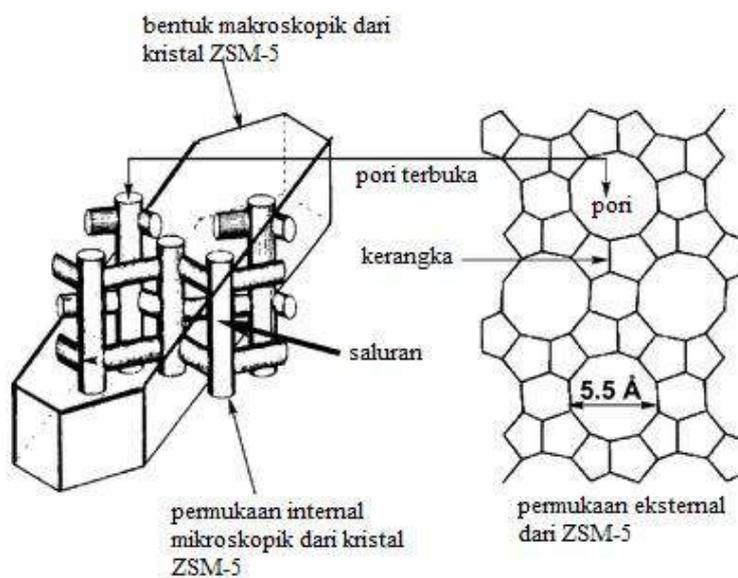
Penelitian ini diharapkan dapat membentuk material yang dapat dipergunakan untuk melakukan adsorpsi dengan beda fasa yang efektif dan sekaligus diharapkan dapat digunakan menjadi referensi dalam mengembangkan komposit pemakaian komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS sebagai senyawa hidrofobik yang diaplikasikan dalam adsorpsi dan fotokatalis pengolahan limbah senyawa organik atau senyawa zat warna.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. ZSM-5

ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile-5*) adalah kristal alumino silikat berpori dengan framework tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. ZSM-5 dikategorikan sebagai kelompok zeolit berpori medium dengan sistem saluran pori berukuran antara 4,5-6,5 Å yang dibentuk dari dua tipe cincin beranggotakan sepuluh atom oksigen. Sistem pori dalam ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 2.1. Saluran tipe pertama adalah suatu saluran berbentuk bulat panjang dan lurus (*elliptical straight channels*) dengan potongan melintang bebas berukuran 5,1x5,6 Å. Saluran tipe kedua merupakan *zig-zag channels* yang tegak lurus terhadap saluran pertama dengan potongan melintang dengan ukuran 5,4x5,6 Å (Christopher, 2003).



Gambar 2.1 Representasi dimensi ZSM-5 (Lei dkk, 2003).

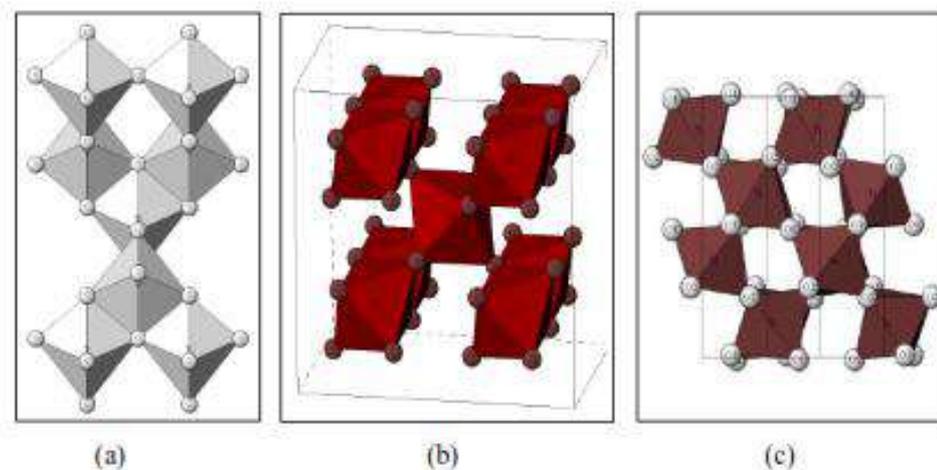
ZSM-5 dapat diaplikasikan sebagai pendukung katalis, adsorben, dan bahan kimia atau reaksi fotokimia (Takeuchi dkk., 2007). Iryani dan Hartanto (2017) menggunakan ZSM-5 sebagai adsorben zat warna tekstil namun masih kurang optimal. Hal ini disebabkan ZSM-5 mempunyai pori lebih besar daripada

zat warna (1,7nm) sehingga diperlukan modifikasi dengan penambahan oksida logam.

Chen dkk. (2008) memodifikasi ZSM-5 dengan penambahan logam Fe untuk adsorpsi zat warna Reactive Brilliant Blue. Fe-ZSM-5 hasil modifikasi menunjukkan tidak ada perbedaan dengan ZSM-5, namun penambahan logam pada permukaan ZSM-5 menyebabkan adanya proses fotokatalisis setelah proses adsorpsi. ZSM-5 mempunyai sisi asam yang kuat yang menyebabkan pemutusan ikatan karbon-karbon pada molekul zat warna. Penambahan logam oksida sebagai sisi aktif adsorpsi merupakan penghantar elektron yang lebih mendukung terjadinya reaksi redoks daripada reaksi adsorpsi. Selain itu, penambahan oksida logam juga mempengaruhi sifat difusi, katalitik dan adsorpsi (Lakhane dkk., 2016).

2.2. Padatan TiO_2

Padatan TiO_2 selain mudah didapat dengan harga murah juga mempunyai kestabilan dan reaktivitas yang tinggi serta toksisitas rendah (Zhang, 2013). TiO_2 dapat disintesis dalam bentuk kristal dan ukuran nanopartikel tergantung pada metode sintesis (Schulz dkk., 2016). Padatan TiO_2 mempunyai tiga polimorf berbeda yang bersifat anatase, rutil, dan brookite, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Struktur titanium dioksida (a) anatase, (b) rutil dan (c) brookite (Pelaez dkk., 2012).

Banyak penelitian yang dilakukan dengan fase anatase dan rutile karena kedua fasa tersebut lebih berguna daripada brookite dalam aplikasi praktis. Tabel 2.1 menunjukkan sifat TiO₂ dalam fasa anatase dan rutile.

Tabel 2.1 Sifat dari TiO₂ dalam fasa anatase dan rutile

| Bentuk kristal | Anatase | Rutile |
|---|------------|------------|
| Densitas (g/cm ³) | 3,80 | 4,20 |
| Struktur kristal | Tetragonal | Tetragonal |
| Kalor jenis (JK ⁻¹ g ⁻¹) | 0,71 | 0,71 |
| Konstanta dielektrik (30°C) | 48 | 114 |
| Energi celah pita (eV) | 3,20 | 3,02 |

(Periyat dkk., 2016).

Rutile mempunyai stabilitas termodinamika dan dapat terbentuk dibawah suhu kalsinasi tinggi (600-700°C) sedangkan anatase dan brookite merupakan metastabil (Hu dkk., 2003). Xu dkk. (2011) dan Pelaez dkk. (2012) melaporkan bahwa TiO₂ dengan struktur anatase memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi daripada rutile dan brookite. Anatase juga mempunyai tingkat rekombinasi elektron dan lubang yang rendah sehingga dapat dijadikan sebagai fotokatalis (Sachs dkk., 2016). Dengan demikian, aplikasi ini berpotensi luas terutama yang terkait dengan masalah lingkungan dan energi (Liu dkk., 2011).

Padatan TiO₂ selain dapat dijadikan sebagai fotokatalis juga mudah bercampur dengan air sehingga dapat dikombinasikan dengan ZSM-5. Komposit ZSM-5-TiO₂ mempunyai eksternal pori yang lebih lebar dibandingkan dengan ZSM-5 sehingga dapat lebih efektif dimanfaatkan sebagai adsorben (Iryani dan Hartanto, 2017).

2.3 Prekursor TiO₂

TiO₂ yang akan ditempelkan dalam ZSM-5 bila dalam bentuk padatan tidak efektif sehingga diperlukan prekursor TiO₂ dalam bentuk cair. Banyak peneliti telah mensintesis padatan TiO₂ dengan berbagai tujuan. Tabel 2.2 menunjukkan ringkasan dari berbagai padatan TiO₂ dengan prekursor yang berbeda.

Tabel 2.1 Sebagian padatan TiO₂ yang disintesis dengan metode sol gel

| Prekursor | Referensi |
|--|---|
| Titanium(IV) isopropoksida (TiIP) | (Neti dkk., 2010) (Geng dkk., 2013) (Lavand dan Malghe, 2015) |
| Titanium(IV) butoksida (Ti(OBu) ₄) | (Park dkk., 2009) (Zhang dkk., 2016) (Mohamed dkk., 2016) |
| Titanium tetraklorida (TiCl ₄) | (Shao dkk., 2013) (Daniel dkk., 2016) |
| Titanium(IV) amonium oksalat (NH ₄) ₂ [TiO(C ₂ O ₄) ₂] | (Takeuchi dkk., 2007) (Kamegawa dkk., 2014) |
| Amonium hexafluorotitanate (NH ₄) ₂ TiF ₆) | (Kamegawa dkk., 2014) |

Sebagian besar prekursor yang digunakan adalah titanium tetraisopropoksida (TiIP) dan titanium butoksida (Ti(OBu)₄). TiIP mudah teroksidasi sehingga perlu adanya kontrol hidrolisis dengan penambahan pelarut organik. Selain itu, pelarut organik perlu ditambah dengan aluminium oksida (α -Al₂O₃) yang merupakan logam oksida polar yang dapat berinteraksi dengan air (Komsta dkk, 2013) sehingga dapat mengurangi kandungan air dalam pelarut. Kontrol hidrolisis TiIP yang dilakukan lebih optimal dibandingkan tanpa penambahan α -Al₂O₃, yang ditandai dengan waktu lamanya reaksi TiIP dengan pelarut organik menjadi sol putih. Tabel 2.3 menunjukkan ringkasan kontrol hidrolisis prekursor TiO₂ dengan beberapa pelarut organik.

Tabel 2.2 Sebagian padatan TiO₂ yang berhasil dikontrol hidrolisisnya dengan penambahan pelarut organik

| Prekursor | Pelarut organik | Referensi |
|--|-----------------|--------------------------|
| Titanium(IV) isopropoksida (TiIP) | Benzena | (Won-Chun Oh dkk., 2009) |
| Titanium(IV) butoksida (Ti(OBu) ₄) | | |
| Titanium(IV) propoksida (TPP) | | |
| Titanium(IV) isopropoksida (TiIP) | Metanol | (Edusi dkk., 2012) |
| | Etanol | |
| | Isopropanol | |
| | Diklorometana | |
| | Heksana | |

2.4 Preparasi Komposit ZSM-5-TiO₂ dengan Penempelan Permukaan

Metode sol gel adalah metode yang paling efisien untuk digunakan dalam sintesis material karena selain mudah dilakukan dengan preparasi suhu rendah dan murah juga mempunyai homogenitas yang lebih baik daripada bahan baku dan efektif dalam kontrol ukuran partikel, bentuk serta sifat material (Tseng dkk., 2010). Metode sol-gel terdiri dari dua tahapan yaitu hidrolisis dan polimerisasi logam alkoksida. Pertama, hidrolisis logam alkoksida melalui reaksi kondensasi membentuk nanopartikel kemudian pusat logam akan berikatan dengan jembatan okso (M-O-M) atau hidrokso (M-OH-M) membentuk logam-okso atau polimer logam-hidrokso. Kedua, polimerisasi mengarah pada pembentukan padatan fase gel dari sol (Tseng dkk., 2010). Sejumlah besar cairan perlu dihilangkan dari sol karena densitas partikel terlalu rendah sehingga terbentuk sifat gel. Sifat mekanik dan stabilitas struktural dari logam oksida dapat ditingkatkan dengan proses pengeringan lebih lanjut. Proses ini akan menghilangkan semua pelarut dan pengotor yang tersisa di dalam struktur kisi oksida logam.

Takeuchi dkk. (2007) telah melakukan sintesis komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel. Prekursor TiO₂ yang digunakan yaitu titanium(IV) amonium oksalat (NH₄)₂[TiO(C₂O₄)₂] dan ZSM-5 (Si/Al=1880). Komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TiO₂) tidak menunjukkan puncak XRD yang signifikan yang dikaitkan dengan partikel TiO₂ namun karena kandungan TiO₂ meningkat hingga

20% berat, puncak difraksi menunjukkan struktur anatase TiO_2 . Hasil XRD lebih jelas bila ukuran partikel TiO_2 lebih kecil dari 3-4 nm. TiO_2 melapisi permukaan luar dari ZSM-5 karena ZSM-5 mempunyai diameter pori sekitar 0,55 nm. Hasil dari SEM komposit ZSM-5- TiO_2 menunjukkan bahwa partikel TiO_2 membentuk agregat (10nm) menyebar di permukaan luar zeolit sekitar 3-4 μm (data tidak ditunjukkan).

Li dkk. (2010) juga melakukan sintesis komposit ZSM-5- TiO_2 yang mengandung 3% TiO_2 dengan prekursor titanium(IV) sulfat ($\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$) dan ZSM-5 yang digunakan dengan rasio Si/Al = 36. Hasil XRD menunjukkan tidak ada puncak TiO_2 yang diamati. Hal ini menunjukkan bahwa TiO_2 terdispersi secara merata atau terdiri dari partikel yang lebih kecil dari 3 nm. Luas permukaan dari komposit ZSM-5- TiO_2 tidak ada perubahan namun luas permukaan eksternal, volume pori dan volume mesopori meningkat.

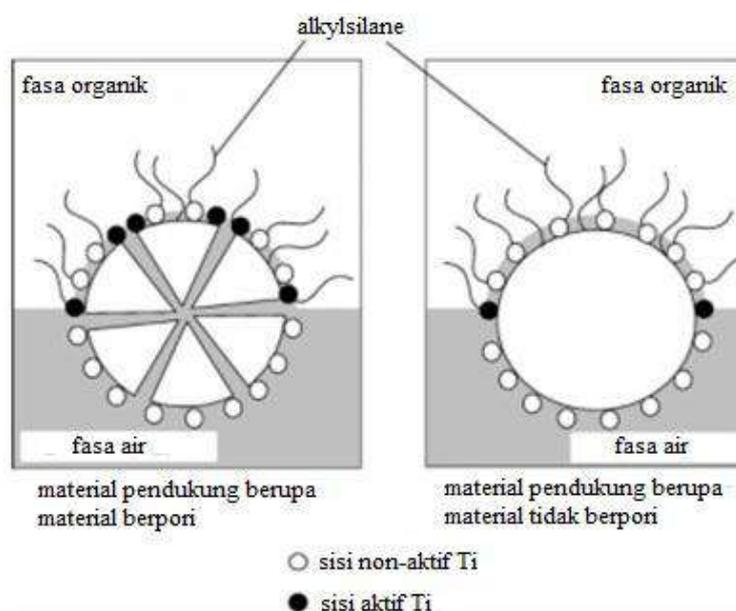
Komposit ZSM-5- TiO_2 dengan fraksi masa 25/75, 50/50, 75/25 disintesis Tawari dkk. (2016) dengan tiga metode yaitu pencampuran mekanik, dispersi solid-state dan sol-gel. Berdasarkan hasil karakterisasi dengan XRD, SEM dan UV-Vis menunjukkan metode pencampuran mekanik dan dispersi solid-state menghasilkan komposit ZSM-5- TiO_2 yang berbeda sifatnya. Distribusi homogen dan interaksi TiO_2 dengan permukaan zeolit tampak pada metode sol-gel dengan fraksi massa 50/50.

Padatan TiO_2 yang akan diimobilisasi di pori zeolit dapat menyebabkan masalah jika padatan TiO_2 menutupi bagian pori zeolit, maka akan menurunkan luas permukaan dan porositas zeolit (Nur, 2012) sehingga dibutuhkan jumlah TiO_2 yang sedikit. Ketika jumlah titanium menjadi sedikit, interaksi antara titanium dengan ZSM-5 semakin meningkat (Tawari dkk., 2016).

2.5 Modifikasi komposit ZSM-5-TiO₂ dengan penambahan *alkylsilane*

Nur dkk. (2001) telah melakukan epoksidasi alkena dengan H₂O₂. Partikel zeolit titanium-loaded amfilik, bagian dari permukaan eksternal ditutupi dengan gugus alkil hidrofobik dan yang lain dibiarkan hidrofilik dengan prekursor titanium(IV) tetra-2-propoksida dan ditambah dengan kelompok octadecylsilyl dari n-octadecyltrichlorosilane (ODS) ke zeolit NaY. Preparasi dilakukan dengan ODS dilarutkan dalam campuran toluena (80% vol) dan CCl₄ (20% vol) kemudian ditambah dengan zeolit NaY sebanyak 1g disertai pengadukan pada suhu ruang selama semalam.

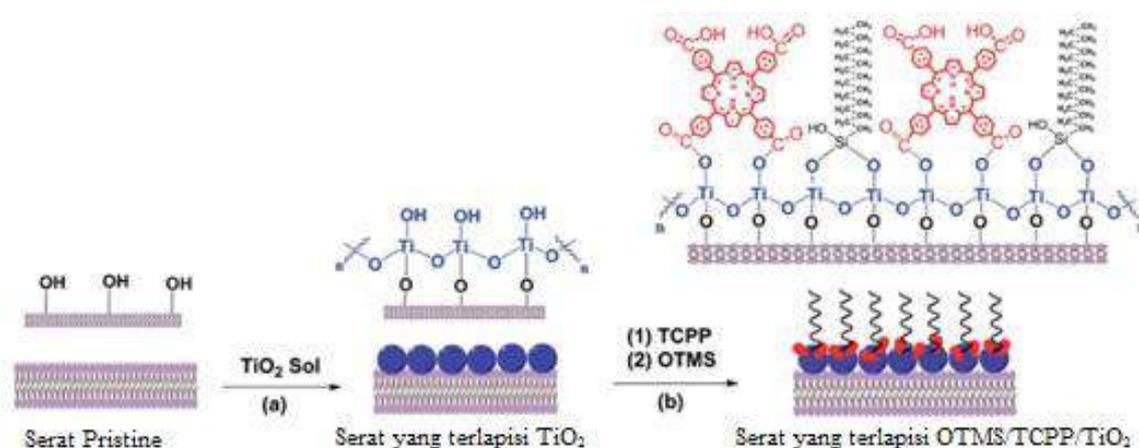
Padatan yang dihasilkan selanjutnya disentrifugasi dengan CCl₄ dan etanol, kemudian dikeringkan pada suhu 383K selama semalam. Katalis amfilik yang diperoleh selanjutnya diuji aktivitasnya dengan reaksi epoksidasi 1-otena, hasil yang diperoleh menunjukkan aktivitas katalitik yang jauh lebih tinggi daripada zeolit NaY yang dilapisi titanium hidrofilik tanpa modifikasi. Adapun model yang diusulkan dalam katalis *phase-boundary* ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Model efektif katalis *phase-boundary* (Nur dkk., 2001).

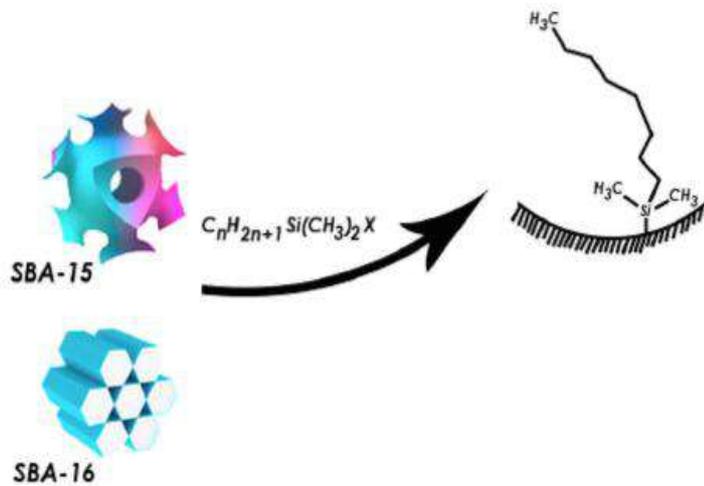
Afzal dkk (2014) memodifikasi serat superhidropobik dengan deposisi TiO₂ anatase, meso-tetra (4-carboxyphenyl) porphyrin (TCPP) dan trimethoxy (oktadecyl) silane (OTMS). Preparasi dilakukan dengan menambahkan OTMS

(10%) tetes demi tetes ke etanol. pH larutan dijadikan 5 dengan penambahan asam asetat untuk meningkatkan hidrolisis OTMS. Larutan kemudian diaduk pada suhu ruang selama 60menit untuk membentuk larutan alkylsilanol terhidrolisis. Serat yang terlapisi TCPP/TiO₂ selanjutnya direndam dalam OTMS yang terhidrolisis selama 30menit, diikuti pencucian dengan etanol untuk menghilangkan OTMS yang tidak terikat. Sampel yang didapatkan selanjutnya dikeringkan dan dipanaskan dalam oven dengan suhu 110°C selama 15menit. Gambar 2.4 menunjukkan skema pembentukan serat hidrofobik yang terlapisi OTMS/TCPP/TiO₂.



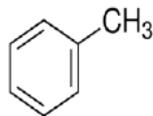
Gambar 2.4 Skema pembentukan serat hidrofobik yang terlapisi OTMS/TCPP/TiO₂ (Afzal dkk., 2014)

Sementara itu, Giraldo dkk (2016) memodifikasi permukaan silika menjadi hidrofobik dengan penambahan (N,N-dimethyl-amino)-alkyl-dimethylsilanes pada SBA-15 dan SBA 16. Preparasi dilakukan dengan menambahkan alkylsilane ke dalam silika yang telah dikeringkan oven (110°C selama 5 jam) dalam gelas reaksi yang ditutup dan disimpan pada suhu 60°C selama 48 jam sehingga menghasilkan silika yang sepenuhnya ditutupi oleh alkylsilane cair. Setelah reaksi selesai, silika yang dimodifikasi dibilas pada saringan kaca dengan toluena, aseton dan aseton-air kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama 5jam. Hasil yang diperoleh selanjutnya diaplikasikan untuk adsoprsi alkohol. Gambar 2.5 menunjukkan skema pembentukan hidrofobik pada SBA-15 dan SBA-16.

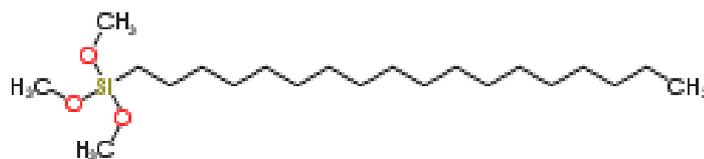


Gambar 2.5 Skema preparasi hidrofobik SBA.15H dan SBA.16H (Giraldo dkk., 2016).

Penambahan *alkylsilane* pada permukaan suatu material perlu ditambah dengan pelarut. Gambar 2.6 menunjukkan struktur toluena dan OTMS.



(a)



(b)

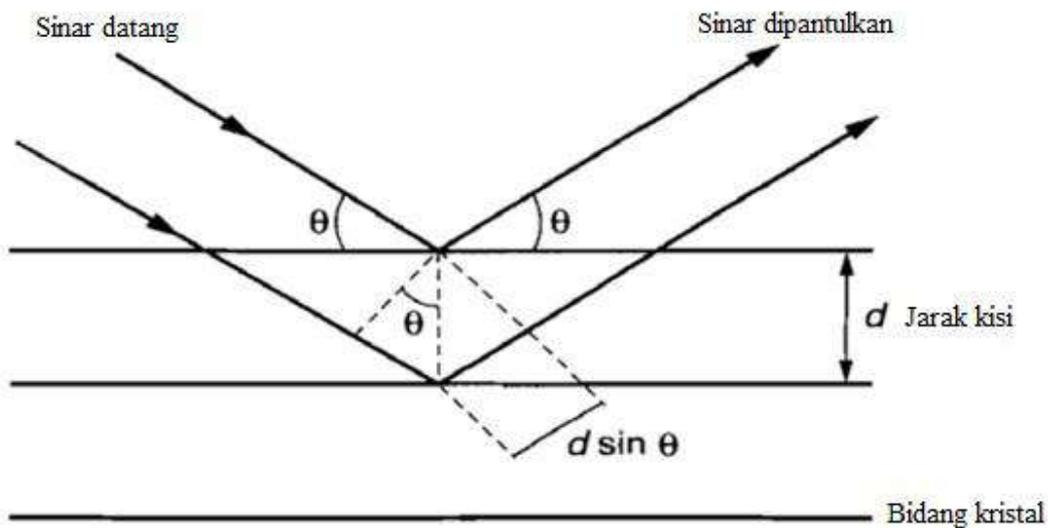
Gambar 2.6 Struktur dari (a) toluena dan (b) Octadecyltrimethoxysilane (OTMS).

Toluena memiliki struktur hidrokarbon aromatik yang tersubstitusi (CH_3) yang menginduksi silane pada permukaan hidrofobik (Arkles, 2011) sehingga dapat membantu pelapisan OTMS dalam komposit ZSM-5-TiO₂.

2.6 Tinjauan Instrumen

2.6.1 Difraktrometer Sinar-(XRD)

Difraksi sinar X memanfaatkan pantulan sinar datang dengan sudut tertentu untuk mengetahui struktur kristal padatan. Sinar X yang terpantul mengenai atom penyusun material padat mengalami pantulan sesuai dengan besar sudut datangnya (Hammond, 2009).



Gambar 2.7 Prinsip Difraksi Sinar X

Difraksi sinar X oleh kristal dapat dilihat pada Gambar 2.7. Pada gambar tersebut diilustrasikan dua berkas sinar X dengan sudut datang θ yang dipantulkan oleh kisi kristal yang terpisah sejauh d .

Sinar X yang dipantulkan dapat mengalami interferensi destruktif atau konstruktif. Sinar X yang mengalami interferensi konstruktif dapat ditangkap oleh detektor. Kondisi agar terjadi interferensi konstruktif terdapat dalam hukum Bragg

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (\text{Persamaan 2.1})$$

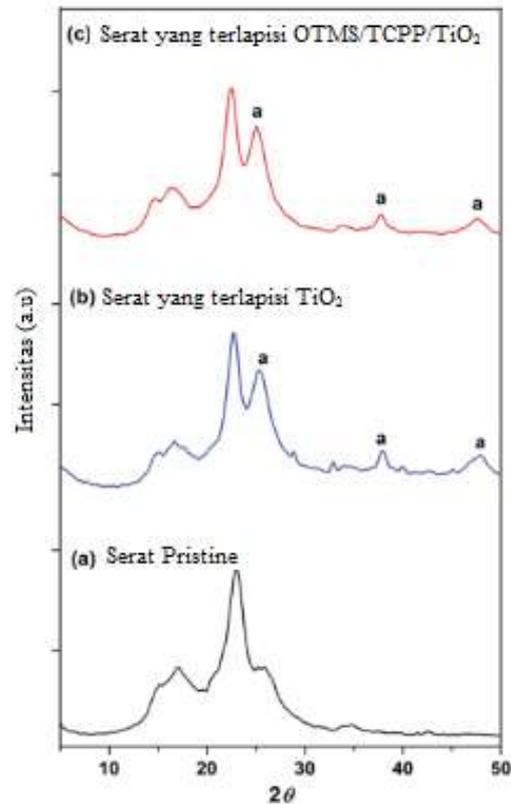
dengan: $n = 1, 2, \dots$

$\lambda =$ panjang gelombang sinar-X (\AA)

$d =$ jarak antar kisi kristal

$\theta =$ sudut datang sinar X

Afzal dkk. (2014) menganalisis fasa kristalin dari nanopartikel titania yang dideposit pada serat dengan analisis XRD, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8



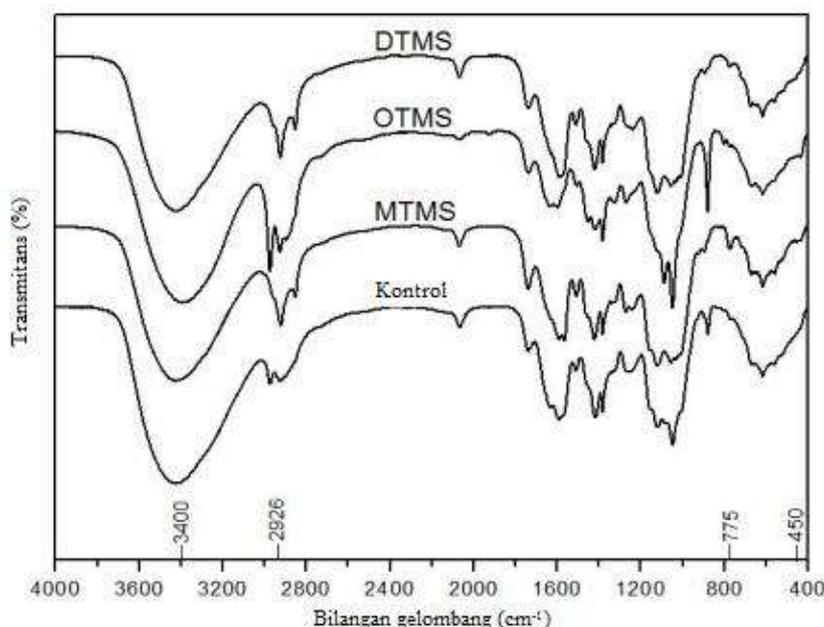
Gambar 2.8 Difraktogram Sinar-X (a) pristine (b) serat terlapis TiO₂ dan (c) serat yang terlapis OTMS/TCPP/TiO₂ (a = puncak terkait dengan anatase) (Afzal dkk., 2014).

Gambar 2.8a menunjukkan serat pristine tidak terdapat puncak yang berhubungan dengan anatase. Sedangkan pada Gambar 2.8b, serat yang terlapis TiO₂ menunjukkan karakteristik puncak difraksi anatase pada $2\theta = 25,4; 38,0$ dan $48,0^\circ$. Gambar 2.8c menunjukkan difraktogram dari serat yang telah dideposisi TCPP dan OTMS, tetap terdapat puncak anatase yang sama. Modifikasi TiO₂ dengan penambahan TCPP dan OTMS tidak mengubah kristalinitas dari TiO₂ (Afzal dkk., 2014).

2.6.2 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Spektroskopi FT-IR dapat memberikan informasi tentang molekul apa yang terdapat dalam sebuah sampel. Spektroskopi FT-IR dilakukan berdasarkan interaksi sampel dengan radiasi inframerah. Ketika disinari radiasi inframerah, sampel akan menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang tertentu yang disesuaikan dengan energi yang dibutuhkan sampel untuk mengalami transisi energi vibrasi. Sebagian besar molekul memiliki serapan inframerah pada bilangan gelombang $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$. Hasil analisis spektroskopi FT-IR ditampilkan dalam bentuk spektrum. Spektrum FT-IR berupa plot bilangan gelombang terhadap % transmitansi atau absorbansi (Smith, 2011).

Ouyang dkk (2014) melakukan karakterisasi FTIR untuk mengetahui ikatan yang terjadi antara silane dan komponen serat kayu. Hasilnya ditunjukkan pada Gambar 2.9. Berbeda dengan kontrol, semua serat menunjukkan pita adsorpsi baru pada 450 cm^{-1} (Si-O-Si atau Si-O-C) dan 775 cm^{-1} (Si-O, Si-C, atau Si-O-C) (Tshabalala dkk., 2003; Sener dkk., 2005 dan Rachini dkk., 2012) setelah dimodifikasi dengan silane terhidrolisis, menunjukkan silane yang dimasukkan dalam serat kayu dan dipolimerisasi dengan gugus hidroksil dalam serat kayu.



Gambar 2.9 Spektra FTIR dari kontrol dan modifikasi silane pada serat kayu (Ouyang dkk., 2014).

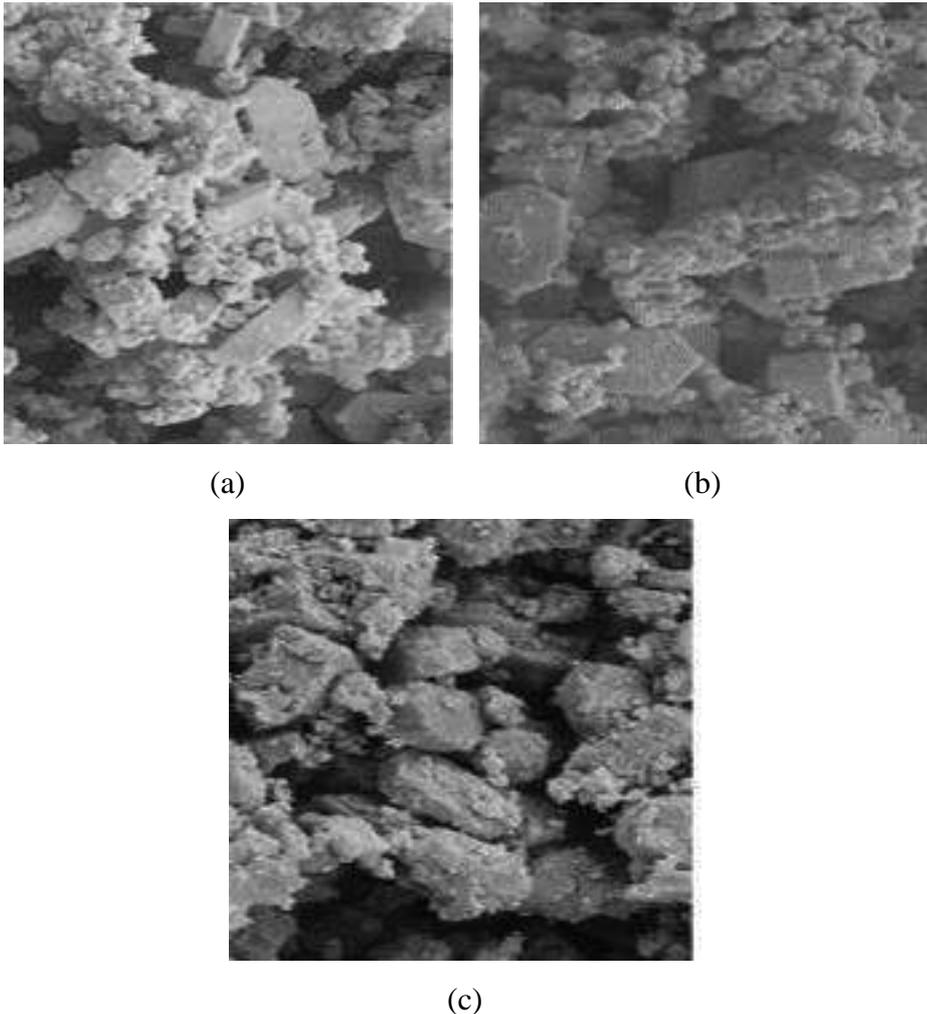
Intensitas sinyal serat kayu dengan O-H stretching pada kisaran 3400cm^{-1} menurun dibandingkan dengan kontrol. Hal ini menunjukkan adanya pengurangan jumlah gugus hidroksil hidrofilik dalam serat kayu setelah modifikasi silane.

2.6.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM dapat mengetahui morfologi permukaan dari suatu material. SEM mempunyai prinsip kerja sebagai berikut. Sumber elektron difokuskan dalam vakum menuju *probe* dekat permukaan sampel kemudian sinar elektron melewati kumparan dan lensa objektif membelokkan secara vertikal dan horisontal sehingga permukaan sampel dapat terscan. Interaksi yang terjadi akan menghasilkan emisi dari elektron atau foton dari permukaan sehingga dapat dideteksi dengan detektor pada posisi yang tepat. Sampel SEM harus bersifat konduktif sehingga perlu dicoating dengan karbon untuk meningkatkan konduktivitas (Chester dan Derouane, 2009).

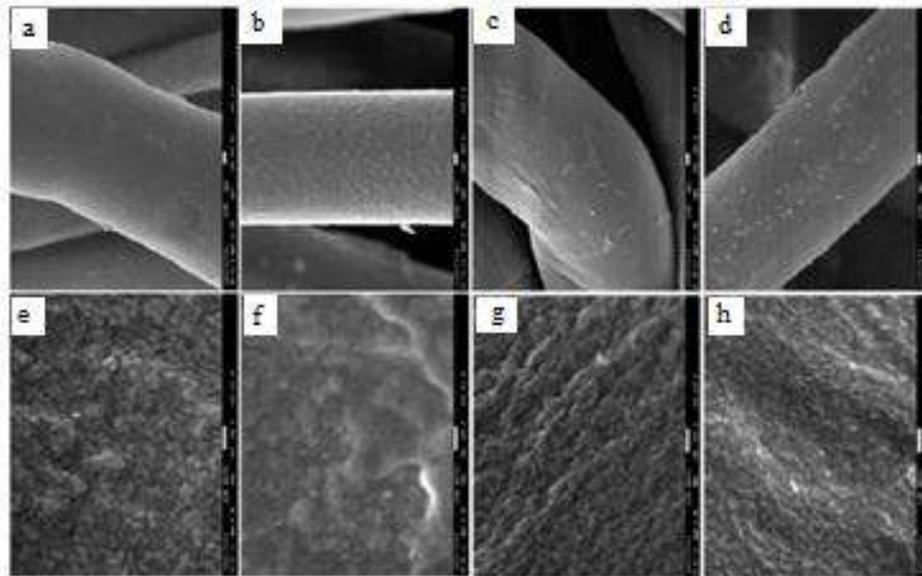
Morfologi dari komposit ZSM-5-TiO₂ yang disintesis Tawari dkk. (2016) dengan rasio 50/50 dengan metode pencampuran mekanik, dispersi solid state dan sol gel dikarakterisasi dengan SEM. Sebelum dikarakterisasi, sampel digerus menjadi bubuk dan diletakkan pada *stub* SEM dengan karbon kemudian dilapisi lapisan tipis emas untuk menghindari pemuatan selama pengukuran. Gambar 2.10 menunjukkan SEM dari komposit ZSM-5-TiO₂ rasio 50/50 dengan metode (a) pencampuran mekanik, (b) dispersi solid state dan (c) sol gel.

ZSM-5 dengan diameter kisaran 3 dan $8\mu\text{m}$ terlihat jelas dalam komposit dari pencampuran mekanis (Gambar 2.10a) dan dispersi solid-state (Gambar 2.10b). Hasil XRD dan adsorpsi-desorpsi N₂ mendukung hasil SEM, pada metode pencampuran mekanis dan dispersi solid state tampak tidak ada perbedaan. Komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel menunjukkan hasil yang berbeda, partikel TiO₂ lebih merata di atas permukaan zeolit. Interaksi antara TiO₂ dan ZSM-5 tidak menunjukkan penyumbatan akses terhadap pori zeolit seperti yang ditunjukkan dari hasil adsorpsi-desorpsi N₂.



Gambar 2.10 SEM dari komposit ZSM-5-TiO₂ rasio 50/50 dengan metode (a) pencampuran mekanik, (b) dispersi solid state dan (c) sol gel (Tawari dkk., 2016).

Analisis SEM juga dilakukan Afzal dkk (2014) untuk mengamati morfologi permukaan serat sebelum dan sesudah perlakuan. Gambar 2.11 a-d dengan perbesaran yang lebih rendah, integritas dari seluruh serat tidak menunjukkan perubahan besar pada morfologi permukaan serat setelah dilapisi dengan TiO₂, TCPP/TiO₂ dan OTMS/TCPP/TiO₂. Pada perbesaran yang lebih tinggi, perubahan permukaan yang kasar dapat diamati pada sampel yang dilapisi dengan dengan TiO₂ dan TCPP/TiO₂ (Gambar 2.11 f-h) dibandingkan dengan serat pristine (Gambar 2.11 e). Agregat permukaan dapat diamati pada semua sampel setelah perlakuan, meskipun tampak seperti proses pelapisan.

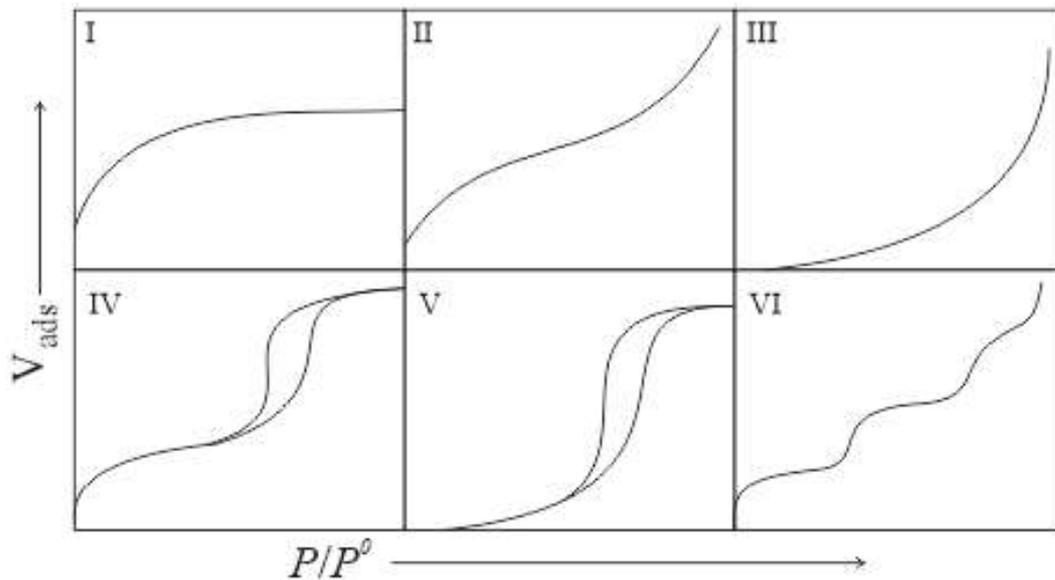


Gambar 2.11 FESEM dari komposit (a dan e) serat pristine, (b dan f) serat terlapisi TiO_2 , (c dan g) serat terlapisi TCPP/ TiO_2 , (d dan h) serat terlapisi OTMS/TCPP/ TiO_2 (Afzal dkk., 2014)

2.6.4 Adsorpsi Desorpsi Nitrogen

Metode adsorpsi-desorpsi N_2 adalah metode pengukuran luas permukaan suatu padatan. Prinsip dari metode ini adalah adsorpsi fisik molekul gas inert (N_2 , Ar dan CO_2) pada permukaan padatan. Metode adsorpsi-desorpsi N_2 dilakukan dengan pengukuran volume N_2 yang diadsorpsi/didesorpsi pada suhu 77 K. Dari pengukuran tersebut dapat diperoleh isotherm adsorpsi-desorpsi, yaitu kurva volume N_2 yang diadsorpsi (V_{ads}) terhadap tekanan parsial (P/P_0). Isotherm dapat memberikan informasi awal tentang sifat pori suatu padatan (Busca, 2014).

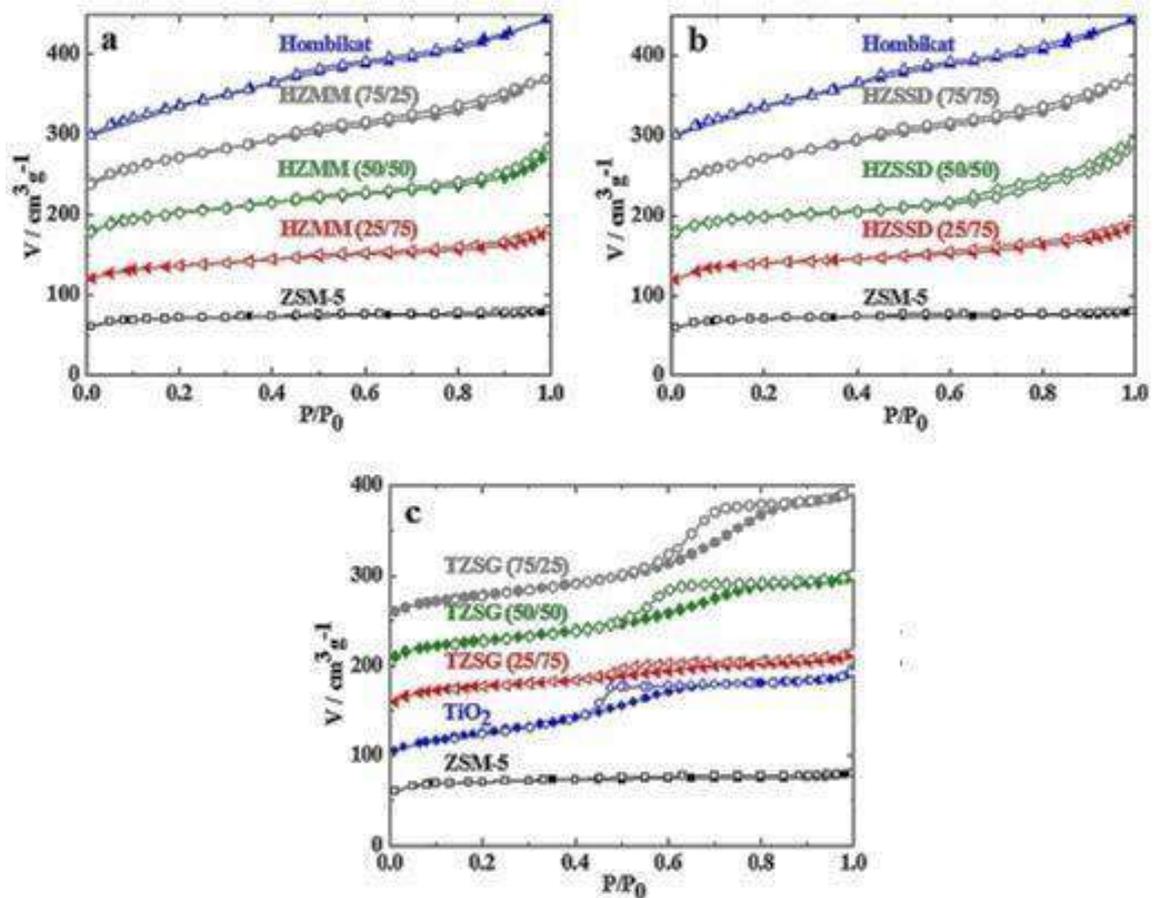
Tipe isotherm menurut IUPAC diklasifikasi menjadi 6 seperti pada Gambar 2.12. Isotherm tipe I adalah isotherm pada mikropori. Isotherm tipe II adalah isotherm adsorpsi pada sebagian besar material nonpori dan makropori. Isotherm III dan V terjadi pada material dengan interaksi gas-padat yang lemah. Isotherm tipe IV adalah isotherm pada adsorpsi multilayer yang diikuti dengan kondensasi kapiler pada mesopori. Isotherm tipe VI terjadi pada material nonpori dengan energi permukaan yang seragam (Moulijn dkk., 1993). Adanya histerisis pada isotherm dapat memberi informasi tentang porositas padatan (Busca, 2014).



Gambar 2.12 Tipe isotherm adsorpsi menurut IUPAC (Ertl dkk, 2008)

Komposit ZSM-5-TiO₂ yang disintesis Tawari dkk. (2016) dengan rasio 50/50 dengan metode pencampuran mekanik (HZSMM), dispersi solid state (HZSD) dan sol gel (TZSG) juga dikarakterisasi dengan adsorpsi-desorpsi N₂ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.13. Perbedaan sifat tekstur dari komposit dengan metode pencampuran mekanik, dispersi solid state dan sol gel ditunjukkan pada Gambar 2.13 a-c.

Berdasarkan Gambar 2.13.a dan 2.13.b tampak perbedaan kecil yang teramati pada isotherm adsorpsi untuk komposit dengan metode pencampuran mekanis dan dispersi solid-state. Isotherm komposit dapat digambarkan sebagai superposisi dari isotherm setiap komponen, yaitu hombikat dan zeolit ZSM-5. Hal ini berarti kedua komponen tidak saling mempengaruhi dalam komposit yang berhubungan dengan aksesibilitas sistem pori hombikat dan ZSM-5. Isotherm komposit dengan metode sol gel menunjukkan adanya histeresis tipe IV yang terjadi pada $P/P_0 = 0,4-0,8$ yang disebabkan adanya pembentukan mesopori selama proses sol gel (Gambar 2.13.c).



Gambar 2.13 Isotherm N_2 dari komposit ZSM-5- TiO_2 dengan metode (a) pencampuran mekanis, (b) dispersi solid state dan (c) sol gel (Tawari dkk., 2016)

Semakin bertambahnya jumlah TiO_2 dalam komposit, loop histeresis akan bergeser ke tekanan relatif yang lebih tinggi yang menunjukkan pembentukan mesopori yang lebih besar. Hasil analisis isotherm pada tekanan rendah dengan metode t-plot (tidak ditunjukkan), menunjukkan TiO_2 tidak mempengaruhi volume mikropori zeolit ZSM-5 dengan metode sol-gel sehingga posisi TiO_2 berada diluar mikropori zeolit.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini telah dilakukan tiga tahapan penelitian yaitu sintesis komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel, penambahan *Octadecyltrimethoxysilane* (OTMS) pada komposit ZSM-5-TiO₂ serta karakterisasi komposit ZSM-5-TiO₂ sebelum dan sesudah penambahan OTMS.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Pada penelitian ini digunakan peralatan-peralatan yang meliputi peralatan sederhana dan instrumen. Peralatan sederhana berupa gelas beker, gelas ukur, pipet tetes, kertas saring, spatula, cawan pengupan, *magnetic stirrer*, *hot plate*, neraca analitik, *furnace*, oven, seperangkat alat sentrifuge serta beberapa peralatan plastik dan kaca. Instrumen yang digunakan berupa Fourier Transform Infra-Red 8400S (Shimadzu), Scanning Electron Microscopy Flexsem 1000 (Hitachi), X-Ray Diffraction X'Perd MPD (PANalytical), dan Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen 3Flex Versi 4.01 (Micromeritics).

3.1.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah bahan kimia dengan grade pro analisis (p.a) dan teknis meliputi titanium(IV) isopropoksida (TiIP) (97%, Aldrich), aluminium oksida (α -Al₂O₃) (Aldrich), ZSM-5 dengan Si/Al = 50 (Pingxiang Naik Chemical), *Octadecyltrimethoxysilane* (OTMS) (90%, Aldrich), isopropanol, etanol, toluena dan akuades.

3.2. Prosedur Penelitian

3.2.1. Sintesis Komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel

ZSM-5 dengan Si/Al = 50 ditimbang dan kemudian dipanaskan pada suhu 80°C selama 1 jam. Prekursor yang digunakan sebagai sumber TiO₂ adalah TiIP (Titanium(IV) Isopropoksida). TiIP mudah teroksidasi sehingga diperlukan kontrol hidrolisis dengan penambahan pelarut organik pada TiIP (Won-Chun Oh,

dkk., 2009; Edusi dkk., 2012). Pada penelitian ini, kontrol hidrolisis dilakukan dengan penambahan isopropanol.

Isopropanol ditambah dengan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ kemudian disaring. Isopropanol hasil penyaringan selanjutnya dicampur dengan TiIP dalam cawan penguapan yang telah dilengkapi dengan *magnetic stirrer*. Penambahan TiIP ke dalam cawan penguapan dilakukan tetes demi tetes dan disertai pengadukan selama 5 menit pada suhu ruang. Tahapan berikutnya adalah penambahan ZSM-5. Pengadukan dilanjutkan hingga terbentuk xerogel. Bahan dicampur dengan jumlah stokiometri sesuai komposisi komposit ZSM-5-TiO₂ seperti yang ditampilkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi Komposit ZSM-5-TiO₂

| Sampel | Bahan | | |
|-----------------------------|---------------------|--------------|--------------|
| | Isopropanol (mL) | TiIP (mL) | ZSM-5 (g) |
| ZSM-5-2,5% TiO ₂ | 3,33 | 0,5 | 5,04 |
| ZSM-5-5% TiO ₂ | 5,99 | 0,9 | 5,04 |
| ZSM-5-10% TiO ₂ | 13,87 | 2,08 | 5,04 |

Xerogel yang dihasilkan selanjutnya dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu 550°C selama 3jam.

3.2.2. Preparasi Komposit ZSM-5-TiO₂ dengan Penambahan

Octadecyltrimethoxysilane (OTMS)

Komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TPZ) merupakan komposit dengan kandungan TiO₂ lebih baik dibandingkan TPZ yang lain sehingga dalam penelitian dipilih untuk selanjutnya dimodifikasi dengan penambahan *alkylsilane*. Prekursor *alkylsilane* yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Octadecyltrimethoxysilane* (OTMS). Sintesis dilakukan dengan langkah sebagai berikut toluena dituang dalam botol kemudian ditambah tetes demi tetes OTMS disertai pengadukan. Setelah 5 menit, sol ditambah dengan komposit ZSM-5-TiO₂ disertai pengadukan hingga terbentuk padatan. Bahan dicampur dengan jumlah stoikiometri seperti yang ditampilkan pada Tabel 3.2 berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Nur dkk (2001).

Tabel 3.2 Komposisi Komposit ZSM-5-TiO₂ dengan penambahan OTMS

| Sampel | Bahan | |
|------------------------|-----------------|--------------|
| | Toluena (mL) | OTMS (mL) |
| ZSM-5-TiO ₂ | 10,00 | 0,53 |
| (10%) | 10,00 | 1,06 |
| | 10,00 | 2,12 |

Padatan yang terbentuk selanjutnya disentrifugasi dengan pelarut etanol dengan kecepatan 400rpm selama 15menit. Lapisan atas dari hasil sentrifuge dibuang dan perlakuan tersebut diulang sampai 3x. Selanjutnya, padatan yang didapatkan dipanaskan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam.

3.3 Karakterisasi Komposit ZSM-5-TiO₂ sebelum dan sesudah penambahan OTMS

3.3.1 Difraktometer Sinar-X (XRD)

Komposit ZSM-5-TiO₂ sebelum dan sesudah penambahan OTMS dikarakterisasi struktur kristal, fasa kristal dan kristalinitasnya dengan difraktometer sinar-X (XRD). Padatan diletakkan pada *sample holder* dan dimasukkan dalam peralatan XRD. Pengukuran dilakukan dengan sumber radiasi Cu K α ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) pada 2θ sebesar 5-50°.

3.3.2 Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR)

Spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FT-IR) untuk mengetahui struktur ikatan yang ada pada komposit ZSM-5-TiO₂ sebelum dan sesudah penambahan OTMS. Sampel komposit digerus dan dicampur pellet KBr dengan perbandingan 1 : 99, campuran dipress dengan tekanan lebih 2 ton sehingga diperoleh lapisan transparan. Lapisan transparan selanjutnya ditempatkan pada *sample holder*. Spektrum inframerah dari komposit diukur pada bilangan gelombang 500–4000 cm⁻¹, hasil yang didapat kemudian diplot antara transmitansi dengan bilangan gelombang.

3.3.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dari komposit ZSM-5-TiO₂ sebelum dan sesudah penambahan OTMS. SEM dilengkapi dengan *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang ada pada sampel. Preparasi dilakukan dengan peletakan sedikit sampel pada permukaan yang telah diberi tape karbon. Selanjutnya, dilakukan proses *coating* untuk membuat permukaan sampel menjadi konduktif. Sampel yang telah dicoating kemudian dimasukkan dalam *chamber* untuk dideteksi oleh detektor SEM.

3.3.4 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen

Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen digunakan untuk mengetahui luas permukaan dari komposit ZSM-5-TiO₂ sebelum dan sesudah penambahan OTMS. Pengukuran dilakukan dengan instrumen Quantachrome Corporation (Nova-1200). Sampel dialiri gas Nitrogen pada 77 K. Luas permukaan spesifik (S_{BET}) dihitung dengan persamaan BET (Brunauer-Emmet-Teller).

3.3.5 Uji Hidrofobik

Uji hidrofobik merupakan uji yang dilakukan untuk mengetahui daya adsorpsi komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS terhadap air. Preparasi dilakukan dengan cara memanaskan air 100ml pada labu buchner pada suhu 150°C. Uap air yang dihasilkan dari pemanasan selanjutnya dialirkan pada sampel dengan metode gravimetri. Adapun variasi waktu yang digunakan dalam percobaan yakni 30, 60 dan 90 menit. Massa sebelum dan sesudah disimpan selanjutnya dibandingkan. Bila massa setelah disimpan sama dengan massa sebelum disimpan maka komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS telah berkurang sifat hidrofiliknya. Uji hidrofobik yang dilakukan perlu mempertimbangkan suhu, kelembaban, massa adsorben dan volume adsorbat untuk parameter kondisi adsorpsi.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembahasan pada penelitian ini meliputi sintesis dan karakterisasi komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel serta modifikasi dan karakterisasi komposit ZSM-5-TiO₂ dengan penambahan Octadecyltrimethoxysilane (OTMS).

4.1 Hasil Sintesis Komposit ZSM-5-TiO₂

Sintesis komposit ZSM-5-TiO₂ pada penelitian ini dilakukan dengan metode sol-gel. Metode sol gel dipilih selain preparasi mudah dan murah juga mempunyai homogenitas yang lebih baik daripada bahan baku sehingga efektif dalam kontrol ukuran partikel, bentuk serta sifat material (Tseng dkk., 2010).

Prekursor TiO₂ pada penelitian ini adalah titanium(IV) isopropoksida (TiIP). TiIP dapat membentuk nanotitania sehingga dapat terdistribusi merata pada karbon aktif dan zeolit (Slamet dan Indragini, 2014). Namun, TiIP ini mudah terhidrolisis dalam udara terbuka sehingga diperlukan kontrol hidrolisis (Mashid dkk., 2007). Penambahan pelarut organik khususnya alkohol dapat mengontrol hidrolisis dan kondensasi dalam proses sol-gel (Edusi dkk., 2012). Pelarut organik yang digunakan pada penelitian ini berupa 2-propanol yang merupakan jenis pelarut polar dan pada suhu 25°C memiliki kelarutan dalam air sebesar $>3,1 \times 10^6$ mg/L (Mackay dkk., 2006) sehingga dapat diminimalkan dengan penambahan aluminium oksida (α -Al₂O₃) sebagai *drying agent*.

Penambahan TiIP tetes demi tetes pada 2-propanol disertai pengadukan dengan kecepatan 60rpm selama 5 menit pada suhu ruang, sampai larutan menjadi tidak berwarna. Larutan tersebut terjadi proses hidrolisis logam alkoksida melalui reaksi kondensasi membentuk nanopartikel TiO₂ (Ferdiansyah, 2009). Selanjutnya, pusat logam akan berikatan dengan jembatan okso (M-O-M) atau hidrokso (M-OH-M) membentuk logam-okso atau polimer logam-hidrokso (Tseng dkk., 2010). Pada penelitian ini, ZSM-5 dengan Si/Al=50 yang telah dipanaskan pada suhu 80°C selama 1 jam, ditambahkan dalam larutan tersebut sehingga membentuk gel berwarna putih. Fase gel ini merupakan tahap polimerisasi (Tseng dkk., 2010). Gel yang didapatkan kemudian dikalsinasi dalam

furnace pada suhu 550°C selama 3jam. Tahapan ini bertujuan untuk menghilangkan semua pelarut dan pengotor yang tersisa di dalam struktur kisi oksida logam, sehingga meningkatkan sifat mekanik dan stabilitas struktural dari logam oksida (Tseng dkk., 2010).

Padatan putih hasil kalsinasi dinotasikan sebagai TPZ dengan variasi 2,5; 5 dan 10% TiO₂, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Selanjutnya padatan tersebut dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah (FTIR), adsorpsi-desorpsi N₂, dan *scanning electron microscopy* (SEM).



(a)

(b)

(c)

Gambar 4.1 Padatan hasil kalsinasi (TPZ) dengan variasi (a) 2,5; (b) 5 dan (c) 10% TiO₂.

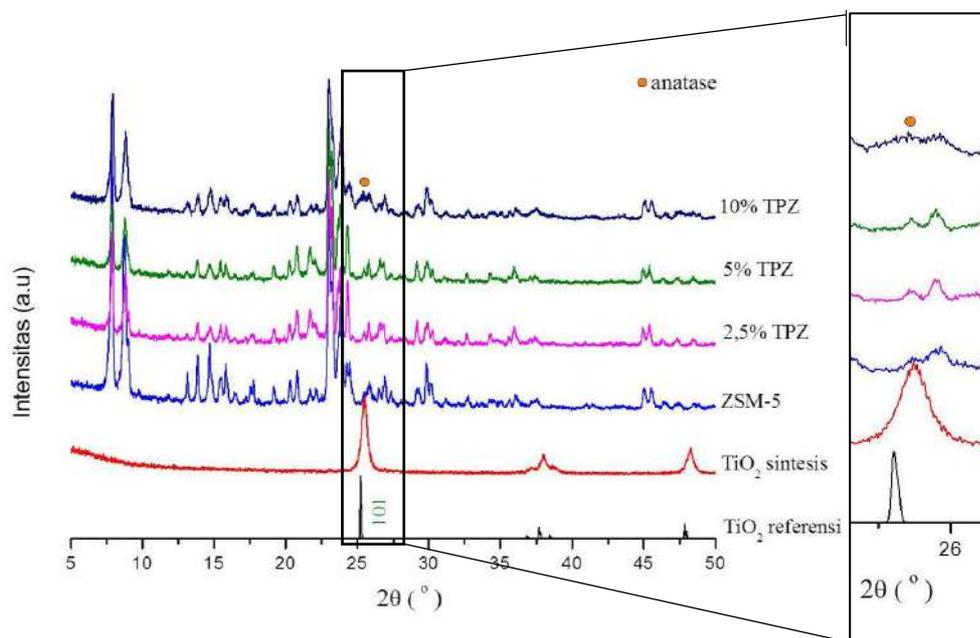
4.2 Karakterisasi Padatan ZSM-5-TiO₂

4.2.1 Difraktometer Sinar-X (XRD)

Identifikasi fasa padatan hasil sintesis dianalisis dengan XRD. Analisis dilakukan pada *range* sudut 2θ antara 5 – 50°. Pola difraktogram sampel ZSM-5, TiO₂ dan TPZ dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Pada difraktogram ZSM-5 dapat dilihat beberapa puncak pada $2\theta = 7,91$; 8,82; 22,5; 23,5 dan 25° yang merupakan puncak khas dari ZSM-5 yang berstruktur MFI (Treacy dan Higgins, 2007). Sementara itu, TiO₂ anatase memiliki beberapa puncak khas pada fase (101) sekitar 25,3°, fase (113), (004), (112) pada sekitar 37,5° dan fase (200) pada sekitar 47° (PDF number 00-002-0387). TiO₂ hasil sintesis dari prekursor TiIP menunjukkan puncak difraksi yang

sama dengan TiO₂ referensi. Hal ini menunjukkan bahwa TiO₂ berhasil disintesis dari TiIP.



Gambar 4.2 Difraktogram dari TiO₂ referensi, TiO₂ hasil sintesis, ZSM-5, dan TPZ (2,5; 5 dan 10%)

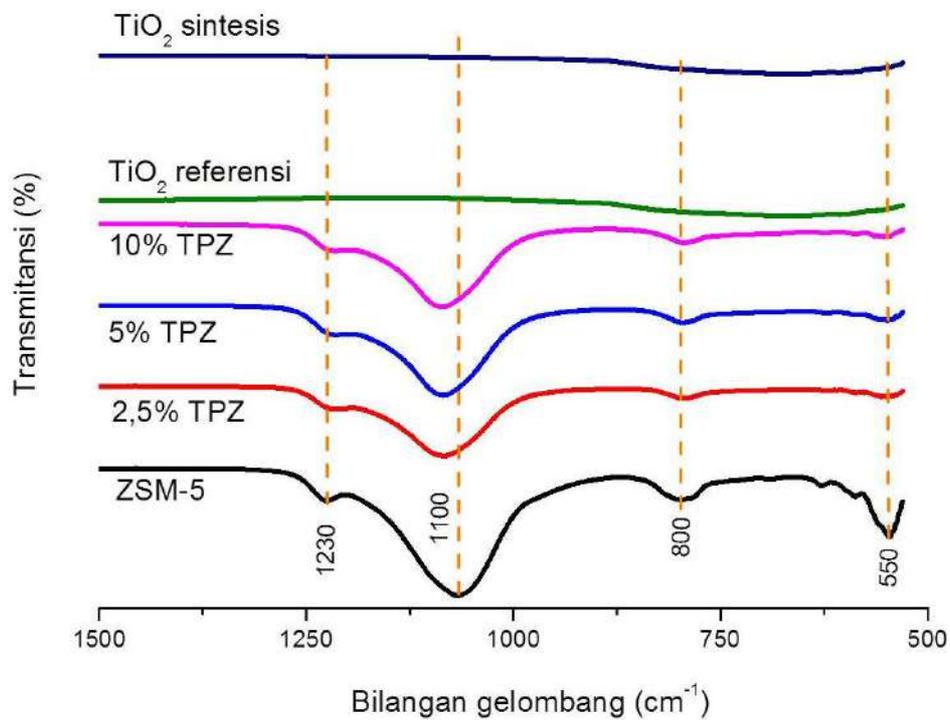
Gambar 4.2 menunjukkan pada kandungan TiO₂ yang rendah yaitu 2,5% TPZ, puncak zeolit mendominasi pola XRD dan puncak anatase hampir tidak tampak. Puncak anatase TiO₂ anatase ($25,3^\circ$) hampir bersesuaian dengan puncak ZSM-5 ($25,2^\circ$) tampak kedua puncak bergabung yang menunjukkan adanya proses pencampuran dua fasa. Puncak tersebut mengalami kenaikan intensitas seiring dengan kenaikan kandungan TiO₂, yang didukung dari data Match! Namun, puncak TiO₂ anatase yang lain pada sekitar $37,5^\circ$ dan 47° tidak terlalu tampak. Hal ini disebabkan ZSM-5 menekan pertumbuhan kristal anatase selama sintesis sol-gel (Xu dkk., 1997).

Dispersi partikel TiO₂ pada ZSM-5 dengan metode sol gel lebih tinggi dibandingkan dengan metode dispersi padat-padat dan pencampuran mekanik (Tawari dkk., 2016). Meskipun jumlah sol yang dapat masuk ke dalam pori-pori zeolit sedikit, sebagian besar TiO₂ terlapisi pada permukaan luar zeolit, karena ukuran pori rata-rata ZSM-5 hanya 0,5 nm (Zhang dkk., 2013). Berdasar hasil

tersebut, dapat disimpulkan bahwa 10% TPZ telah berhasil disintesis dan fasa yang dihasilkan adalah anatase. Selain itu, akibat adanya tumpang tindih puncak anatase yang paling intens pada $2\theta = 25,3^\circ$ (101), ukuran kristal TiO_2 dalam komposit ZSM-5- TiO_2 tidak dapat ditentukan secara akurat.

4.2.2 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi FTIR digunakan untuk identifikasi gugus fungsi dari padatan hasil sintesis (TPZ). Gambar 4.3. menunjukkan spektra absorpsi FTIR dari ZSM-5, TiO_2 referensi, TiO_2 hasil sintesis dan TPZ pada daerah $1500\text{-}500\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4.3 Spektra FTIR dari TiO_2 referensi, TiO_2 hasil sintesis, ZSM-5, dan TPZ (2,5; 5 dan 10%)

Pada spektra FTIR ZSM-5 terlihat adanya puncak serapan pada bilangan gelombang $1070\text{-}1230\text{ cm}^{-1}$ merupakan karakteristik SiO_4 tetrahedron. *Stretching* vibrasi asimetrik eksternal sekitar 1230cm^{-1} disebabkan adanya struktur empat rantai dari cincin empat anggota antara SiO_4 dan AlO_4 tetrahedral dari struktur ZSM-5 dan merupakan pita serapan sensitif dari ZSM-5 (Mohamed dkk., 2005).

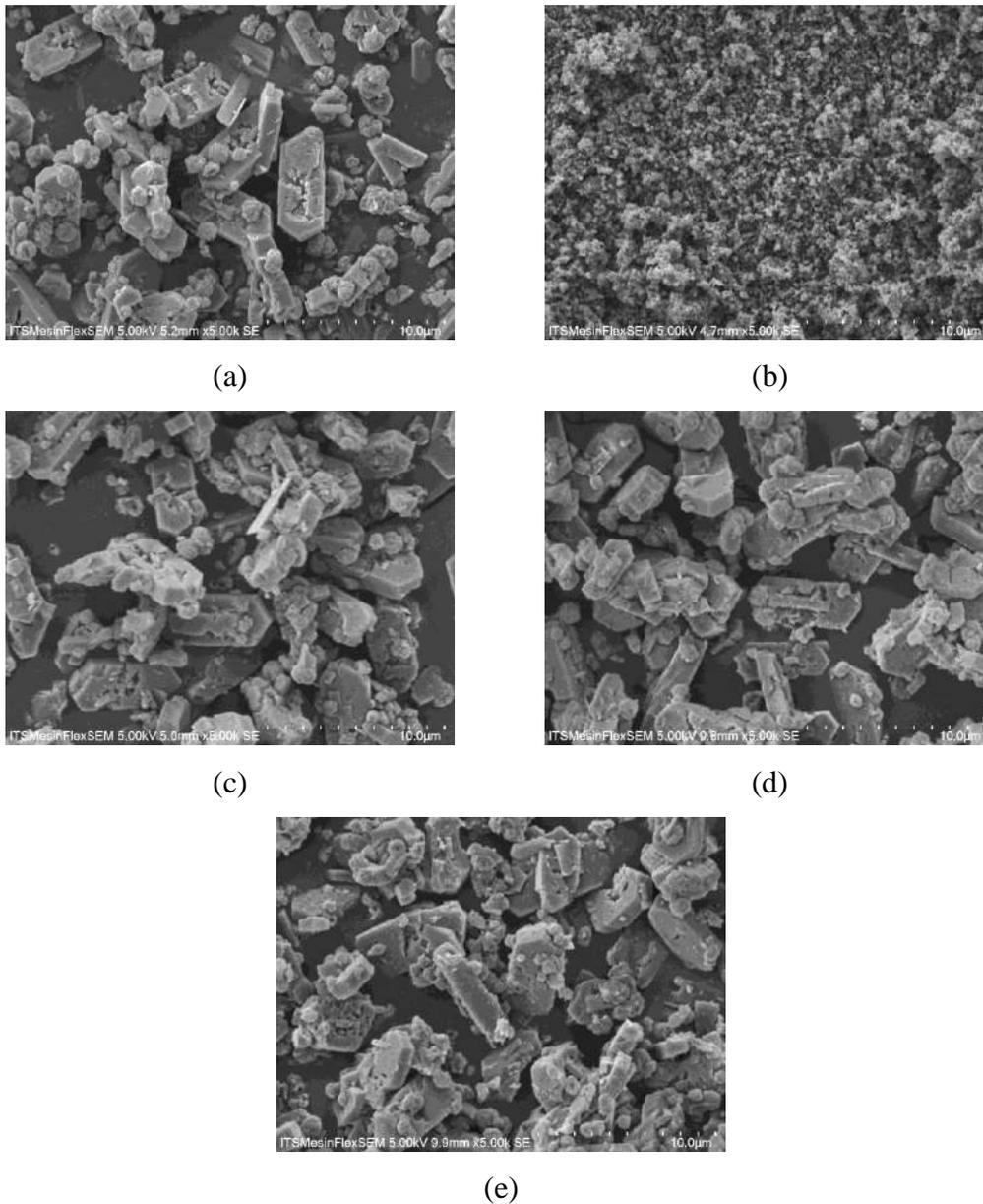
Pita serapan sekitar 800 dan 1100 cm^{-1} masing-masing merupakan *stretching* asimetrik internal dan *stretching* eksternal simetrik dari *linkage* eksternal. Selain itu, pita sekitar 550 cm^{-1} dikaitkan dengan vibrasi struktur-sensitif yang disebabkan oleh cincin ganda empat anggota dari *linkage* eksternal dan pita sekitar 450 cm^{-1} berasal dari vibrasi lentur Si–O dan Al–O akibat pembentukan kristal ZSM-5 (Li dan Armor, 1992). Sedangkan pada spektra FTIR TiO₂, pita serapan dibawah 800 cm^{-1} menunjukkan *stretching* Ti-O dan *stretching* jembatan Ti-O-Ti yang merupakan pita serapan sensitif dari TiO₂ (Peiro dkk., 2001). TiO₂ hasil sintesis dari prekursor TiIP menunjukkan pita serapan yang sama dengan TiO₂ referensi. Hal ini menunjukkan bahwa TiO₂ berhasil disintesis dari TiIP.

Pada spektra FTIR TPZ untuk semua variasi, terlihat adanya penurunan intensitas pada bilangan gelombang dibawah 800 cm^{-1} dan pergeseran pada bilangan gelombang 1100 cm^{-1} . Hal ini disebabkan adanya pengaruh setelah penambahan TiO₂ pada ZSM-5. Selain itu, pita serapan vibrasi Ti-O-Si tidak ditemukan dalam spektrum, sehingga TiO₂ dan ZSM-5 hanya bercampur secara fisik tanpa pembentukan ikatan kimia antara dua zat (Tuel, 1996; Zhang dkk., 2013).

4.2.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Morfologi dari sampel diamati dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), sedangkan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terdapat pada sampel digunakan Energy Dispersive X-ray (EDX). Morfologi permukaan dari sampel tersebut dapat ditunjukkan pada Gambar 4.4.

Gambar 4.4a menunjukkan ZSM-5 berbentuk heksagonal. Namun, ZSM-5 komersial pada penelitian ini sedikit rusak pada beberapa bagian dan terdapat partikel berbentuk seperti bola dengan permukaan yang tidak rata. Hal ini disebabkan ZSM-5 komersial memiliki kemurnian yang tidak tinggi, sehingga masih terdapat fasa-fasa lain selain ZSM-5. Gambar 4.4b merupakan TiO₂ hasil sintesis dari TiIP yang tersusun atas partikel-partikel berbentuk *round-shaped* dengan berbagai ukuran. Beberapa partikel yang sangat kecil terdispersi diantara yang besar.



Gambar 4.4 Foto SEM dari (a) ZSM-5, (b) TiO_2 , (c) 2,5% TPZ, (d) 5% TPZ dan (e) 10% TPZ.

Pengaruh penambahan TiO_2 terhadap ZSM-5 secara keseluruhan tidak mengubah bentuk masing-masing penyusunnya. Adanya pengotor pada ZSM-5, membuat keberadaan TiO_2 pada komposit ZSM-5- TiO_2 (TPZ) sulit untuk dideteksi, seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.4c-e sehingga diperlukan analisis EDX. Hasil analisis EDX ditunjukkan pada Tabel 4.1.

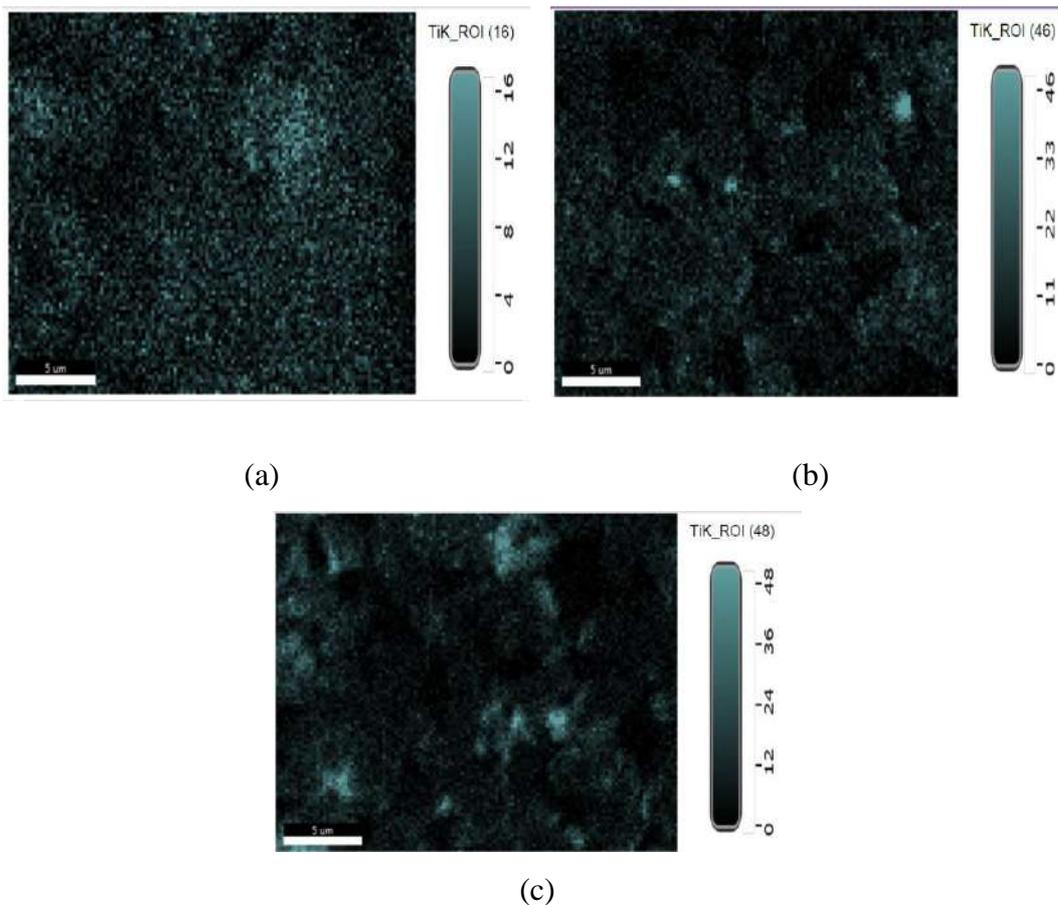
Tabel 4.1 Hasil EDX komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ)

| Sampel | % berat | | | |
|----------|---------|------|-------|------|
| | Si | Al | O | Ti |
| 2,5% TPZ | 52,51 | 3,10 | 43,57 | 0,83 |
| 5% TPZ | 45,31 | 2,69 | 49,95 | 2,04 |
| 10% TPZ | 51,37 | 2,48 | 41,06 | 5,10 |

Tabel 4.1 menunjukkan sampel TPZ dengan penambahan 2,5% titanium, ditemukan 0,83% berat titanium. Ketika jumlah prekursor titanium digandakan menjadi 5%, ditemukan 2,04% berat titanium dalam sampel. Semakin banyak jumlah titanium yang ditambahkan, semakin tinggi jumlah titanium yang ditemukan dalam sampel komposit.

Penelitian yang dilakukan Tawari dkk (2016) menunjukkan semakin banyak kandungan TiO₂ yang terdapat dalam komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ), distribusi TiO₂ semakin merata. Pada penelitian ini, distribusi titanium pada komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ) dapat diketahui dari hasil pemetaan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.

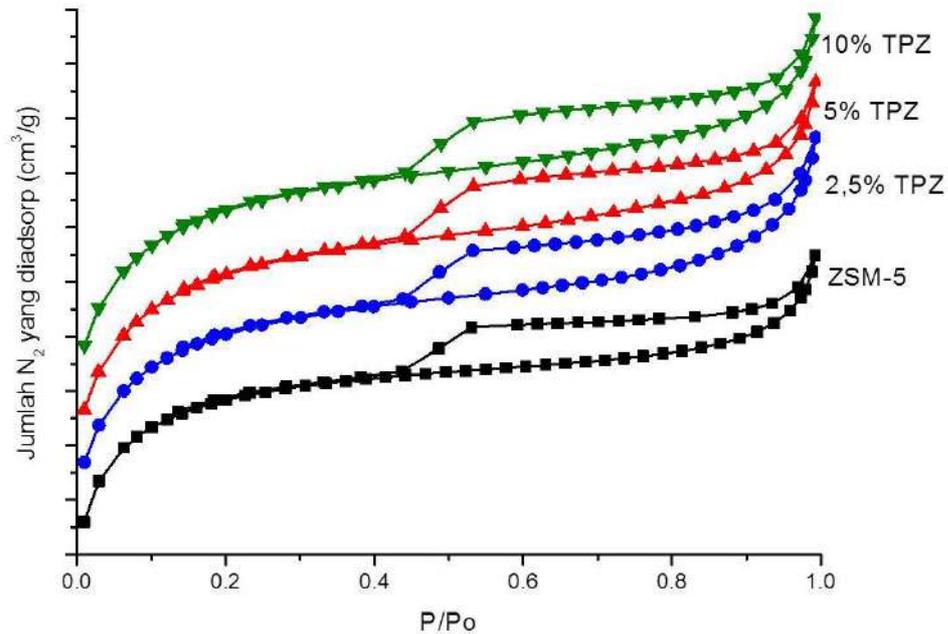
Berdasarkan Gambar 4.5a, tampak bahwa distribusi titanium pada sampel 2,5% TPZ merata. Sementara itu, pada Gambar 4.5b-c, terdapat beberapa daerah tampak lebih terang pada sampel 5 dan 10% TPZ. Hal ini menunjukkan adanya aglomerasi titanium pada daerah tertentu sehingga distribusi titanium pada sampel 5 dan 10% TPZ kurang merata.



Gambar 4.5 Distribusi titanium pada (a) 2,5% TPZ, (b) 5% TPZ dan (c) 10% TPZ.

4.2.4 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen

Teknik adsorpsi-desorpsi nitrogen secara fisik merupakan teknik dalam menentukan distribusi ukuran pori dan luas permukaan spesifik suatu padatan (Haber dkk., 1995). Luas permukaan spesifik (S_{BET}) dihitung dengan metode BET (Brunauer-Emmet-Teller), sedangkan distribusi ukuran pori (*pore size distribution*/PSD) dianalisis dengan metode BJH (Barret-Joiner-Halenda). Grafik isotherm adsorpsi-desorpsi nitrogen ditunjukkan pada Gambar 4.6.

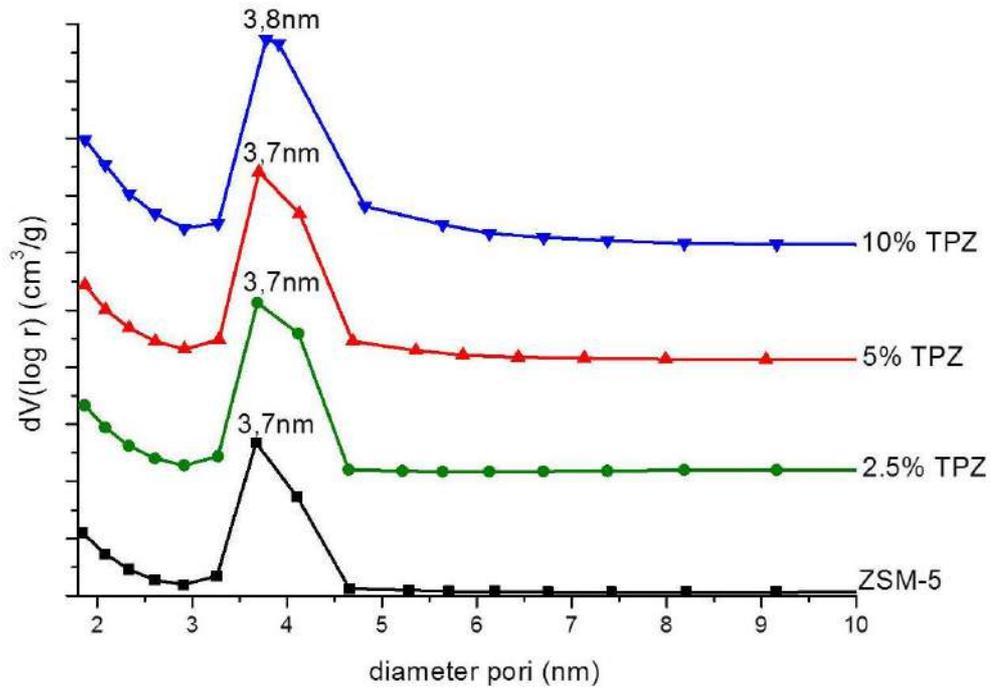


Gambar 4.6 Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari (a) ZSM-5, (b) 2,5% TPZ, (c) 5% TPZ dan (d) 10% TPZ.

Gambar 4.6 menunjukkan komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ) memiliki isoterm tipe IV, yang memiliki kemiripan dengan isoterm pada ZSM-5. Pada isoterm tersebut terjadi adsorpsi molekul nitrogen dalam jumlah rendah pada tekanan relatif (P/P_0) 0,0 sampai 0,3 yang ditandai dengan pola isoterm yang naik. Hal ini disebabkan pada tekanan relatif 0,01–0,3 molekul nitrogen yang teradsorpsi memenuhi permukaan padatan sehingga terbentuk lapisan tunggal atau *monolayer*. Pada tekanan relatif (P/P_0) 0,4 – 0,9 mengindikasikan terbentuknya *multilayer* dengan adanya penambahan volume molekul nitrogen yang teradsorpsi (Chorkendorff dan Niemantsverdriet, 2017).

Pada kurva isoterm tersebut juga dapat diamati adanya loop histeresis pada tekanan relatif (P/P_0) 0,4-1,0. Hal ini disebabkan adanya perbedaan jumlah nitrogen yang terdesorpsi dan teradsorpsi. Pada tekanan relatif (P/P_0) yang sama, jumlah nitrogen yang terdesorpsi lebih sedikit daripada yang teradsorpsi sehingga menyebabkan kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler tersebut disebabkan adanya pori pada permukaan padatan yang menyebabkan jumlah lapisan pada adsorbat

terbatas (Adamson, 2012). Selain itu, pembentukan mesopori selama proses sol gel juga dipengaruhi penambahan TiO_2 ke dalam ZSM-5 (Tawari dkk., 2016). Hal ini dikonfirmasi dengan distribusi pori BJH pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Distribusi pori dari (a) ZSM-5, (b) 2,5% TPZ, (c) 5% TPZ dan (d) 10% TPZ.

Gambar 4.7 menunjukkan distribusi pori pada ZSM-5 dan komposit ZSM-5- TiO_2 (TPZ) memiliki kecenderungan yang sama dengan populasi terbanyak diameter pori pada 3-4,5nm. Penambahan TiO_2 dapat meningkatkan populasi atau keseragaman diameter pori 3-4,5nm, seperti yang tercantum pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data analisis adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ)

| Sampel | S _{BET} (m ² /g) | Diameter pori rata-rata (nm) |
|----------|--------------------------------------|------------------------------|
| ZSM-5 | 324,76 | 3,7 |
| 2,5% TPZ | 336,31 | 3,7 |
| 5% TPZ | 332,76 | 3,7 |
| 10% TPZ | 327,23 | 3,8 |

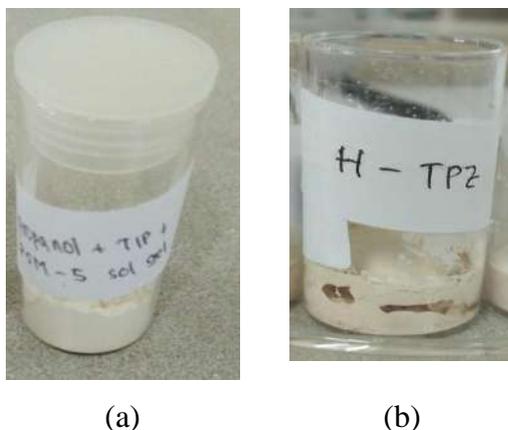
Tabel 4.2 menunjukkan peningkatan kandungan TiO₂ mengakibatkan adanya penurunan luas permukaan spesifik dari komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ). Sementara itu, pada TPZ diameter pori belum tampak ada perubahan hingga kandungan TiO₂ 5%. Ketika kandungan TiO₂ dinaikkan menjadi 10%, tampak ada perubahan diameter pori 0,1nm. Padatan TiO₂ berada diluar mikropori zeolit yang dimungkinkan beberapa bagian menutupi pori zeolit sehingga menurunkan luas permukaan dan porositas zeolit (Nur, 2012; Tawari dkk., 2016).

4.3 Modifikasi Komposit ZSM-5-TiO₂ dengan penambahan

Octadecyltrimethoxysilane (OTMS)

Komposit ZSM-5-TiO₂ dimodifikasi dengan penambahan *alkylsilane* sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Nur dkk. (2001). Pada penelitian ini, prekursor *alkylsilane* yang digunakan adalah *Octadecyltrimethoxysilane* (OTMS). Sintesis dilakukan dengan melarutkan OTMS dalam yang disertai pengadukan hingga terbentuk sol. Toluena dipilih sebagai pelarut OTMS, karena toluena memiliki struktur hidrokarbon aromatik yang tersubstitusi (CH₃) yang menginduksi silane pada permukaan hidrofobik (Arkles, 2011). Setelah 5 menit, sol ditambah dengan komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TPZ) disertai pengadukan hingga terbentuk gel. Gel kemudian disentrifugasi dengan pelarut etanol dengan kecepatan 400rpm selama 15menit. Lapisan atas dari hasil sentrifugasi dibuang dan perlakuan tersebut diulang sampai 3x. Tahap sentrifugasi ini bertujuan untuk menghilangkan gel dari pengotor. Langkah terakhir, yaitu gel dikeringkan dalam

oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Hasil akhir dari modifikasi komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ) dinotasikan HTPZ, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8.



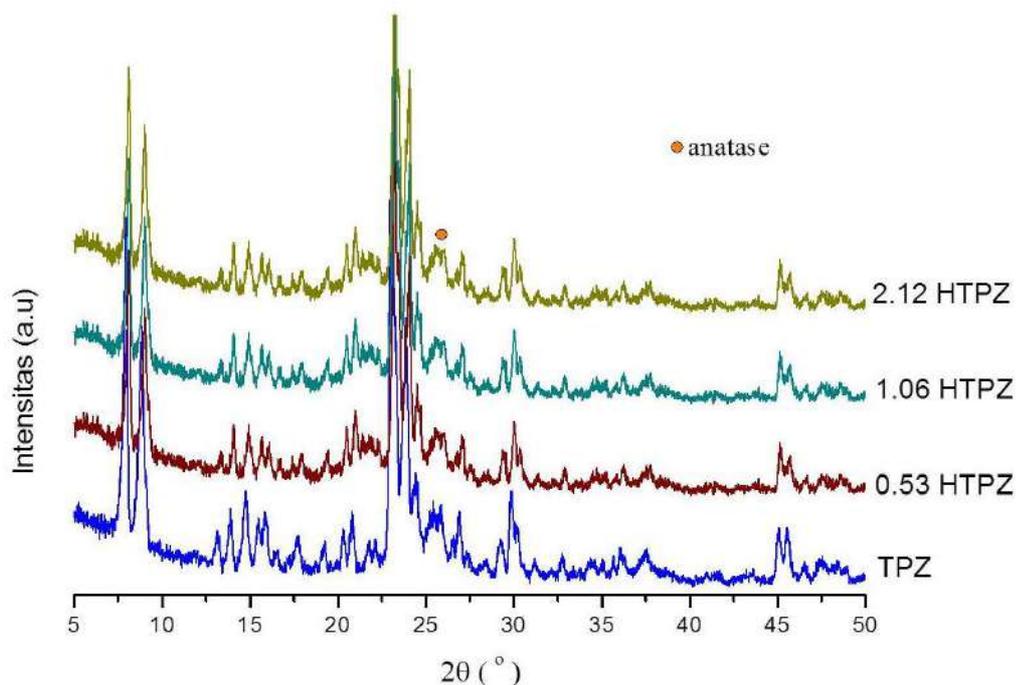
Gambar 4.8 Padatan TPZ (a) sebelum dimodifikasi dan (b) setelah dimodifikasi dengan OTMS

Gambar 4.8 tampak bahwa terdapat perbedaan warna pada komposit sebelum dan sesudah modifikasi. Penambahan OTMS pada komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ) menjadikan warna komposit HTPZ menjadi lebih coklat, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8b. Perbedaan yang lain dapat diidentifikasi dari hasil analisis, antara lain dengan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah (FTIR), adsorpsi-desorpsi N₂, dan *scanning electron microscopy* (SEM).

4.4 Karakterisasi Padatan ZSM-5-TiO₂-OTMS

4.4.1 Difraktometer Sinar-X (XRD)

Identifikasi fasa padatan hasil sintesis dianalisis dengan XRD. Analisis XRD dilakukan pada *range* sudut 2 θ antara 5–50°. Pola difraksi sampel 10% TPZ dan HTPZ dapat dilihat pada Gambar 4.9.

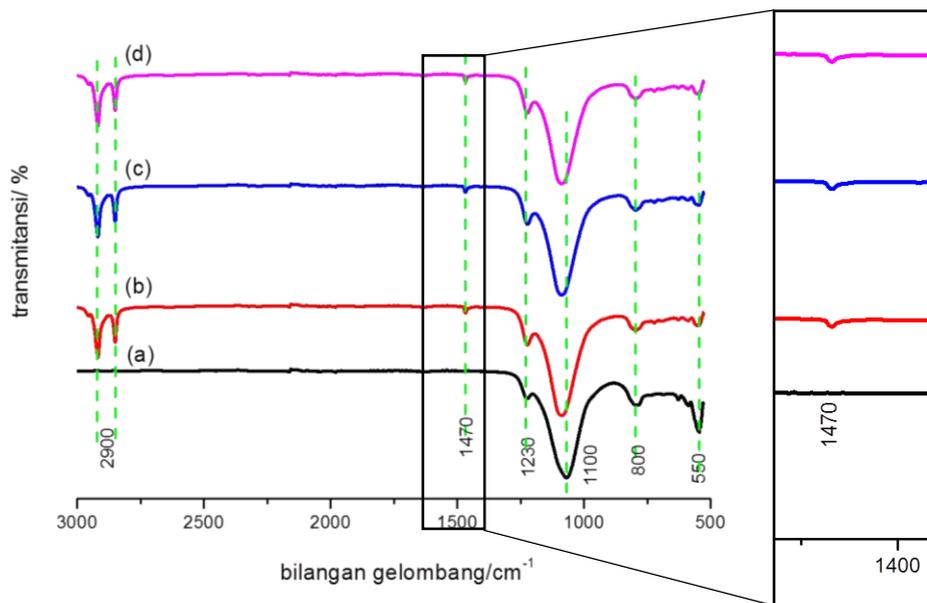


Gambar 4.1 Difraktogram dari (a) 10% TPZ dan (b) HTPZ

Gambar 4.9. menunjukkan kemiripan pola difraktogram HTPZ untuk semua variasi dengan pola 10% TPZ. Penambahan OTMS pada HTPZ hanya mengurangi intensitas pada difraksi 10% TPZ. Hal ini sesuai dengan Afzal dkk. (2014), modifikasi TiO_2 dengan penambahan TCPP dan OTMS tetap menunjukkan karakteristik puncak difraksi anatase sehingga tidak mengubah kristalinitasnya. Berdasarkan hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa HTPZ telah berhasil disintesis dengan modifikasi dari 10% TPZ.

4.4.2 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi FTIR digunakan untuk identifikasi gugus fungsi dari padatan hasil sintesis yang termodifikasi (HTPZ). Gambar 4.10. menunjukkan spektra absorpsi FTIR dari 10% TPZ dan HTPZ pada daerah $3000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$.

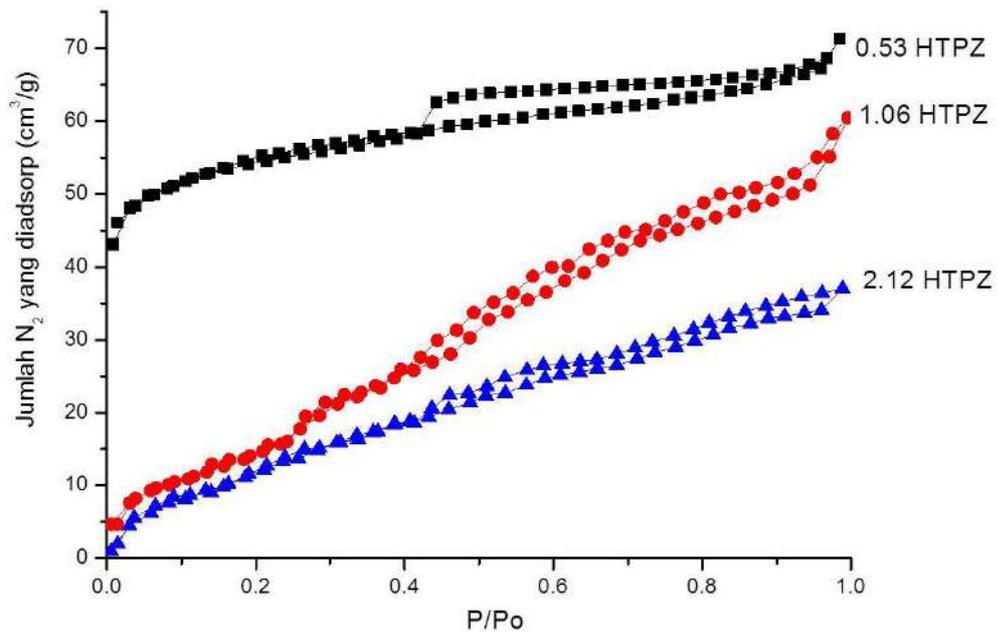


Gambar 4.1 Spektra FTIR dari (a) 10% TPZ, (b) 0,53 HTPZ, (c) 1,06 HTPZ dan (d) 2,12 HTPZ

Gambar 4.10 menunjukkan semua variasi HTPZ memiliki pita serapan yang sama seperti sama pita serapan pada TPZ. Penambahan OTMS yang mengandung gugus karbon menambah 2 pita serapan pada spektrum HTPZ, yaitu pada bilangan gelombang sekitar 1470 dan 2900 cm^{-1} . Pita serapan 2900 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C-H *stretching*. Pita serapan 1470 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C-O *stretching*, namun intensitasnya sangat kecil. Berdasar hasil tersebut, HTPZ hasil sintesis mengandung lebih banyak jumlah karbon dibandingkan 10% TPZ. Semakin banyak kandungan karbon dalam suatu material akibat adanya penambahan OTMS, menyebabkan keterbasahan (*wettability*) material tersebut berkurang (Nur dkk, 2001). Selain itu, penambahan sejumlah kecil organosilane untuk pengisi tertentu secara signifikan meningkatkan kemampuan pengikatannya dengan senyawa organik dan/atau bioorganik sehingga meningkatkan sifat fisikokimia dari produk akhir (Ambrozewicz dkk, 2013). Oleh karena itu, HTPZ hasil sintesis merupakan senyawa hidrofobik dan dapat diaplikasikan sebagai adsorben dalam pewarna yang tidak larut dalam air.

4.4.3 Adsorpsi-desorpsi Nitrogen

Teknik adsorpsi-desorpsi nitrogen secara fisik merupakan teknik dalam menentukan distribusi ukuran pori dan luas permukaan spesifik suatu padatan (Haber dkk., 1995). Metode BET (S_{BET}) digunakan untuk menentukan luas permukaan spesifik dan analisis pori. Grafik isotherm adsorpsi-desorpsi nitrogen ditunjukkan pada Gambar 4.11.

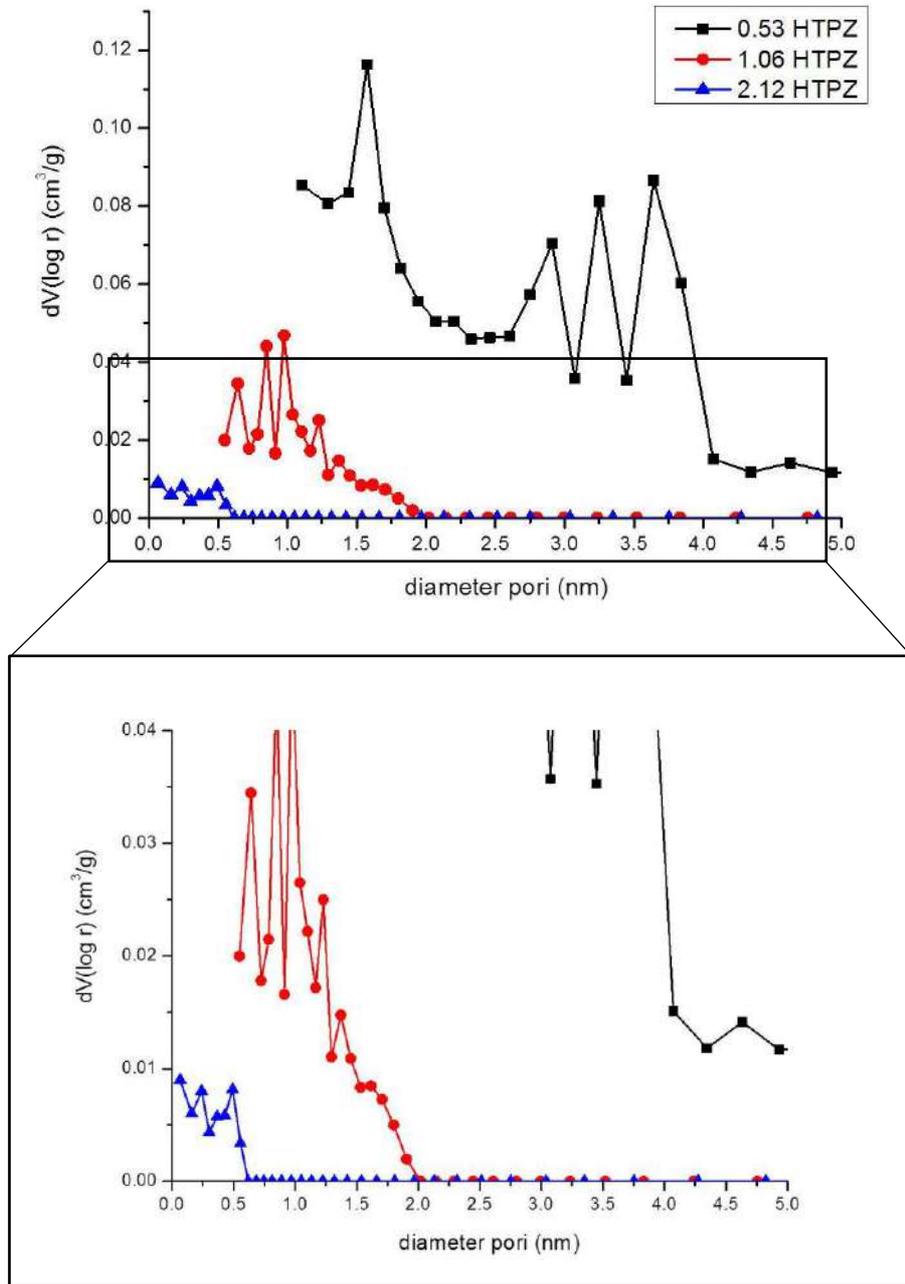


Gambar 4.2 Grafik isotherm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari (a) 0,53 HTPZ, (b) 1,06 HTPZ dan (c) 2,12 HTPZ.

Gambar 4.11a menunjukkan komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (0,53 HTPZ) memiliki isotherm tipe IV (mesopori) yang ditandai dengan adanya loop histeresis pada tekanan relatif (P/Po) 0,4-1,0. Loop histeresis disebabkan adanya kondensasi kapiler dalam pori meso dengan tekanan tinggi. Loop histeresis juga menunjukkan adanya perbedaan jumlah gas yang teradsorpsi dan terdesorpsi pada tekanan relatif yang sama.

Gambar 4.11b dan c menunjukkan pada kandungan OTMS yang lebih banyak, memiliki isotherm tipe II (nonpori). Mesopori yang terbentuk pada

komposit ZSM-TiO₂ (TPZ) semakin tertutupi seiring dengan penambahan OTMS. Hal ini dikonfirmasi dengan distribusi pori BJH pada Gambar 4.12.



Gambar 4.3 Distribusi pori dari (a) 0,53 HTPZ, (b) 1,06 HTPZ dan (c) 2,12 HTPZ.

Gambar 4.12 menunjukkan ketidakseragaman pada distribusi pori HTPZ. Hal ini disebabkan terbentuknya mesopori oleh rongga antar partikel (Zi dkk.,

2016). Penambahan sedikit OTMS pada 0,53 HTPZ cenderung mempertahankan diameter pori pada 3-4nm yang terdapat pada komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TPZ). Ketika jumlah OTMS digandakan menjadi 1,06 HTPZ, distribusi bergeser ke diameter pori 0,5-1,5nm, yang menunjukkan OTMS menutupi mesopori pada diameter pori 3-4nm dan membentuk mesopori dengan ukuran yang lebih kecil. Semakin banyak OTMS yang ditambahkan, distribusi bergeser ke diameter pori yang lebih kecil mendekati 0. Hal ini disebabkan penambahan OTMS semakin menutupi permukaan komposit sehingga material tersebut tampak tidak memiliki pori, seperti yang tercantum pada Tabel 4.3.

Tabel 4.1 Data analisis adsorpsi-desorpsi isotermal nitrogen komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (HTPZ)

| Sampel | S _{BET} (m ² /g) | Diameter pori rata-rata (nm) |
|-----------|--------------------------------------|------------------------------|
| 0,53 HTPZ | 200,87 | 1,1 |
| 1,06 HTPZ | 99,33 | 0,6 |
| 2,12 HTPZ | 44,26 | 0,1 |

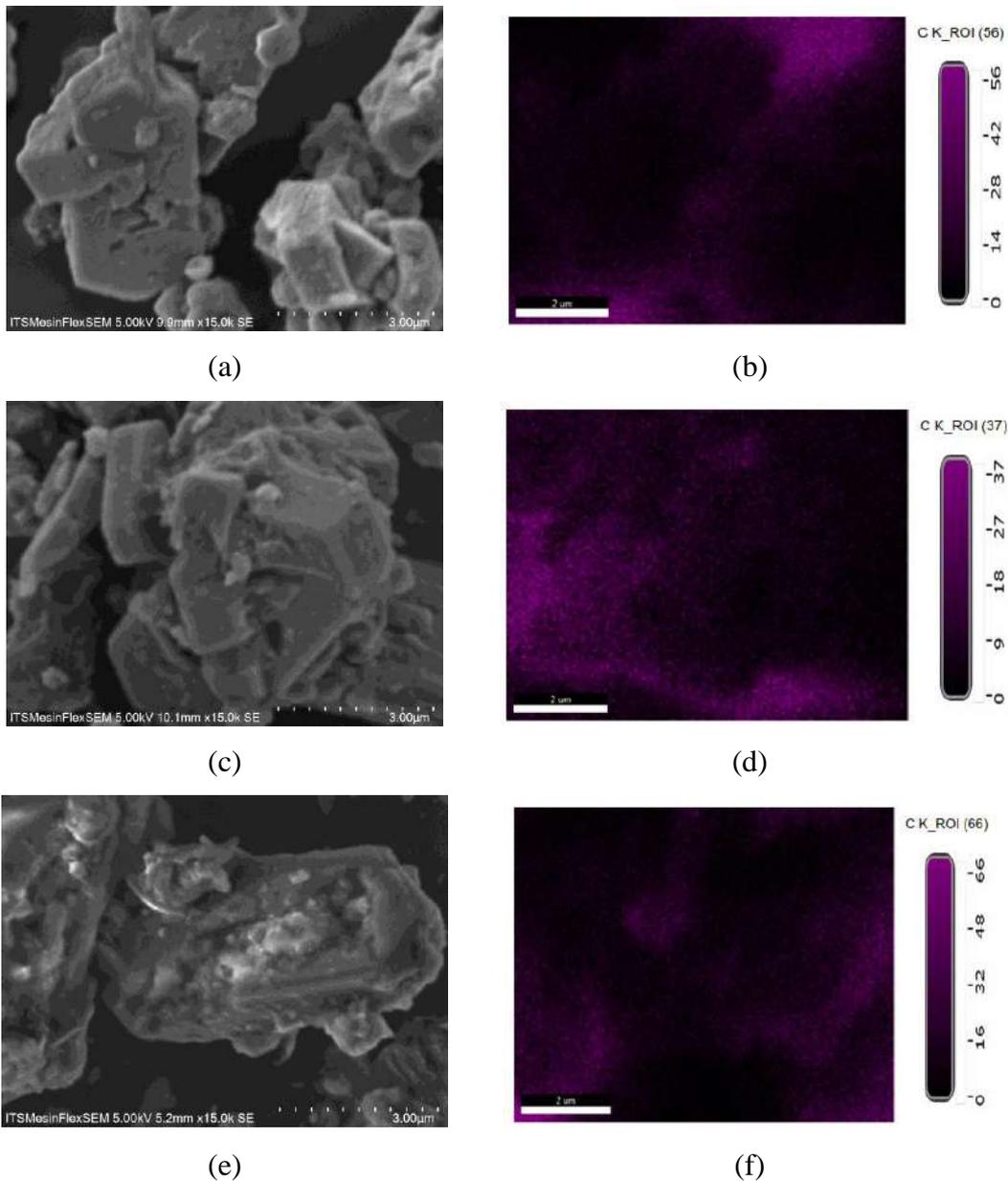
Tabel 4.3 menunjukkan luas permukaan spesifik dan diameter pori rata-rata menurun seiring penambahan OTMS. Sampel 1,06 HTPZ memiliki pori 0,66nm yang lebih kecil dibandingkan 0,53 HTPZ. Semakin bertambahnya jumlah OTMS, pori semakin tertutup seperti yang ditunjukkan pada diameter pori dari 2,12 HTPZ hampir mendekati 0. Hal ini menunjukkan disebabkan penambahan OTMS semakin menutupi permukaan komposit sehingga material tersebut tampak tidak memiliki pori (nonpori).

4.4.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Morfologi dari sampel diamati dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), sedangkan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terdapat pada sampel digunakan Energy Dispersive X-ray (EDX).

Morfologi permukaan setelah penambahan OTMS tidak menunjukkan perubahan besar (Afzal dkk., 2014). Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan

analisis pemetaan untuk melihat adanya karbon pada sampel HTPZ, seperti yang ditunjukkan Gambar 4.13.



Gambar 4.4 Foto SEM dan pemetaan dari 0,53 HTPZ (a-c), 1,06 HTPZ (b-d) dan 2,12 HTPZ (e-f).

Gambar 4.13 menunjukkan HTPZ untuk semua variasi tetap mempertahankan bentuk heksagonal yang dikelilingi *round-shaped*. Penambahan OTMS tidak mempengaruhi morfologi dari komposit. Semakin banyak OTMS yang ditambahkan, semakin banyak kandungan karbon yang terdistribusi

pada permukaan komposit. Hal ini didukung dengan hasil EDX untuk masing-masing sampel yang disajikan pada Tabel 4.4.

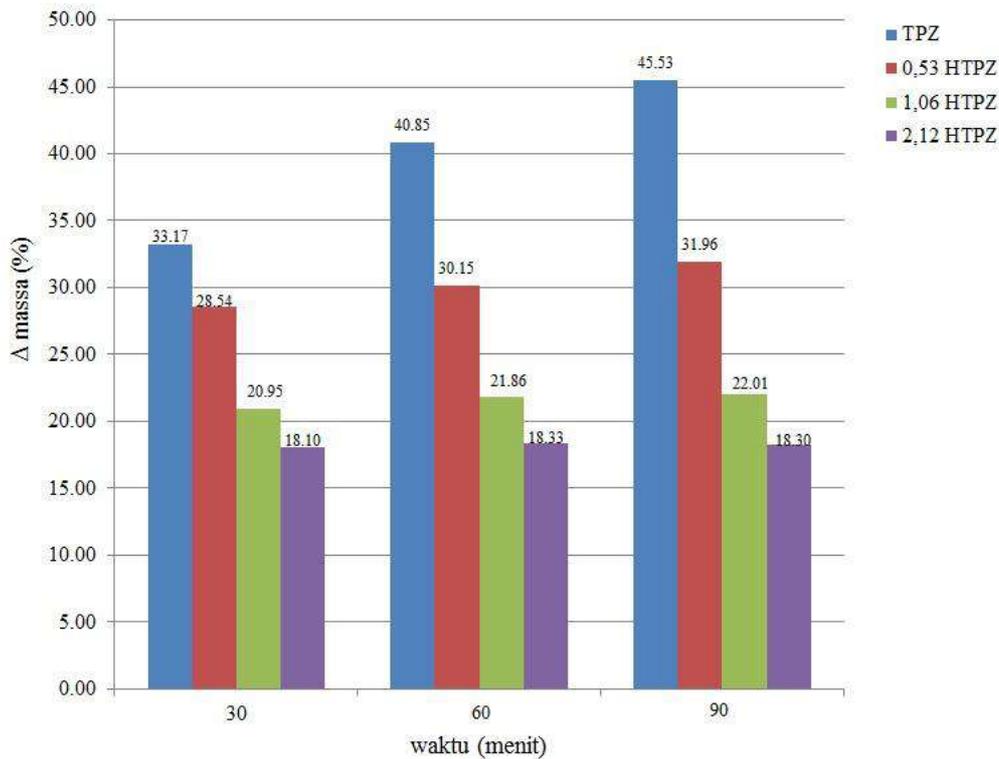
Tabel 4.2 Kadar Hasil EDX komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (HTPZ)

| Sampel | % berat | | | | |
|-----------|---------|------|-------|------|-------|
| | Si | Al | O | Ti | C |
| 0,53 HTPZ | 31,96 | 1,94 | 45,95 | 1,95 | 18,20 |
| 1,06 HTPZ | 33,58 | 1,96 | 47,27 | 2,84 | 14,34 |
| 2,12 HTPZ | 33,57 | 2,25 | 43,57 | 2,44 | 18,17 |

Tabel 4.4 menunjukkan semakin banyak jumlah OTMS yang ditambahkan, semakin banyak kandungan %berat C dalam sampel. Namun, pada 0,53 HTPZ total %berat C sebesar 18,20 merupakan berat C tertinggi dibandingkan 1,06 HTPZ dan 2,12 HTPZ. Hal ini disebabkan perhitungan total %berat C merupakan akumulasi berat C pada semua bagian sampel termasuk tape coating karbon. Distribusi karbon pada komposit secara kualitatif merata.

4.5 Uji Hidrofobik

Uji hidrofobik merupakan uji yang dilakukan untuk mengetahui daya adsorpsi sampel HTPZ terhadap air. Uji hidrofobik dilakukan dengan cara memanaskan air 100ml pada suhu 150°C. Uap air yang dihasilkan dari pemanasan selanjutnya dialirkan pada sampel HTPZ dengan metode gravimetrik, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.14. Adapun variasi waktu yang digunakan dalam penelitian ini yakni 30, 60 dan 90 menit. Massa sampel HTPZ awal yang digunakan yaitu ±2gram.



Gambar 4.5 Diagram hasil uji hidrofobik dengan variasi waktu

Gambar 4.14 menunjukkan adanya perubahan massa yang signifikan pada komposit ZSM-5-TiO₂ (TPZ). Hal ini menunjukkan sifat hidrofilik dari TPZ lebih tinggi dibandingkan dengan komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (HTPZ). Pada 0,53 HTPZ mengalami perubahan massa 28,54% yang menunjukkan sampel tersebut memiliki sifat keterbasahan yang tinggi, namun masih dibawah TPZ. Berbeda dengan 1,06 HTPZ dan 2,12 HTPZ, penambahan OTMS yang semakin banyak mengurangi sifat keterbasahan dari sampel tersebut dengan perubahan massa < 25%. Semakin sedikit perubahan massa pada sampel seiring dengan bertambahnya waktu, semakin berkurang sifat hidrofiliknya. Hal ini sesuai dengan penelitian Nur dkk. (2001) yang menunjukkan semakin banyak kandungan karbon dalam suatu material menyebabkan keterbasahan (*wettability*) material tersebut berkurang. Berdasarkan hasil tersebut, 2,12 HTPZ merupakan senyawa hidrofobik yang paling baik dibandingkan 0,53 dan 1,06HTPZ dengan perubahan massa yang relatif konstan selama 90menit.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Modifikasi komposit ZSM-5-TiO₂ dengan penambahan Octadecyltrimethoxysilane (OTMS) telah berhasil disintesis. Sintesis diawali pembuatan komposit ZSM-5-TiO₂, dengan prekursor Titanium Isopropoksida (TiIP) dan isopropanol sebagai pengontrol hidrolisis. Fasa komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TPZ) adalah anatase yang memiliki luas permukaan 329,25 m²/g, namun distribusi TiO₂ kurang merata. Selanjutnya, komposit 10% TPZ ditambahkan kedalam OTMS. Hasil padatan dikeringkan dan dikarakterisasi. Difraktogram XRD tetap menunjukkan karakteristik puncak difraksi anatase sehingga tidak mengubah kristalinitasnya. Pada karakterisasi FTIR, terdapat 2 pita serapan baru pada bilangan gelombang sekitar 1471 dan 2900 cm⁻¹. Pita serapan 2900cm⁻¹ menunjukkan vibrasi C-H *stretching*. Pita serapan 1470cm⁻¹ menunjukkan vibrasi C-O *stretching*, namun intensitasnya sangat kecil. Penambahan OTMS pada permukaan komposit TPZ membentuk pori eksternal yang membentuk agregat sehingga menurunkan luas permukaan HTPZ. Hasil uji hidrofobik dilakukan dengan metode gravimetri. Semakin sedikit perubahan massa pada sampel seiring dengan bertambahnya waktu, semakin berkurang sifat hidrofiliknya. Komposit 2,12 HTPZ yang mengandung 18,17% berat C merupakan komposit hidrofobik yang paling baik dengan perubahan massa yang konstan selama 90menit.

5.2 Saran

Sintesis komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan kontrol dalam distribusi TiO₂ pada permukaan ZSM-5. Selain itu, perlu dilakukan uji adsorpsi pada beberapa zat warna untuk menunjang hasil uji hidrofobik.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Arbani, N. (2017). *The Effect of Calcination Temperature on The Structure and Photocatalytic Activity of Carbon-doped Titanium Dioxide Prepared Via Sol-Gel Route*. Universiti Teknologi Malaysia. Thesis.
- Busca, G. (2014), *Heterogeneous Catalytic Materials*, Elsevier.
- Chester, A.W. dan Derouane, E.G. (2009), *Zeolite Characterization and Catalysis*, Springer.
- Daniel, M., Luna, G. De, Lin, J. C., Jane, M., Gotostos, N. dan Lu, M. (2016). "Photocatalytic Oxidation of Acetaminophen Using Carbon Self-Doped Titanium Dioxide", *Sustainable Environment Research*, hal. 1–7.
- Di, X., Zhang, W., Zang, D., Liu, F. dan Wang, C. (2016). "A novel method for the fabrication of superhydrophobic nylon net", *Chemical Engineering Journal*. Vol. 306, hal. 53-59.
- Edusi, C., Sankar, G. dan Parkin, I.P., (2012), "The Effect of Solvent on the Phase of Titanium Dioxide Deposited by Aerosol-assisted CVD", *Chemical Vapor Deposition*. Vol. 18, hal. 126-132.
- Ertl, G., Knözinger, H., Schüth, F. dan Weitkamp, J. (2008), *Handbook of Heterogeneous Catalysis 1-8*, Edisi ke-2, John Wiley & Sons Inc
- Frijters, C.T.M.J., Vos, R.H., Scheffer, G. dan Mulder, R. (2006). "Decolorizing and detoxifying textile wastewater, containing both soluble and insoluble dyes, in a full scale combined anaerobic/aerobic system", *Water Research*. Vol. 40, hal. 1249-1257.
- Giraldo, L. Barranco, M.J. dan Pirajan, J.C.M. (2016). "Calorimetric study of adsorption of alcohols on silicas", *Adsorption*. Vol. 22, hal. 813-824.
- Geng, W., Liu, H. dan Yao, X. (2013). "Enhanced Photocatalytic Properties of Titania–Graphene Nanocomposites: A Density Functional Theory Study", *Physical Chemistry*. Vol. 15, hal. 6025–6033.
- Hammond, C. (2009). *The Basics of Crystallography and Diffraction, 3rd.*, Oxford University Press.
- Hu, Y., Tsai, H. dan Huang, C. (2003). "Effect of brookite phase on the anatase–rutile transition in titania nanoparticles", *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 23, hal. 691–696.

- Hu, Xin-Yan, Zhou, K., Chen, Bor-Yann, dan Chang, Chang-Tang. (2016). "Graphene/TiO₂/ZSM-5 composites synthesized by mixture design were used for photocatalytic degradation of oxytetracycline under visible light: Mechanism and biotoxicity", *Applied Surface Science*. Vol. 362, hal. 329-334.
- Iryani, A and Hartanto, D. (2017). "Textile Dyes Removal By ZSM-5 From Bangka Kaolin", *Conference Paper*.
- Imamura, K., Ikeda, E., Nagayasu, T., Sakiyama, T. and Nakanishi, K. (2002). Adsorption Behavior of Methylene Blue and Its Congeners on a Stainless Steel Surface. *J. Colloid Interface Sci.* Vol. 245, hal. 50.
- Kamegawa, T., Yasushi I., Ryota K. dan Hiromi, Y. (2014), "Design of Composite Photocatalyst of TiO₂ and Y-Zeolite for Degradation of 2-Propanol in the Gas Phase under UV and Visible Light Irradiation", *Molecules*. Vol. 19, hal. 16477-16488.
- Kim, M.R., Kim, H. dan Lee, J.J. (2013). "Dyeing and fastness properties of vat dyes on *meta*-aramid woven fabric", *Fibers and Polymers*. Vol. 14, hal. 2038-2044.
- Koh, J. (2011). *Dyeing with Disperse Dyes, Textile Dyeing*, Prof. Peter Hauser (ed.), InTech
- Komsta, L., Hajnos, M.W. dan Sherma, J. (2013), *Thin Layer Chromatography in Drug Analysis*, CRC Press.
- Lakhane, M., Khairnar R., Ryota K. dan Mahabole, M. (2016), "Metal oxide blended ZSM-5 nanocomposites as ethanol sensors", *Bull. Mater. Sci.* Vol. 39, hal. 1438-1492.
- Lavand, A.B. dan S. Malghe, Y.S. (2015). "Nano Sized C-Doped TiO₂ As a Visible Light Photocatalyst for the Degradation of 2,4,6-trichlorophenol", *Advanced Materials Letters*. Vol. 6, hal. 695–700.
- Li, X., Shen, B. dan Xu, C. (2010). "Interaction of titanium and iron oxide with ZSM-5 to tune catalytic cracking of hydrocarbons", *Applied Catalysis A: General*. Vol. 375, hal. 222-229.
- Liu, S., Yu, J. dan Jaroniec, M. (2011). "Anatase TiO₂ with Dominant High-Energy {001} Facets: Synthesis, Properties, and Applications", *Chemical Mater*. Vol. 23, hal. 4085–4093.
- Mohamed, M. A., Wan Salleh, W. N., Jaafar, J., Rosmi, M. S., Mohd. Hir, Z. A, Abd Mutalib, M., Ismail, A. F. dan Tanemura, M. (2016). "Carbon as Amorphous Shell and Interstitial Dopant in Mesoporous Rutile TiO₂: Bio-

- Template Assisted Sol-Gel Synthesis and Photocatalytic Activity”, *Applied Surface Science*. Vol. 393, hal. 46-59.
- Moulijn, J.A., van Leeuwen, P.W.N.M. dan van Santen, R.A. (1993), *Catalysis: An Integrated Approach to Homogeneous, Heterogeneous and Industrial Catalysis*, Elsevier.
- Moro, S., Parneix, C., Cabane, B., Sanson, N. dan d’Espinose de Lacaillerie Jean-Baptiste. (2017). *Hydrophobization of Silica Nanoparticles in Water: Nanostructure and Response to Drying Stress*, Langmuir.
- Naik, V.V., Städler, R. dan Spencer, N.D. (2014). “Effect of Leaving Group on the Structures of Alkylsilane SAMs”, *Langmuir*. Vol. 30, hal. 14824-14831.
- Neti, N. R., Misra, R., Bera, P. K., Dhodapkar, R., Bakardjieva, S. dan Bastl, Z. (2010). “Synthesis of C-Doped TiO₂ Nanoparticles by Novel Sol-Gel Polycondensation of Resorcinol with Formaldehyde for Visible-Light Photocatalysis”, *Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*. Vol. 40, hal. 328–332.
- Nur, H., Ikeda, S. dan Ohtani, B. (2001). “Phase-Boundary Catalysis of Alkene Epoxidation with Aqueous Hydrogen Peroxide Using Amphiphilic Zeolite Particles Loaded with Titanium Oxide”, *Catalysis*. Vol. 204, hal. 402-408.
- Nur H. (2012) “Particuology In Heterogeneous Catalysis”, *Seminar Nasional VIII, SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta*, 31 Oktober 2012 ISSN 1978-0176 (key note Speaker).
- Panpa, W., Sujaridworakun, P. dan Jinawath, S. (2008). “Photocatalytic activity of TiO₂/ZSM-5 composites in the presence of SO₄²⁻ ion”, *Applied Catalysis B: Environmental*. Vol. 80, hal. 271-276.
- Park, Y., Kim, W., Park, H., Tachikawa, T., Majima, T. dan Choi, W. (2009). “Environmental Carbon-doped TiO₂ Photocatalyst Synthesized without using an External Carbon Precursor and the Visible Light Activity”, *Applied Catalysis B*, Vol. 91, hal. 355–361.
- Pelaez, M., Nolan, N. T., Pillai, S. C., Seery, M. K., Falaras, P., Kontos, A. G. dan Dionysiou, D. D. (2012a). “A Review on the Visible Light Active Titanium Dioxide Photocatalysts for Environmental Applications”, *Applied Catalysis B: Environmental*. Vol. 125, hal. 331–349.
- Periyat, P., Naufal, B. dan Ullattil, S. G. (2016). “A Review on High Temperature Stable Anatase TiO₂ Photocatalysts”, *Materials Science Forum*. Vol. 855, hal. 78–93.

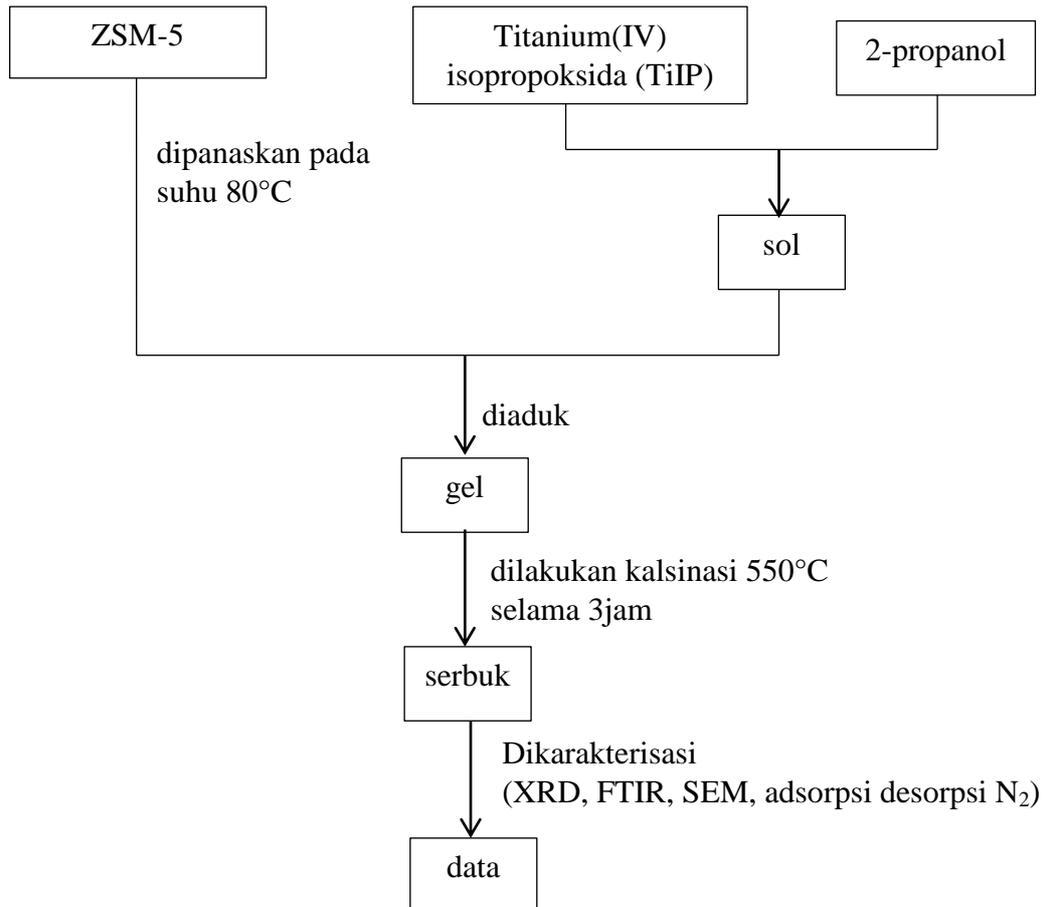
- Prasetyoko, D., Ayunanda, N., Fansuri, H., Hartanto, D. dan Ramli, Z.. (2012). "Phase Transformation of Rice Husk Ash in The Synthesis of ZSM-5 without Organic Template", *ITB J. Sci.*. Vol. 44 A(3): 250–262.
- Sachs, M., Pastor, E., Kafizas, A. dan Durrant, J. R. (2016). "Evaluation of Surface State Mediated Charge Recombination in Anatase and Rutile TiO₂", *The Journal of Physical Chemistry Letters*. Vol. 7, hal. 3742-3746.
- Schulz, H.-M., Wirth, R. dan Schreiber, A. (2016). "Nano-Crystal Formation of TiO₂ Polymorphs Brookite and Anatase Due To Organic-Inorganic Rock-Fluid Interactions", *Journal of Sedimentary Research*, Vol. 86, hal. 59–72.
- Shao, X., Lu, W., Zhang, R., Pan, F. dan Tio, C. (2013). "Enhanced Photocatalytic Activity of TiO₂-C Hybrid Aerogels for Methylene Blue Degradation", *Scientific Reports*. Vol. 3, hal. 3018.
- Smith, B. C. (2011), *Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy*, CRC Press.
- Takeuchi, M., Kimura, T., Hidaka, M., Rakhmawaty, D. dan Anpo, M. (2007). "Photocatalytic oxidation of acetaldehyde with oxygen on TiO₂/ZSM-5 photocatalysts: Effect of hydrophobicity of zeolites", *Journal of Catalysis*. Vol. 246, hal. 235-240.
- Tawari, A., Einicke, Wolf-Dietrich dan Gläser, R. (2016). "Photocatalytic Oxidation of NO over Composites of Titanium Dioxide and Zeolite ZSM-5", *Catalysts*. Vol. 6, hal. 31.
- Tseng, T. K., Lin, Y. S., Chen, Y. J. dan Chu, H. (2010). "A Review of Photocatalysts Prepared by Sol-Gel Method for VOCs Removal. *International Journal of Molecular Sciences*", Vol. 11, hal. 2336–2361.
- Wang, X., Yu, J.C., Liu, P., Wang, X., Su, W. Dan Fu, X. (2006). "Probing of photocatalytic surface sites on SO₄²⁻/TiO₂ solid acids by in situ FT-IR spectroscopy and pyridine adsorption", *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. Vol. 179, hal. 339-347.
- Won-Chun Oh, Zhang, Feng-Jun., dan Chen, Ming-Liang. (2009). "Preparation of MWCNT/TiO₂ Composites by Using MWCNTs and Titanium(IV) Alkoxide Precursors in Benzene and Their Photocatalytic Effect and Bactericidal Activity", *Bull. Korean Chem. Soc.* Vol. 30, hal. 2637-2642.
- Xu, M., Gao, Y., Moreno, E. M., Kunst, M., Muhler, M., Wang, Y. C. (2011). "Photocatalytic Activity of Bulk TiO₂ Anatase and Rutile Single Crystals Using Infrared Absorption Spectroscopy", *Physical Review Letters*. Vol. 106.

- Zi, C.K., Chandren, S., Yuan, L.S., Razali, R., Ho, C.S., Hartanto, D., Mahlia, T.M.I., dan Nur, H. (2015). "New Method to synthesize mesoporous titania by photodegradation of surfactant template" , *Solid State Sciences*, hal. 83-91.
- Zhang Li. (2013). *Characterization And Visible Light Photocatalytic Activities For Environmental Remediation*. Nanyang Technological University. Ph.D. Thesis.
- Zhang, J., Dongfeng, G. H., dan Zhou, L. B. (2016). "Facile Route to Fabricate Carbon Doped TiO₂ Nanoparticles and Its Mechanism of Enhanced Visible Light Photocatalytic Activity", *Applied Physics A*, hal.1–10.
- Zhou, K.; Hu, Xin-Yan; Hsueh, Chung-chung; Zhang, Q.; Wang, J.; Lin, Yu-Jung.; Chang, Chang-Tang. (2016). "Synthesized TiO₂/ZSM-5 Composites Used for the Photocatalytic Degradation of Azo Dye: Intermediates, Reaction Pathway, Mechanism and Bio-toxicity", *Applied Surface Science*. Vol. 383, hal. 300-309.

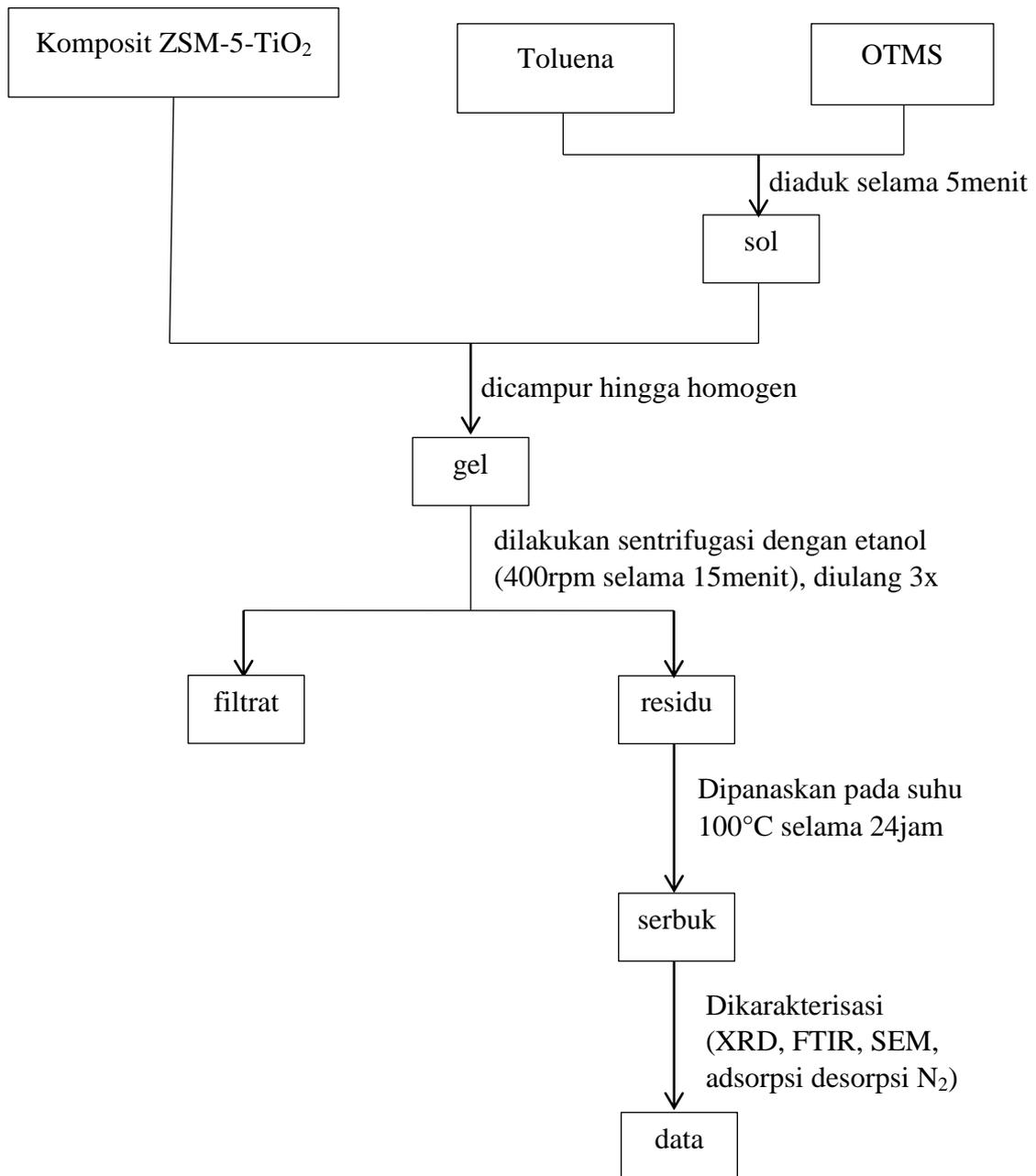
LAMPIRAN

LAMPIRAN A. Diagram Alir

1. Sintesis Komposit ZSM-5-TiO₂ dengan metode sol gel



2. Modifikasi dengan penambahan OTMS pada komposit ZSM-5-TiO₂



LAMPIRAN B. PERHITUNGAN KOMPOSISI

Mr Titanium(IV) Isopropoxide (TiIP) = 284,22 g/mol

Mr TiO₂ = 79,866 g/mol

Mr Isopropanol = 60,1 g/mol

Density TTIP = 0,94 g/cm³

Perhitungan 1

$$1 \text{ g TiIP} = \frac{1 \text{ g}}{284,22 \text{ g/mol}}$$
$$= 0,003518 \text{ mol}$$

$$\text{TiO}_2 = 0,003518 \text{ mol} \times 79,866 \text{ g/mol}$$
$$= 0,281000633 \text{ g}$$

1g TiIP setara dengan 0,28g TiO₂ (dari perhitungan stokiometri)

Sehingga 2g TiIP setara dengan 0,56g TiO₂

$$\% \text{TiO}_2 = \frac{\text{massa TiO}_2}{\text{massa TiO}_2 + \text{massa ZSM-5}}$$

Variasi TiO₂ 10% :

$$0,1 = \frac{0,56}{0,56 + x}$$
$$0,056 + 0,1x = 0,56$$
$$0,1x = 0,504$$
$$x = 5,04 \text{ g}$$
$$\text{ZSM-5} = 5,04 \text{ g}$$

TiO₂ = 0,56 g

$$\text{Mol TiO}_2 = \frac{0,56 \text{ g}}{79,866 \text{ g/mol}} = 0,007 \text{ mol}$$

$$\text{TiIP} = 0,007 \text{ mol} \times 284,22 \text{ g/mol}$$
$$= 1,98954 \text{ g}$$

$$\text{Volume TIP} = \frac{\text{massa}}{\text{densitas}} = \frac{1,98954}{0,94} = 2,11 \text{ mL}$$

Variasi TiO₂ 5%

$$\text{ZSM-5} = 5,04\text{g}$$

$$0,05 = \frac{x}{x + 5,04}$$

$$0,05x + 0,252 = x$$

$$0,95x = 0,252$$

$$x = 0,265 \text{ g}$$

$$\text{TiO}_2 : 0,265 \text{ g}$$

$$\text{Mol TiO}_2 = \frac{0,265 \text{ g}}{79,866\text{g/mol}} = 0,003\text{mol}$$

$$\begin{aligned} \text{TiIP} &= 0,003 \text{ mol} \times 284,22 \text{ g/mol} \\ &= 0,85266\text{g} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TIP} = \text{massa/densitas} = \frac{0,85266}{0,94} = 0,91 \text{ mL}$$

Variasi TiO₂ 2,5%

$$\text{ZSM-5} = 5,04\text{g}$$

$$0,025 = \frac{x}{x + 5,04}$$

$$0,025x + 0,126 = x$$

$$0,975x = 0,126$$

$$x = 0,129 \text{ g}$$

$$\text{TiO}_2 : 0,129 \text{ g}$$

$$\text{Mol TiO}_2 = \frac{0,129 \text{ g}}{79,866\text{g/mol}} = 0,0016\text{mol}$$

$$\begin{aligned} \text{TiIP} &= 0,0016 \text{ mol} \times 284,22 \text{ g/mol} \\ &= 0,454752\text{g} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TIP} = \text{massa/densitas} = \frac{0,454752}{0,94} = 0,48 \text{ mL}$$

Bila 20ml isopropil alkohol untuk melarutkan 3ml TiIP (Arbani, 2017), maka untuk 2,11ml TiIP membutuhkan pelarut sebanyak 14,07ml (perbandingan TiIP dan pelarut = 1:7)

| Sampel | Bahan | | |
|-----------------------------|---------------------|--------------|--------------|
| | Isopropanol (mL) | TiIP (mL) | ZSM-5 (g) |
| ZSM-5-2,5% TiO ₂ | 3,20 | 0,48 | 5,04 |
| ZSM-5-5% TiO ₂ | 6,07 | 0,91 | 5,04 |
| ZSM-5-10% TiO ₂ | 14,07 | 2,11 | 5,04 |

Perhitungan 2

OTMS yang ditambahkan pada komposit ZSM-5-TiO₂

$$1 \text{ g zeolite} \propto 500 \cdot 10^{-6} \text{ mol OTMS}$$

$$5 \text{ g zeolite} = 5 \times 500 \cdot 10^{-6} \text{ mol OTMS} = 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol OTMS}$$

$$2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol OTMS} = \frac{x \text{ gram OTMS}}{\text{molecular weight OTMS}}$$

$$2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol OTMS} = \frac{x \text{ gram OTMS}}{374,67 \text{ g/mol}}$$

$$x = 0,9367 \text{ g}$$

$$\text{volume OTMS yang dibutuhkan, } v = \frac{m}{\rho} = \frac{0,9367}{0,883} = 1,06 \text{ ml}$$

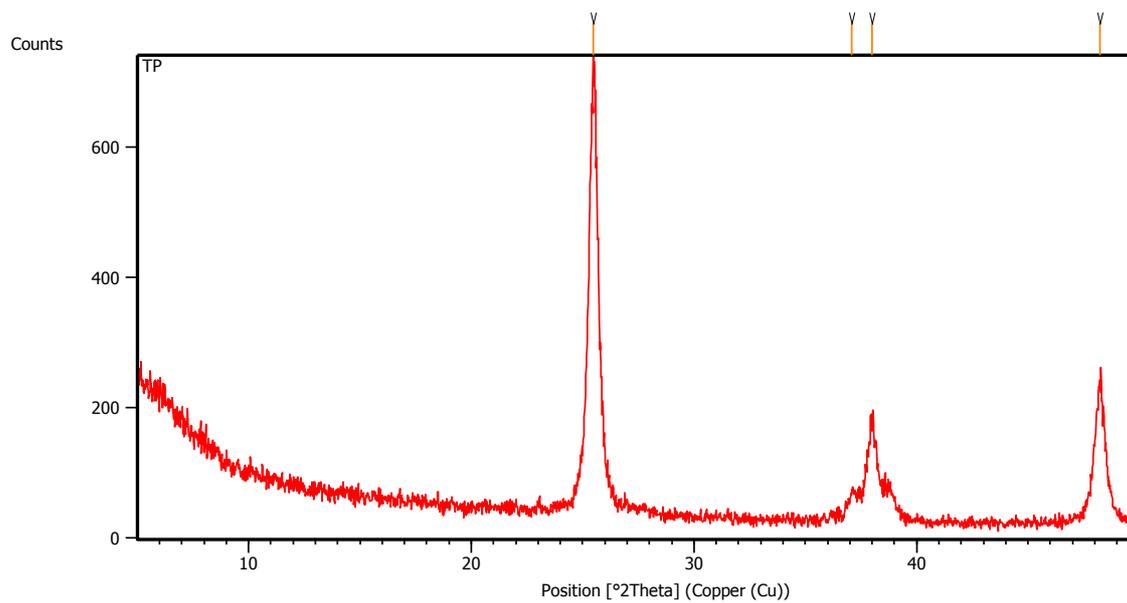
Toluene yang digunakan 10ml.

Adapun komposisinya sebagai berikut.

| Sampel | Bahan | |
|------------------------|-----------------|--------------|
| | Toluena (mL) | OTMS (mL) |
| ZSM-5-TiO ₂ | 10,00 | 0,53 |
| (10%) | 10,00 | 1,06 |
| | 10,00 | 2,12 |

LAMPIRAN C Hasil Analisis

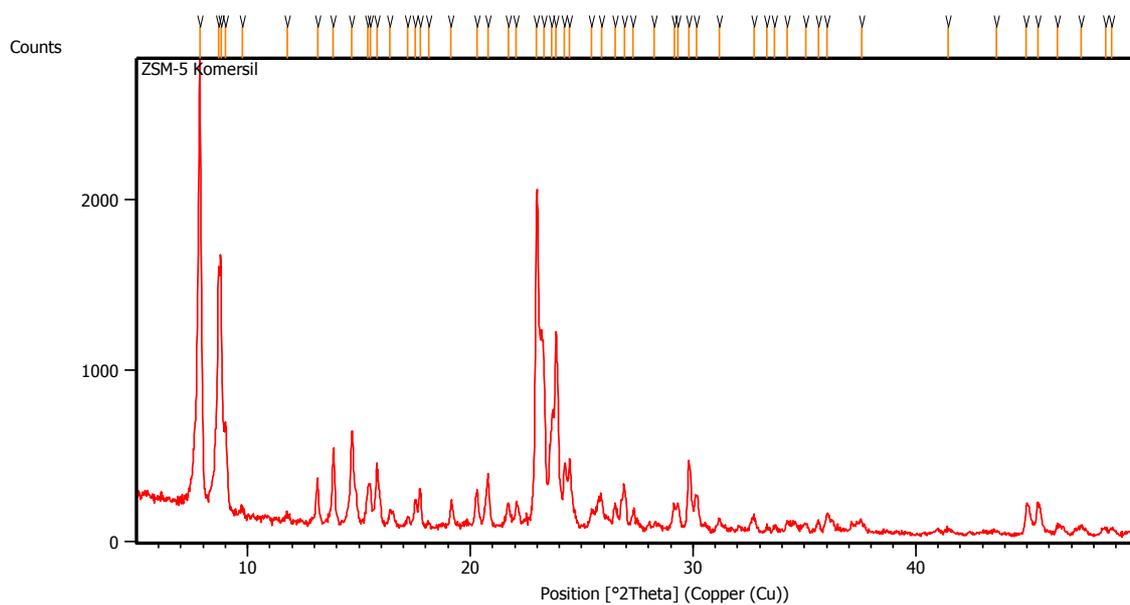
Hasil analisis XRD TiO₂ hasil sintesis



Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 25.4877 | 675.99 | 0.3011 | 3.49484 | 100.00 |
| 37.0864 | 40.40 | 0.2676 | 2.42418 | 5.98 |
| 38.0021 | 146.61 | 0.2007 | 2.36785 | 21.69 |
| 48.2390 | 210.92 | 0.2676 | 1.88659 | 31.20 |

Hasil Analisis XRD ZSM-5



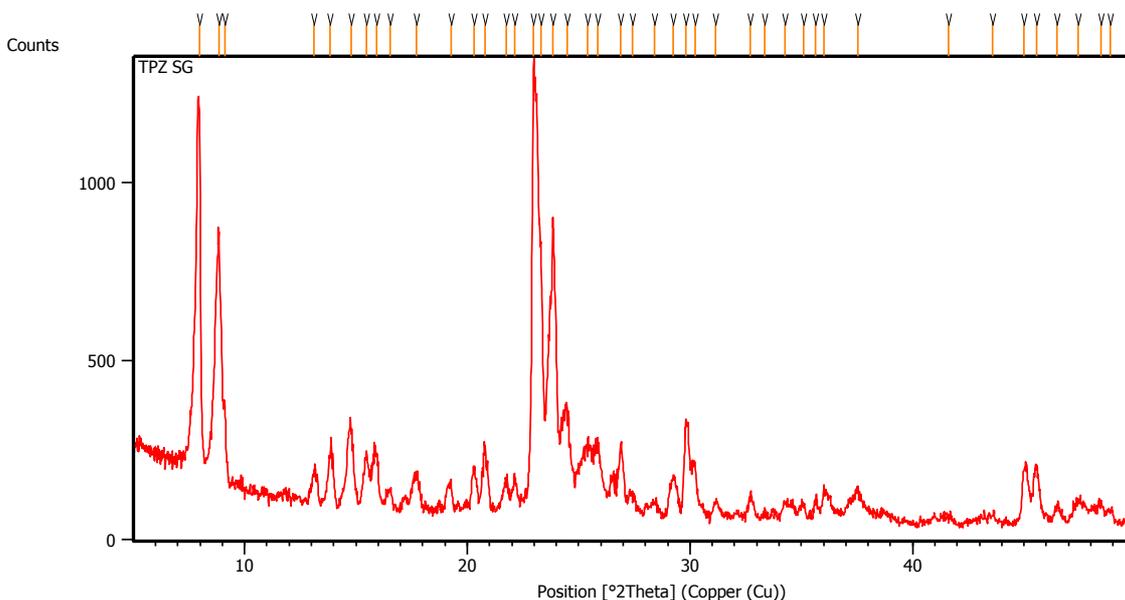
Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 7.8563 | 2574.61 | 0.1171 | 11.25373 | 100.00 |
| 8.6902 | 1351.59 | 0.0669 | 10.17558 | 52.50 |
| 8.7968 | 1447.73 | 0.0669 | 10.05250 | 56.23 |
| 9.0199 | 504.63 | 0.1004 | 9.80433 | 19.60 |
| 9.7686 | 34.08 | 0.1338 | 9.05449 | 1.32 |
| 11.7728 | 43.04 | 0.1673 | 7.51721 | 1.67 |
| 13.1506 | 212.49 | 0.1171 | 6.73254 | 8.25 |
| 13.8550 | 417.88 | 0.1004 | 6.39181 | 16.23 |
| 14.6814 | 542.81 | 0.0836 | 6.03381 | 21.08 |
| 15.4143 | 218.03 | 0.1004 | 5.74856 | 8.47 |
| 15.5129 | 219.57 | 0.0836 | 5.71223 | 8.53 |
| 15.8048 | 360.99 | 0.0669 | 5.60739 | 14.02 |
| 16.3927 | 81.65 | 0.2342 | 5.40758 | 3.17 |

| | | | | |
|---------|---------|--------|---------|-------|
| 17.1808 | 52.79 | 0.1004 | 5.16127 | 2.05 |
| 17.5318 | 145.18 | 0.0669 | 5.05872 | 5.64 |
| 17.7570 | 200.01 | 0.1171 | 4.99507 | 7.77 |
| 18.1211 | 18.17 | 0.1004 | 4.89551 | 0.71 |
| 19.1401 | 131.44 | 0.0836 | 4.63713 | 5.11 |
| 20.3161 | 210.90 | 0.1338 | 4.37128 | 8.19 |
| 20.8080 | 301.69 | 0.1673 | 4.26904 | 11.72 |
| 21.6985 | 141.87 | 0.0669 | 4.09582 | 5.51 |
| 22.0660 | 154.84 | 0.0669 | 4.02842 | 6.01 |
| 22.9783 | 1912.99 | 0.1171 | 3.87050 | 74.30 |
| 23.2934 | 1009.32 | 0.1004 | 3.81886 | 39.20 |
| 23.6450 | 601.12 | 0.1004 | 3.76286 | 23.35 |
| 23.8452 | 1135.61 | 0.0836 | 3.73172 | 44.11 |
| 24.2413 | 366.71 | 0.1004 | 3.67164 | 14.24 |
| 24.4639 | 408.18 | 0.0669 | 3.63873 | 15.85 |
| 25.4521 | 101.66 | 0.1004 | 3.49965 | 3.95 |
| 25.9035 | 169.96 | 0.2342 | 3.43968 | 6.60 |
| 26.5112 | 145.44 | 0.1004 | 3.36220 | 5.65 |
| 26.9082 | 263.72 | 0.0836 | 3.31349 | 10.24 |
| 27.3242 | 104.75 | 0.1004 | 3.26398 | 4.07 |
| 28.2731 | 27.87 | 0.4015 | 3.15655 | 1.08 |
| 29.1546 | 155.90 | 0.1004 | 3.06309 | 6.06 |
| 29.3305 | 145.16 | 0.1004 | 3.04512 | 5.64 |
| 29.8039 | 386.91 | 0.1171 | 2.99782 | 15.03 |
| 30.1721 | 200.31 | 0.1673 | 2.96208 | 7.78 |
| 31.1858 | 68.43 | 0.1338 | 2.86807 | 2.66 |
| 32.7455 | 75.97 | 0.2007 | 2.73493 | 2.95 |
| 33.3206 | 26.36 | 0.1673 | 2.68903 | 1.02 |
| 33.6644 | 23.78 | 0.1004 | 2.66235 | 0.92 |

| | | | | |
|---------|--------|--------|---------|------|
| 34.2124 | 51.89 | 0.1004 | 2.62095 | 2.02 |
| 35.0532 | 44.67 | 0.2007 | 2.55999 | 1.74 |
| 35.6386 | 56.67 | 0.1673 | 2.51927 | 2.20 |
| 36.0081 | 102.28 | 0.1004 | 2.49426 | 3.97 |
| 37.5661 | 62.45 | 0.2007 | 2.39432 | 2.43 |
| 41.4471 | 29.85 | 0.2007 | 2.17865 | 1.16 |
| 43.6119 | 19.12 | 0.2676 | 2.07540 | 0.74 |
| 44.9749 | 174.26 | 0.0669 | 2.01562 | 6.77 |

Hasil Analisis XRD Komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TPZ)



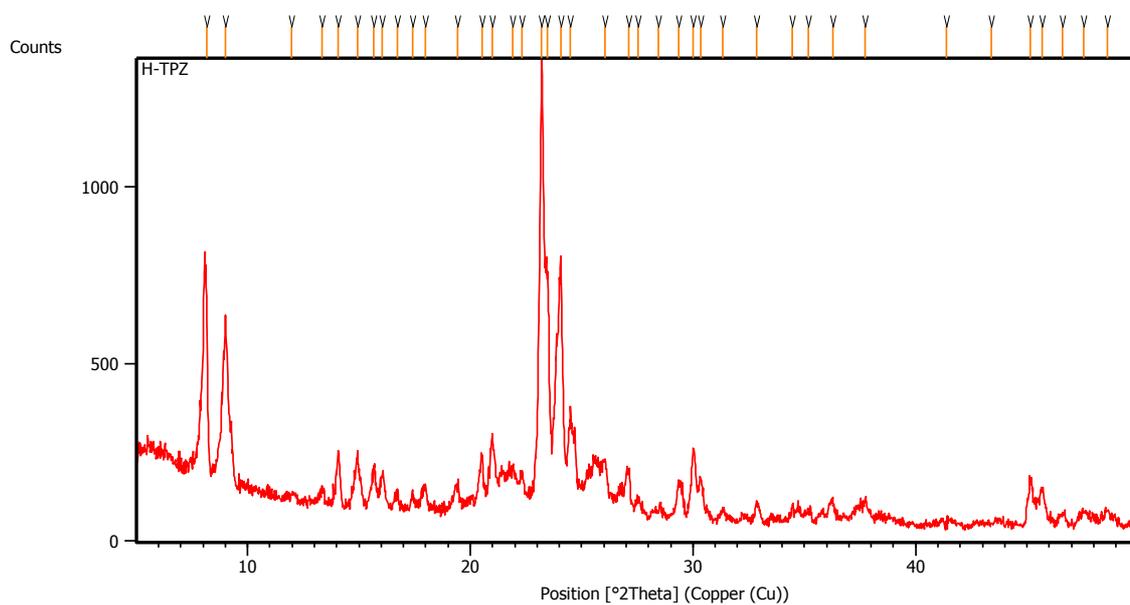
Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 7.9691 | 997.05 | 0.1673 | 11.09468 | 81.22 |
| 8.8403 | 658.23 | 0.1004 | 10.00307 | 53.62 |
| 9.1148 | 191.10 | 0.0836 | 9.70247 | 15.57 |
| 13.1276 | 87.69 | 0.2342 | 6.74428 | 7.14 |
| 13.8472 | 135.44 | 0.2676 | 6.39539 | 11.03 |
| 14.7852 | 210.27 | 0.2676 | 5.99170 | 17.13 |
| 15.4567 | 136.01 | 0.2007 | 5.73287 | 11.08 |
| 15.9227 | 140.42 | 0.2007 | 5.56614 | 11.44 |
| 16.5562 | 46.51 | 0.1004 | 5.35455 | 3.79 |
| 17.7152 | 93.25 | 0.3346 | 5.00676 | 7.60 |
| 19.2686 | 74.25 | 0.2676 | 4.60650 | 6.05 |
| 20.3086 | 110.10 | 0.1338 | 4.37288 | 8.97 |
| 20.8012 | 180.32 | 0.1004 | 4.27041 | 14.69 |

| | | | | |
|---------|---------|--------|---------|--------|
| 21.7602 | 77.62 | 0.2007 | 4.08434 | 6.32 |
| 22.1404 | 98.04 | 0.1004 | 4.01505 | 7.99 |
| 22.9747 | 1227.56 | 0.1004 | 3.87110 | 100.00 |
| 23.3286 | 640.34 | 0.1004 | 3.81318 | 52.16 |
| 23.8479 | 820.54 | 0.1004 | 3.73130 | 66.84 |
| 24.4844 | 271.15 | 0.2007 | 3.63573 | 22.09 |
| 25.4066 | 193.03 | 0.2676 | 3.50582 | 15.72 |
| 25.8748 | 189.17 | 0.2342 | 3.44342 | 15.41 |
| 26.9053 | 187.30 | 0.1171 | 3.31384 | 15.26 |
| 27.4008 | 51.92 | 0.2007 | 3.25503 | 4.23 |
| 28.4149 | 32.77 | 0.2007 | 3.14112 | 2.67 |
| 29.2318 | 98.15 | 0.3346 | 3.05518 | 8.00 |
| 29.8217 | 254.69 | 0.2007 | 2.99608 | 20.75 |
| 30.2176 | 147.60 | 0.1338 | 2.95772 | 12.02 |
| 31.1632 | 35.82 | 0.2676 | 2.87009 | 2.92 |
| 32.7192 | 55.53 | 0.1338 | 2.73707 | 4.52 |
| 33.3569 | 10.80 | 0.2007 | 2.68619 | 0.88 |
| 34.2568 | 34.85 | 0.2007 | 2.61766 | 2.84 |
| 35.0886 | 31.88 | 0.2007 | 2.55749 | 2.60 |
| 35.6473 | 42.23 | 0.1673 | 2.51867 | 3.44 |
| 36.0140 | 81.43 | 0.2007 | 2.49387 | 6.63 |
| 37.5231 | 74.34 | 0.2676 | 2.39696 | 6.06 |
| 41.6020 | 18.09 | 0.2676 | 2.17090 | 1.47 |
| 43.5723 | 21.96 | 0.2007 | 2.07719 | 1.79 |
| 44.9793 | 141.97 | 0.2676 | 2.01544 | 11.57 |
| 45.5644 | 160.40 | 0.2007 | 1.99091 | 13.07 |
| 46.4944 | 48.52 | 0.2007 | 1.95323 | 3.95 |
| 47.4236 | 61.51 | 0.4015 | 1.91710 | 5.01 |
| 48.4455 | 58.92 | 0.1338 | 1.87903 | 4.80 |

| | | | | |
|---------|-------|--------|---------|------|
| 48.8894 | 35.63 | 0.2007 | 1.86300 | 2.90 |
|---------|-------|--------|---------|------|

Hasil Analisis XRD Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (HTPZ)



Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 8.1501 | 511.60 | 0.1338 | 10.84862 | 39.83 |
| 9.0211 | 432.48 | 0.2007 | 9.80303 | 33.67 |
| 11.9681 | 11.14 | 0.4015 | 7.39496 | 0.87 |
| 13.3338 | 30.75 | 0.2007 | 6.64044 | 2.39 |
| 14.0825 | 142.72 | 0.1338 | 6.28904 | 11.11 |
| 14.9288 | 142.41 | 0.1004 | 5.93439 | 11.09 |
| 15.6806 | 111.52 | 0.1338 | 5.65153 | 8.68 |
| 16.0522 | 87.22 | 0.1673 | 5.52152 | 6.79 |
| 16.7331 | 38.35 | 0.2007 | 5.29835 | 2.99 |
| 17.3950 | 36.18 | 0.1004 | 5.09818 | 2.82 |
| 17.9708 | 62.17 | 0.1004 | 4.93613 | 4.84 |
| 19.4144 | 62.19 | 0.2007 | 4.57221 | 4.84 |
| 20.5467 | 155.22 | 0.1004 | 4.32274 | 12.08 |
| 20.9766 | 214.63 | 0.1171 | 4.23511 | 16.71 |

| | | | | |
|---------|---------|--------|---------|--------|
| 21.8840 | 116.37 | 0.2676 | 4.06151 | 9.06 |
| 22.3237 | 103.44 | 0.1673 | 3.98250 | 8.05 |
| 23.2128 | 1284.44 | 0.1171 | 3.83194 | 100.00 |
| 23.4753 | 645.38 | 0.1004 | 3.78968 | 50.25 |
| 24.0726 | 715.78 | 0.1171 | 3.69699 | 55.73 |
| 24.4793 | 266.25 | 0.1338 | 3.63648 | 20.73 |
| 26.0342 | 148.91 | 0.1673 | 3.42271 | 11.59 |
| 27.1106 | 125.57 | 0.2007 | 3.28921 | 9.78 |
| 27.5495 | 46.25 | 0.2007 | 3.23780 | 3.60 |
| 28.4372 | 17.45 | 0.4015 | 3.13871 | 1.36 |
| 29.3616 | 89.96 | 0.2676 | 3.04197 | 7.00 |
| 30.0197 | 196.14 | 0.1004 | 2.97677 | 15.27 |
| 30.3451 | 113.03 | 0.1338 | 2.94558 | 8.80 |
| 31.3270 | 22.27 | 0.2007 | 2.85546 | 1.73 |
| 32.8525 | 45.57 | 0.1338 | 2.72627 | 3.55 |
| 34.4459 | 32.39 | 0.2676 | 2.60372 | 2.52 |
| 35.1940 | 23.42 | 0.2007 | 2.55007 | 1.82 |
| 36.2714 | 48.59 | 0.2342 | 2.47676 | 3.78 |
| 37.7415 | 52.10 | 0.2007 | 2.38360 | 4.06 |
| 41.3843 | 9.05 | 0.8029 | 2.18182 | 0.70 |
| 43.3991 | 7.40 | 0.8029 | 2.08508 | 0.58 |
| 45.1569 | 120.62 | 0.2342 | 2.00792 | 9.39 |
| 45.6677 | 100.64 | 0.2342 | 1.98664 | 7.83 |
| 46.6119 | 30.59 | 0.3346 | 1.94858 | 2.38 |
| 47.5587 | 39.41 | 0.4015 | 1.91197 | 3.07 |
| 48.6287 | 43.38 | 0.1673 | 1.87238 | 3.38 |

Hasil Analisis BET ZSM-5



3Flex 4.01

3Flex Version 4.01
Serial # 161 Unit 1 Port 3

Page 5 of 36

Sample: ZSM 5
Operator: cm
Submitter: Ibnu Sinar Prof Hadi Nur/Nor Arbani
File: C:\3Flex\data\data\001-340.SMP

Started: 3/6/2018 11:01:22 AM
Completed: 3/6/2018 11:17:03 PM
Report time: 6/6/2018 9:57:50 AM
Sample mass: 0.2932 g
Cold free space: 63.0253 cm³
Low pressure dose: None
Automatic degas: Yes

Analysis adsorptive: N2
Analysis bath temp.: 77.330 K
Thermal correction: No
Warm free space: 18.5392 cm³ Measured
Equilibration interval: 10 s
Sample density: 1.000 g/cm³

Comments: Tube3

| Sample prep: Stage | Temperature (°C) | Ramp Rate (°C/min) | Time (min) |
|--------------------|------------------|--------------------|------------|
| 1 | 90 | 10 | 60 |
| 2 | 300 | 10 | 240 |

BET Report

BET surface area: 324.7628 ± 1.5956 m²/g
Slope: 0.013400 ± 0.000066 g/cm³ STP
Y-intercept: 0.000002 ± 0.000004 g/cm³ STP
C: 5699.030975
Qm: 74.6139 cm³/g STP
Correlation coefficient: 0.9999759
Molecular cross-sectional area: 0.1620 nm²

| Relative Pressure (p/p [*]) | Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP) | 1/[Q(p [*] /p - 1)] |
|---------------------------------------|--|------------------------------|
| 0.009705341 | 72.9742 | 0.000134 |
| 0.029722697 | 76.7461 | 0.000399 |
| 0.063414863 | 79.7810 | 0.000849 |
| 0.080605712 | 80.7683 | 0.001085 |

Hasil Analisis BJH ZSM-5



3Flex 4.01

3Flex Version 4.01
Serial # 161 Unit 1 Port 3

Page 22 of 36

Sample: ZSM 5
Operator: cm
Submitter: Ibnu Sinar Prof Hadi Nur/Nor Arbani
File: C:\3Flex\data\data\001-340.SMP

Started: 3/6/2018 11:01:22 AM
Completed: 3/6/2018 11:17:03 PM
Report time: 6/6/2018 9:57:50 AM
Sample mass: 0.2932 g
Cold free space: 63.0253 cm³
Low pressure dose: None
Automatic degas: Yes

Analysis adsorptive: N2
Analysis bath temp.: 77.330 K
Thermal correction: No
Warm free space: 18.5392 cm³ Measured
Equilibration interval: 10 s
Sample density: 1.000 g/cm³

Comments: Tube3

| Sample prep: Stage | Temperature (°C) | Ramp Rate (°C/min) | Time (min) |
|--------------------|------------------|--------------------|------------|
| 1 | 90 | 10 | 60 |
| 2 | 300 | 10 | 240 |

Porosity Distribution by

Model: N2 - Cylindrical Pores - Oxide Surface
Method: Non-negative Regularization: 0.03160
Standard Deviation of Fit: 0.51934 cm³/g STP

Hasil Analisis BET Komposit ZSM-5-TiO₂ (2,5% TPZ)

| Report date: | | Tue Sep 12 2017 | Operator: | | |
|-------------------------------|--|---------------------------|-----------------|---------------------------|-----------------------|
| Filename: | | TPZ-SE 100917A.qcuPhysIso | | | |
| Analysis Information | | | | | |
| Sample ID | TPZ-SE 100917A | Weight | 0.5017g | | |
| Description | | | | | |
| Analysis Data ID | {ec2687c3-84db-487c-8954-bf2b9aaa77d6} | Date | 2017.09.10 | | |
| Operator | | | | | |
| Instrument | St 1 on NOVA touch 4LX [s/n:17015092901] | Duration | 825.45min | | |
| Comments | | | | | |
| id Volume Mode | NOVA mode | Cell ID | IIS Bulb Cell 1 | Cell Type | 9mm w/o rod |
| Thermal Delay | 300sec | Po Mode | Calculate | | |
| Adsorbate Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.013g/mol | Cross Section Area | 16.2kt/m ² |
| Non-ideality | 6.58e-005 1/terr | Bath Temperature | 77.35K | | |
| Degas information Type | Unspecified | | | | |
| Data Reduction Parameters | | | | | |
| Thermal Transpiration | no | | | | |
| Adsorbate Model | | | | | |
| Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g | Cross Section Area | 16.2kt/m ² |
| Bath Temperature | 77.35K | | | | |
| BET Multi-point BET results | | | | | |
| Isotherm Branch | Adsorption | | | | |
| Slope | 10.3717 | | | | |
| Intercept | -0.0165721 | | | | |
| Correlation coeff., r | 0.999883 | | | | |
| C constant | -624.85 | | | | |
| Surface area | 336.309 m ² /g | | | | |

Hasil Analisis BJH Komposit ZSM-5-TiO₂ (2,5% TPZ)

| Report date: | | Tue Sep 12 2017 | Operator: | | |
|---------------------------------|--|---------------------------|-----------------|---------------------------|-----------------------|
| Filename: | | TPZ-SE 100917A.qcuPhysIso | | | |
| Analysis Information | | | | | |
| Sample ID | TPZ-SE 100917A | Weight | 0.5017g | | |
| Description | | | | | |
| Analysis Data ID | {ec2687c3-84db-487c-8954-bf2b9aaa77d6} | Date | 2017.09.10 | | |
| Operator | | | | | |
| Instrument | St 1 on NOVA touch 4LX [s/n:17015092901] | Duration | 825.45min | | |
| Comments | | | | | |
| id Volume Mode | NOVA mode | Cell ID | IIS Bulb Cell 1 | Cell Type | 9mm w/o rod |
| Thermal Delay | 300sec | Po Mode | Calculate | | |
| Adsorbate Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.013g/mol | Cross Section Area | 16.2kt/m ² |
| Non-ideality | 6.58e-005 1/terr | Bath Temperature | 77.35K | | |
| Degas information Type | Unspecified | | | | |
| Data Reduction Parameters | | | | | |
| Thermal Transpiration | no | | | | |
| Thickness Method | deBoer included | | | | |
| P-tags below 0.35 | | | | | |
| Adsorbate Model | | | | | |
| Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g | Cross Section Area | 16.2kt/m ² |
| Bath Temperature | 77.35K | | | | |
| Moving Pt. Average | off | | | | |
| BJH Desorption dV(logr) results | | | | | |
| Surface Area | 240.119 m ² /g | | | | |
| Pore Volume | 0.168075 cc/g | | | | |
| Pore radius Dv(r) | 3.687228 nm | | | | |

Hasil Analisis BET Komposit ZSM-5-TiO₂ (5% TPZ)



3Flex 4.01

3Flex Version 4.01
Serial # 161 Unit 1 Port 3

Page 5 of 36

Sample: ZSM 5
Operator: cm
Submitter: Ibnu Sinar Prof Hadi Nur/Nor Arbani
File: C:\3Flex\data\data\001-340.SMP

Started: 3/6/2018 11:01:22 AM
Completed: 3/6/2018 11:17:03 PM
Report time: 6/6/2018 9:57:50 AM
Sample mass: 0.2932 g
Cold free space: 63.0253 cm³
Low pressure dose: None
Automatic degas: Yes

Analysis adsorptive: N2
Analysis bath temp.: 77.330 K
Thermal correction: No
Warm free space: 18.5392 cm³ Measured
Equilibration interval: 10 s
Sample density: 1.000 g/cm³

Comments: Tube3

| Sample prep: Stage | Temperature (°C) | Ramp Rate (°C/min) | Time (min) |
|--------------------|------------------|--------------------|------------|
| 1 | 90 | 10 | 60 |
| 2 | 300 | 10 | 240 |

BET Report

BET surface area: 332.7628 ± 1.5956 m²/g
Slope: 0.013400 ± 0.000066 g/cm³ STP
Y-intercept: 0.000002 ± 0.000004 g/cm³ STP
C: 5699.030975
Qm: 74.6139 cm³/g STP
Correlation coefficient: 0.9999759
Molecular cross-sectional area: 0.1620 nm²

| Relative Pressure (p/p') | Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP) | 1/[Q(p'/p - 1)] |
|--------------------------|--|-----------------|
| 0.009705341 | 72.9742 | 0.000134 |
| 0.029722697 | 76.7461 | 0.000399 |
| 0.063414863 | 79.7810 | 0.000849 |
| 0.080605712 | 80.7683 | 0.001085 |

Hasil Analisis BJH Komposit ZSM-5-TiO₂ (5% TPZ)



3Flex 4.01

3Flex Version 4.01
Serial # 161 Unit 1 Port 1

Page 21 of 35

Sample: 5 TPZ
Operator: cm
Submitter: Ibnu Sinar Prof Hadi Nur/Nor Arbani
File: C:\3Flex\data\data\001-338.SMP

Started: 3/6/2018 11:01:22 AM
Completed: 3/6/2018 11:17:03 PM
Report time: 6/6/2018 9:47:32 AM
Sample mass: 0.3522 g
Cold free space: 63.5277 cm³
Low pressure dose: None
Automatic degas: Yes

Analysis adsorptive: N2
Analysis bath temp.: 77.330 K
Thermal correction: No
Warm free space: 18.6330 cm³ Measured
Equilibration interval: 10 s
Sample density: 1.000 g/cm³

Comments: Tube4

| Sample prep: Stage | Temperature (°C) | Ramp Rate (°C/min) | Time (min) |
|--------------------|------------------|--------------------|------------|
| 1 | 90 | 10 | 60 |
| 2 | 300 | 10 | 240 |

Porosity Distribution by
Model: N2 - Cylindrical Pores - Oxide Surface
Method: Non-negative Regularization: 0.01000
Standard Deviation of Fit: 0.66090 cm³/g STP

| | | | | |
|-----------------------|----|----------|---|----------------------------|
| Volume in Pores | < | 18.09 Å | : | 0.10822 cm ³ /g |
| Total Volume in Pores | <= | 387.34 Å | : | 0.14200 cm ³ /g |
| Area in Pores | > | 387.34 Å | : | 0.265 m ² /g |
| Total Area in Pores | >= | 18.09 Å | : | 43.130 m ² /g |

Hasil Analisis BET Komposit ZSM-5-TiO₂ (10 % TPZ)



3Flex 4.01

3Flex Version 4.01
Serial # 161 Unit 1 Port 2

Page 5 of 35

Sample: 10 TPZ
Operator: cm
Submitter: Ibnu Sinar Prof Hadi Nur/Nor Arbani
File: C:\3Flex\data\data\001-339.SMP

Started: 3/6/2018 11:01:22 AM
Completed: 3/6/2018 11:17:03 PM
Report time: 6/6/2018 9:53:53 AM
Sample mass: 0.4025 g
Cold free space: 63.0295 cm³
Low pressure dose: None
Automatic degas: Yes

Analysis adsorptive: N₂
Analysis bath temp.: 77.329 K
Thermal correction: No
Warm free space: 18.4702 cm³ Measured
Equilibration interval: 10 s
Sample density: 1.000 g/cm³

Comments: Tube3

| Sample prep: Stage | Temperature (°C) | Ramp Rate (°C/min) | Time (min) |
|--------------------|------------------|--------------------|------------|
| 1 | 90 | 10 | 60 |
| 2 | 300 | 10 | 240 |

BET Report

BET surface area: 327.2340 ± 1.0711 m²/g
Slope: 0.013297 ± 0.000043 g/cm³ STP
Y-intercept: 0.000004 ± 0.000002 g/cm³ STP
C: 3407.822441
Qm: 75.1817 cm³/g STP
Correlation coefficient: 0.9999893
Molecular cross-sectional area: 0.1620 nm²

| Relative Pressure (p/p ⁰) | Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP) | 1/[Q(p ⁰ /p - 1)] |
|---------------------------------------|--|------------------------------|
| 0.009746859 | 73.2613 | 0.000134 |
| 0.029185786 | 76.7436 | 0.000392 |
| 0.062504170 | 80.0914 | 0.000832 |
| 0.080379169 | 81.3271 | 0.001075 |

Hasil Analisis BJH Komposit ZSM-5-TiO₂ (10 % TPZ)



3Flex 4.01

3Flex Version 4.01
Serial # 161 Unit 1 Port 2

Page 21 of 35

Sample: 10 TPZ
Operator: cm
Submitter: Ibnu Sinar Prof Hadi Nur/Nor Arbani
File: C:\3Flex\data\data\001-339.SMP

Started: 3/6/2018 11:01:22 AM
Completed: 3/6/2018 11:17:03 PM
Report time: 6/6/2018 9:53:53 AM
Sample mass: 0.4025 g
Cold free space: 63.0295 cm³
Low pressure dose: None
Automatic degas: Yes

Analysis adsorptive: N₂
Analysis bath temp.: 77.329 K
Thermal correction: No
Warm free space: 18.4702 cm³ Measured
Equilibration interval: 10 s
Sample density: 1.000 g/cm³

Comments: Tube3

| Sample prep: Stage | Temperature (°C) | Ramp Rate (°C/min) | Time (min) |
|--------------------|------------------|--------------------|------------|
| 1 | 90 | 10 | 60 |
| 2 | 300 | 10 | 240 |

Porosity Distribution by

Model: N₂ - Cylindrical Pores - Oxide Surface
Method: Non-negative Regularization: 0.00316
Standard Deviation of Fit: 0.61457 cm³/g STP

| | | | | |
|-----------------------|----|----------|---|----------------------------|
| Volume in Pores | < | 17.37 Å | : | 0.10753 cm ³ /g |
| Total Volume in Pores | <= | 387.34 Å | : | 0.14503 cm ³ /g |
| Area in Pores | > | 387.34 Å | : | 0.000 m ² /g |
| Total Area in Pores | >= | 17.37 Å | : | 50.367 m ² /g |

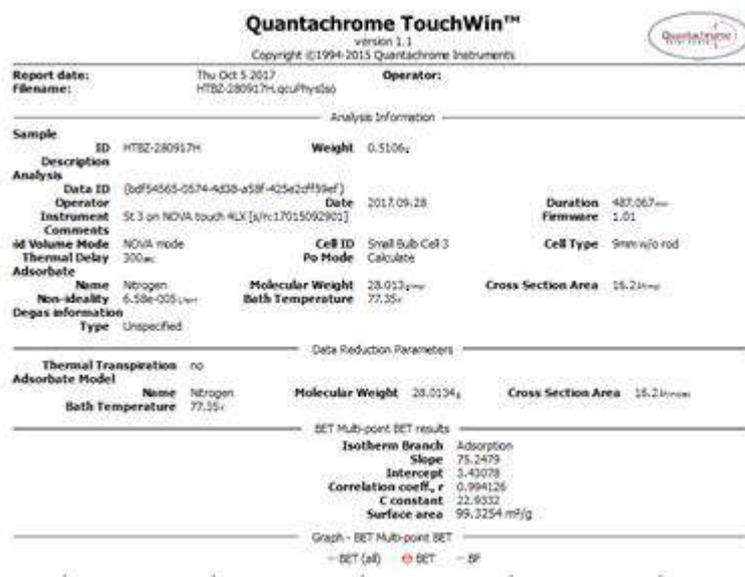
Hasil Analisis BET Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (0,53 HTPZ)

| Quantachrome TouchWin™ | | | | | | |
|---|--|---------------------------|-------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------------|
| version 1.1 | | | | | | |
| Copyright ©1994-2015 Quantachrome Instruments | | | | | | |
| Report date: | Wed Oct 17 2018 | | Operator: | | | |
| Filename: | 10-0153-101018.qcuPhysIso | | | | | |
| Analysis Information | | | | | | |
| Sample ID | 10-0153-101018 | Weight | 1.1261g | | | |
| Description | | | | | | |
| Analysis Data ID | {0b59b78d-ec3f-403a-937e-c098410a734e} | | Date | 2018.10.10 | | |
| Operator | St 1 on NOVA touch 4LX [s/n:17015092901] | | Duration | 358.367 min | | |
| Instrument | | | Firmware | 1.01 | | |
| Comments | | | | | | |
| id Volume Mode | NOVA mode | Cell ID | CSNANO-NEW10 | Cell Type | 9mm w/o rod | |
| Thermal Delay | 300 sec | Po Mode | Calculate | | | |
| Adsorbate Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.013 g/mol | Cross Section Area | 16.2 Å ² /mol | |
| Non-ideality | 6.58e-005 L ^{1/3} /bar | Bath Temperature | 77.35 K | | | |
| Degas information Type | Unspecified | | | | | |
| Data Reduction Parameters | | | | | | |
| Thermal Transpiration | no | | | | | |
| Adsorbate Model | Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g | Cross Section Area | 16.2 Å ² /molec |
| | Bath Temperature | 77.35 K | | | | |
| BET Multi-point BET results | | | | | | |
| | Isotherm Branch | Adsorption | | | | |
| | Slope | 17.349 | | | | |
| | Intercept | -0.0117519 | | | | |
| | Correlation coeff., r | 0.999932 | | | | |
| | C constant | -1475.27 | | | | |
| | Surface area | 200.869 m ² /g | | | | |

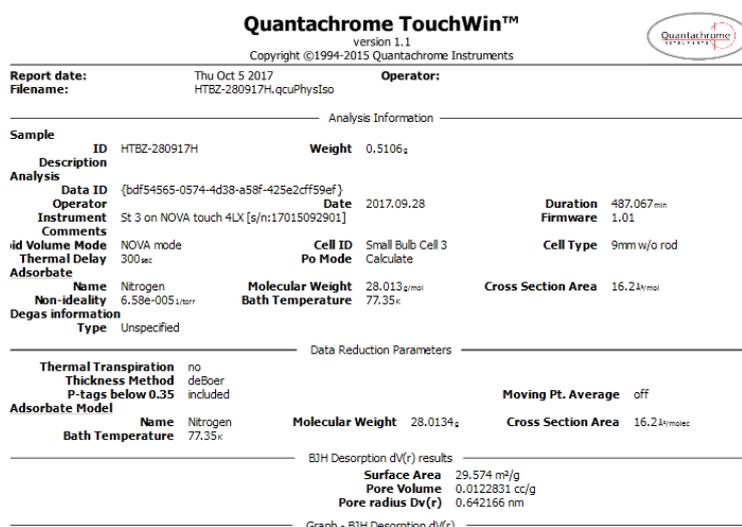
Hasil Analisis BJH Komposit Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (0,53 HTPZ)

| Quantachrome TouchWin™ | | | | | | |
|---|--|---------------------------|-------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------------|
| version 1.1 | | | | | | |
| Copyright ©1994-2015 Quantachrome Instruments | | | | | | |
| Report date: | Mon Jan 14 2019 | | Operator: | | | |
| Filename: | 10-0153-101018.qcuPhysIso | | | | | |
| Analysis Information | | | | | | |
| Sample ID | 10-0153-101018 | Weight | 1.1261g | | | |
| Description | | | | | | |
| Analysis Data ID | {0b59b78d-ec3f-403a-937e-c098410a734e} | | Date | 2018.10.10 | | |
| Operator | St 1 on NOVA touch 4LX [s/n:17015092901] | | Duration | 358.367 min | | |
| Instrument | | | Firmware | 1.01 | | |
| Comments | | | | | | |
| id Volume Mode | NOVA mode | Cell ID | CSNANO-NEW10 | Cell Type | 9mm w/o rod | |
| Thermal Delay | 300 sec | Po Mode | Calculate | | | |
| Adsorbate Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.013 g/mol | Cross Section Area | 16.2 Å ² /mol | |
| Non-ideality | 6.58e-005 L ^{1/3} /bar | Bath Temperature | 77.35 K | | | |
| Degas information Type | Unspecified | | | | | |
| Data Reduction Parameters | | | | | | |
| Thermal Transpiration | no | | | | | |
| Thickness Method | deBoer included | | | | | |
| P-tags below 0.35 | | | | | | |
| Adsorbate Model | Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g | Cross Section Area | 16.2 Å ² /molec |
| | Bath Temperature | 77.35 K | | | | |
| | Moving Pt. Average | off | | | | |
| BJH Desorption dV(d) results | | | | | | |
| | Surface Area | 99.3254 m ² /g | | | | |
| | Pore Volume | 0.0523187 cc/g | | | | |
| | Pore diameter Dv(d) | 1.10551 nm | | | | |

Hasil Analisis BET Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (1,06 HTPZ)



Hasil Analisis BJH Komposit Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (1,06 HTPZ)



Hasil Analisis BET Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (2,12 HTPZ)

| Quantachrome TouchWin™ | | | | | |
|--|--|-------------------------|-------------------|---------------------------|----------------------|
| version 1.1 Copyright ©1994-2015 Quantachrome Instruments | | | | | |
| Report date: | Thu Oct 5 2017 | Operator: | | | |
| Filename: | HTBZ-280917H.qcuPhysIso | | | | |
| Analysis Information | | | | | |
| Sample ID | HTBZ-280917H | Weight | 0.5106g | | |
| Description | | | | | |
| Analysis | (bdf54565-0574-4d38-a58f-425e2cff59ef) | | | | |
| Data ID | (bdf54565-0574-4d38-a58f-425e2cff59ef) | Date | 2017.09.28 | Duration | 487.067 min |
| Operator | St 3 on NOVA touch 4LX [s/n:17015092901] | Instrument | | Firmware | 1.01 |
| Comments | | | | | |
| id Volume Mode | NOVA mode | Cell ID | Small Bulb Cell 3 | Cell Type | 9mm w/o rod |
| Thermal Delay | 300sec | Po Mode | Calculate | | |
| Adsorbate | | | | | |
| Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g/mol | Cross Section Area | 16.24mm ² |
| Non-ideality | 6.58e-005 1/arr | Bath Temperature | 77.35K | | |
| Degas information | | | | | |
| Type | Unspecified | | | | |
| Data Reduction Parameters | | | | | |
| Thermal Transpiration | no | | | | |
| Adsorbate Model | | | | | |
| Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g | Cross Section Area | 16.24mm ² |
| Bath Temperature | 77.35K | | | | |
| BET Multi-point BET results | | | | | |
| Isotherm Branch | Adsorption | | | | |
| Slope | 75.2479 | | | | |
| Intercept | 3.43078 | | | | |
| Correlation coeff., r | 0.994126 | | | | |
| C constant | 22.9332 | | | | |
| Surface area | 44.2625 m ² /g | | | | |
| Graph - BET Multi-point BET | | | | | |
| + BET (all) ○ BET - BF | | | | | |

Hasil Analisis BJH Komposit Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (2,12 HTPZ)

| Quantachrome TouchWin™ | | | | | |
|--|--|-------------------------|-------------------|---------------------------|----------------------|
| version 1.1 Copyright ©1994-2015 Quantachrome Instruments | | | | | |
| Report date: | Thu Oct 5 2017 | Operator: | | | |
| Filename: | HTBZ-280917H.qcuPhysIso | | | | |
| Analysis Information | | | | | |
| Sample ID | HTBZ-280917H | Weight | 0.5106g | | |
| Description | | | | | |
| Analysis | (bdf54565-0574-4d38-a58f-425e2cff59ef) | | | | |
| Data ID | (bdf54565-0574-4d38-a58f-425e2cff59ef) | Date | 2017.09.28 | Duration | 487.067 min |
| Operator | St 3 on NOVA touch 4LX [s/n:17015092901] | Instrument | | Firmware | 1.01 |
| Comments | | | | | |
| id Volume Mode | NOVA mode | Cell ID | Small Bulb Cell 3 | Cell Type | 9mm w/o rod |
| Thermal Delay | 300sec | Po Mode | Calculate | | |
| Adsorbate | | | | | |
| Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g/mol | Cross Section Area | 16.24mm ² |
| Non-ideality | 6.58e-005 1/arr | Bath Temperature | 77.35K | | |
| Degas information | | | | | |
| Type | Unspecified | | | | |
| Data Reduction Parameters | | | | | |
| Thermal Transpiration | no | | | | |
| Thickness Method | deBoer | | | | |
| P-tags below 0.35 | included | | | | |
| Adsorbate Model | | | | | |
| Name | Nitrogen | Molecular Weight | 28.0134g | Cross Section Area | 16.24mm ² |
| Bath Temperature | 77.35K | | | | |
| BJH Desorption dV(r) results | | | | | |
| Surface Area | 29.574 m ² /g | | | | |
| Pore Volume | 0.0122851 cc/g | | | | |
| Pore radius Dv(r) | 0.025973 mm | | | | |
| Graph - BJH Desorption dV(r) | | | | | |

Hasil SEM-EDX Komposit ZSM-5-TiO₂ (2,5% TPZ)

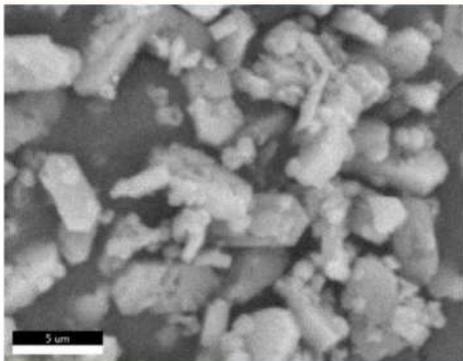
EDAX APEX

Page 1

09082018

Author: Teknik Mesin FTI - ITS
Creation: 08/09/2018 2:56:18 PM
Sample Name: 2.5 TPZ

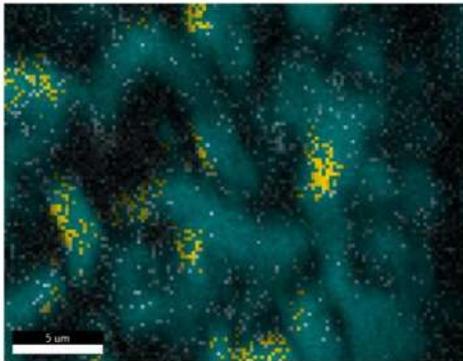
Area 1



Image

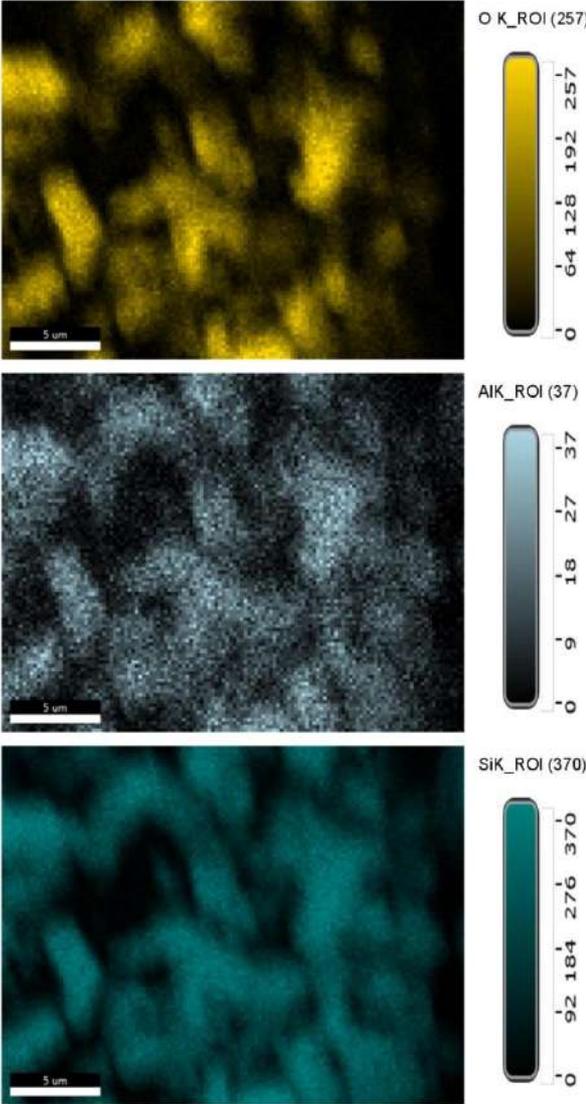
Live Map 1

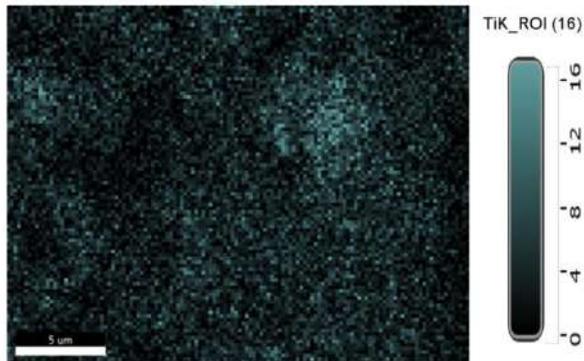
ElementOverlay



| | |
|-----|------|
| 21% | O K |
| 5% | Al K |
| 72% | Si K |
| 2% | Ti K |

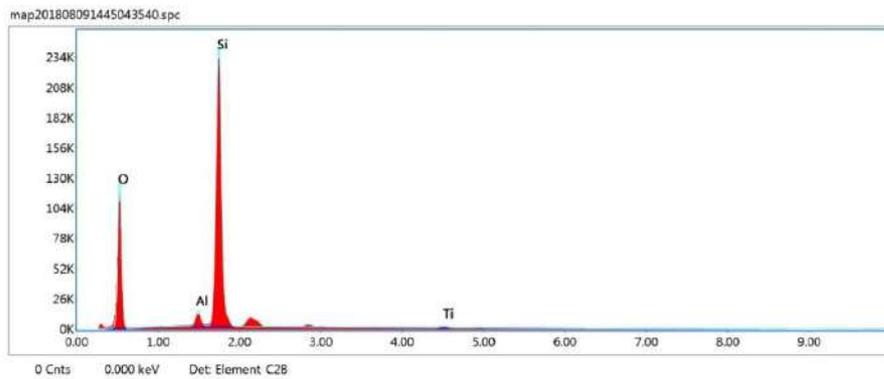
EDAX APEX





KV: 15 Mag: 5000 Takeoff: 29.9 Live Time(s): 558.1 Amp Time(μs): 3.64 Resolution(eV) 129.4

Sum Spectrum



Smart Quant Results

| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| O K | 43.57 | 57.64 | 1387.85 | 7.50 | 0.1762 | 1.0594 | 0.3817 | 1.0000 |
| Al K | 3.10 | 2.43 | 202.76 | 3.65 | 0.0238 | 0.9353 | 0.8135 | 1.0115 |
| Si K | 52.51 | 39.57 | 3642.84 | 2.69 | 0.4370 | 0.9546 | 0.8711 | 1.0008 |
| Ti K | 0.83 | 0.37 | 20.11 | 6.91 | 0.0067 | 0.8088 | 0.9731 | 1.0248 |

Hasil SEM-EDX Komposit ZSM-5-TiO₂ (5% TPZ)

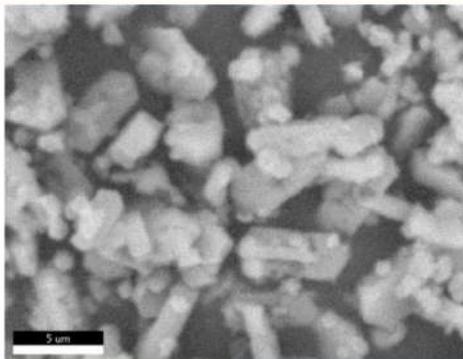
EDAX APEX

Page 1

09082018

Author: Teknik Mesin FTI - ITS
Creation: 08/09/2018 3:29:51 PM
Sample Name: 5 TPZ

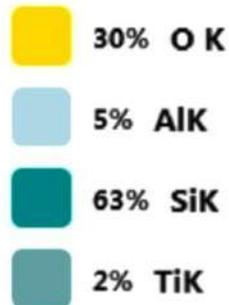
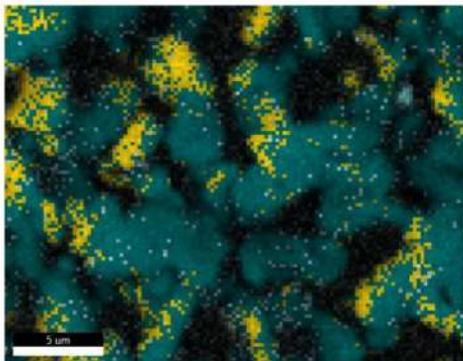
Area 1

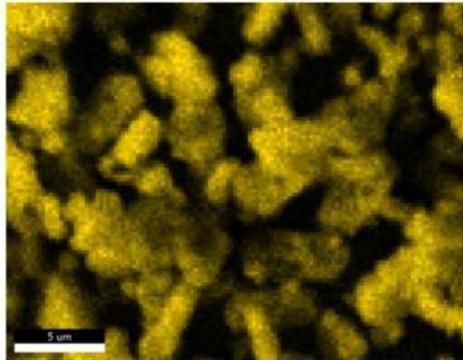


Image

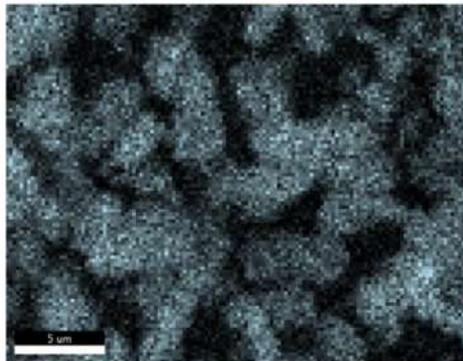
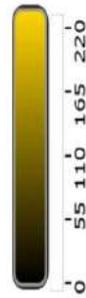
Live Map 1

ElementOverlay

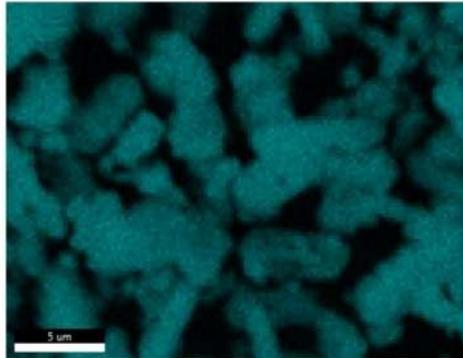




O K_ROI (220)

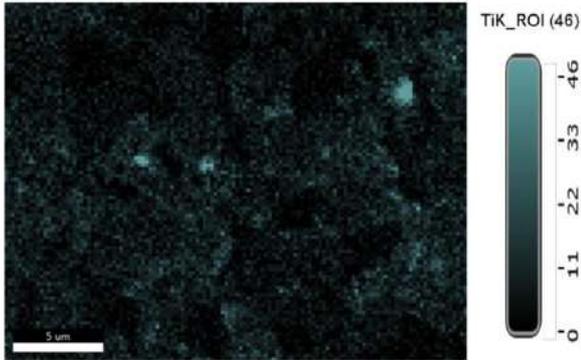


AlK_ROI (33)



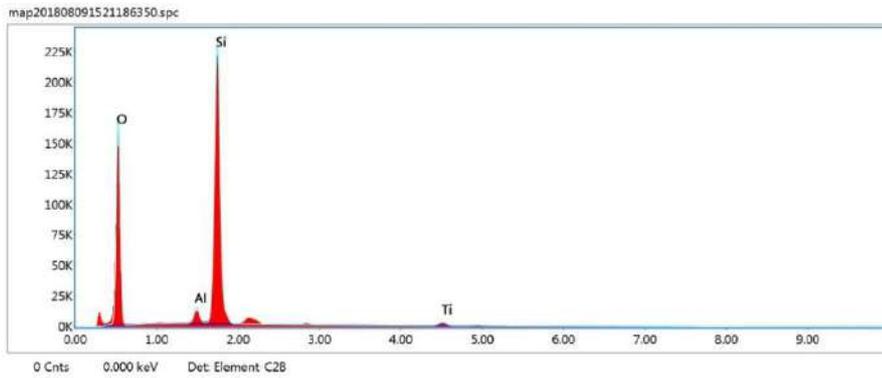
SiK_ROI (317)





KV: 15 Mag: 5000 Takeoff: 29.9 Live Time(s): 419.8 Amp Time(μs): 3.64 Resolution(eV) 129.4

Sum Spectrum



Smart Quant Results

| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| O K | 49.95 | 64.01 | 2462.57 | 7.30 | 0.2107 | 1.0540 | 0.4003 | 1.0000 |
| Al K | 2.69 | 2.04 | 252.03 | 3.96 | 0.0200 | 0.9303 | 0.7888 | 1.0104 |
| Si K | 45.31 | 33.07 | 4565.47 | 2.82 | 0.3692 | 0.9495 | 0.8576 | 1.0008 |
| Ti K | 2.04 | 0.87 | 73.57 | 3.72 | 0.0165 | 0.8044 | 0.9788 | 1.0248 |

Hasil SEM-EDX Komposit ZSM-5-TiO₂ (10% TPZ)

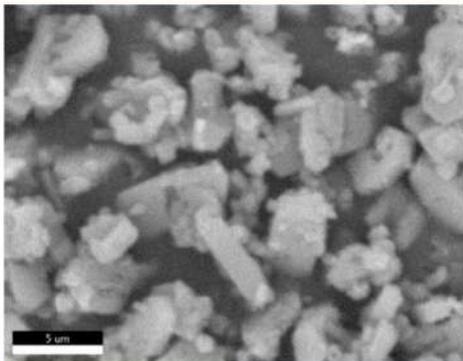
EDAX APEX

Page 1

09082018

Author: Teknik Mesin FTI - ITS
Creation: 08/09/2018 3:53:46 PM
Sample Name: 10 TPZ

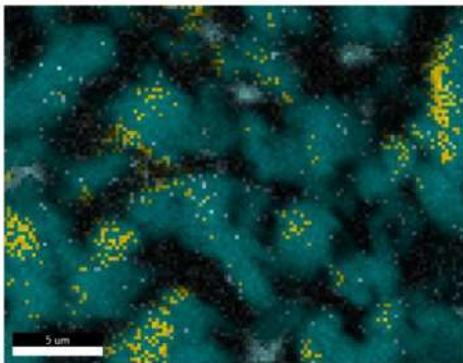
Area 1



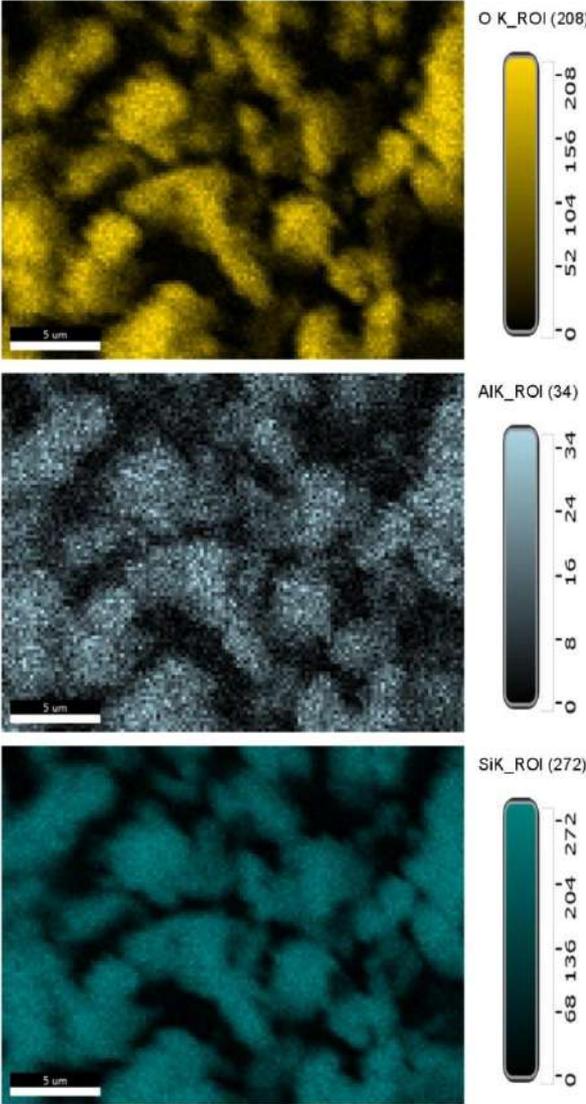
Image

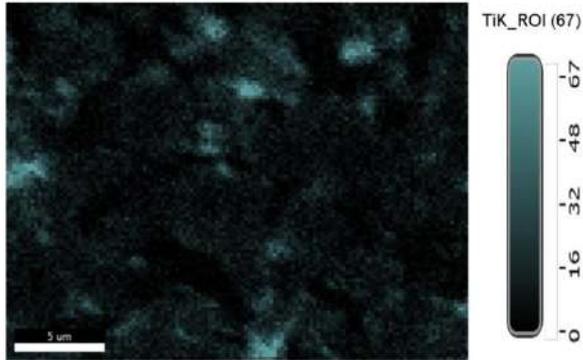
Live Map 1

ElementOverlay



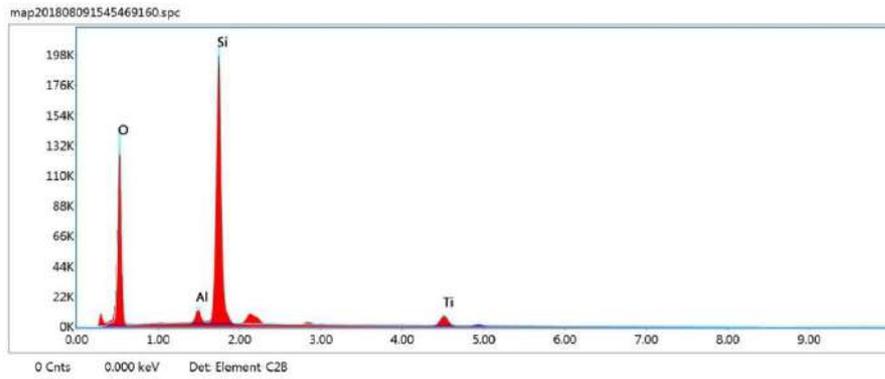
| | |
|---|---------|
|  | 27% O K |
|  | 5% AlK |
|  | 62% SiK |
|  | 6% TiK |





KV: 15 Mag: 5000 Takeoff: 29.9 Live Time(s): 386.6 Amp Time(µs): 3.84 Resolution:(eV) 129.4

Sum Spectrum



Smart Quant Results

| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| O K | 48.88 | 63.85 | 2217.57 | 7.80 | 0.1821 | 1.0610 | 0.3513 | 1.0000 |
| Al K | 2.61 | 2.02 | 250.79 | 4.12 | 0.0191 | 0.9369 | 0.7744 | 1.0089 |
| Si K | 42.14 | 31.35 | 4399.46 | 2.94 | 0.3415 | 0.9563 | 0.8467 | 1.0013 |
| Ti K | 6.38 | 2.78 | 240.21 | 2.57 | 0.0517 | 0.8104 | 0.9805 | 1.0196 |

Hasil SEM-EDX Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (0,53 HTPZ)

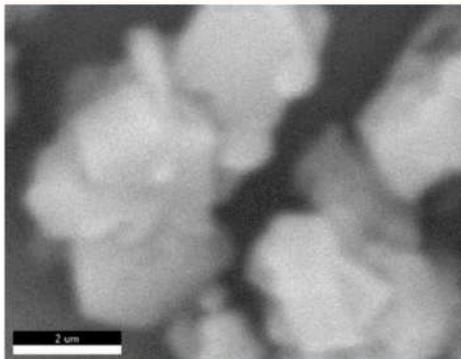
EDAX APEX

Page 1

09082018

Author: Teknik Mesin FTI - ITS
Creation: 08/09/2018 4:42:49 PM
Sample Name: HTPZ 1

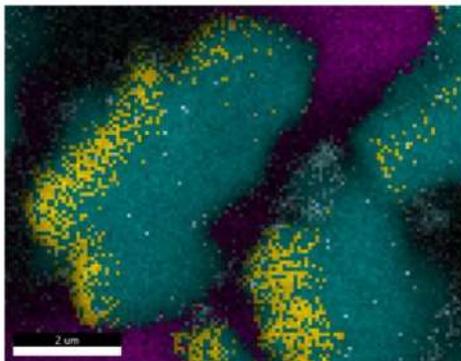
Area 2



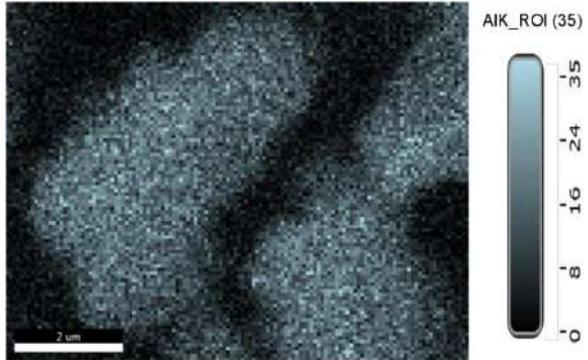
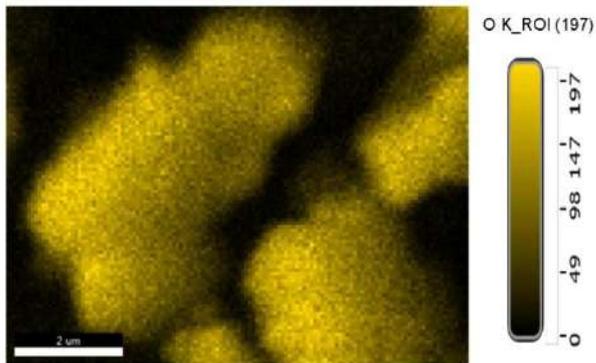
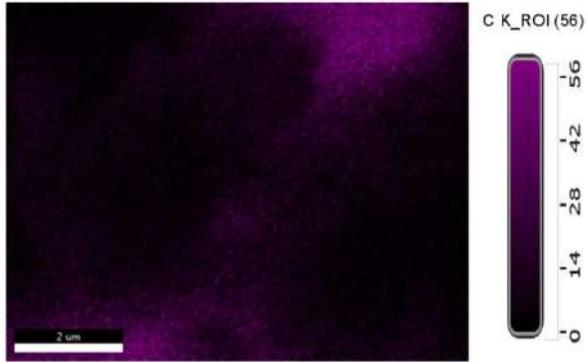
Image

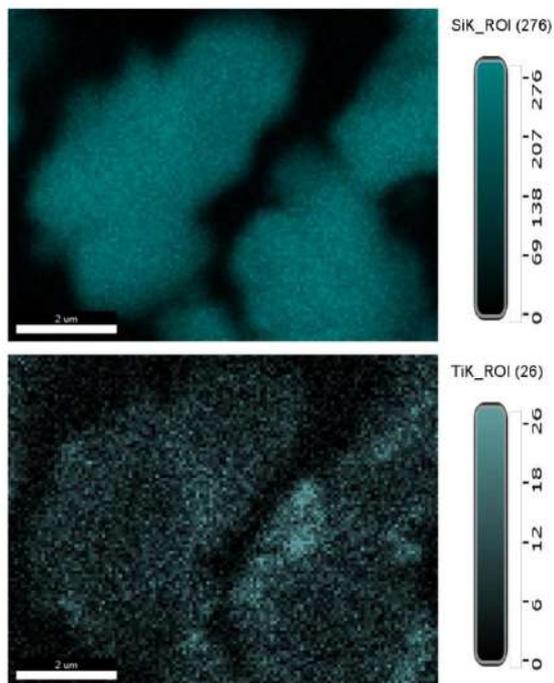
Live Map 1

ElementOverlay



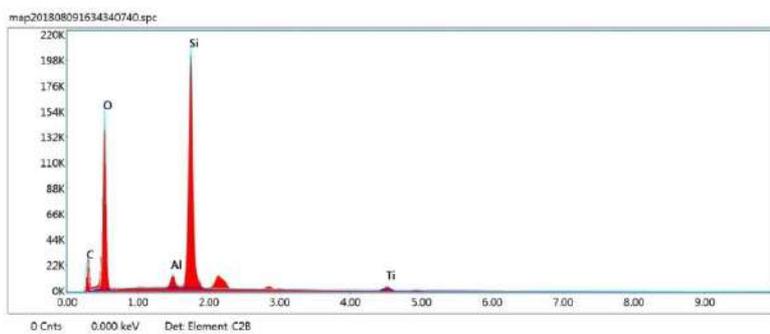
| | |
|-----|------|
| 10% | C K |
| 28% | O K |
| 5% | Al K |
| 54% | Si K |
| 3% | Ti K |





kV: 15 Mag: 14989 Takeoff: 29.9 Live Time(s): 394.2 Amp Time(μs): 3.94 Resolution(eV) 129.4

Sum Spectrum



Smart Quant Results

| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 18.20 | 26.88 | 334.75 | 9.83 | 0.0329 | 1.0797 | 0.1675 | 1.0000 |
| O K | 45.95 | 50.84 | 2443.98 | 8.13 | 0.1504 | 1.0281 | 0.3184 | 1.0000 |
| Al K | 1.94 | 1.27 | 246.32 | 3.96 | 0.0140 | 0.9066 | 0.7911 | 1.0096 |
| Si K | 31.96 | 20.19 | 4409.96 | 2.75 | 0.2583 | 0.9252 | 0.8659 | 1.0013 |
| Ti K | 1.95 | 0.72 | 66.80 | 3.39 | 0.0156 | 0.7833 | 0.9923 | 1.0296 |

Hasil SEM-EDX Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (1,06 HTPZ)

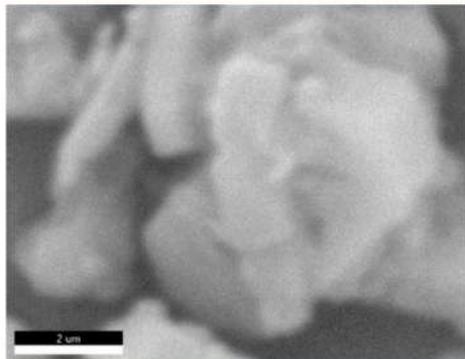
EDAX APEX

Page 1

09082018

Author: Teknik Mesin FTI - ITS
Creation: 08/09/2018 4:28:03 PM
Sample Name: HTPZ 1

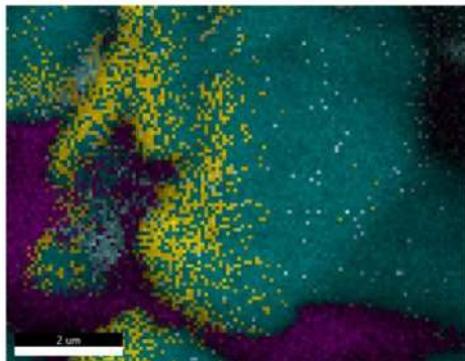
Area 1



Image

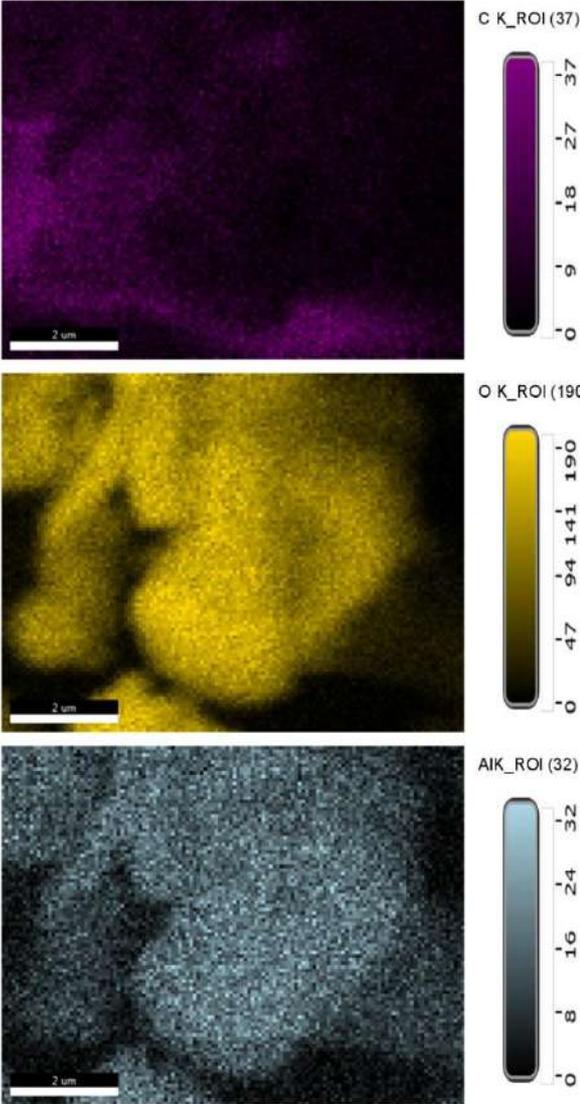
Live Map 1

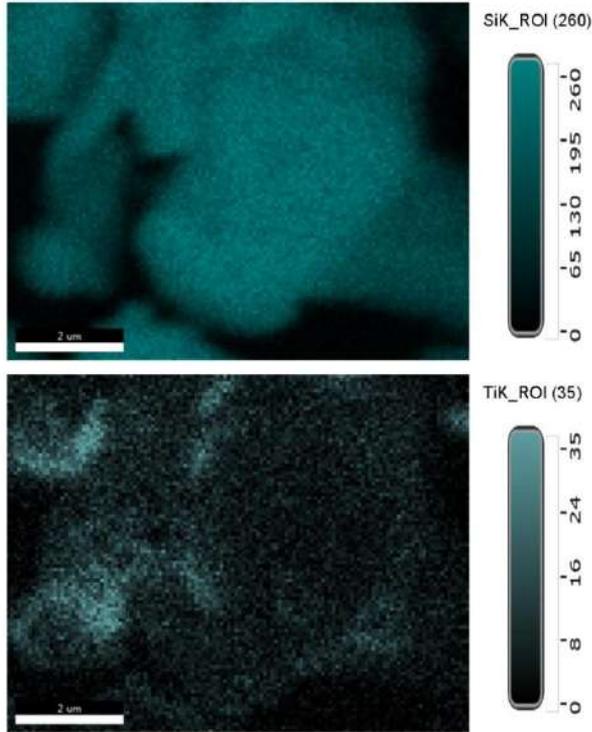
ElementOverlay



| | |
|---|----------|
|  | 7% C K |
|  | 28% O K |
|  | 4% Al K |
|  | 57% Si K |
|  | 3% Ti K |

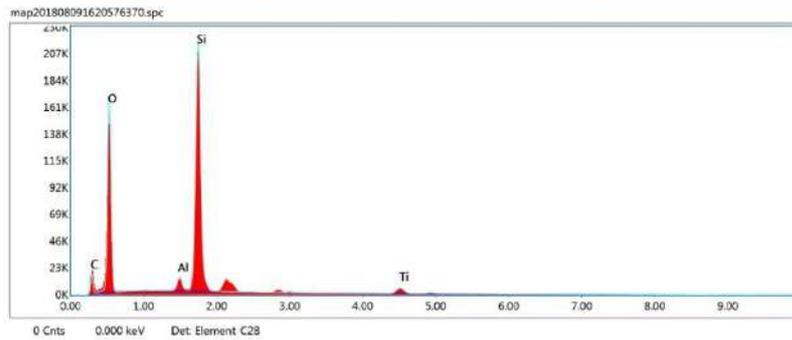
EDAX APEX





kv: 15 Mag: 15002 Takeoff: 29.9 Live Time(s): 343 Amp Time(µs): 3.94 Resolution(eV) 129.4

Sum Spectrum



Smart Quant Results

| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 14.34 | 21.81 | 288.67 | 8.96 | 0.0250 | 1.0858 | 0.1906 | 1.0000 |
| O K | 47.27 | 53.95 | 2956.02 | 8.03 | 0.1804 | 1.0341 | 0.3282 | 1.0000 |
| Al K | 1.96 | 1.33 | 282.47 | 3.99 | 0.0142 | 0.9121 | 0.7860 | 1.0094 |
| Si K | 33.58 | 21.83 | 5257.78 | 2.79 | 0.2697 | 0.9309 | 0.8616 | 1.0013 |
| Ti K | 2.84 | 1.08 | 160.34 | 2.91 | 0.0228 | 0.7883 | 0.9903 | 1.0269 |

Hasil SEM-EDX Komposit ZSM-5-TiO₂-OTMS (2,12 HTPZ)

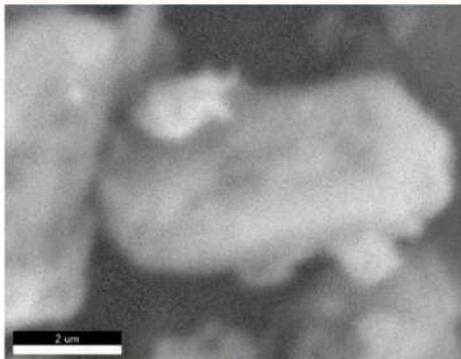
EDAX APEX

Page 1

10082018

Author: Teknik Mesin FTI - ITS
Creation: 08/10/2018 8:31:51 AM
Sample Name: HTPZ 3

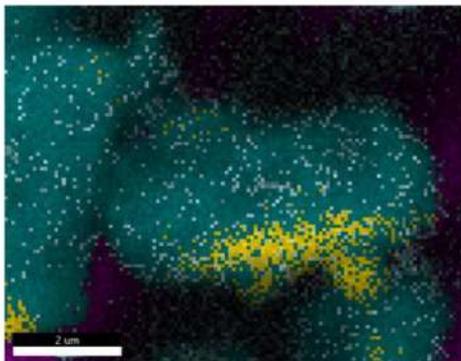
Area 1



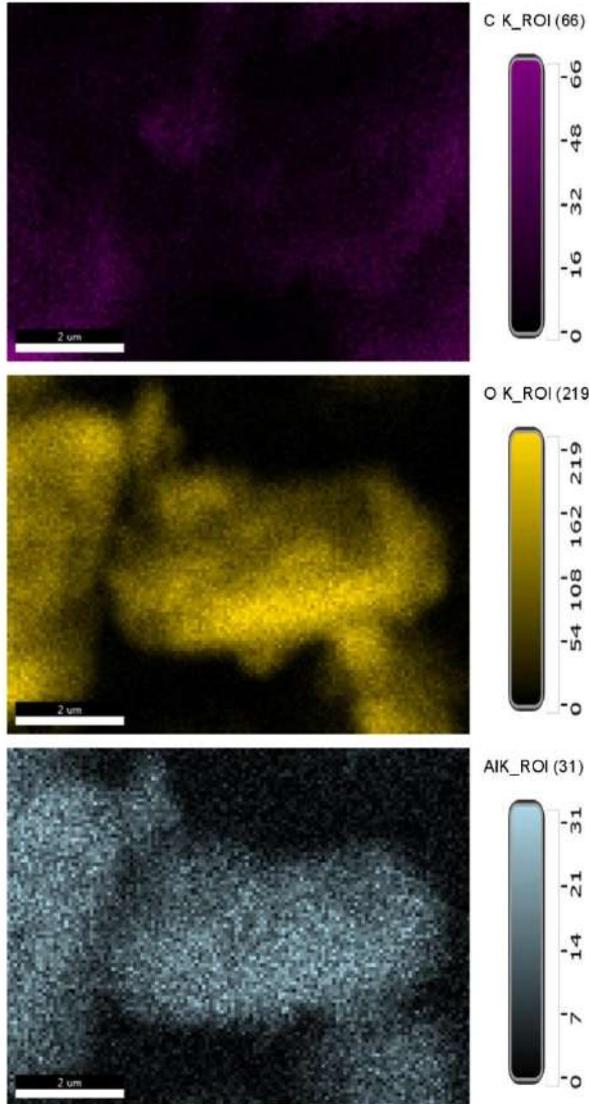
Image

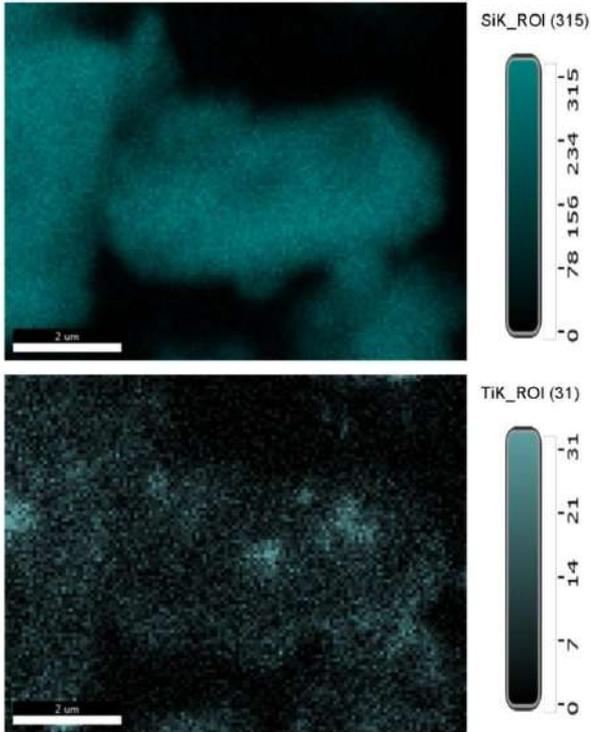
Live Map 1

ElementOverlay



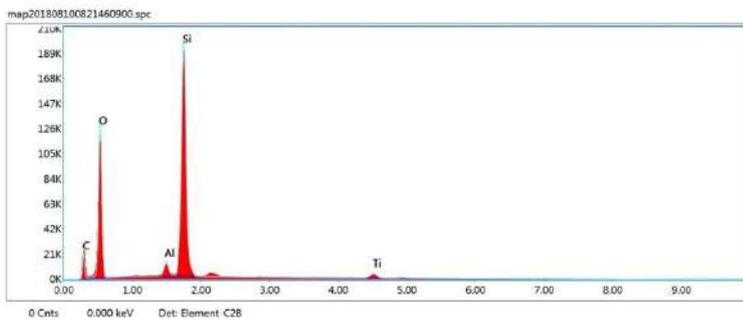
| | |
|-----|------|
| 11% | C K |
| 24% | O K |
| 6% | Al K |
| 55% | Si K |
| 4% | Ti K |





WV: 15 Mag: 15021 Takeoff: 30 Live Time(s): 504.3 Amp Time(μs): 3.84 Resolution(eV): 126.4

Sum Spectrum



Smart Quant Results

| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 18.17 | 27.19 | 229.21 | 9.91 | 0.0317 | 1.0829 | 0.1612 | 1.0000 |
| O K | 43.57 | 48.92 | 1690.47 | 8.25 | 0.1377 | 1.0312 | 0.3066 | 1.0000 |
| Al K | 2.25 | 1.50 | 205.09 | 3.83 | 0.0164 | 0.9096 | 0.7959 | 1.0096 |
| Si K | 33.57 | 21.48 | 3304.55 | 2.74 | 0.2703 | 0.9293 | 0.8965 | 1.0012 |
| Ti K | 2.44 | 0.91 | 86.07 | 3.13 | 0.0195 | 0.7890 | 0.9907 | 1.0277 |

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Kediri pada tanggal 20 Agustus 1993 dengan nama lengkap Riskaviana Kurniawati. Penulis biasa dipanggil dengan panggilan Riskaviana. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara dari pasangan Bapak Soenardi (Alm) dan Ibu Tatik Siti Hadiyah. Pendidikan formal yang telah ditempuh penulis yaitu SDN Burengan 2 Kediri, SMPN 1 Kediri, SMAN 7 Kediri dan S1 Pendidikan Kimia di Universitas Negeri Malang (UM). Penulis diterima di program pascasarjana jurusan Kimia ITS pada tahun 2016 semester genap. Penulis mengambil bidang minat Kimia Anorganik dibawah bimbingan Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si. Selama menyelesaikan studi pascasarjana di Kimia ITS, penulis mendapatkan kesempatan mengikuti *joint research program* di *Centre for Sustainable Nanomaterials (CSNano)*, *Ibnu Sina Institute for Scientific and Industrial Research* - Universiti Teknologi Malaysia (UTM) Malaysia dibawah supervisor Prof. Dr. Hadi Nur. Pengalaman yang didapat selama studi S2 yaitu menjadi asisten praktikum Struktur Sifat dan Reaktivitas Senyawa Anorganik (SSRSA), Unsur Senyawa Anorganik (USA) dan pengalaman lain yang tidak disebutkan satu persatu. Penulis dapat dihubungi melalui email : riskaviana.k@gmail.com.