

**STUDI PEMBUATAN PARTIKEL NANOZEOLIT MENGGUNAKAN
TEMPLATE TPABr (Tetra Propil Amonium Bromida) SERTA
APLIKASINYA SEBAGAI SENSOR ARSEN**

**NUR INAYATI
0606040412**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2008**

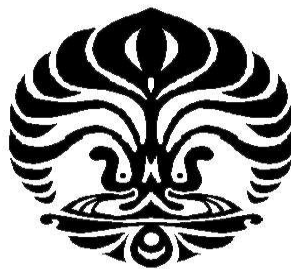
**STUDI PEMBUATAN PARTIKEL NANOZEOLIT MENGGUNAKAN
TEMPLATE TPABr (Tetra Propil Amonium Bromida) SERTA
APLIKASINYA SEBAGAI SENSOR ARSEN**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

Oleh:

NUR INAYATI

0606040412



DEPOK

2008

SKRIPSI : STUDI PEMBUATAN PARTIKEL NANOZEOLIT
MENGUNAKAN TEMPLATE TPABr (Tetra Propil Amonium
Bromida) SERTA APLIKASINYA SEBAGAI SENSOR ARSEN

NAMA : NUR INAYATI

NPM : 0606040412

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, DESEMBER 2008

Dr. Ivandini T. A

PEMBIMBING I

Dr. Widajanti Wibowo

PEMBIMBING II

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana : 22 Desember 2008

Penguji I :

Penguji II :

Penguji III :

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirahim,

Segala puji syukur Alhamdulillah kepada Allah SWT karena atas izin-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Skripsi yang berjudul " Studi Pembuatan Partikel Nanozeolit menggunakan Template TPABr (Tetra Propil Amonium Bromida) serta Aplikasinya sebagai Sensor Arsen" ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains.

Dalam penulisan skripsi ini penulis banyak dibantu oleh berbagai pihak dan oleh karena itu penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Ibu Dr. Ivandini T. A selaku pembimbing I dan Ibu Dr. Widajanti Wibowo selaku pembimbing II yang dengan sabar telah banyak memberikan waktu, pikiran dan tenaga selama penelitian.
2. Bapak Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia.
3. Bapak Dr. Endang Saepudin selaku Ketua Program Ekstensi Kimia
4. Bapak Dr. Asep Saefumillah M.Sc selaku Koordinator Pendidikan Program Ekstensi Kimia
5. Bapak Drs. Erzi Rizal Azwar selaku Pembimbing Akademik.
6. Bapak dan Ibu dosen Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia yang telah banyak memberikan ilmu

7. Ayah, ibu, kaka dan adik-adikku yang tidak bosan-bosan selalu memberikan doa dan dukungannya.
8. Imel borju, Lia yasha, Riza chan (miss ribet), Werry chan, Marni cihuy, Dilla maniez (katanya) ,Hesti, Arie dan seluruh teman-teman ekstensi kimia angkatan 2006 serta putri yang telah memberikan kenangan, dukungan dan kebersamaanya selama ini.
9. Teman-teman penelitian lantai 4 dan lantai 3 (Visti, Andi, Alex, Redy, Wulan, Puri dan Ratih).

Semoga Allah SWT membalas semua kebaikan dengan yang lebih baik. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu dengan segala kerendahan hati saran dan kritik dari semua pihak sangat penulis harapkan dan semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat.

Desember 2008

Penulis

ABSTRAK

Pada penelitian ini nanozeolit dibuat dengan menggunakan *tetraethyl ortho silicate* (TEOS) sebagai sumber silika, *aluminium isopropoxide* [(CH₃)₂CHO] sebagai sumber aluminium dan *tetrapropylammoniumbromide* (TPABr) sebagai *template* (zat pengarah).

Penelitian ini bertujuan membuat nanozeolit dengan menggunakan *template* (zat pengarah) TPABr serta memodifikasi elektroda *glassy carbon* dengan zeolit-Fe secara *layer by layer* yang kemudian mengaplikasikan elektroda *glassy carbon* yang telah dimodifikasi sebagai sensor arsen (III).

Kondisi optimum untuk pengukuran arsen menggunakan *glassy carbon* yang telah dimodifikasi menggunakan zeolit-Fe dengan metode voltametri siklik adalah pada pH 8 dengan jumlah lapisan polimer (PDDA dan PSS) sebanyak 5 lapisan, lama perendaman di dalam larutan Fe³⁺ selama 60 menit, dengan *scan rate* 100 mV/s dan kisaran potensial dari -1500 sampai 1100 mV.

Diperoleh nilai batas deteksi sebesar 0,084 µM. Presisi pengukuran respon arus terhadap larutan arsen (III) 20 µM diperoleh sebesar 1,94%.

Kata Kunci : Zeolit, modifikasi *glassy carbon*, voltametri siklik.

xi + 79 hlm.; gbr.; lamp.

Bibliografi: 33 (1992 – 2008)

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Zeolit	5
2.1. 1 Struktur Zeolit.....	6
2.1.2. Jenis-jenis Zeolit	9
2.1.3. Pembuatan Zeolit	11
2.1.4. Penggunaan Zeolit.....	12
2.2.Karbon	13
2.2.1 Elektroda Karbon	15
2.2.1. 1 <i>Glassy Carbon</i>	16
2. 3 Nanopartikel	17
2.3.1 Nanozeolit	18
2.4 Arsen.....	18

2.5 Voltametri siklik	19
2.5.1. Jenis Reaksi Voltametri Siklik	22
2.6 <i>Transmssion Electron Microscopy</i> (TEM)	25
2.7 <i>X-ray Diffraction</i> (XRD)	26
BAB III. PERCOBAAN	29
3.1 Alat dan Bahan	29
3.1. 1 Bahan yang digunakan	29
3.1.2 Alat yang Digunakan	29
3.2. Cara Kerja	30
3.2.1 Pembuatan Larutan.....	30
3.2.1.1 Pembuatan larutan Buffer Fosfat pH 6-9.....	30
3.2.1.2. Pembuatan Stok Larutan Arsen	31
3.2.1.3 Pembuatan Larutan H ₂ O ₂ 0,1 M.....	31
3.2.1.4 Pembuatan Larutan NaCl 0,1 M.....	32
3.2.1.5 Pembuatan larutan NH ₄ OH 0,1 M	32
3.2.1.6 Pembuatan Larutan PDDA (<i>polydiallyl dimethyl ammonium chloride</i>)	32
3.2.1.7 Pembuatan Larutan PSS.....	32
3.2.1.8 Pembuatan Larutan Fe(NO ₃) 0,1 M.....	32
3.2.1.9 Pembuatan Jembatan Garam Elektroda Pembanding (Ag/AgCl)	32
3.2.1.10 Pembuatan Larutan KCl 3,5 M	33

3.2.1.11 Pembuatan Larutan Asam untuk Pembersihan Elektroda.....	33
3.2.1.12 Pembuatan Larutan Basa untuk Pembersihan Elektroda.....	33
3.2.2 Modifikasi Elektroda <i>Glassy Carbon</i> dengan Zeolit...	33
3.2.2.1 Preparasi Elektroda.....	33
3.2.2.2 Pembuatan Zeolit.....	34
3.2.2.3 Immobilisasi Elektroda GC dengan Zeolit.....	34
3.2.2.4 Dispersi Fe ³⁺ pada Elektroda GC-Zeolit.....	35
3.3 Optimasi pengukuran Arsen.....	35
3.3.1 Variasi <i>Scan rate</i>	35
3.3.2 Variasi pH.....	35
3.3.3 Variasi Konsentrasi.....	35
3.4 Penentuan Kurva Kalibrasi Linier.....	36
3.5 Penentuan Batas Deteksi.....	36
3.6 Penentuan Kedapat ulangan (<i>Repeatability</i>).....	36
3.7 Pengujian Kestabilan.....	37
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	39
4.1. Pembuatan nanozeolit.....	39
4.2. Karakterisasi nanozeolit.....	42
4.2. 1 Karakterisasi dengan menggunakan XRD.....	42
4.2. 2 Karakterisasi dengan menggunakan TEM.....	43
4.3. Preparasi Elektroda <i>Glassy Carbon</i>	43

4.4. Modifikasi Elektroda <i>Glassy Carbon</i>	44
4.4.1 Proses Immobilisasi Zeolit.....	44
4.4.2 Dispersi Ion Fe 3+ ke dalam Elektroda GC-Zeolit	46
4.5 Pengujian secara elektrokimia	48
4.5.1 Pengujian GC yang tidak dimodifikasi	46
4.5.2 Pengujian GC yang telah dimodifikasi	47
4.6 Optimasi Pengukuran Arsen	48
4.6.1 Variasi pH	48
4.6.2 Variasi Jumlah Lapisan	50
4.6.3 Variasi Waktu Perendaman Fe ³⁺	51
4.6.4 Penentuan <i>Scan rate</i> optimum	53
4.6.5 Penentuan Kurva Kalibrasi Linier	55
4.7 Penentuan Batas Deteksi	57
4.8 Penentuan Kedapatulangan (<i>repeatability</i>)	58
4.9 Pengujian Kestabilan GC yang telah dimodifikasi	59
BAB V. KESIMPULAN	61
DAFTAR PUSTAKA.....	63

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Model Unit Pembangun Primer	7
Gambar 2.2 Unit Pembangun Sekunder	8
Gambar 2.3 Unit Polihedral Zeolit	8
Gambar 2.4 Posisi Kation dan Molekul Air Dalam Zeolit	9
Gambar 2.5 Struktur Allotropi Karbon	15
Gambar 2.6 Contoh Voltamogram Siklik	19
Gambar 2.7 Alat Potensiostat	22
Gambar 2.8 Instrumentasi TEM	26
Gambar 2.9 Difraksi Sinar-X	27
Gambar 2.10 XRD	28
Gambar 4.1 Koloid yang Terbentuk dari Pembuatan Zeolit	40
Gambar 4.2 Mekanisme Pembentukan Kristal Zeolit	41
Gambar 4.3 Spektra XRD	42
Gambar 4.4 Spektra XRD Standar	42
Gambar 4.5 Hasil Foto TEM Nanozeolit	43
Gambar 4.6 Ilustrasi Modifikasi Elektroda	45
Gambar 4.7 Ilustrasi Dispersi ion Fe^{3+}	46
Gambar 4.8 Siklik Voltamogram GC bare	47
Gambar 4.9 Siklik Voltamogram GC yang telah dimodifikasi dengan zeolit dan zeolit-Fe dengan adanya arsen 30 μM ...	49

Gambar 4.10 Siklik voltamogram GC-Z-Fe dalam larutan arsen 20 μ M dengan variasi pH	49
Gambar 4.11 Plot respon arus terhadap pH	50
Gambar 4.12 Siklik Voltamogram GC-Z-Fe dalam larutan arsen 10 μ M dengan variasi jumlah lapisan	51
Gambar 4.13 Plot respon arus 10 μ M terhadap variasi jumlah lapisan...	51
Gambar 4.14 Siklik voltamogram elektroda GC yang dimodifikasi dengan variasi waktu perendaman Fe	52
Gambar 4.15 Plot respon arus As(III) 10 μ M terhadap variasi waktu perendaman Fe ³⁺	53
Gambar 4.16 Voltamogram variasi <i>scan rate</i> dalam larutan arsen 10 μ M	55
Gambar 4.17 Plot respon arus terhadap akar <i>scan rate</i> ($V^{1/2}$)	55
Gambar 4.18 Siklik voltamogram <i>glassy carbon</i> yang telah dimodifikasi dalam berbagai konsentrasi arsen (III).....	56
Gambar 4.19 Plot respon arus terhadap variasi konsentrasi arsen (III) ..	56
Gambar 4.20 Kurva kalibrasi arsen (III)	57
Gambar 4.21 Siklik voltamogram larutan arsen 20 μ M sebanyak 20 kali pengulangan.....	59
Gambar 4.22 Plot respon arus larutan arsen (III) 20 μ M terhadap jumlah pengukuran pada GC yang telah dimodifikasi.....	59
Gambar 4.23 Siklik voltamogram larutan arsen (III) 20 μ M setiap harinya..	60
Gambar 4.24 Plot respon arus larutan arsen 20 μ M terhadap waktu.....	60

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 . Skema kerja penelitian	71
Lampiran 2. Data tinggi arus puncak terhadap akar <i>scan rate</i>	72
Lampiran 3. Data tinggi arus penentuan kurva kalibrasi linier dan penentuan batas deteksi (LOD)	73
Lampiran 4. Data tinggi arus penentuan Kedapat ulangan (<i>repeatability</i>) elektroda GC-Z-Fe	75
Lampiran 5. Data tinggi arus pengujian kestabilan elektroda <i>glassy carbon</i> yang dimodifikasi	76
Lampiran 6. Data pengukuran XRD	77
Lampiran 7. Daftar singkatan	79
Lampiran 8. Data XRF (<i>X-ray Fluorescence</i>).....	80

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kontaminasi logam berat di lingkungan merupakan masalah besar dunia saat ini. Persoalan spesifik logam berat di lingkungan terutama karena akumulasinya sampai pada rantai makanan dan keberadaannya di alam. Meningkatnya jumlah logam berat akan menyebabkan kontaminasi pada alam seperti tanah, udara dan terutama pada perairan. Proses industri memegang peranan penting terhadap peningkatan kontaminasi tersebut.^[1]

Salah satu logam berat yang sangat menarik perhatian adalah arsen. Arsen diakui sebagai komponen essensial bagi sebagian hewan dan tumbuh-tumbuhan, namun demikian arsen lebih populer dikenal sebagai raja racun dibandingkan kapasitasnya sebagai komponen essensial. Pada permukaan bumi, arsenik berada pada urutan ke-20 sebagai elemen yang berbahaya, ke-14 di lautan, dan unsur ke-12 berbahaya bagi manusia. Senyawa ini labil dalam bentuk oksida dan tingkat racunnya sangat tergantung pada bentuk struktur kimianya.^[1]

Arsen (III) merupakan bentuk paling dominan dan paling bersifat racun dibandingkan arsen (V), arsen organik, maupun logam arsen itu sendiri.^[2] Toksisitas arsen (III) yang lebih tinggi dikarenakan arsen (III) diikat lebih lama

dalam tubuh karena terikat kuat pada gugus sulfhidril yang banyak terdapat dalam protein. [3]

Karena sifat arsen yang beracun ini, banyak metode dikembangkan untuk mendeteksi keberadaan senyawa arsen meliputi, *inductively coupled plasma mass spectrometry* (ICPMS), *graphite furnace atomic absorption spectrometry*, dan *high performance liquid chromatography* yang dilengkapi ICPMS. Namun teknik-teknik tersebut memiliki kekurangan antara lain waktu analisis yang relatif lama, perangkat instrumen yang mahal, tidak mudah dibawa-bawa (*non-portable*) dan lebih cocok untuk skala laboratorium. [23] Oleh karena itu dikembangkan metode sensor secara elektrokimia khususnya analisis voltametri yang relatif murah, sederhana dan memiliki sensitifitas yang tinggi untuk mendeteksi adanya spesi arsenik tersebut. [4,5]

Elektroda karbon memiliki kegunaan yang cukup luas dalam elektroanalisis karena harganya yang relatif murah, mudah diperoleh, inert, memiliki sifat konduktivitas elektrik yang sangat baik, memiliki kisaran potensial yang lebih lebar, cukup stabil, dan *arus backgroundnya* yang rendah. [3] Dengan pertimbangan inilah elektroda karbon banyak digunakan dalam aplikasi sensor. Namun keterbatasan elektroda karbon yang tidak sensitif terhadap arsen membutuhkan suatu perlakuan awal pada permukaannya, salah satunya dengan memodifikasi permukaannya dengan suatu material tertentu agar menjadi sensitif terhadap arsen. [6]

Diketahui bahwa besi (Fe) mempunyai aktivitas katalitik yang tinggi pada reaksi oksidasi arsen. Untuk mengimmobilisasi besi (Fe) pada

permukaan elektroda *glassy carbon* digunakan zeolit. Zeolit memiliki beberapa sifat diantaranya dapat berfungsi sebagai kapasitas penukar ion, stabil pada suhu tinggi, murah serta memiliki resistensi tinggi. Karena sifat-sifat yang dimiliki zeolit tersebut menyebabkan zeolit sangat baik digunakan sebagai katalis, adsorben dan sensor. ^[7] Namun demikian zeolit dan karbon mempunyai afinitas yang rendah terhadap ion arsen, maka untuk dapat meningkatkan afinitas tersebut ke dalam struktur zeolit disisipkan besi (Fe). ^[8] Dengan mengkombinasikan besi (Fe) dan memodifikasi elektroda *glassy carbon* dengan zeolit, diharapkan dapat terbentuk material baru yang dapat digunakan sebagai sensor arsen dengan sensitivitas dan selektifitas yang tinggi. ^[8] Zeolit yang akan digunakan dibuat dalam ukuran nano dengan harapan luas permukaannya lebih besar dan memiliki kemampuan katalisis yang baik

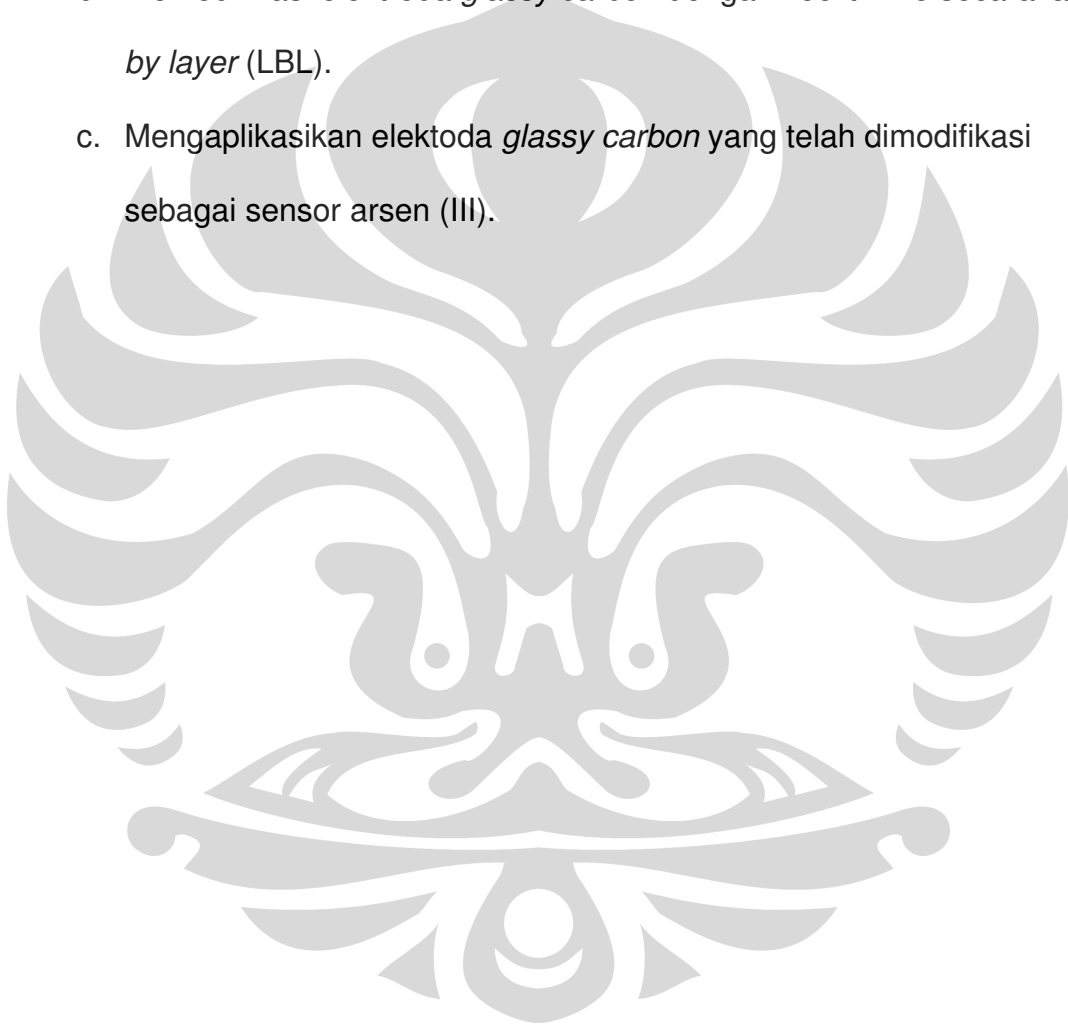
Untuk memodifikasi *glassy carbon* dengan zeolit digunakan teknik *layer by layer* dengan menggunakan polielektrolit yaitu *polydiallyl dimethyl ammonium chloride* (PDDA) sebagai polikation dan *polysodium 4-styrene sulfonate* (PSS) sebagai polianion. Teknik ini berdasarkan pada interaksi elektrostatik antara zeolit yang bermuatan negatif dengan polimer yang bermuatan berlawanan. ^[7]

Pada penelitian ini zeolit disintesis dengan menggunakan *tetraethyl orto silicate* (TEOS) sebagai sumber silika, *aluminium isopropoxide* [(CH₃)₂CHO] sebagai sumber aluminium dan *tetrapropylammoniumbromide* (TPABr) sebagai *template* (zat pengarah).

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

- a. Membuat zeolit dalam ukuran nano dengan menggunakan *template* (zat pengarah) TPABr (*tetrapropylammoniumbromide*).
- b. Memodifikasi elektroda *glassy carbon* dengan zeolit – Fe secara *layer by layer* (LBL).
- c. Mengaplikasikan elektroda *glassy carbon* yang telah dimodifikasi sebagai sensor arsen (III).



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

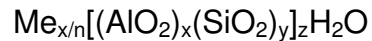
2. 1 Zeolit

Zeolit pertama kali ditemukan oleh Frieherr Axel Cronstedt, seorang ahli mineralogi dari Swedia tahun 1756. Istilah zeolit berasal dari bahasa Yunani “zein” yang berarti membuih dan “lithos” yang berarti batu. Nama ini sesuai dengan sifat zeolit yang membuih jika dipanaskan. ^[9]

Zeolit merupakan mineral aluminasilikat terhidrat yang dapat mengikat molekul air secara reversibel. Kerangka dasar struktur zeolit dibentuk oleh satuan-satuan tetrahedral SiO_4^{4-} dan AlO_4^{5-} secara tiga dimensi membentuk rongga-rongga dan saluran-saluran berdimensi molekular yang saling berhubungan satu sama lain melalui penggunaan bersama atom oksigen ujung. ^[10]

Di dalam struktur zeolit, atom Si bervalensi empat, sedangkan atom Al bervalensi tiga atau muatan elektron SiO_4^{4-} berbeda satu muatan dengan muatan AlO_4^{5-} , sehingga untuk menyeimbangkan muatan tersebut masuklah kation-kation logam alkali atau alkali tanah di dalam rongga-rongganya, seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , dan Ba^{2+} . Kation ini dapat bergerak bebas karena terikat kurang kuat di dalam pusat rongga dan tidak terikat pada posisi yang tetap serta dapat ditukar dengan kation lain yang bermuatan sama. ^[11]

Secara umum, unit sel zeolit ditulis sebagai sebagai berikut :



Dimana : Me = kation alkali atau alkali tanah
n = valensi logam alkali
x = bilangan tertentu (2 s/d 10)
y = bilangan tertentu (2 s/d 7)
z = bilangan tertentu

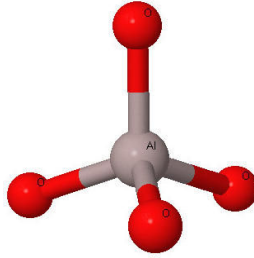
Dengan demikian zeolit terdiri dari tiga komponen yaitu kerangka dasar aluminasilikat, kation yang dapat dipertukarkan dan fase air. Ikatan Al-Si-O membentuk struktur kristal, sedangkan logam alkali atau alkali tanah merupakan sumber kation yang dapat dipertukarkan. ^[11]

2.1.1 Struktur Zeolit

Secara garis besar klasifikasi unit penyusun kerangka dasar kristal zeolit dapat dibagi menjadi tiga, yaitu :

1. Unit pembangun primer

Unit pembangun ini merupakan unit terkecil penyusun kerangka zeolit yang terdiri dari tetrahedral SiO_4^{4-} dan AlO_4^{5-} . Kerangka ini menentukan tipe struktur zeolit serta merupakan bagian zeolit yang paling stabil. Pada unit ini Si dan Al terletak dipusat tetrahedral dan keempat atom oksigen pada keempat sudut tetrahedralnya. ^[11]

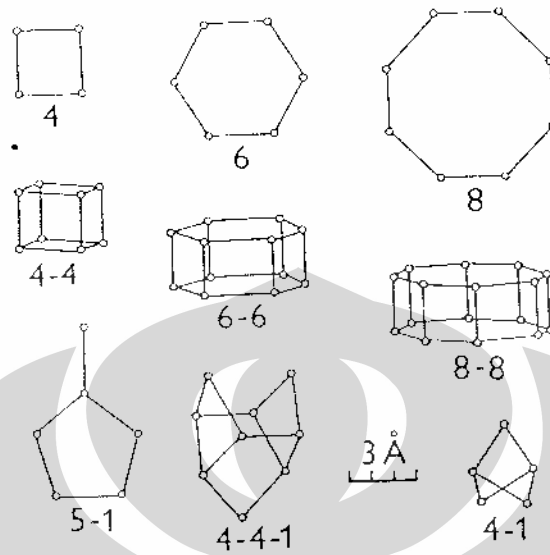


Gambar 2. 1 Model unit pembangun primer

2. Unit pembangun sekunder

Unit ini merupakan gabungan dari beberapa unit primer yang saling berikatan dengan cara menggunakan tiap satu atom oksigen secara bersama. Ada tiga jenis unit pembangun sekunder yang dapat membentuk berbagai cincin, yaitu :

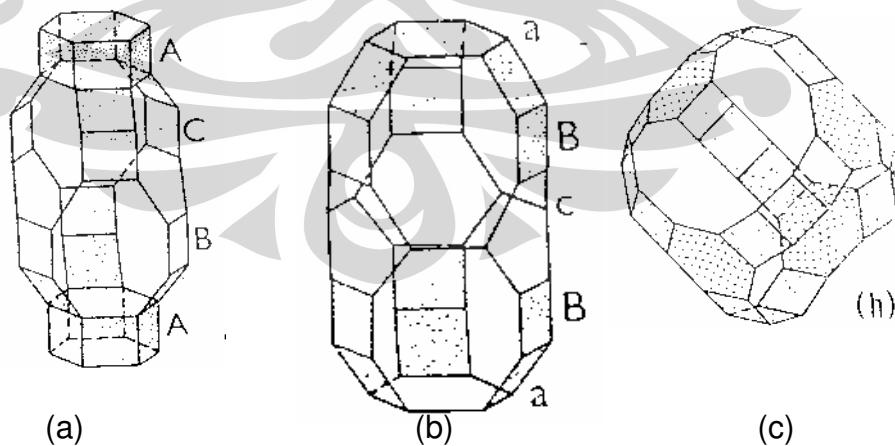
- a. Cincin tunggal, yaitu unit bangunan cincin lingkaran 4, 6, atau 8.
- b. Cincin ganda lingkaran (unit pembangun prisma) yaitu cincin lingkaran 4-4, 6-6, atau 8-8.
- c. Cincin kompleks, yaitu unit bangunan kompleks 4-1, 5-1, atau 4-4-1.



Gambar 2. 2 Unit pembangun sekunder^[11]

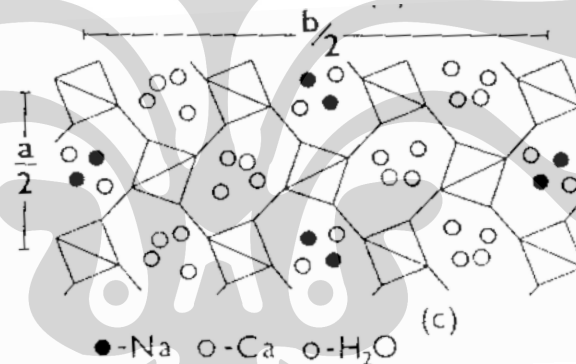
3. Unit pembangun tersier

Unit ini merupakan gabungan dari beberapa unit sekunder yang berikatan dengan cara yang sama seperti pada unit pembangun lain, sehingga membentuk suatu polihedral yang merupakan struktur kristal zeolit.



Gambar 2.3 Unit polihedral zeolit^[11]
(a) kabasit : (b) erionit : (c) kabasit

Struktur kristal zeolit merupakan gabungan dari sejumlah unit pembangun sekunder yang tersusun sedemikian rupa sehingga membentuk rongga dan saluran. Rongga-rongga dan saluran ini berisi kation dan molekul air. Kation-kation tersebut tidak terikat pada posisi yang tetap melainkan dapat bebas bergerak dalam rongga zeolit sehingga kation tersebut dapat digantikan dengan kation lain tanpa merusak struktur zeolit. Karena molekul air juga dapat bergerak bebas dalam rongga, maka zeolit dapat menyerap air secara reversibel. Posisi kation dan molekul air di dalam rongga zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.4.^[11]



Gambar 2. 4 Posisi kation dan molekul air dalam rongga zeolit

2.1.2 Jenis-Jenis Zeolit

Menurut proses pembentukannya zeolit dibedakan menjadi dua, yaitu :

1. Zeolit Alam

Zeolit alam merupakan zeolit yang terbentuk oleh proses alam (zeolitisasi). Secara alami zeolit dapat terjadi di dalam batuan karang vulkanik sebagai endapan karang vulkanik, yang terdiri atas silikon dioksida dan

sejumlah kecil alumina. Komposisi kimia zeolit bergantung pada kondisi hidrotermal lingkungan lokal, seperti suhu, tekanan uap air setempat, serta komposisi air tanah di lokasi. Hal ini menjadikan zeolit dengan warna dan tekstur yang sama mungkin berbeda komposisi kimianya jika diambil dari daerah yang berbeda, karena adanya kombinasi dengan mineral yang berupa partikel halus dan pengotor lain. ^[12]

2. Zeolit Sintesis

Zeolit sintesis adalah zeolit hasil rekayasa yang dibuat melalui proses kimia. Zeolit sintesis memiliki kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan dengan zeolit alam. Zeolit sintesis dibuat dengan rekayasa yang sedemikian rupa sehingga mendapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Zeolit sintetis sangat bergantung pada jumlah Al dan Si, sehingga ada beberapa kelompok zeolit sintesis. ^[13, 14]

(a) Zeolit sintesis dengan kadar Si rendah

Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit. Kadar maksimum Al dalam zeolit dicapai bila perbandingan Si/Al mendekati 1 dan keadaan ini menyebabkan daya pertukaran ion dari zeolit maksimum. Contoh zeolit dengan kadar Si rendah adalah zeolit A dan zeolit X. ^[13]

(b) Zeolit sintesis dengan kadar Si sedang.

Zeolit ini memiliki kadar Si/Al antara 1-10. Permukaannya memiliki selektivitas yang tinggi terhadap air dan molekul polar lain.

Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan Si/Al = 5 sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit Y dengan perbandingan Si/Al = 1-3. Contoh zeolit sintesis jenis ini adalah zeolit omega, Zeolit Y, dan Zeolit Zeolon. ^[13,14]

(c) Zeolit sintesis dengan kadar Si tinggi

Zeolit kadar ini memiliki perbandingan kadar Si/Al antara 10-100 bahkan lebih. Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Zeolit jenis ini misalnya zeolit ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, ZSM-24. ^[14]

(d) Zeolit sintesis Si

Zeolit jenis ini tidak mengandung Al sama sekali, atau dapat dikatakan tidak memiliki sisi kation sama sekali. Contoh zeolit Si adalah silikat atau silikalit. ^[13]

2.1.3 Pembuatan Zeolit

Pembuatan zeolit biasanya dilakukan melalui proses hidrogel, yaitu proses kristalisasi gel alumina silikat dalam sistem hidrotermal tertutup pada temperatur yang bervariasi antara temperatur kamar sampai suhu 200 °C. Sistem hidrotermal memakai air sebagai pelarut, sehingga dihasilkan tekanan uap air pada sistem tersebut. ^[15]

Tahap awal pembentukan zeolit adalah pembentukan gel alumina silikat dalam suasana basa. Waktu yang dibutuhkan untuk pembentukan gel

tergantung pada konsentrasi masing-masing spesies yang ada. Pada kondisi hidrotermal dan dengan adanya kation logam serta molekul-molekul pengarah, gel aluminasilikat tersebut tertata ulang membentuk inti-inti zeolit yang kemudian berkristalisasi membentuk struktur zeolit yang diinginkan.^[15]

Bahan dasar sintesis biasanya meliputi sumber silika, sumber alumina, ion hidroksida dari basa kuat, zat pengarah, dan air sebagai pelarut.

2.1.4 Penggunaan Zeolit

Penggunaan zeolit berkaitan dengan tiga sifat penting yang dimilikinya, yaitu kemampuannya dalam melakukan pertukaran ion (dalam hal ini penukar kation), daya serap dan daya saring molekul, serta daya katalis.

Zeolit sebagai penukar kation berhubungan dengan struktur zeolit yang berongga. Rongga ini biasanya berisi molekul air dan kation-kation bebas yang dapat dipertukarkan.^[15]

Zeolit sebagai adsorben dan penyaring molekul juga berkaitan dengan struktur zeolit. Zeolit mampu memisahkan molekul berdasarkan perbedaan ukuran, struktur dan polaritas dari molekul yang disaring.

Zeolit sebagai katalis berkaitan dengan adanya pusat-pusat aktif pada permukaan zeolit dan dalam saluran zeolit.^[15]

2.2 Karbon

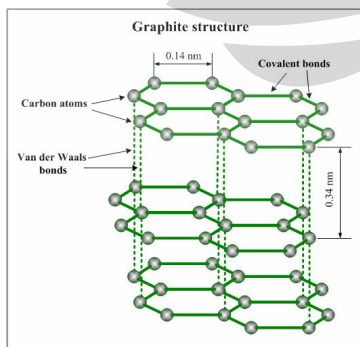
Karbon (C) merupakan unsur golongan IV A dengan nomor atom 6, memiliki konfigurasi $1s^2 2s^2 2p^2$. Titik lelehnya mencapai 350°C dengan massa atom relatif 12,011 gram/mol. Berdasarkan allotropinya (bentuk geometrisnya) karbon terbagi menjadi lima kelas besar, yaitu grafit, intan (*diamond*), *fullerene*, *carbon nanotubes*, dan *amorphous carbon*.^[3]

Grafit memiliki tingkat kekerasan 2, sedangkan intan 10 pada skala 1-10 berdasarkan skala Mosh. Densitas grafit sebesar $2,25 \text{ gram/cm}^3$ dan intan $3,52 \text{ gram/cm}^3$. Daya hantar listrik grafit lebih besar dibandingkan hantaran listrik intan, sehingga grafit dapat bertindak sebagai konduktor sedangkan intan sebagai isolator. Daya hantar grafit dan intan dipengaruhi oleh ikatan antar karbon pada struktur molekulnya. Grafit memiliki struktur susunan atom karbon heksagonal (hibridisasi sp^2) dengan lembaran segi enam dan masing-masing atom karbon memiliki tiga tetangga terdekat yang tersusun pada masing-masing atom karbon membentuk segitiga sama sisi. Karbon memiliki empat elektron valensi, tiga elektron akan membentuk ikatan kovalen dengan tiga atom tetangganya, sedangkan satu elektron lagi akan bergerak bebas pada permukaan elektroda. Elektron inilah yang menimbulkan muatan listrik karena dapat menghantarkan arus elektron pada grafit. Intan memiliki struktur susunan atom dedokahedral (hibridisasi sp^3). Seluruh elektron valensi atom karbon digunakan untuk membentuk ikatan kovalen dengan empat atom tetangganya sehingga sulit menghantarkan arus listrik.^[3,16]

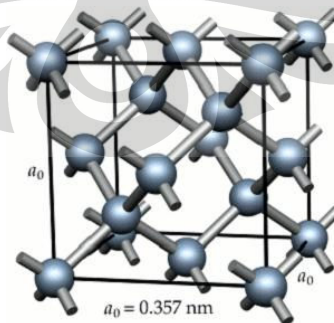
Fullerene atau dikenal dengan nama 'Buckyball' ditemukan sekitar tahun 1985. *Fullerene* ini berbentuk seperti bola sepak (*soccerball*) dan tersusun atas 60 atom karbon yang terbagi atas 20 susunan atom karbon berbentuk heksagonal (hibridisasi sp^2) dan 12 susunan atom karbon berbentuk pentagonal, sehingga bentuk fisik *fullerene* lebih kuat daripada grafit yang susunan atomnya berupa lembaran-lembaran. *Fullerene* juga dapat menghantarkan arus listrik karena hibridisasinya sama dengan grafit, yaitu sp^2 .^[3,16]

Carbon nanotubes ditemukan sekitar tahun 1991. *Carbon nanotubes* tersusun atas 60 atom karbon yang dibuat dengan cara menggulung lembaran grafit dan dimampatkan dalam tube (semacam silinder) yang diameternya berukuran nanometer, dan panjangnya berukuran mikrometer. *Carbon nanotubes* dapat bersifat seperti logam atau semikonduktor.

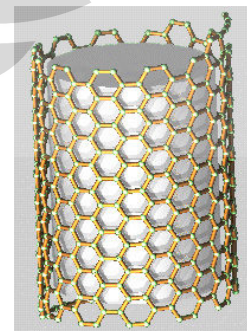
Amorphous carbon merupakan karbon amorf dengan susunan atom yang kurang beraturan, hibridisasinya merupakan campuran antara sp^2 dan sp^3 dengan panjang ikatan yang tidak seragam satu dengan yang lainnya.^[16]



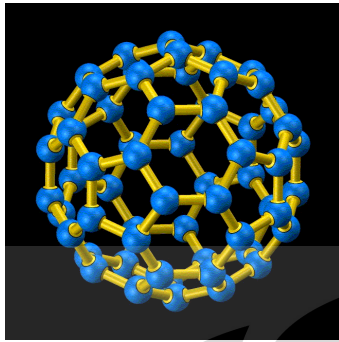
(a) grafit^[29]



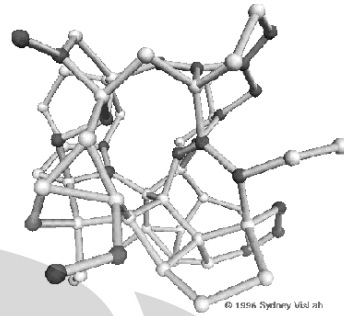
(b) *diamond*^[30]



(c) *nanotube*^[33]



(d) *Fullerene* ^[31]



(e) *amorphous carbon* ^[32]

Gambar 2.5 Struktur Allotropi karbon

2.2.1 Elektroda Karbon

Salah satu jenis elektroda kerja adalah elektroda padat. Materi yang biasa digunakan sebagai elektroda padat adalah platina, emas, perak, nikel, tembaga, dan karbon.^[17]

Hal penting yang harus diperhatikan dalam penggunaan elektroda padat sebagai elektroda kerja adalah adanya ketergantungan respon yang dihasilkan pada permukaan elektroda. Oleh sebab itu dibutuhkan suatu pretreatment berdasarkan jenis materi penyusunnya agar dapat meningkatkan *reproduksibilitas* dari permukaan elektroda tersebut. Ada beberapa cara untuk dapat meningkatkan *reproduksibilitas* dari permukaan elektroda antara lain dengan cara mekanik (*polishing* dengan menggunakan material abrasif), elektrokimia (dengan menggunakan *potential cycling*) dan

fisika (pemanasan pada suhu tertentu) kondisi vakum atau sonikasi dalam pelarut tertentu.^[16]

Elektroda karbon memiliki banyak kegunaan yang cukup luas dalam bidang elektroanalisis. Hal ini karena harganya yang relatif lebih murah, mudah diperoleh, memiliki kisaran potensial yang cukup lebar, arus *backgroundnya* rendah, cukup stabil, inert secara kimia, memiliki konduktivitas elektrik yang sangat baik, *biocompatible*, dan dapat digunakan dalam aplikasi sensor.^[6,16]

2.2.1.1 Glassy Carbon

Glassy carbon merupakan material yang impermeable yang terdiri dari kombinasi efektif dari karakter karbon dan kaca. *Glassy carbon* sering juga disebut sebagai kaca/*vitreous carbon* karena bentuknya seperti kaca hitam yang mudah pecah.^[16]

Glassy carbon sangat populer digunakan sebagai elektroda kerja karena memiliki sifat mekanik, elektrik, dan konduktivitas termal yang sangat baik, memiliki kisaran potensial yang lebar, inert secara kimia (tahan terhadap pelarut), dan relatif mudah dibuat. Sifat elektrik yang dimiliki *glassy carbon* disebabkan oleh hibridisasinya yang sama dengan grafit (sp^2) sehingga dapat menghantarkan arus listrik.^[16]

Glassy carbon termasuk dalam kelas *amorphous carbon*, yang memiliki struktur amorf, namun kurang reaktif karena kerapatannya yang relatif besar,

sifatnya inert, kemurniannya tinggi, dan memiliki pori-pori berdekatan dalam ukuran mikro.^[16]

Glassy carbon perlu diberi perlakuan awal untuk membuat *glassy carbon* menjadi mirip seperti kaca, yaitu dengan *polishing* dengan menggunakan material abrasif seperti amplas (silika karbida) dan α -alumina, kemudian disonikasi.^[16]

2.3 Nanopartikel

Sebuah nanopartikel adalah sebuah partikel mikroskopis berukuran nanometer (nm). Nanopartikel didefinisikan sebagai partikel yang memiliki ukuran 1-100 nm. Nanopartikel menarik perhatian di bidang ilmiah, karena peranannya sebagai jembatan antara material "*bulk*" dan struktur atomik/molekular. Sebuah material "*bulk*" harus memiliki sifat fisik yang konstan tanpa memperhatikan ukurannya, tetapi hal ini tidak dapat diterapkan pada skala nano.^[15]

Pada batas ukuran maksimal dari nanopartikel (mendekati 100 nm), biasanya nanopartikel berada dalam bentuk kluster. Karakterisasi nanopartikel penting diketahui untuk mendapatkan pemahaman dan kontrol dalam sintesis nanopartikel dan aplikasinya. Karakterisasi dapat dilakukan dengan menggunakan berbagai macam instrumen, diantaranya: spektrofotometer UV-Vis, *electron microscopy* (TEM, SEM), *Atomic Force Microscopy* (AFM), *Dynamic Light Scattering* (DLS), *X-ray Photoelectron*

Spectroscopy (XPS), Powder X-ray Diffractometry (XRD), dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).^[15]

2.3.1 Nanozeolit

Nanozeolit memiliki ukuran kurang dari 200 nm. Pengurangan ukuran partikel dari mikrometer menjadi nanometer merupakan perubahan penting yang mempengaruhi sifat material, terutama terhadap aplikasinya sebagai katalis dan dalam proses pemisahan. Nanozeolit memiliki luas permukaan yang besar dan aktivitas pada permukaannya akan lebih besar.^[28]

Pembentukan nanozeolit memerlukan kondisi yang khusus untuk pembentukan inti kristal. Selanjutnya nanokristal zeolit direcover dengan agregasi minimum yang bertujuan mendapatkan koloid yang stabil, kemudian dimurnikan dengan sentrifugasi berulang-ulang dengan kecepatan tinggi dan diredispersi dalam cairan. Sintesa nanozeolit biasanya menghasilkan ukuran partikel dibawah 100 nm.^[28]

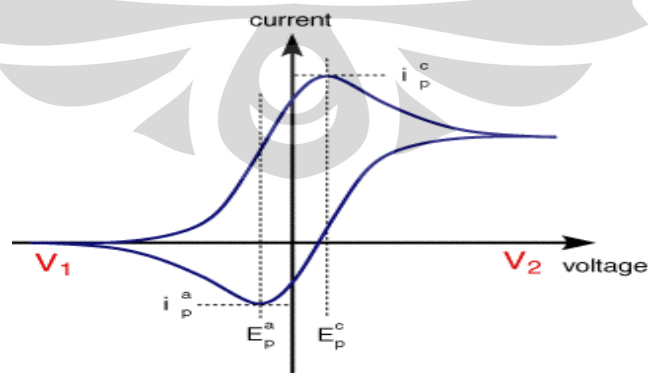
2. 4 Arsen

Arsen merupakan salah satu unsur kimia yang memiliki simbol As dalam sistem periodik unsur. Ia terletak pada golongan V A peridoe 4. Arsen ditemukan oleh Albertus Magnus (Jerman) pada tahun 1250. Arsen berwarna metal (steel-grey) dan memiliki nomor atom 33, nomor massa 74.92, serta muatan valensi +3 atau +5.^[18] Senyawa arsen didalam alam berada dalam 3 bentuk yakni Arsen trichlorida ($AsCl_3$) berupa

cairan berminyak, Arsen trioksida (As_2O_3 , arsen putih) berupa kristal putih dan berupa gas arsine (AsH_3). Lewisite, yang sering disebut sebagai gas perang, merupakan salah satu turunan gas arsine. Pada umumnya arsen tidak berbau, tetapi beberapa senyawanya dapat mengeluarkan bau bawang putih. Racun arsen pada umumnya mudah larut dalam air, khususnya dalam air panas. [24] Standar arsen dalam air minum berdasarkan *World Health Organization* (WHO) maksimum hanya sebesar 10 ppb, sedangkan berdasarkan *The U.S Environmental Protection Agency* (EPA) sebesar 2-20 ppb. [4]

2. 5 Voltametri Siklik [19,20,21]

Cyclic Voltametry (CV) merupakan salah satu jenis teknik voltametri dimana pemberian potensial dilakukan secara bolak-balik sehingga informasi reduksi dan oksidasi dapat teramati dengan baik. Dalam voltametri siklik, spesi yang semula di oksidasi pada sapuan awal (*forward scan*) akan di reduksi setelah sapuan potensial dibalik (*reverse scan*). Gambar 2.6 menunjukkan contoh voltamogram siklik.



Gambar 2.6 Contoh Voltamogram Siklik

Teknik voltametri siklik ini merupakan teknik yang paling luas digunakan dalam memperoleh informasi kualitatif dan kuantitatif dalam reaksi elektrokimia dan merupakan teknik yang banyak digunakan karena merupakan metode yang cepat dan sederhana untuk mengkarakterisasi reaksi yang terjadi di dalam sel elektrokimia.

Instrumen yang digunakan dalam voltametri siklik adalah potensiostat. Potensiostat merupakan alat elektronik yang mengontrol beda potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding dalam suatu sel elektrokimia yang tersusun atas tiga buah elektroda yaitu elektroda pembanding, elektroda pendukung dan elektroda kerja.

Elektroda pembanding adalah elektroda yang potensialnya dibuat konstan sehingga dapat digunakan sebagai pembanding terhadap perubahan yang terjadi pada elektroda kerja. Fungsi elektroda pembanding adalah sebagai penstabil beda potensial pada elektroda dalam sel elektrokimia. Elektroda pembanding yang biasa digunakan adalah elektroda kalomel dan Ag/AgCl. Elektroda Ag/AgCl ini dapat dibuat secara mudah dengan mengelektrolisis larutan klorida menggunakan anoda perak, sehingga membentuk lapisan elektrolit AgCl pada permukaan kawat perak.

Elektroda pendukung adalah elektroda yang berperan sebagai sumber atau tempat masuknya elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel. Elektroda pendukung yang biasa digunakan adalah Pt atau zat lain yang bersifat inert seperti karbon grafit.

Elektroda kerja adalah elektroda tempat terjadinya reaksi reduksi-oksidasinya. Elektroda ini umumnya terbuat dari logam, bahan semi konduktor, dan juga karbon. Elektroda logam yang sering digunakan adalah platina, emas, dan perak. Sedangkan elektroda semikonduktor yang umum digunakan adalah Si dan Ga. Untuk elektroda karbon terdiri atas beberapa jenis yaitu pasta, *glassy carbon*, dan juga *pyrolytic graphite*.

Penggunaan elektrolit di dalam sel elektrokimia merupakan hal yang penting di samping elektroda. Elektrolit berfungsi sebagai medium penghantar dimana transfer muatan terjadi melalui pergerakan ion-ion elektrolit tersebut. Larutan elektrolit yang digunakan harus menghantarkan arus listrik dan tidak mengganggu reaksi kimia yang terjadi. Larutan garam atau buffer adalah jenis elektrolit yang baik.

Penggunaan aliran gas inert, seperti gas nitrogen, dilakukan untuk menghilangkan gas oksigen yang terdapat dalam larutan. Keberadaan gas oksigen dalam air akan mengakibatkan aliran elektron digunakan untuk mereduksi gas oksigen. Padahal seharusnya aliran elektron digunakan untuk reduksi pada analit. Dengan potensial reduksi $E^{\circ} = 1.23 \text{ V}$, gas oksigen sangat reaktif dalam mengambil elektron dalam sel elektrokimia.

Arus yang ditimbulkan oleh proses oksidasi dan reduksi analit disebut arus Faraday. Arus ini dipengaruhi oleh potensial kerja yang digunakan. Besarnya arus Faraday ditentukan oleh laju reaksi reduksi atau oksidasi analit yang pada permukaan elektroda dapat berlangsung secara *reversible*

atau *irreversible*. Sedangkan spesi lain yang ada dalam larutan seperti elektrolit atau pelarut dapat menimbulkan arus non Faraday.



Gambar 2.7 Alat Potensiostat

2.5.1 Jenis Reaksi Voltametri Siklik ^[19,20,23]

Mekanisme reaksi pada voltametri siklik dapat berupa reaksi *reversible* dan *irreversible*. Pada reaksi yang berlangsung secara *reversible*, sistem reaksi redoks tetap berada dalam kesetimbangan selama *scan* potensial berlangsung. Konsentrasi dari spesi yang tereduksi dan oksidasi pada permukaan elektroda ditentukan pada nilai yang sesuai dengan persamaan

Nernst :

$$aA + bB \leftrightarrow cC + dD$$
$$E = E^{\circ} - \frac{2,303 RT}{nF} \log \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b}$$

E = potensial sel

E^o = potensial standar sel

R = tetapan Rydberg = 8,314 J/Kmol

T = temperatur larutan (K)

n = jumlah elektron yang terlibat dalam reaksi

F = tetapan Faraday = 96500 C

Voltamogram yang terbentuk pada reaksi *reversible* akan menghasilkan dua puncak arus, yaitu arus katodik dan anodik (Gambar 2.6). Spesi yang mengalami reduksi menghasilkan puncak katodik dan spesi yang mengalami oksidasi menghasilkan puncak anodik.

Besarnya arus untuk pasangan puncak dari reaksi yang berlangsung secara *reversible* pada suhu 25°C ditentukan dengan persamaan Randles-Sevcik :

$$i_p = (2,69 \times 10^5) n^{3/2} A C D^{1/2} v^{1/2}$$

n = jumlah elektron yang terlibat dalam reaksi

A = luas efektif permukaan elektroda (cm²)

C = konsentrasi (mol/cm³)

D = koefisien difusi (cm²/s)

V = laju potensial atau *scan rate* (V/s)

Pada reaksi yang *reversible*, perbedaan harga potensial puncak bernilai 58/n mV-59/n mV. Reversibilitas juga dapat dilihat dari nilai potensial puncak yang tidak berubah dengan perubahan *scan rate* dan rasio arus puncak katoda dan anoda sama dengan satu.

Nilai potensial formal untuk sistem yang *reversible* ditentukan dari rata-rata potensial puncak anoda dan katoda sesuai dengan persamaan :

$$E^{\circ} = \frac{1}{2} (E_{pa} + E_{pc})$$

Besarnya potensial puncak yang dihasilkan dipengaruhi oleh kinetika transfer elektron. Jika kinetika transfer elektron berlangsung lambat maka besarnya pemisahan potensial puncak akan lebih besar dan akan meningkat sesuai dengan peningkatan *scan rate*. Apabila potensial puncak yang dihasilkan tidak berubah dengan bertambahnya *scan rate* maka reaksi redoks tersebut bersifat *reversible*. Sebaliknya jika potensialnya berubah dengan perubahan *scan rate* maka reaksi redoks tersebut bersifat *irreversible*.

Pada sistem *irreversible* hanya akan membentuk satu puncak arus pada voltamogram. Hal ini disebabkan transfer elektron berjalan lambat dan kesetimbangan juga berjalan lambat. Proses *irreversible* dapat terjadi pada reduksi atau oksidasi analit yang menghasilkan senyawa tidak elektroaktif. Reversibilitas bergantung pada nilai relatif konstanta laju transfer elektron (k_s) dan *scan rate* (v). Jika perbandingan k_s kecil maka konsentrasi Nernstian tidak dapat ditentukan, reaksi tersebut bersifat *irreversible*. Proses *irreversible* ditandai dengan nilai ΔE_p yang lebih besar dari $59/n$ mV dimana nilainya akan bertambah sesuai dengan bertambahnya *scan rate*. Selama reversibilitasnya tergantung pada nilai k_s ada kemungkinan untuk mengubah reaksi yang *irreversible* menjadi reaksi yang *reversible* dengan menaikkan *scan rate*. Dengan menaikkan nilai *scan rate* maka tersedia waktu yang

cukup bagi konsentrasi di permukaan elektroda untuk mencapai nilai yang sesuai dengan perubahan potensial.

2.7 Transmission Electron Microscopy (TEM)

Transmission Electron Microscopy (TEM) merupakan suatu teknik mikroskopi yang bekerja dengan prinsip menembakkan elektron ke lapisan tipis sampel, yang selanjutnya informasi tentang komposisi struktur dalam dalam sampel tersebut dapat terdeteksi dari analisis sifat tumbukan, pantulan maupun fase sinar elektron yang menembus lapisan tipis tersebut. Dari sifat pantulan sinar elektron tersebut juga bisa diketahui struktur kristal maupun arah dari struktur kristal tersebut. Untuk observasi TEM ini, sampel perlu ditipiskan sampai ketebalan lebih tipis dari 100 nm. Objek yang tidak dapat ditipiskan sampai ukuran tersebut sulit diproses oleh TEM. ^[26]

Kondisi pengukuran dilakukan dalam keadaan vakum untuk mencegah penghamburan elektron oleh udara yang mengakibatkan tidak terfokusnya sinar elektron yang mengenai sampel.

Sampel yang akan dikarakterisasi dengan TEM pertama kali harus ditempatkan dalam sebuah *grid*, kemudian *grid* ini diletakkan dalam mikroskop elektron dengan kondisi vakum. Selanjutnya sampel ini akan ditembak oleh elektron yang berasal dari kawat tungsten yang dipanaskan (*electron gun*). Sinar elektron yang mengenai sampel inilah yang kemudian ditangkap oleh *projective lens* dan diubah menjadi sinyal gambar. ^[27]



Gambar 2. 8 Instrumentasi TEM

2.8 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Difraksi sinar -X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan cara membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi (d = jarak antar kisi) dalam struktur mineral. Sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg yaitu nilai sudut difraksi θ yang berbanding terbalik dengan nilai jarak d (jarak antar kisi dalam kristal). [25]

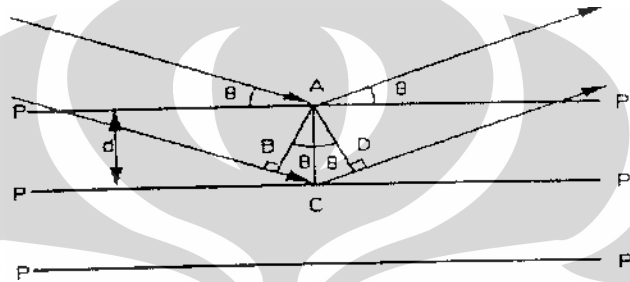
Sesuai dengan persamaan Bragg :

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

dimana d = jarak antar kristal

θ = sudut pengukuran (sudut difraksi)

λ = panjang gelombang sinar-X



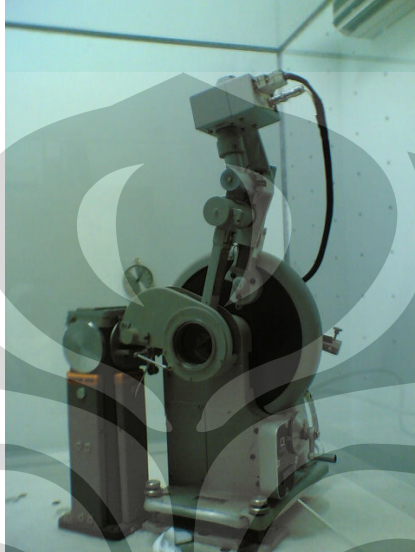
Gambar 2.9 Difraksi sinar -X suatu kristal

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

Difraksi sinar X hanya akan terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu. Pengukuran kristalinitas relatif dapat dilakukan dengan membandingkan jumlah tinggi puncak pada sudut-sudut tertentu dengan jumlah tinggi puncak pada sampel standar.

Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederetan ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar-X yang datang. Posisi dan arah dari bidang kristal ini

disebut indeks Miller. Setiap kristal memiliki bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga jika disinari dengan sinar-X pada analisis XRD akan memberikan difraktogram yang khas pula. ^[25]



Gambar 2.10 XRD (*X-Ray Diffraction*)

BAB III

PERCOBAAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1 Bahan yang digunakan

Sodium meta arsenit (NaAsO_2) dari Wako, (*polydiallyl dimethyl ammonium chloride*) (PDDA) 10% dari Aldrich, *polysodium 4-styrene sulfonate* (PSS) dari Flurochem, *tetrapropylammoniumbromide* (TPABr) 98% dari Aldrich, *tetraethyl orto silicate* (TEOS) 99% dari Aldrich, *aluminium isopropoxide* [$(\text{CH}_3)_2\text{CHO}$] 98% dari Aldrich. Kalium klorida (p.a). asam klorida (p.a), natrium hidroksida pellet, hidrogen peroksida 30 wt% (p.a), ammonium hidroksida (p.a), besi nitrat (p.a), buffer fosfat pH 6-9 ($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, KH_2PO_4), α -alumina dari Wako. Akuademineralisasi dari Brataco Chemica. Elektroda *glassy carbon*, Grade GC-20SS dari Tokai Carbon Co. Ltd. Tokyo-Japan.

3.1.2 Alat yang digunakan

Pengukuran arus secara voltametri siklik dikerjakan dengan menggunakan EDAX dengan sistem 3 elektroda. Sistem 3 elektroda tersebut menggunakan elektroda *glassy carbon* yang telah dimodifikasi dengan zeolit sebagai elektoda kerja, elektroda Ag/AgCl jenuh dalam KCl 3,5 M sebagai elektroda pembanding dan elektroda Pt sebagai elektroda pendukung. Alat

sonikasi yang digunakan merk Branson 2510 dan pH meter merk Wagtech. Alat lain yang digunakan adalah *magnetic stirrer*, neraca analitik, botol semprot, bulp, spatula dan peralatan gelas seperti gelas piala, labu ukur, pipet ukur, pipet tetes, batang pengaduk dan corong.

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Pembuatan Larutan

3.2.1.1 Pembuatan Larutan Buffer Fosfat pH 6-9

- Larutan buffer fosfat pH 6

Sebanyak 1,6408 gram KH_2PO_4 (BM = 174, 18 g/mol) dan 0,0789 gram K_2HPO_4 (BM = 136,09 g/mol) masing-masing dilarutkan di dalam labu ukur 100 mL, kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan.

- Larutan buffer fosfat pH 7

Sebanyak 1,076 gram KH_2PO_4 dan 0,5193 gram K_2HPO_4 masing-masing dilarutkan di dalam labu ukur 100 mL, kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan.

- Larutan buffer fosfat pH 8

Sebanyak 0,2421 gram KH_2PO_4 dan 1,172 gram K_2HPO_4 masing-masing dilarutkan di dalam labu ukur 100 mL, kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan.

- Larutan buffer fosfat pH 9

Sebanyak 0,0278 gram KH_2PO_4 dan 1,3337 gram K_2HPO_4 masing-masing dilarutkan di dalam labu ukur 100 mL, kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan.

3.2.1.2 Pembuatan Stok Larutan Arsen

Larutan stok arsen (III) 0,01 M dibuat dengan melarutkan 0,1299 gram sodium meta arsenit (NaAsO_2) dengan akuademineralisasi ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan stok arsen (III) 0,001 M (1000 μM) dibuat dengan cara memipet larutan arsen (III) 0,01 M sebanyak 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan akuademineralisasi. Kemudian dibuat larutan stok arsen (III) 100 μM dalam larutan buffer fosfat pH 6, 7, 8, dan 9 dibuat dalam labu ukur 25 mL dengan memipet 2,5 mL larutan arsen (III) 1000 μM . Dari larutan stok tersebut kemudian dilakukan pengenceran dalam buffer fosfat untuk membuat beberapa variasi konsentrasi.

3.2.1.3 Pembuatan Larutan H_2O_2 0,1 M

Sebanyak 1,1 mL hidrogen peroksida (30%wt) dimasukkan ke dalam labu 100 mL dan diencerkan dengan akuademineralisasi hingga volume 100 mL.

3.2.1.4 Pembuatan Larutan NaCl 0,1 M

Sebanyak 0,585 gram NaCl dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan buffer fosfat pH 9,5 hingga volume 100 mL.

3.2.1.5 Pembuatan Larutan NH₄OH 0,1 M

Sebanyak 0,8 mL NH₄OH (p.a) dipipet ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan akuademineralisasi hingga volume 50 mL.

3.2.1.6 Pembuatan Larutan PDDA (*polydiallyl dimethyl ammonium chloride*)

Sebanyak 1 mL PDDA dilarutkan ke dalam 30 mL larutan NaCl 0,1 M.

3.2.1.7 Pembuatan Larutan PSS

Sebanyak 1,04 gram PSS dilarutkan ke dalam 30 mL larutan NaCl 0,1 M.

3.2.1.8 Pembuatan Larutan Fe(NO₃)₃ 0,1 M

Sebanyak 2,0192 gram Fe(NO₃)₃.9H₂O dilarutkan dengan akuademineralisasi di dalam labu ukur 50 mL.

3.2.1.9 Pembuatan Jembatan Garam Elektroda Pembanding (Ag/AgCl)

Sebanyak 7 gram KCl dan 3 gram agar-agar powder dilarutkan dengan 20 mL akuademineralisasi di dalam gelas piala, setelah itu campuran

tersebut dipanaskan hingga menjadi kental. Tube elektroda pembanding dicelupkan ke dalam campuran tersebut hingga ketinggian $\pm 1,5$ cm. Setelah itu elektroda diangkat dan didinginkan sampai mengeras.

3.2.1.10 Pembuatan Larutan KCl 3,5 M

Sebanyak 13,055 gram KCl (BM=74,5 g/mol) dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian dilarutkan dengan menggunakan akuademineralisasi hingga volume 50 mL.

3.2.1.11 Pembuatan Larutan Asam untuk Pembersihan Elektroda

Larutan asam dibuat dengan mencampurkan larutan HCl 0,1 M, H₂O₂ 0,1 M dan H₂O dengan perbandingan volume sebesar 1:1:4.

3.2.1.12 Pembuatan Larutan Basa untuk Pembersihan Elektroda

Larutan basa dibuat dengan mencampurkan larutan NH₄OH 0,1 M, H₂O₂ 0,1 M dan H₂O dengan perbandingan volume sebesar 1:1:5.

3.2.2 Modifikasi Elektroda *Glassy Carbon* dengan Zeolit

3.2.2.1 Preparasi Elektroda

Elektroda *glassy carbon* di *polish* hingga mengkilap dengan menggunakan α -*alumina slurry*, kemudian disonikasi berturut-turut menggunakan larutan asam (larutan yang mengandung HCl, H₂O₂ dan H₂O) dan larutan basa (larutan yang mengandung NH₄OH, H₂O₂ dan H₂O) masing-

masing selama 20 menit, kemudian dibilas menggunakan akuades.

Selanjutnya elektroda *glassy carbon* disingkat dengan GC.

3.2.2.2 Pembuatan Zeolit

Kristal zeolit dibuat dengan mereaksikan 1,012 gram *aluminium isopropoxide* 98 % ; 2,184 mL TEOS; 1,2270 gram TPABr ; 0,0128 gram NaOH dan 56,5 mL akuademineralisasi. Pertama 1,012 gram *aluminium isopropoxide* 98 % ; 1,2270 gram TPABr ; 0,0128 gram NaOH dan 56,5 mL akuademineralisasi dicampurkan terlebih dahulu lalu distirer hingga larutan homogen kemudian ditambahkan 2,184 mL TEOS. Campuran tersebut di stirrer selama 3 hari. Selanjutnya larutan disentrifugasi dan padatan diredispersi di dalam larutan NH_4OH .

Zeolit yang terbentuk dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan TEM (*Transmission Electron Microscopy*).

3.2.2.3 Immobilisasi Elektroda GC dengan Zeolit

Proses immobilisasi zeolit ke dalam elektroda GC dilakukan dengan cara merendam elektroda GC yang telah dibersihkan (seperti pada prosedur 3.2.2.1) ke dalam larutan PDDA dan PSS secara bergantian dengan urutan PDDA/PSS/PDDA. Lamanya pencelupan pada masing-masing larutan adalah 20 menit. Kemudian elektroda tersebut dicelupkan ke dalam zeolit yang telah dilarutkan di dalam NaCl 0,1 M pH 9,5. Dibuat variasi jumlah lapisan PDDA dan PSS dibuat dengan 3 lapis, 5 lapis dan 7 lapis.

3.2.2.3 Dispersi Fe³⁺ pada Elektroda GC-Zeolit

Untuk mendispersikan Fe³⁺ ke dalam elektroda GC-zeolit dilakukan dengan cara merendam elektroda GC-zeolit ke dalam larutan Fe(NO₃)₃·9H₂O. Variasi waktu perendaman elektroda GC-zeolit terhadap larutan yang mengandung Fe³⁺ dilakukan selama 20,40,60, dan 80 menit.

3.3 Optimasi Pengukuran Arsen

3.3.1 Variasi *Scan Rate*

Permukaan elektroda GC yang sudah dimodifikasi dengan zeolit-Fe selanjutnya diaplikasikan untuk deteksi arsen (III) dengan memvariasikan *scan rate* 40, 50, 80, 100,200, dan 250 mV/s pada larutan uji arsen 20 µM, dengan menggunakan kisaran potensial -1500 sampai 1300 mV vs Ag/AgCl.

3.3.2 Variasi pH

Larutan arsen 20 µM dalam larutan buffer fosfat pH 6,0 sampai 8,0 diukur dengan voltametri siklik menggunakan elektroda GC yang telah dimodifikasi dengan zeolit-Fe dengan *scan rate* optimum (100 mV/s).

3.3.3 Variasi Konsentrasi Arsen (III)

Permukaan GC yang telah dimodifikasi dengan zeolit-Fe selanjutnya diaplikasikan untuk deteksi arsen (III) dengan memvariasikan konsentrasi arsen (III) 0, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 40, 50, 60 µM dan diukur dengan

menggunakan voltametri siklik pada kisaran potensial -1500 sampai 1300 mV dan *scan rate* 100 mV/s.

3. 4 Penentuan Kurva Kalibrasi Linier

Penentuan kurva kalibrasi linier pada elektroda *glassy carbon* yang sudah dimodifikasi dengan zeolit-Fe dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi arsen (III) 0, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 μM .

Pengukuran dilakukan pada kondisi optimum, yaitu pada rentang potensial -1500-1100 mV, *scan rate* 100 mV/s. Pengukuran variasi konsentrasi ini dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

3. 5 Penentuan Batas Deteksi

Penentuan batas deteksi pada elektroda *glassy carbon* yang telah dimodifikasi dilakukan dengan mengukur konsentrasi arsen yang memberikan respon arus linier. Pengukuran respon arus dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV, *scan rate* 100 mV/s

3. 6 Penentuan Kedapat ulangan (*Repeatability*) Elektroda Karbon yang Telah Dimodifikasi

Elektroda *glassy carbon* yang telah dimodifikasi dengan zeolit-Fe di uji *repeatability* nya sebanyak 20 kali menggunakan larutan arsen 20 μM dengan kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV dan *scan rate* 100 mV/s.

3. 7 Pengujian Kestabilan Elektroda GC yang Telah Dimodifikasi

Glassy carbon yang telah dimodifikasi diamati kestabilannya selama 5 hari menggunakan larutan arsen (III) 20 μM pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV dan *scan rate* 100 mV/s. Tinggi arus yang dihasilkan dibandingkan dengan tinggi arus yang dihasilkan pada awal pengukuran.



BAB IV

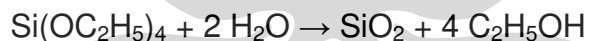
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Nanozeolit

Nanozeolit dibuat pada suhu ruang selama 3 hari dengan komposisi molar 2,46 (TPA)₂O : 0,032 Na₂O : 1 Al₂O₃ : 3,4 SiO₂ : 370 H₂O.

Pada pembuatan nanozeolit kali ini digunakan *aluminium isopropoxide* sebagai sumber Al dan *tetraortosilicate* (TEOS) sebagai sumber Si.

Digunakan bahan-bahan tersebut yang merupakan bahan organik diharapkan proses pembentukan nanozeolit terjadi lebih cepat karena bahan-bahan organik tersebut lebih reaktif sehingga memerlukan energi aktivasi yang lebih rendah. TEOS misalnya dengan adanya air sangat mudah terkonversi menjadi SiO₂, melalui reaksi di bawah ini :



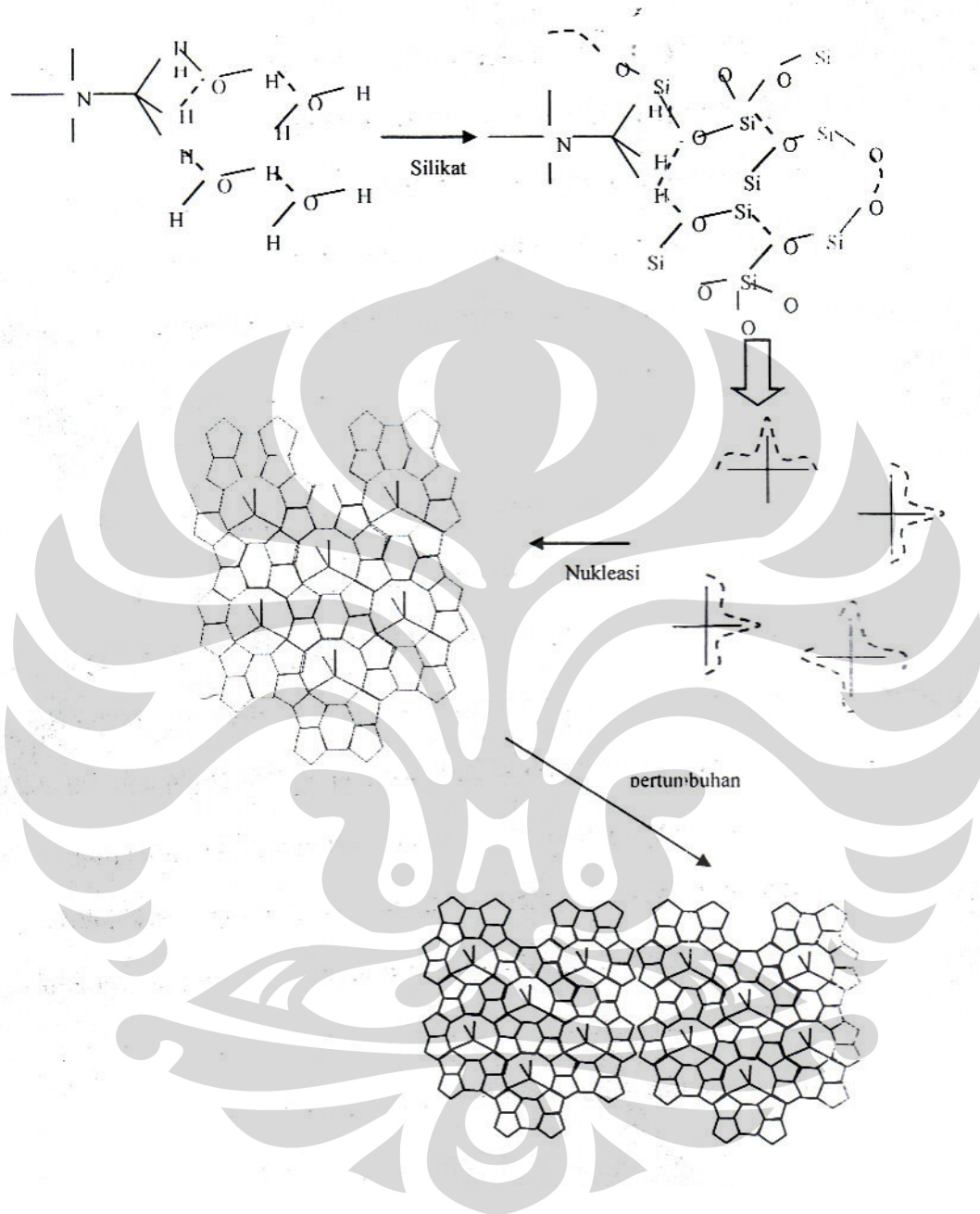
Zat pengarah yang digunakan pada pembuatan nanozeolit pada penelitian ini adalah TPABr (*tetrapropylammoniumbromide*). TPABr digunakan sebagai zat pengarah struktur zeolit karena mengandung propil amonium yang dapat berikatan hidrogen dengan silika. Proses pembentukan nanozeolit diawali dengan saling tumpang tindihnya (*overlapping*) *cluster* dan selanjutnya diikuti dengan proses pelepasan sejumlah molekul air. Kluster-kluster tersebut akan menjadi spesi yang tumbuh pada fase kristalisasi. Pada tahap kristalisasi terjadi pembentukan inti fase padat dan diikuti pertumbuhan

inti. Proses ini terjadi secara makroskopik. Pembentukan inti terjadi melalui dua tahap, yaitu pembentukan inti primer dan pembentukan inti sekunder. Pembentukan inti primer merupakan pembentukan yang berasal dari larutan, sedangkan pembentukan inti sekunder adalah pembentukan inti yang berasal dari dari penggabungan inti-inti primer. Mekanisme pembentukan zeolit melalui tahap pembentukan gel dan kristalisasi dengan terbentuknya kompleks kation propil ammonium dengan silika melalui ikatan hidrogen. Kompleks ini mengarahkan pembentukan struktur zeolit melalui interaksi ikatan hidrogen antara kerangka oksigen dengan propil ammonium seperti ditunjukkan pada Gambar 4.2.

Setelah *distirrer* selama 3 hari campuran menjadi koloid yang kemudian dilakukan sentrifugasi untuk diambil padatannya yang kemudian padatan tersebut diredispersi dengan NH_4OH yang bertujuan untuk mengganti TPA^+ pada rongga zeolit dengan NH_4^+ . Digunakan NH_4OH karena bagian anionnya tidak bersifat merusak zeolit.



Gambar 4. 1 Koloid yang terbentuk dari pembuatan nanozeolit

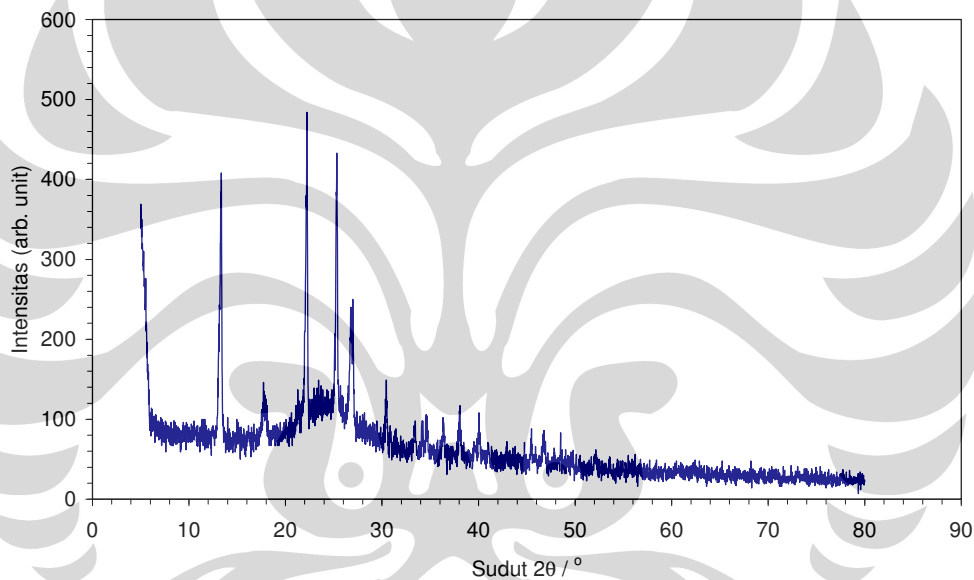


Gambar 4. 2 Mekanisme Pembentukan Kristal Zeolit

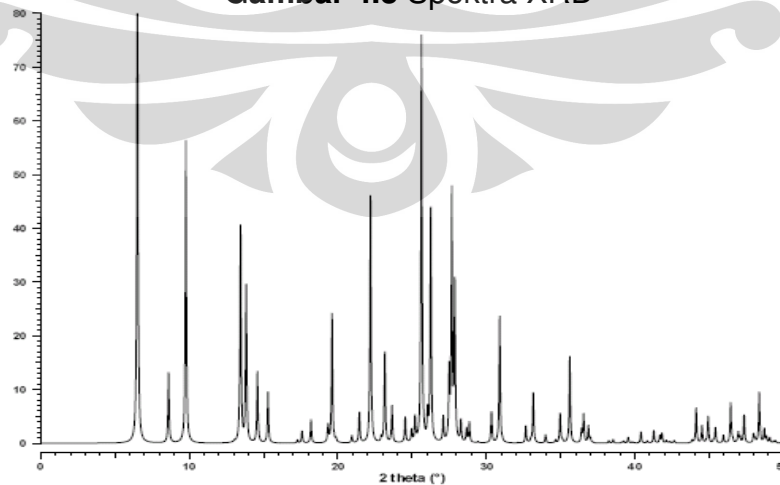
4. 2 Karakterisasi Nanozeolit

4.2.1 Karakterisasi dengan menggunakan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengetahui jenis zeolit yang terbentuk. Dari hasil XRD menunjukkan bahwa zeolit yang terbentuk merupakan tipe modernit. Puncak modernit muncul pada $2\theta = 25,2566$. Untuk data 2θ hasil pengukuran dan standar dari modernit dapat dilihat pada lampiran 6. Hasil pengukuran XRD dapat dilihat pada gambar di bawah ini :



Gambar 4.3 Spektra XRD



Gambar 4. 4 Spektra XRD standar zeolit tipe modernit

4.2.2 Karakterisasi dengan menggunakan TEM (*Transmission Electron Microscopy*)

Nanozeolit yang dibuat dikarakterisasi menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Melalui karakterisasi TEM akan didapatkan informasi mengenai bentuk dan ukuran partikel nanozeolit yang telah dibuat.

Pada Gambar 4.5 dapat terlihat bahwa nanozeolit yang terbentuk memiliki ukuran sekitar 200 nm. Pada pengukuran dengan TEM nanozeolit yang dikarakterisasi masih berupa koloid.



Gambar 4.5 Hasil foto TEM nanozeolit pembesaran 20.000 X, 80 KV

4. 3 Preparasi Elektroda *Glassy Carbon*

Proses dasar reaksi elektrokimia sangat dipengaruhi oleh mikrostruktur, kekasaran permukaan elektroda, terhalangnya bagian aktif dari permukaan elektroda akibat adsorpsi senyawa tertentu, serta adanya gugus fungsi alamiah pada permukaan elektroda. Oleh karena itu perlu dilakukan

suatu preparasi awal untuk memperhalus permukaan elektroda dan untuk menghilangkan senyawa atau pengotor yang teradsorpsi pada permukaan elektroda, sehingga dihasilkan permukaan elektroda yang *reproducible* dan dapat meningkatkan kinetika transfer elektron.

Pada penelitian kali ini pembersihan elektroda karbon dilakukan dengan dua cara, yaitu secara mekanik dan secara fisika. Pembersihan secara mekanik untuk elektroda *glassy carbon* (GC) dilakukan dengan mengamplas permukaan elektroda GC yang akan dimodifikasi dengan α -alumina 0,5 μm sampai permukaannya mengkilap seperti kaca. Selanjutnya elektroda GC tersebut dibersihkan secara fisika, yaitu dengan sonikasi di dalam larutan asam dan basa. Sonikasi ini dapat menghilangkan pengotor pada permukaan elektroda, bahkan efek getarannya dapat menghilangkan pengotor yang terjebak dalam pori-pori elektroda GC.

4.4 Modifikasi Elektroda *Glassy Carbon*

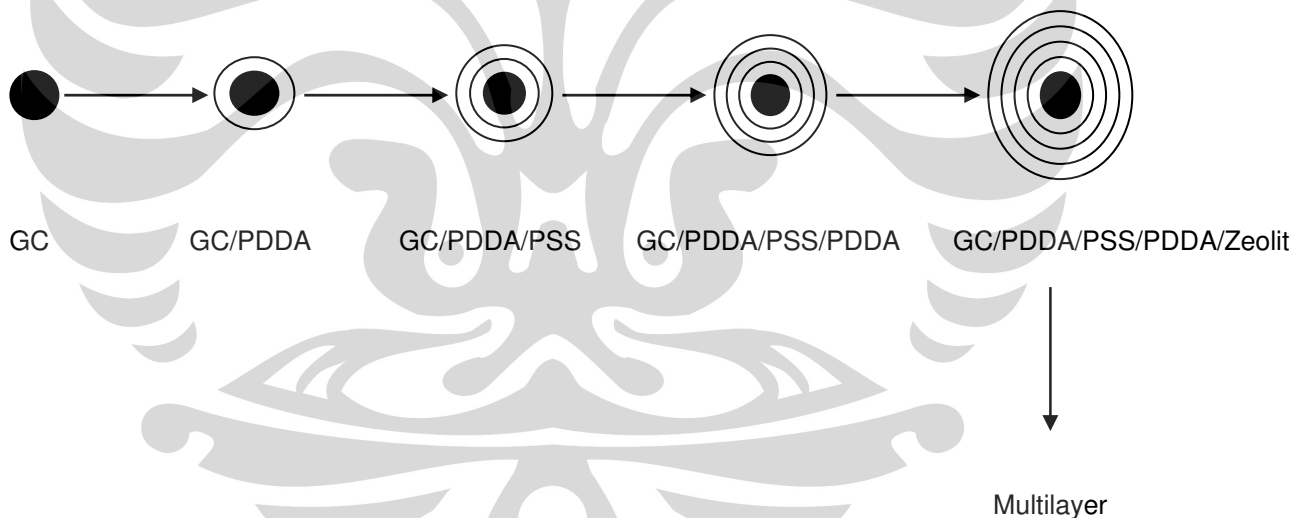
4.4.1 Proses Immobilisasi Zeolit

Proses modifikasi GC ini dilakukan dengan menggunakan teknik *layer by layer*. Teknik *layer by layer* ini adalah proses pelapisan elektroda secara selapis demi selapis, yang didahului dengan pelapisan polikation selanjutnya polianion secara bergantian. Pada proses ini digunakan PDDA sebagai polikation dan PSS sebagai polianion.

Proses ini dilakukan dengan cara merendam elektroda ke dalam larutan PDDA selama 20 menit kemudian dibilas dengan akuademin,

setelah itu dikeringkan sebentar dengan menggunakan oven pada suhu 80 °C. Setelah kering elektroda tersebut direndam di dalam larutan PSS selama 20 menit, kemudian dibilas kembali dengan akuademin, dikeringkan, setelah kering di rendam kembali ke dalam larutan PDDA, begitu seterusnya hingga sesuai dengan jumlah lapisan yang diinginkan. Lapisan ini akan membentuk urutan PDDA/PSS/PDDA yang tersusun berdasarkan interaksi elektrostatik. Selanjutnya elektroda yang telah dilapisi polimer-polimer tersebut direndam ke dalam zeolit selama satu jam. PDDA, PSS dan zeolit masing-masing dilarutkan dalam NaCl 0,1 M pada pH 9,5.

Ilustrasi dari proses ini dapat dilihat pada gambar berikut :

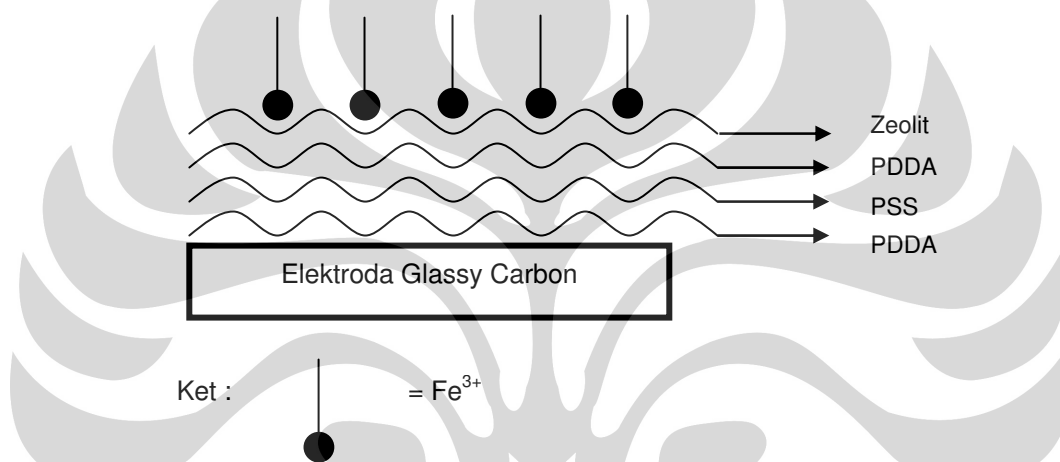


Gambar 4.6 Ilustrasi modifikasi elektroda secara *layer by layer*

Proses ini sangat bergantung pada interaksi elektrostatik antara zeolit dengan PDDA. Adanya gugus sianol pada permukaan zeolit yang berada dalam bentuk Si-O⁻ mengakibatkan gaya tarik menarik antara partikel zeolit dengan PDDA menjadi lebih kuat.

4.4.2 Dispersi Ion Fe^{3+} ke dalam Elektroda GC-Zeolit

Dispersi ion Fe^{3+} ke dalam elektroda GC dilakukan dengan cara merendam elektroda yang telah dilapisi oleh polikation dan polianion dan juga zeolit ke dalam larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,1 M. Adanya ion Fe^{3+} diharapkan dapat memfasilitasi terjadinya transfer elektron pada permukaan elektroda sehingga oksidasi As (III) menjadi lebih optimal.

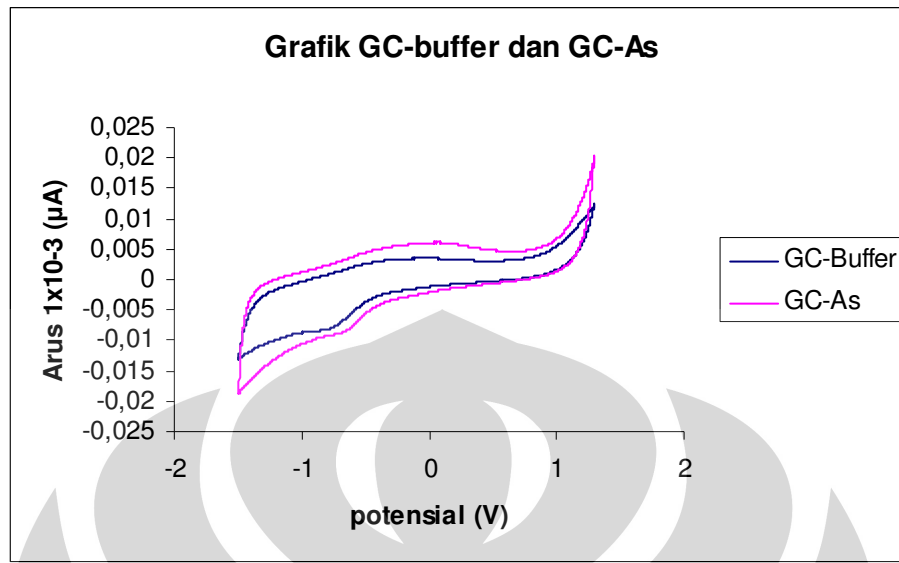


Gambar 4. 7 Ilustrasi dispersi ion Fe^{3+} ke dalam elektroda GC-Zeolit

4. 5 Pengujian Secara Elektrokimia

4.5.1 Pengujian GC yang Tidak Dimodifikasi dalam Larutan Uji Tanpa dan dengan Adanya Arsen (III)

Pengujian dilakukan terhadap GC yang tidak dimodifikasi dalam larutan buffer pH 8 dan dalam larutan yang mengandung arsen (III). Pengukuran dilakukan dengan metode siklik voltametri pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV dengan *scan rate* 100 mV/s.



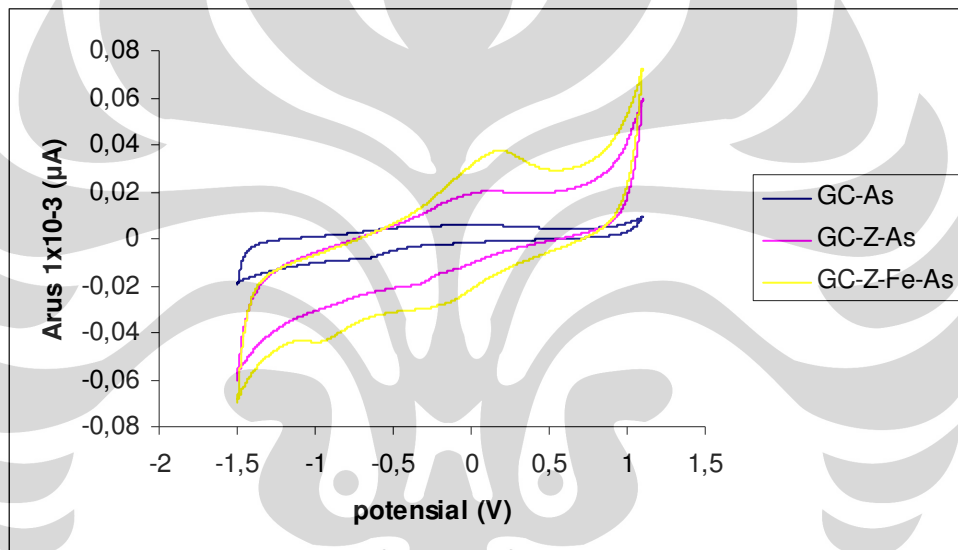
Gambar 4. 8 Siklik voltamogram GC bare dengan adanya arsen dan tanpa adanya arsen

Berdasarkan voltamogram diketahui bahwa kuat arus yang dihasilkan oleh larutan yang mengandung arsen (III) lebih tinggi daripada kuat arus larutan yang tidak mengandung arsen (III). Tidak teramati puncak oksidasi maupun reduksi menunjukkan bahwa GC yang tidak dimodifikasi tidak reaktif pada reaksi oksidasi dan reduksi arsen (III). Kenaikan kuat arus yang dihasilkan pada voltamogram menunjukkan adanya peningkatan kuat ion akibat hadirnya ion As (III).

4.5.2 Pengujian *Glassy Carbon* yang Telah Dimodifikasi dengan Fe^{3+} dan Tanpa Fe^{3+}

Di lakukan pengujian terhadap elektroda *glassy carbon* yang telah dimodifikasi dengan zeolit-Fe dan hanya zeolit saja dengan metode siklik voltametri pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV dan *scan rate* 100

mV/s dengan adanya arsen (III) 30 μM . Dari voltamogram dapat dilihat bahwa GC yang telah dimodifikasi menggunakan zeolit-Fe memberikan respon lebih baik dibandingkan yang hanya dimodifikasi dengan zeolit saja. Hal ini menunjukkan bahwa hadirnya ion Fe^{3+} dapat memfasilitasi terjadi reaksi oksidasi dari arsen, sehingga GC yang dimodifikasi dengan zeolit-Fe memiliki aktiitas katalitik yang lebih baik terhadap reaksi oksidasi arsen.



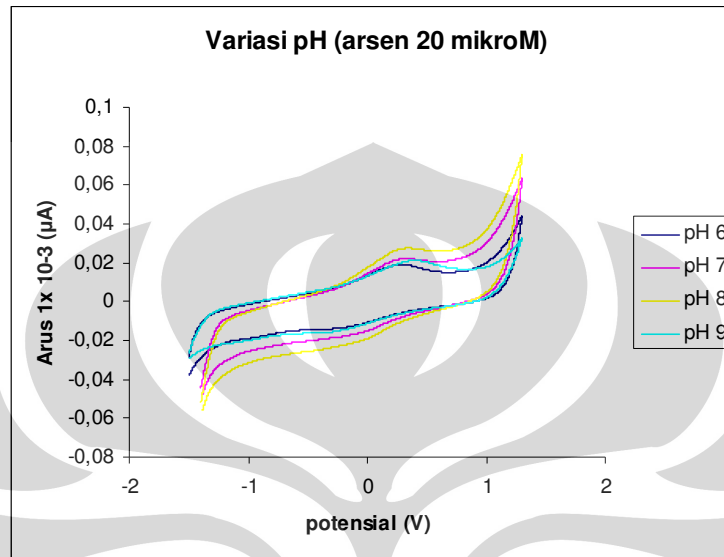
Gambar 4. 9 Siklik volamogram GC yang telah dimodifikasi dengan zeolit dan zeolit-Fe dengan adanya arsen 30 μM

4.6 Optimasi Pengukuran Arsen

4.6.1 Variasi pH

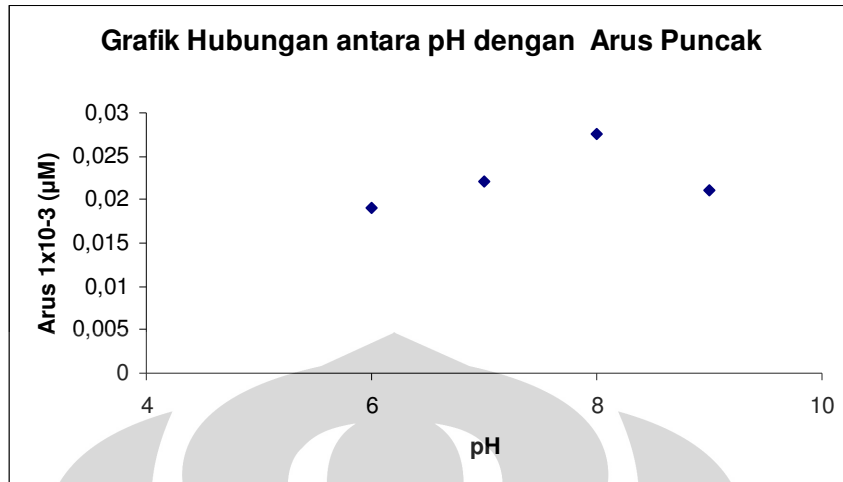
Variasi pH dilakukan untuk mengetahui kondisi terbaik dalam melakukan pengukuran oksidasi katalitik arsenit. Variasi pH dilakukan pada larutan arsen (III) 20 μM dalam buffer fosfat pH 6, 7, 8, dan 9. Pengukuran pH

yang lebih asam tidak dilakukan karena suasana yang terlalu asam dapat merusak struktur zeolit. Hasil voltamogram dapat dilihat pada gambar berikut



Gambar 4. 10 Siklik voltamogram GC-Z-Fe dalam larutan arsen 20 μM dengan variasi pH

Voltamogram menunjukkan bahwa respon arus dihasilkan semakin naik seiring dengan bertambahnya pH, akan tetapi pada pH 9 arus terlihat menurun. Hal ini dikarenakan pada pH yang semakin basa maka gugus OH⁻ dengan ion Fe³⁺ akan membentuk endapan Fe(OH)₃, sehingga ion Fe³⁺ yang dapat memfasilitasi terjadinya oksidasi arsen menjadi berkurang, sehingga didapatkan pH 8 sebagai pH optimum untuk pengukuran.

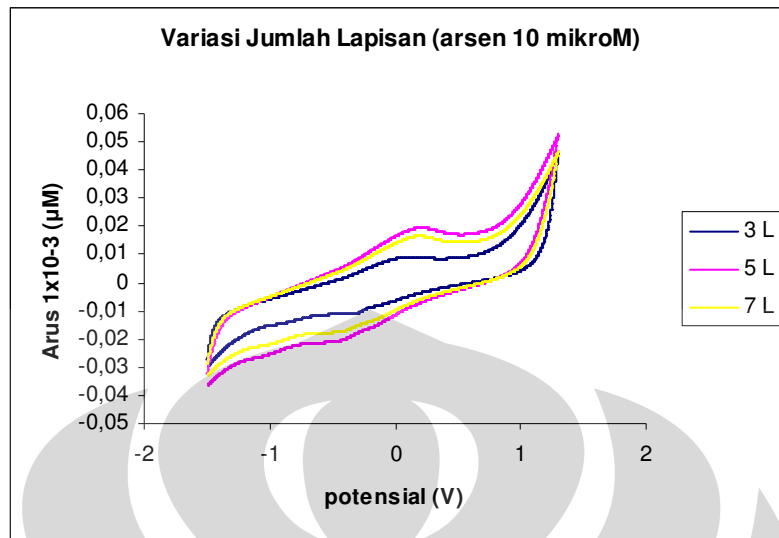


Gambar 4.11 Plot respon arus terhadap pH pada larutan arsen (III) 20 µM

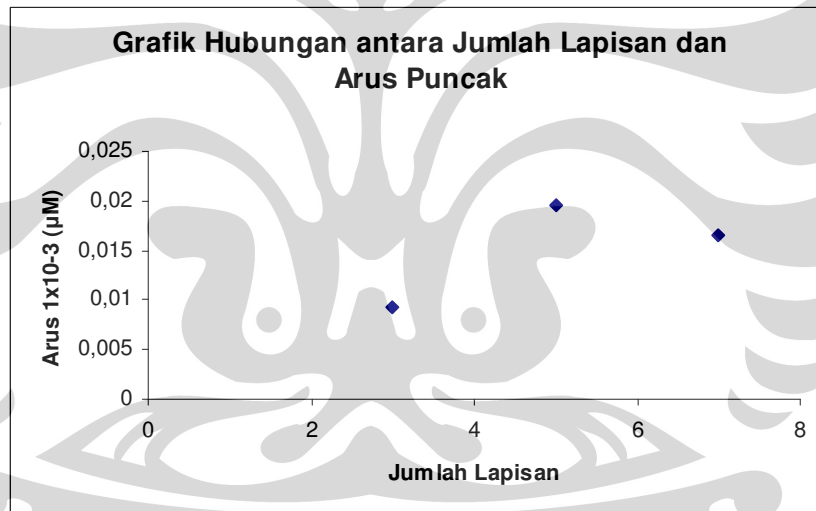
4.6.2 Variasi Jumlah Lapisan

Untuk mengoptimalkan jumlah zeolit yang diimmobilisasi, maka divariasikan jumlah lapisan PDDA dan PSS. Jumlah divariasikan sebanyak 3, 5, dan 7. Pengukuran dilakukan pada konsentrasi larutan arsen (III) sebesar 10 µM.

Pada gambar terlihat pada arus tertinggi diperoleh pada jumlah lapisan sebanyak 5. Sedangkan pada 7 lapisan nilai arus kembali turun. Hal ini dapat disebabkan karena jumlah lapisan yang terbentuk menjadi terlalu tebal, sehingga mengakibatkan terhalangnya transfer elektron dipermukaan elektroda. Oleh karena itu diambil jumlah lapisan yang tidak terlalu tebal tetapi cukup untuk memaksimalkan terjadi transfer elektron. Sehingga didapatkan jumlah lapisan optimum sebanyak 5 lapisan.



Gambar 4. 12 Siklik voltamogram GC-Z-Fe dalam larutan arsen 10 μM dengan variasi jumlah lapisan



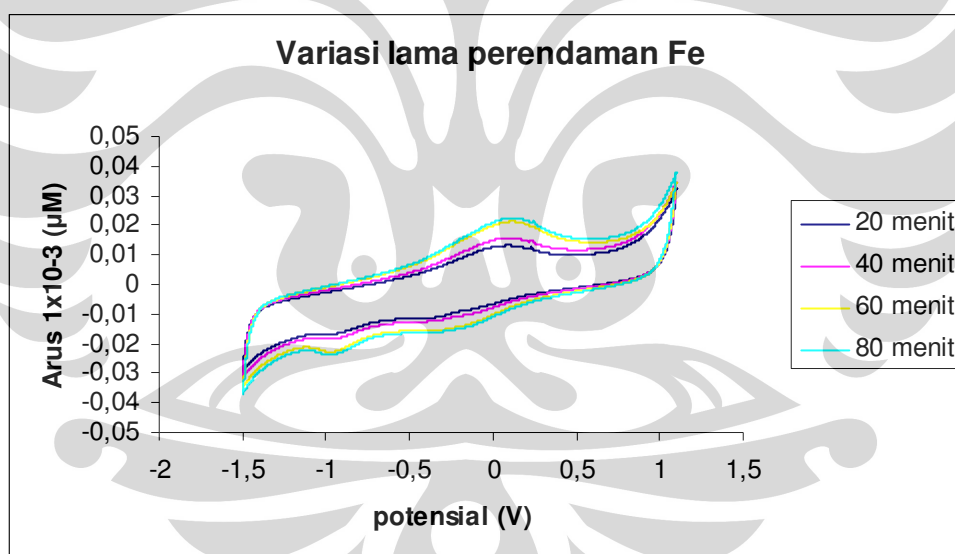
Gambar 4.13 Plot respon arus arsen (III) 10 μM terhadap variasi jumlah lapisan PDDA dan PSS

4.6.2 Variasi Waktu Perendaman Fe^{3+}

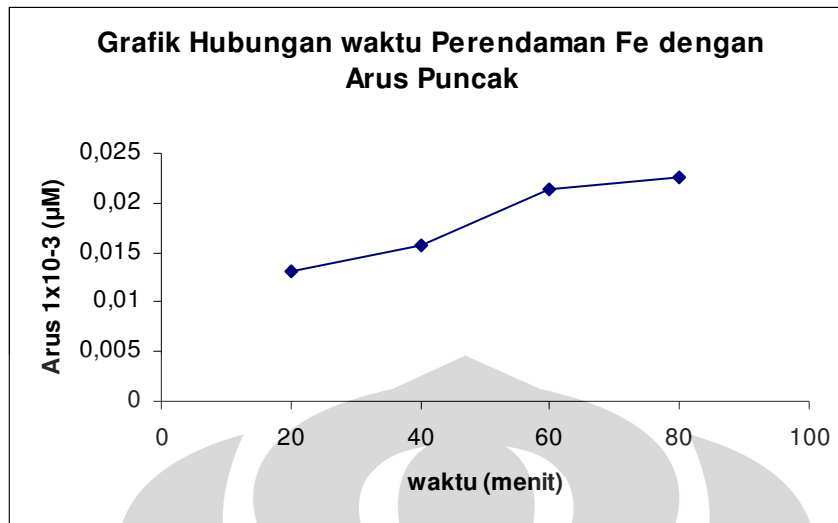
Variasi waktu perendaman Fe^{3+} dilakukan pada variasi waktu 20, 40, 60, dan 80 menit. Berdasarkan hasil pengukuran pada larutan arsen (III) 10 μM terlihat bahwa puncak arus tertinggi pada waktu 80 menit dan arus terendah 20 menit (dapat dilihat pada Gambar 4.14 dan 4.15). Hal ini dapat

disebabkan semakin lamanya waktu perendaman maka akan bertambah pula waktu kontak antara zeolit dengan Fe^{3+} , sehingga interaksi diantara keduanya menjadi lebih kuat dan pada akhirnya akan meningkatkan jumlah ion Fe^{3+} yang teradsorpsi ke permukaan elektroda. Dengan bertambahnya Fe^{3+} yang teradsorpsi maka akan bertambah banyak pula arsen yang teradsorpsi dan akibatnya intensitas arus yang dihasilkan menjadi semakin besar.

Namun demikian, pada perendaman Fe^{3+} selama 80 menit kenaikan arus yang terjadi sudah tidak terlalu signifikan. Sehingga digunakan waktu perendaman selama 60 menit sebagai waktu optimum.



Gambar 4. 14 Siklik voltamogram elektroda GC yang dimodifikasi zeolit dan ion Fe^{3+} dengan variasi waktu perendaman Fe^{3+}



Gambar 4.15 Plot respon arus As(III) 10 µM terhadap variasi waktu lama perendaman Fe³⁺

4.6.3 Penentuan *Scan Rate* Optimum

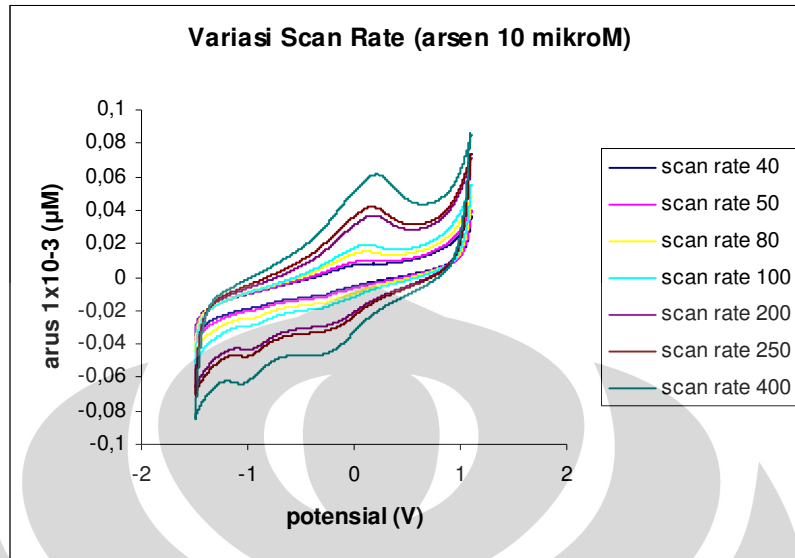
Penentuan *scan rate* optimum dilakukan dengan melakukan variasi *scan rate* 40, 50, 80, 100, 200, 250 dan 400 mV/s. Kondisi pengukuran dilakukan pada rentang potensial -1500 sampai 1100 mV pada larutan uji arsen 10 µM.

Dari Gambar 4.16 dan Gambar 4.17 dapat terlihat bahwa semakin besar *scan rate* yang digunakan maka arus puncak yang dihasilkan akan semakin besar. Hal ini dikarenakan *scan rate* dapat mempengaruhi ketebalan lapisan difusi. Pada *scan rate* yang besar lapisan difusi akan tumbuh lebih dekat dari permukaan elektroda (lapisan difusi tipis) sehingga transfer elektron ke permukaan elektroda menjadi lebih mudah akibatnya arus yang dihasilkan pun semakin besar. Sebaliknya *scan rate* yang kecil akan menyebabkan lapisan difusi tumbuh lebih jauh dari permukaan elektroda

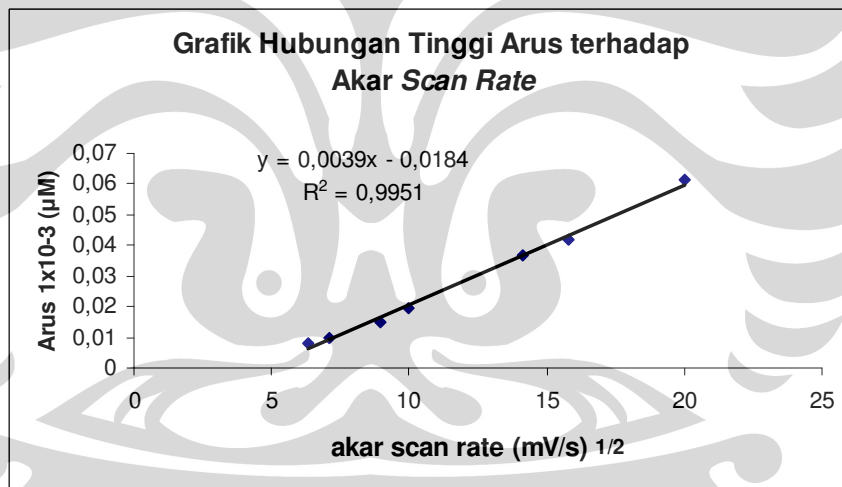
(lapisan difusinya tebal) sehingga proses transfer elektron kepermukaan elektroda menjadi terhambat, akibatnya arus yang dihasilkan pun menjadi lebih kecil.

Hubungan akar *scan rate* $(V^{1/2})$ dengan tinggi arus yang dihasilkan mempunyai respon linier. Hal ini sesuai dengan persamaan Randles-Sevcik, yaitu harga tinggi arus berbanding lurus dengan akar *scan rate*. Besar kelinieran yang didapat dari penelitian ini adalah 0,9951 dengan persamaan $y = 0,0039x - 0,0184$.

Bertambahnya *scan rate* dapat meminimalisasi kemungkinan terjadinya reaksi lain yang ada dalam matriks yang dapat mengganggu munculnya arus puncak. Tetapi *scan rate* yang terlalu cepat dapat mengakibatkan proses oksidasi menjadi tidak sempurna. Jika *scan rate* yang diberikan terlalu lambat maka akan semakin banyak kemungkinan terjadinya reaksi lain di dalam matriks yang mungkin mengganggu oksidasi analit. Oleh karena itu *scan rate* yang digunakan adalah *scan rate* yang tidak memerlukan potensial terlalu positif untuk terjadinya reaksi oksidasi namun cukup untuk meminimalisasi gangguan dalam matriks, yaitu 100 mV/s.



Gambar 4. 16 Voltamogram variasi *scan rate* dalam larutan arsen 10 μM



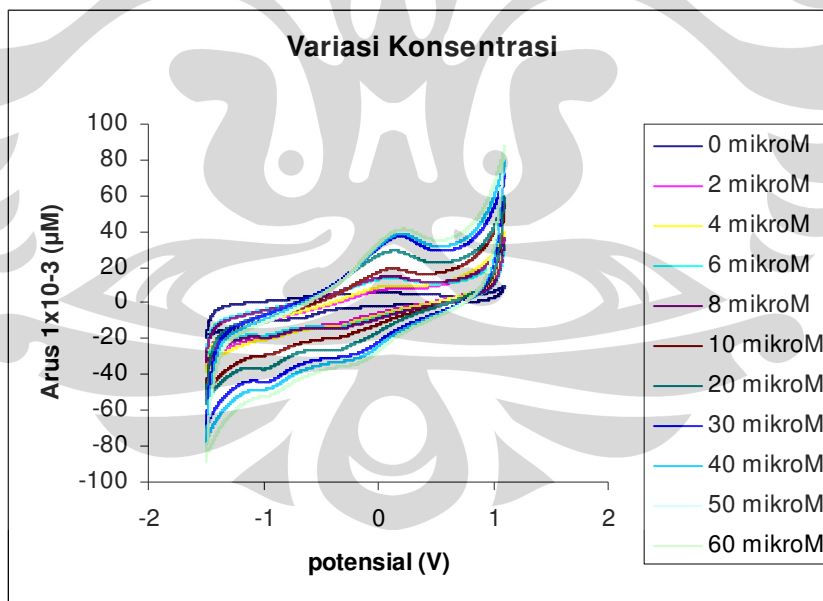
Gambar 4.17 Plot respon arus terhadap akar *scan rate* ($\text{V}^{1/2}$)

4.6. 4 Penentuan Kurva Kalibrasi Linier Elektroda GC-Z-Fe

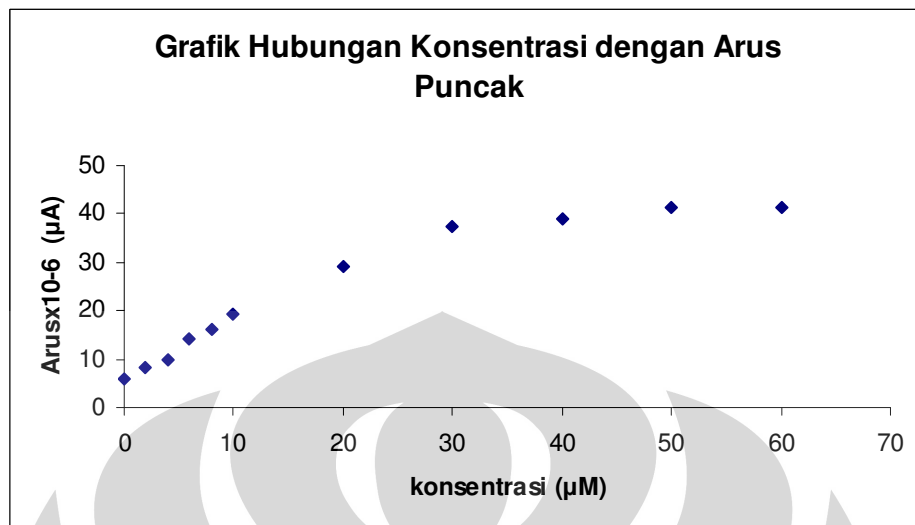
Penentuan kuva kalibrasi linier dilakukan terhadap 11 variasi konsentrasi arsen (III), yaitu 0, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 40, 50, 60 μM . Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV dan *scan rate* 100 mV/s. Masing-masing konsentrasi dilakukan pengulangan pengukuran

sebanyak tiga kali. Dari Gambar 4.18 dan 4.19 terlihat bahwa arus meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi arsen (III). Hal ini dikarenakan dengan dengan bertambahnya konsentrasi arsen (III) maka akan semakin banyak As^{3+} yang bereaksi dengan Fe^{3+} pada permukaan elektroda, sehingga jumlah arsen (III) yang dioksidasi menjadi arsen (V) akan semakin banyak dan arus pun akan meningkat.

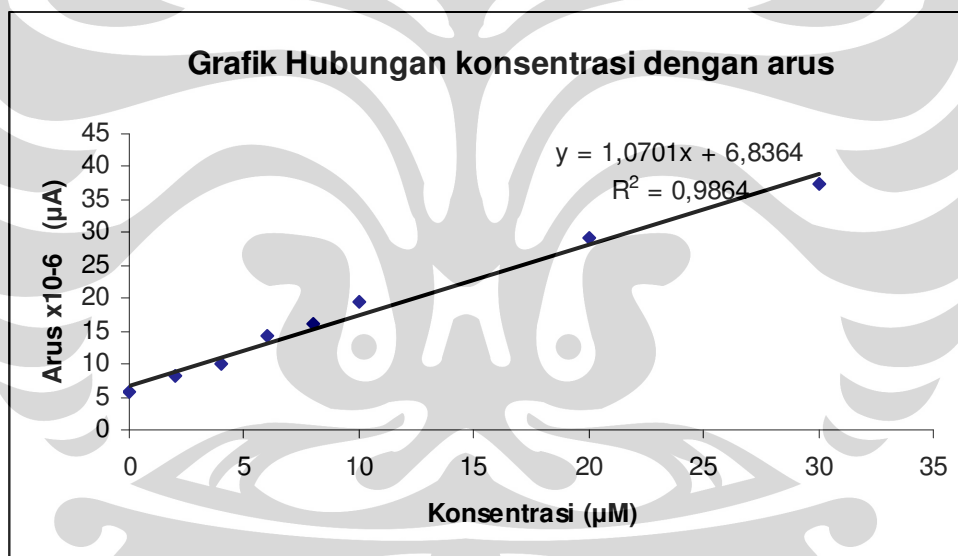
Terlihat pada Gambar 4. 19 kelinieran respon arus terhadap konsentrasi arsen (III) terjaga pada rentang 0 sampai 30 μM . Di atas konsentrasi tersebut sudah tidak ada lagi perubahan arus yang signifikan. Hal tersebut dikarenakan seluruh Fe^{3+} yang terdapat pada permukaan elektroda telah bereaksi seluruhnya dengan As^{3+} (permukaan elektroda telah jenuh).



Gambar 4.18 Siklik voltamogram *glassy carbon* yang telah dimodifikasi dalam berbagai konsentrasi arsen (III)



Gambar 4.19 Plot respon arus terhadap variasi konsentrasi arsen (III)



Gambar 4.20 Kurva kalibrasi arsen (III)

4.7 Penentuan Batas Deteksi Elektroda *Glassy Carbon* yang Telah Dimodifikasi

Batas deteksi atau biasa disebut LOD (*limit of detection*) ditentukan untuk mengetahui kadar minimal arsen yang dapat terdeteksi oleh elektroda GC yang telah dimodifikasi. LOD merupakan kadar arsen yang memberikan

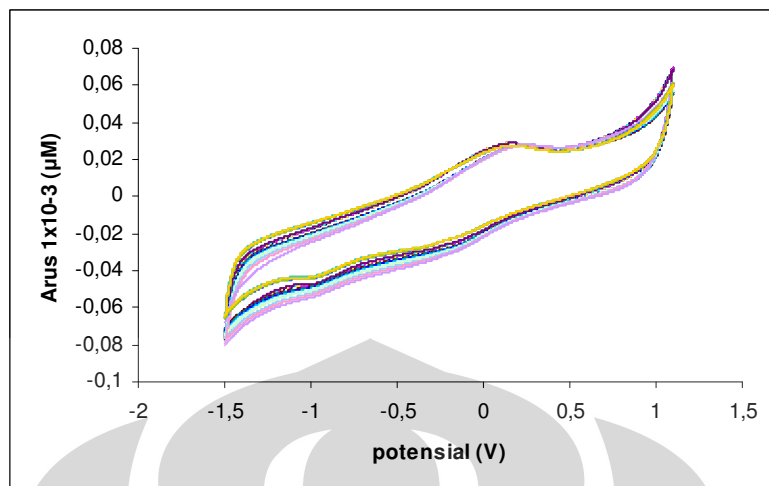
respon arus sebesar arus blanko (respon arus elektroda GC-Z-Fe tanpa adanya arsen ditambah tiga kali simpangan baku blanko).

Penentuan batas deteksi kali ini dilakukan terhadap konsentrasi arsen yang memberikan respon arus linier. Pengukuran respon arus dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV dan *scan rate* 100 mV/s.

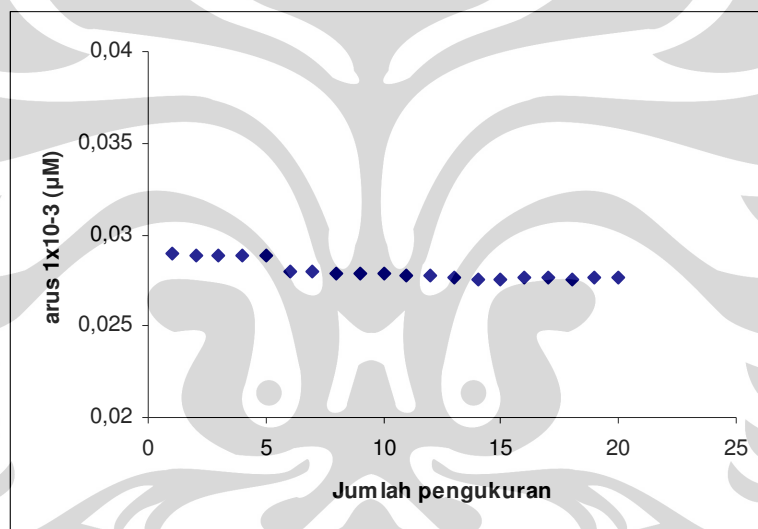
LOD ditentukan dari nilai respon rata-rata yang dihasilkan elektroda GC-Z-Fe terhadap konsentrasi arsen. Berdasarkan perhitungan pada lampiran 3 didapatkan nilai LOD sebesar 0,084 μM . Nilai ini menunjukkan bahwa konsentrasi terendah yang dapat dideteksi oleh elektroda GC-Z-Fe adalah 0,084 μM .

4.8 Penentuan (Kedapat ulangan) *repeatability* Elektroda GC-Z-Fe

Penentuan *repeatability* dilakukan untuk mengetahui presisi dari data yang diperoleh. Pengukuran dilakukan terhadap larutan arsen (III) 20 μM sebanyak dua puluh kali ulangan pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV dan *scan rate* 100 mV/s. Siklik voltamogram hasil pengukuran dapat dilihat pada Gambar 4.21 dan 4.22. Dari hasil pengukuran didapatkan nilai standar deviasi relatif (RSD) sebesar 1,94% (perhitungan pada lampiran 4). Semakin kecil nilai RSD yang diperoleh maka akan semakin baik presisinya.



Gambar 4. 21 Siklik voltamogram larutan arsen 20 μM sebanyak 20 kali pengulangan



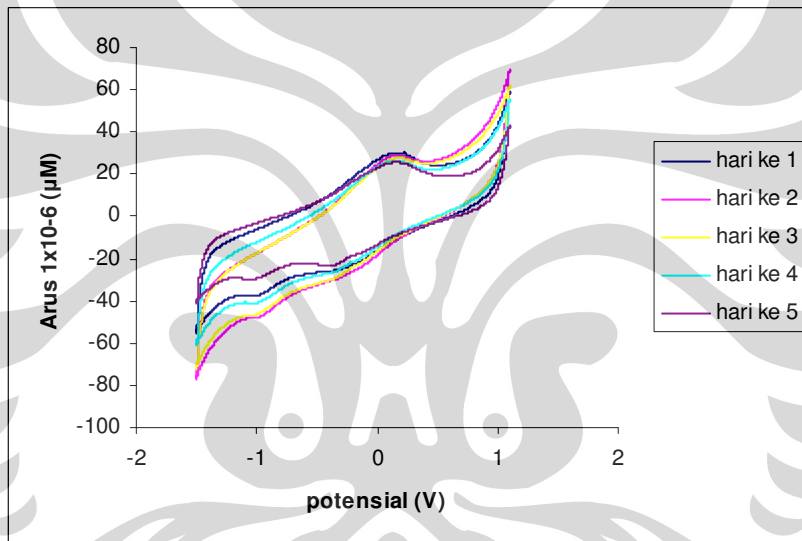
Gambar 4. 22 Plot respon arus larutan arsen (III) 20 μM terhadap jumlah pengukuran pada GC yang telah dimodifikasi

4.9 Pengujian Kestabilan Elektroda GC yang Telah Dimodifikasi

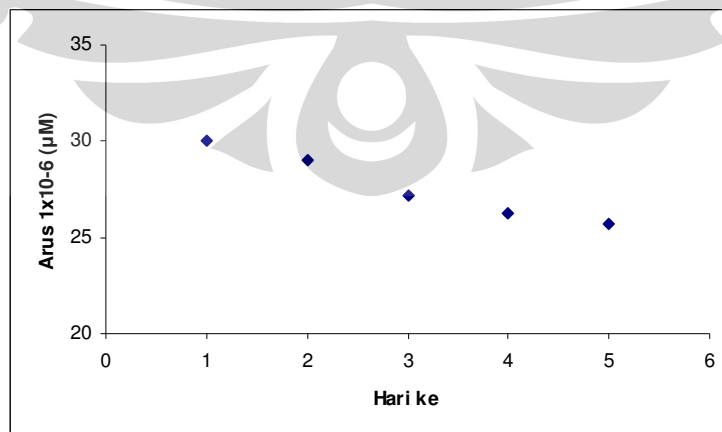
Kestabilan elektroda GC-Z-Fe dapat diketahui dengan mengamati respon arus yang dihasilkan terhadap pengukuran larutan arsen (III) setiap harinya selama lima hari. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -1500 sampai 1100 mV/s dan *scan rate* 100 mV/s. Gambar 4. 23 dan Gambar 4. 24

masing-masing memperlihatkan siklik voltamogram kestabilan GC-Z-Fe setiap harinya.

Dapat dilihat pada Gambar 4.23 dan 4.24 terjadinya penurunan arus. Penurunan arus yang terjadi menunjukkan bahwa kemampuan elektroda GC yang telah dimodifikasi untuk mengoksidasi arsen (III) semakin menurun setiap harinya persen penurunan dapat dilihat pada lampiran 5. Hal ini mungkin terjadi akibat terlepasnya lapisan zeolit-Fe yang terdapat pada permukaan elektroda.



Gambar 4. 23 Siklik voltamogram larutan arsen (III) 20 µM setiap harinya.



Gambar 4.24 Plot respon arus larutan arsen 20 µM terhadap waktu

BAB V

KESIMPULAN

Pada penelitian kali ini telah dibuat zeolit dengan tipe modernit dengan ukuran partikel sekitar 200 nm. Zeolit yang terbentuk ini digunakan untuk memodifikasi permukaan elektroda *glassy carbon*. Modifikasi permukaan elektroda dengan zeolit-Fe dilakukan dengan teknik *layer by layer* (LBL) menggunakan PDDA sebagai polikation dan PSS sebagai polianion.

Dari hasil optimasi kondisi pengukuran arsen (III) pada elektroda karbon yang telah dimodifikasi dengan zeolit-Fe menggunakan metode voltametri siklik didapatkan pH optimum 8 dengan jumlah lapisan polielektrolit (PDDA dan PSS) sebanyak 5 lapisan, lama perendaman di dalam larutan Fe^{3+} 60 menit, dengan *scan rate* 100 mV/s dan kisaran potensial dari -1500 sampai 1100 mV.

Kelinieran respon arus terhadap konsentrasi arsen (III) pada GC yang telah dimodifikasi terjaga pada rentang konsentrasi 0 sampai 30 μM dengan nilai batas deteksi sebesar 0,084 μM . Presisi pengukuran respon arus terhadap larutan arsen (III) 20 μM sebanyak 20 kali pengulangan diperoleh sebesar 1,94% (RSD). Hasil pengujian kestabilan elektroda GC-Z-Fe selama 5 hari menunjukkan bahwa kestabilan elektroda terus berkurang setiap harinya.

DAFTAR PUSTAKA

1. Bioremoval Logam Berat

<http://wwwstd.ryu.titech.ac.jp/~indonesia/zoa/paper/html/papersuhendrayatna.html> 9 Agustus 2008 pukul 14.30

2. Al. Nakib., et.al. Arsenic Detection by Nanogold/Conducting-Polymer-Modified Glassy Carbon Elektrodes. *Journal of Applied Polymer Science*. 2007, 104, 1306-1311.

3. Aurelia, Inezia. 2005. *Studi Modifikasi Glassy Carbon dengan Teknik Elektrodeposisi Iridium Oksida untuk Aplikasi Sebagai Elektroda Sensor Arsen (III)*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.

4. Majid, Ehsan, Sabahudin Hrapovic, et al. Electrochemical Determination of Arsenite Using a Gold Nanoparticle Modified Glassy Carbon Electrode and Flow Analysis. *Anal.Chem.* 2006, 78, 762-769.

5. Xuan, Dai., et.al. *Anodic Stripping Voltametry of Arsenic (III) Using Gold Nanoparticle-Modified Elektroda*. *Anal. Chem.* 2004, 76,5924-5929.

6. Tribidasari A., Ivandini., et.al. 2008. Construction of Gold Nanoparticles Array at Carbon Substrate by Self-Assembly Methode for Sensor and Biosensor Applications (research Proposal For Bangkok Metting).

7. Zhang, Y., et.al. *Fabrication of Ultra thin Nanozeolit Film Modified Electrodes and Their Electrochemical Behavior, Microporous Mesoporous.*, 2003 ,65, 277-285.
8. Walcarius.,A., Factors Affecting The Analytical Application of Zeolit Modified Electrodes : Indirect Detection of Nanoelectroactive Cation Anal.Chim.Acta, 1999, 388, 71-79.
9. Windsor, Carl M. 1998. Computational Studies of Zeolit Catalysis. Rev. Maret : 1 hlm.
[http; /mch3w.ch.man.ac.uk/theory/posters/cmw/poster.htm](http://mch3w.ch.man.ac.uk/theory/posters/cmw/poster.htm)
10. Anwar, Chairil.2000. Aktivitas zeolit-TMA pada Umpan Metanol. Lembar Publikasi Lemigas, 34 (3) :21-26.
11. G.V. Tsitsishvili, et. al. 1992. Natural Zeolit. Ellis Howoord Limited. England.
12. Las, Thamzil. 2004. Potensi zeolit untuk mengolah limbah industri dan radioaktif. Rev. Agustus : 1hlm.
<http://www.batan.go.id/p2plr/artikel/zeolit.html>, 27 oktober, pkl. 10.02
13. Septi, Emernesia S. N. A. 2005. *Studi Perbandingan Zat Pengarah dalam Pembuatan Zeolit ZSM-5 dan Uji Daya Katalitiknya dalam Reaksi Konversi Metanol Menjadi Hidrokarbon Cair.* Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.
14. Saputra, Rodhie.2003. *Pemanfaatan zeolit sintetis sebagai alternatif pengolahan limbah industri.* [http ://www.google.co.id/zeolit](http://www.google.co.id/zeolit). 29 April 2008. Pukul 14:11.

15. Cao, Guozhong. 2004. *Nanostructures dan Nanomaterial*. Imperial College Press. USA.
16. Tri A, Maria. 2006. *Modifikasi Glassy Carbon dan Grafit dengan Teknik Elektrodeposisi Iridium Oksida untuk Aplikasi sebagai elektroda Sensor Merkuri*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.
17. Wang, Joseph. 2000. *Analytical Electrochemistry*, 2nd edition. USA. A John Willey and Sons, Inc.
18. B. K Mandal, K. T. Suzuki. Arsenic Round of the World ; a review, *Talanta.*, 58 (2002) 201-235.
19. Pramasasti, Sisma. 2007. *Modifikasi Elektroda Emas dengan EDTA untuk Mengidentifikasi Ion Hg²⁺*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.
20. Juliana. 2006. *Biosensor Glukosa Berbasis Mediator 1,1' Ferrocene Dicarboxylic Acid secara Voltametri Siklik*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.
21. Cyclic Voltametri
www.bath.ac.uk/chsacf/java/electrochemistry/elec/15html/ar.htm.
10 Januari 2008 pukul 09.45
22. Aplesiasfika, Haqiki. 2007. *Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dengan Teknik Immobilisasi TiO₂@Au Nanopartikel dalam Sistem Centrifugal Cylindrical Glass Cell (CCGC)*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.

23. Mariana, R.Flora. 2004. *Sensor Glukosa secara Voltametri Siklik dengan Menggunakan Elektroda Kabon Pasta yang Dimodifikasi dengan Glukosa Oksidase dan p-benzokinon*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.
24. Pencemaran Arsen
www.freewebs.com/arsenpapdi/index.htm 9 Januari 2008 pk1 14.00
25. Mitra G.B. dan Bhattacharjee S. 1996. X Ray Diffraction Studies on Transformation of kaolin into Metakaolin I. *The American Mineralogist*. Vol. 54.
26. Mikroskop dan Teknologi Nano
[http://www.beritaiptek.com/zberita-beritaiptek-2006-04-05-Mikroskop-dan-Teknologi-Nano-\(1\).shtml](http://www.beritaiptek.com/zberita-beritaiptek-2006-04-05-Mikroskop-dan-Teknologi-Nano-(1).shtml). 14 September 2008. pk.10.00
27. Elektron Microscopy
<http://www.fei.com/uploadedfiles/Documents/Content/2006.AllYouWanted.pb.pdf>. 14 September 200 pk. 11.30.
28. Tosheva, Lubomira and Valentine P. Nanozeolit : Synteshis, Cristallization Mechanism, and Applications. *Chem. Mater.* 2005, 17, 2494-2513.
29. Structure of Graphite.
www.scifun.ed.ac.uk/.../graphite-layer.jpg 14 November 2008
pk. 19. 40.

30. Structure of Diamond.

<http://newton.ex.ac.uk/~/sque/diamond/structure/> 14 November 2008.

pk 20.00

31. Buckyball.

<http://www.nanotech-now.com./nanotube-buckyball-sites.htm>

14 November 2008. pk 20.30.

32. Structure of Amorphous Carbon.

<http://vislab.uq.edu.au./research/carbon/images/nigel.gif>.

14 November 2008. . pk. 20.30.

33. Irradiated of Suspended Carbon Nanotubes

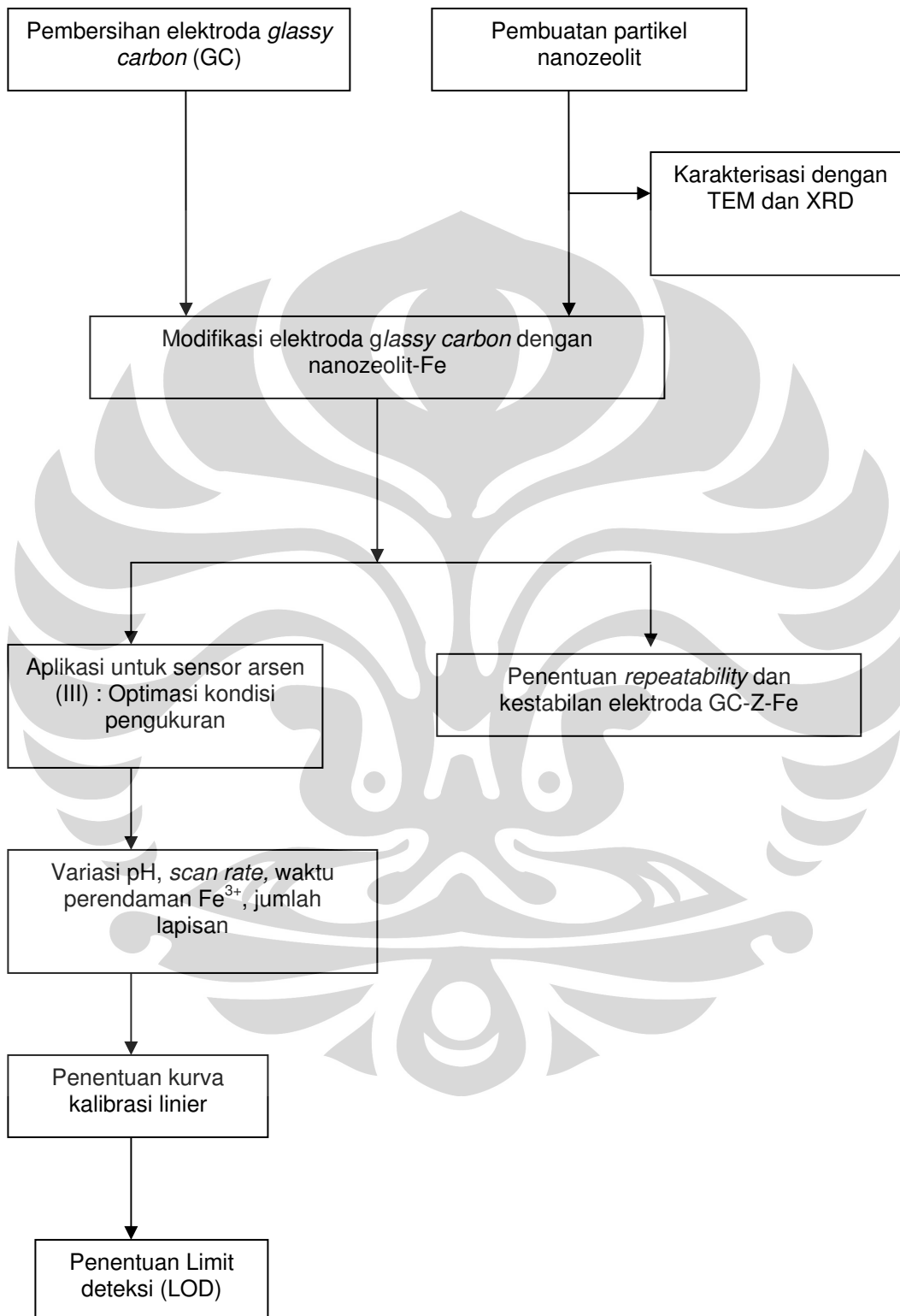
<http://beam.helsinki.fi./nanotubes/suspended/sub/bs/jpg>

14 November 2008. pk. 20.30.



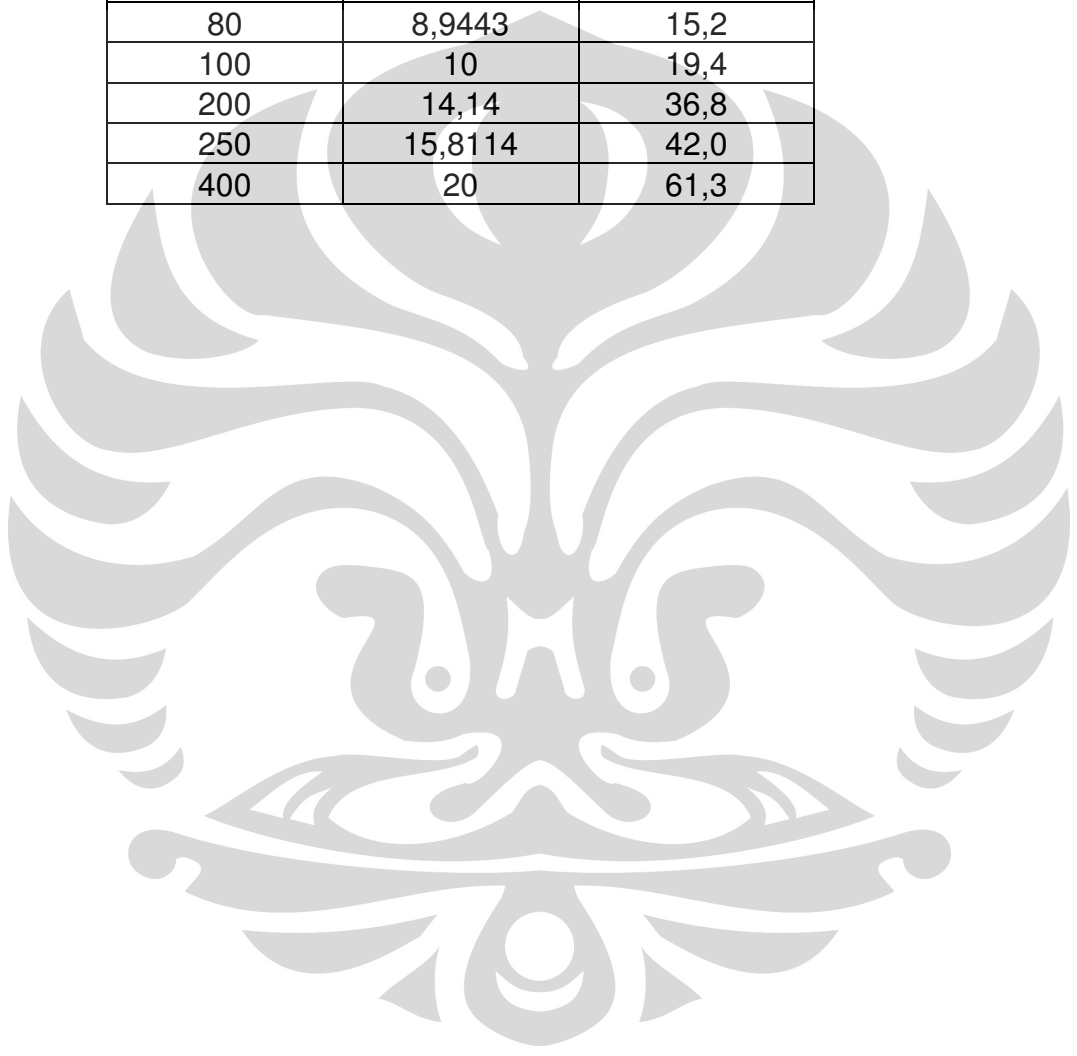


Lampiran 1. Skema kerja penelitian



Lampiran 2. Data tinggi arus puncak terhadap akar *scan rate*

Scan Rate (mV/s)	Akar scan rate	Arus Puncak $1 \times 10^{-3} (\mu\text{A})$
40	6,3245	8,09
50	7,0712	10
80	8,9443	15,2
100	10	19,4
200	14,14	36,8
250	15,8114	42,0
400	20	61,3



Lampiran 3. Data tinggi arus penentuan kurva kalibrasi linier dan penentuan Batas deteksi (LOD)

a. Data tinggi arus puncak terhadap variasi konsentrasi arsen (III)

Konsentrasi arsen (III) (μM)	Arus 1 (1×10^{-6}) (μA)	Arus 2 (1×10^{-6}) (μA)	Arus 3 (1×10^{-6}) (μA)	Arus Rata-rata (1×10^{-6}) (μA)
0	5,82	5,79	5,76	5,79
2	7,92	8,12	8,02	8,08
4	10,2	9,95	9,46	9,93
6	15,2	14,6	13,1	14,3
8	15,9	16,7	15,2	16,1
10	18,9	19,8	19,5	19,4
20	29	30,1	28,5	29,2
30	38,2	37,2	37,2	37,5
40	39	39,3	38,8	39
50	41,1	40,9	41,5	41,3
60	42,7	41,7	39,8	41,4

b. Penentuan batas deteksi (LOD)

Daerah kelinieran respon arus terhadap konsentrasi arsen (III)

Konsentrasi arsen (III) (μM)	Arus rata-rata $\times 10^{-6}$ (μA)
0	5,79
2	8,08
4	9,93
6	14,3
8	16,1
10	19,4
20	29,2
30	37,5

Daerah kelinieran respon arus diplot terhadap konsentrasi arsen (III), maka didapatkan persamaan garis :

$$Y = 1,0101X + 6,8364$$

Batas deteksi / Limit deteksi (LOD) ditentukan dengan :

$$\text{LOD} = a + 3S_0$$

Dengan S_0 adalah standar deviasi untuk larutan uji tanpa arsen (III)

$$\text{LOD} = 6,8364 + 3(0,03)$$

$$\text{LOD} = 6,9264$$

LOD yang didapat kemudian disubstitusikan sebagai nilai Y pada persamaan

$$Y = 1,0101X + 6,8364$$

Sehingga didapatkan nilai limit deteksi pada $0,084 \mu\text{M}$

Lampiran 4. Data tinggi arus penentuan *repeatability* elektroda GC-Z-Fe

Jumlah Pengukuran	Arus Puncak 1×10^{-5} (μA)
1	2,90
2	2,88
3	2,89
4	2,89
5	2,89
6	2,80
7	2,80
8	2,79
9	2,79
10	2,79
11	2,78
12	2,78
13	2,77
14	2,75
15	2,75
16	2,76
17	2,76
18	2,75
19	2,76
20	2,76

%RSD dihitung dengan cara :

$$\% \text{ RSD} = (\text{Standar Deviasi} / \text{Arus rata-rata}) \times 100 \%$$

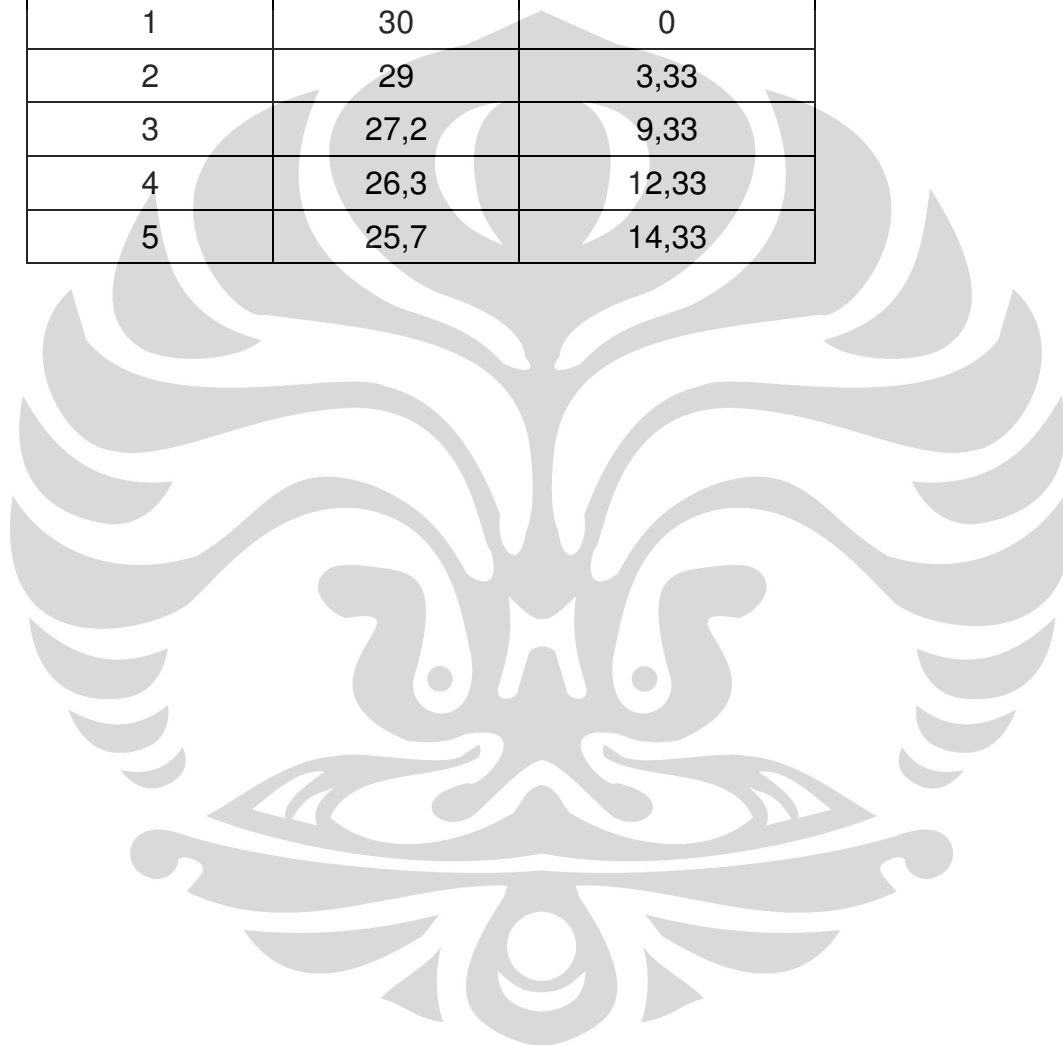
$$\text{Arus rata-rata} = 2,802$$

$$\% \text{RSD} = (0,0545/2,802) \times 100\%$$

$$= 1,94 \%$$

Lampiran 5. Data tinggi arus pengujian kestabilan elektroda *glassy carbon* yang dimodifikasi

Hari ke	Arus 1×10^{-6} (μA)	% penurunan arus
1	30	0
2	29	3,33
3	27,2	9,33
4	26,3	12,33
5	25,7	14,33



Lampiran 6. Data Pengukuran XRD

a. Standar zeolit tipe modernit

MOR

Mordenite

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

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

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

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

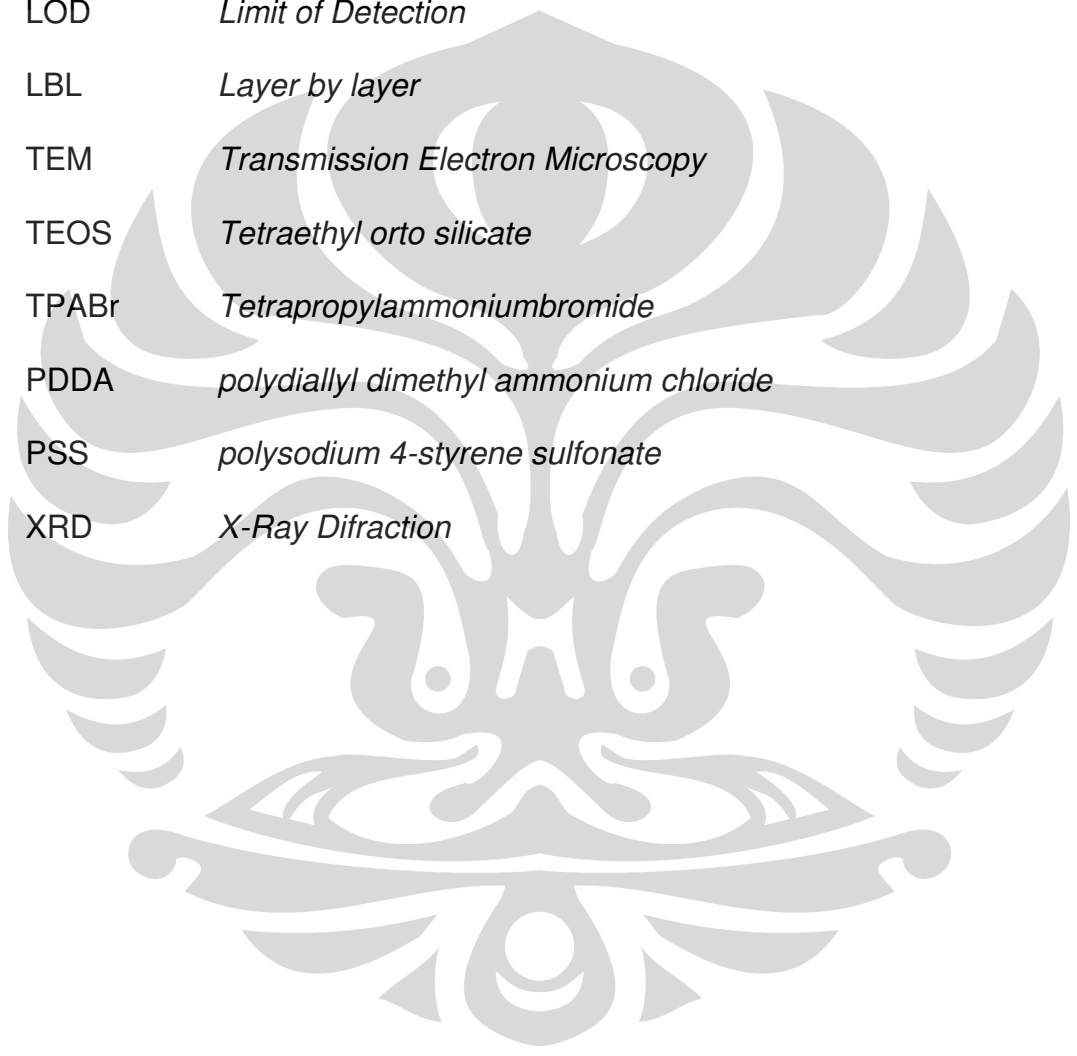
<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	
1	1	0	6.51	13.581	4	100.0	5	3	1	30.34	2.946	8	0.3	3	7	2	41.81	2.160	8	1.8	
0	2	0	8.61	10.265	2	13.1	2	6	1	30.34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

Lampiran 6. lanjutan

b. Data XRD hasil pengukuran

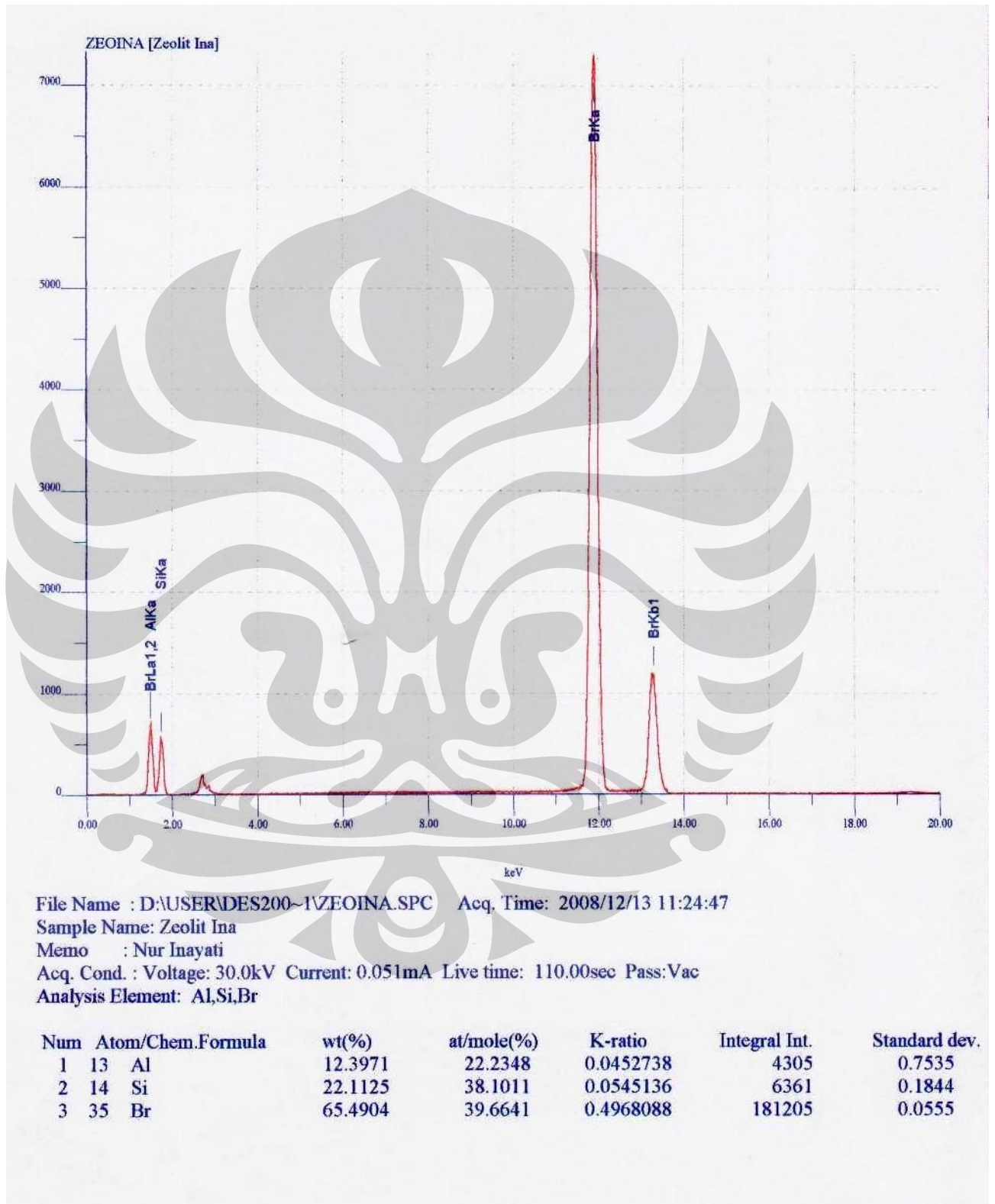
No.	Pos. [°2Th.]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	13,2442	0,576	111,24	144,84	74,52
2	17,8545	0,576	23,87	31,08	15,99
3	22,1321	0,384	99,51	194,36	100
4	25,2566	0,576	130,06	169,35	87,13
5	26,8555	0,48	56,5	88,28	45,42
6	30,4259	0,576	28,2	36,72	18,89
7	34,423	0,768	11,83	11,55	5,94
8	36,3167	0,576	16,1	20,97	10,79
9	38,0629	0,576	19,8	25,78	13,27
10	39,8932	0,576	9,94	12,94	6,66
11	46,7121	0,576	19,07	24,84	12,78
12	52,1394	0,576	10,32	13,44	6,92
13	70,7131	0,96	5,32	4,15	2,14

Lampiran 7. Daftar Singkatan



GC	<i>Glassy Carbon</i>
GC-Z-Fe	<i>Glassy Carbon-Zeolit-Fe</i>
LOD	<i>Limit of Detection</i>
LBL	<i>Layer by layer</i>
TEM	<i>Transmission Electron Microscopy</i>
TEOS	<i>Tetraethyl orto silicate</i>
TPABr	<i>Tetrapropylammoniumbromide</i>
PDDA	<i>polydiallyl dimethyl ammonium chloride</i>
PSS	<i>polysodium 4-styrene sulfonate</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>

Lampiran 8. Data XRF (X-ray Fluorescence)



Lampiran 8. lanjutan

