

**SINTESIS NANOZEOLIT TIPE FAUJASITE DENGAN TEKNIK *SEEDING*  
YANG DITUMBUHKAN PADA PERMUKAAN *GLASSY CARBON***

**HANY TOVINA**

**0305030255**

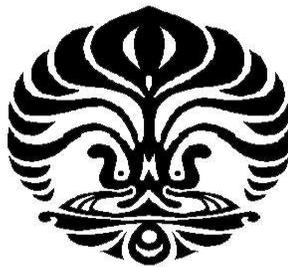


**UNIVERSITAS INDONESIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
DEPARTEMEN KIMIA  
DEPOK  
2009**

**SINTESIS NANOZEOLIT TIPE FAUJASITE DENGAN TEKNIK *SEEDING*  
YANG DITUMBUHKAN PADA PERMUKAAN *GLASSY CARBON***

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

**Oleh:  
HANY TOVINA  
0305030255**



**DEPOK  
2009**

SKRIPSI : SINTESIS NANOZEOLIT TIPE FAUJASITE DENGAN  
TEKNIK *SEEDING* YANG DITUMBUHKAN PADA  
PERMUKAAN *GLASSY CARBON*

NAMA : HANY TOVINA

NPM : 0305030255

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, DESEMBER 2009

Dr. Ivandini T. A. S.Si., M.Si.

PEMBIMBING I

Dr. Yuni K. Krisnandi S.Si., M.Sc.

PEMBIMBING II

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana : .....

Penguji I : .....

Penguji II : .....

Penguji III : .....

## KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim,

Segala puji syukur Alhamdulillah kepada Allah swt karena atas izin-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Maksud dari skripsi ini adalah sebagai syarat lulus dari program sarjana Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia.

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. Yuni Krisyuningsih Krisnandi 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 dan Ibu dosen Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia yang telah banyak memberikan ilmu.
4. Ibu Dr. Widayanti Wibowo selaku Pembimbing Akademik.
5. Mama, Papi, Lanti dan teh Rani yang selalu memberikan doa restu, dukungan dan cinta kasih.
6. Keluarga Om Hadi Satyagraha dan Tante Emmy atas dukungan selama ini.
7. Mamih, Babeh, Aldi, dan Kak Nissa yang telah memberikan dukungan dan rasa kekeluargaan selama di Depok.

8. Keluarga besar di Anyer, Om, Tante, Ua, Tete, Aa, dan Adik-adik, atas dukungan dan doa restu.
9. Ari sahabat seperjuangan selama di UI, yang telah memberikan rasa persahabatan dan dukungan selama ini.
10. Rahmat Afif (Apip) yang selalu mendukung dan ada dalam keluh kesah selama penulisan skripsi ini.
11. Kak Irwansyah yang selalu memberikan ilmu dan membantu masa-masa sulit dalam penulisan skripsi ini.
12. Teman-teman *The Asrama'ers* Cicilia, Ercil, Simas, TJ, Cepitkuw, dan Elichan, yang selalu memberikan dukungan, kebersamaan, dan kenangan yang tidak terlupakan.
13. Teman-teman kimia angkatan 2005.
14. Teman-teman penelitian lantai 3 dan 4 yang telah sering direpotkan oleh penulis.
15. Keluarga besar di Dept. Kimia.

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.

Penulis

2009

## ABSTRAK

Sintesis nanozeolit dilakukan dengan menggunakan teknik *seeding*, dimana *seed* merupakan zeolite Y dengan *tetraethyl ortho silicate* (TEOS) sebagai sumber silika, *aluminium isopropoxide*  $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$  sebagai sumber aluminium dan *tetramethylammoniumhydroxide* (TMAOH) sebagai *template* (zat pengarah). Proses dilakukan dalam kondisi hidrotermal, dimana sintesis zeolite dikondisikan menyerupai sintesis yang terjadi pada alam semesta. Tujuan penelitian ini adalah membuat nanozeolit tipe *Faujasite* dengan teknik *seeding* agar didapat ukuran dan struktur nanozeolit yang seragam dan menghindari terjadinya pembentukan agregat.

Perbedaan perbandingan Si/Al, jenis *template* dan pH akan mempengaruhi hasil dan proses kristalisasi zeolit yang terbentuk. Kondisi optimum untuk pertumbuhan kristal zeolite adalah pada pH 9, dengan lama pertumbuhan kristal FAU selama 20 jam, pada suhu  $100^\circ\text{C}$ , pada plat *glassy carbon* yang termodifikasi PDDA, PSS, PDDA, dan dengan variasi jumlah lapisan *seed* (1 kali, 2 kali, dan 3 kali pelapisan) pada permukaan *glassy carbon*. Pertumbuhan struktur dan ukuran zeolite yang seragam dihasilkan pada permukaan *glassy carbon* dengan 1 kali pelapisan *seed*.

Kata Kunci : Faujasite, modifikasi *glassy carbon*, nanozeolit, *seeding*

xi+ 59 hlm. ; gbr.; lamp.

Bibilografi : 25 (1992-2009)

## DAFTAR ISI

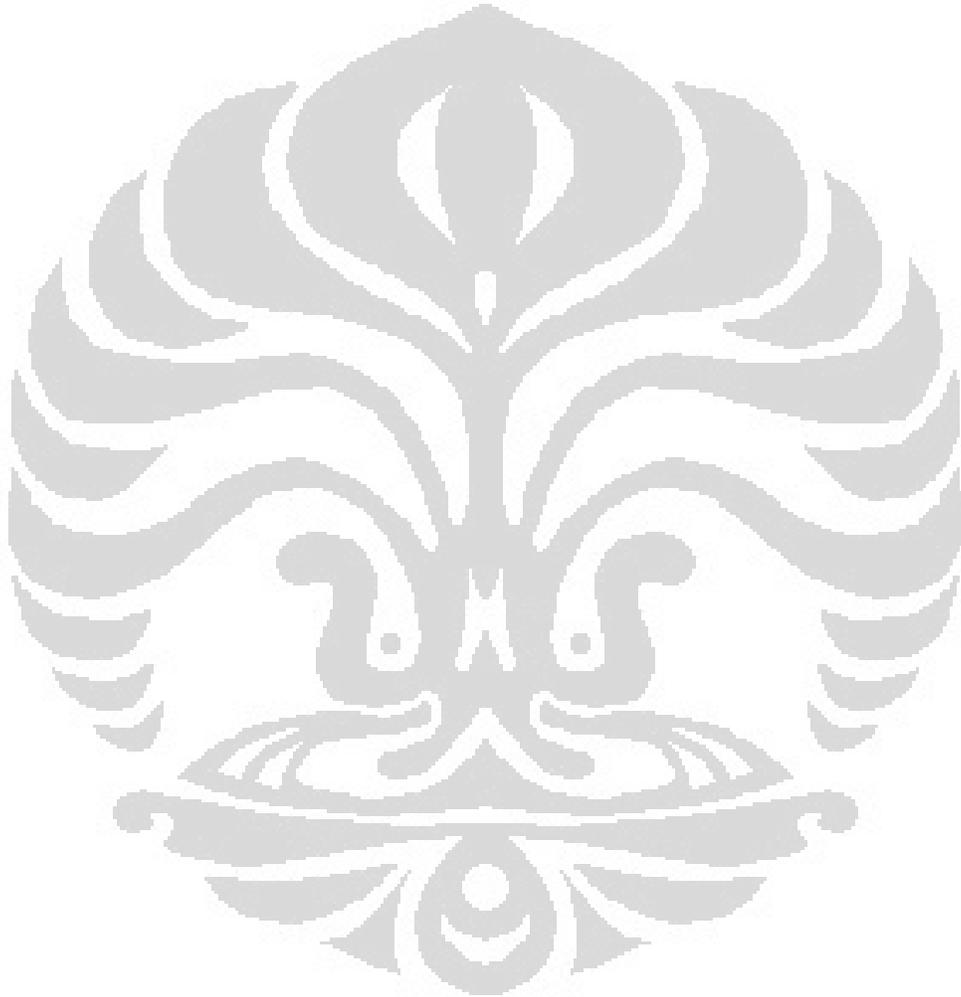
Halaman	
KATA PENGANTAR .....	i
ABSTRAK .....	iii
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	3
1.3 Rumusan Masalah .....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Zeolit .....	5
2.1. 1 Kerangka Zeolit .....	7
2.1.2. Pembuatan Zeolit .....	10
2.1.3. Sifat dan Penggunaan Zeolit .....	11
2.1.4. Tipe Zeolit .....	12
2.1.5 Faujasite .....	13
2.2. Nanopartikel .....	14
2.2.1 Nanozeolit .....	15
2. 3 Karbon .....	15
2.3.1 Elektroda Karbon .....	18

2.3.2 Glassy Carbon .....	19
2.4 SEM ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> atau <i>Secondary Electron Microscopy</i> ).....	20
2.5 XRD (X-ray Diffraction) .....	23
BAB III. PERCOBAAN .....	27
3.1 Alat dan Bahan .....	28
3.1. 1 Bahan yang digunakan .....	28
3.1.2 Alat yang Digunakan .....	28
3.2. Prosedur Percobaan .....	29
3.2.1 Pembuatan Larutan.....	29
3.2.1.1 Pembuatan larutan Buffer Fosfat pH 9 .....	29
3.2.1.2 Pembuatan Larutan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 0,1 M.....	29
3.2.1.3 Pembuatan Larutan NaCl 0,1 M.....	30
3.2.1.4 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M .....	30
3.2.1.5 Pembuatan larutan NH <sub>4</sub> OH 0,1 M .....	30
3.2.1.6 Pembuatan Larutan PDPA ( <i>polydiallyl dimethyl ammonium chloride</i> ) .....	30
3.2.1.7 Pembuatan Larutan PSS.....	30
3.2.1.8 Pembuatan Larutan Asam untuk Pembersihan Elektroda .....	30
3.2.1.9 Pembuatan Larutan Basa untuk Pembersihan Elektroda.....	31
3.2.2 Modifikasi Elektroda <i>Glassy Carbon</i> dengan Zeolit... ..	31

3.2.2.1 Preparasi Elektroda.....	31
3.2.2.2 Sintesis Seed .....	31
3.2.2.3 Preparasi Koloidal Prekursor Nanozeolit tipe FAU .....	32
3.2.2.4 Pelapisan Glassy Carbon dengan Polielektrolit dan Seed .....	33
3.2.2.5 Immobilisasi Nanozeolit pada Glassy Carbon .....	33
3.2.2.6 Karakterisasi .....	34
3.2.2.7 Sintesis bubuk zeolit FAU .....	34
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	35
4.1. Sintesis Seed .....	35
4.2. Karakterisasi Seed .....	39
4.2.1 Karakterisasi Seed dengan XRD .....	39
4.2.2. Karakterisasi Seed dengan XRF .....	41
4.3. Preparasi Elektroda Glassy Carbon .....	41
4.4. Modifikasi Elektroda Glassy Carbon .....	42
4.4.1 Pelapisan GC dengan Seed dan Polielektrolit.....	42
4.4.2 Sintesis Nanozeolit Tipe FAU.....	44
4.4.3 Karakterisasi XRD.....	45
4.4.4 Karakterisasi SEM.....	47
BAB V. KESIMPULAN .....	53
DAFTAR PUSTAKA.....	55

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 . XRF Seed .....	59



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Perkembangan nanoteknologi yang semakin pesat, memberikan peluang kepada para peneliti untuk berlomba-lomba dalam melakukan perubahan sifat atom atau molekul ke arah yang lebih baik, bila dibandingkan dengan ukuran pada skala makro. Dewasa ini, nanopartikel telah banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti elektronik, kedokteran, industri kimia & kosmetik, kedirgantaraan bahkan kepentingan di bidang ekonomi. Dalam perkembangannya, prospek nanoteknologi ini akan semakin meningkat seiring dengan ditemukannya aplikasi-aplikasi baru lainnya.

Sejumlah metode telah dikembangkan untuk sintesis nanologam, antara lain reaksi reduksi secara kimia, fotoreduksi, dekomposisi termal, dan reduksi secara elektrokimia.<sup>2</sup> Faktor krusial yang sering terjadi pada metode-metode tersebut adalah adanya agglomerasi nanopartikel saat sintesis dan sesudah sintesis.<sup>3</sup> Umumnya digunakan senyawa-senyawa organik sebagai agen pelindung, seperti surfaktan, polimer, dan ligan untuk menjaga kestabilan nanopartikel agar tetap terpisah satu sama lain.

Di sisi lain, zeolit merupakan senyawa dengan struktur aluminasilikat yang memiliki pori-pori. Adanya pori-pori dan rongga memungkinkan terperangkapnya partikel logam secara selektif dalam struktur zeolite.

Struktur dan kerangka zeolit menjadikan zeolit memiliki kegunaan, sifat yang unik, dan kemudahan dimodifikasi, sehingga penelitian mengenai zeolit berkembang pesat.

Seiring dengan berkembangnya aplikasi menggunakan zeolit, lapisan film tipis berasal zeolit digunakan sebagai membran yang memiliki potensi kualitas tinggi bagi perindustrian. Selektifitas membran yang memiliki kemudahan dilewati oleh fluks bergantung pada ketebalan dan sifat dari lapisan membran tersebut. Sehingga membran ini sering dimanfaatkan dalam perindustrian.

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis dan modifikasi partikel zeolit menjadi berukuran nano (yang disebut juga nanozeolit) sehingga zeolit tersebut memiliki luas permukaan yang lebih besar, dan ukuran yang lebih seragam serta merubah sifat permukaan. Sintesis dilakukan dengan metode *seeding* yakni dengan cara menumbuhkan silika/alumina yang dibatasi oleh besarnya ukuran *seed*, sehingga struktur zeolit yang terbentuk terbatas pada ukuran nanometer. Proses sintesis ini berada pada kondisi hidrotermal. Sol Kristal nanozeolit ditumbuhkan pada *seed* yang telah terdispersi sebelumnya pada elektroda *glassy carbon* yang telah termodifikasi oleh lapisan polimer, dan modifikasi ini ditentukan oleh jenis muatan permukaan zeolit. Sehingga digunakan polidialildimetil klorida (PDDA) dan poli-4-sodiumstirensulfonat (PSS) sebagai pelapis *glassy carbon*.

## 1.2. Rumusan Masalah

Faktor krusial yang sering terjadi pada metode-metode sintesis nanopartikel adalah adanya aglomerasi nanopartikel saat sintesis dan sesudah sintesis.<sup>3</sup> Telah banyak digunakan senyawa-senyawa organik sebagai agen pelindung, seperti surfaktan, polimer, dan ligan untuk menjaga kestabilan nanopartikel agar tetap terpisah satu sama lain, namun masih belum cukup ekonomis, dan belum memberikan hasil yang memuaskan.

## 1.3. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode sintesis nanozeolite tipe Faujasite (FAU) yang ditumbuhkan pada permukaan *glassy carbon*.

## 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.<sup>4</sup>

Berdasarkan proses pembentukannya zeolit diklasifikasikan menjadi dua, yaitu:

##### a. Zeolit Alam

Zeolit alam merupakan zeolit yang terbentuk karena proses alam (Zeolitisasi), biasanya ditemukan dalam sedimen sebagai hasil alterasi debu-debu vulkanik (yang mengandung Si). Dalam proses sedimentasi tersebut mineral-mineral lain seperti felspar dan kwarsa juga ikut tercampur, sehingga membentuk kompleks zeolit yang tidak teratur dan tidak seragam. Karena ketidakaturan inilah sampai awal 1940's usaha untuk membuat zeolit dilakukan oleh mineralogist yang tertarik dengan kestabilan zeolit dengan mineral lainnya. Union Carbide mengawali sintesis zeolit sebagai *molecular sieve*, memulai riset pada tahun 1948 dalam adsorpsi untuk pemurnian, pemisahan dan katalis.<sup>6</sup>

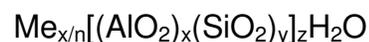
## b. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik dapat dibuat pada kondisi hidrotermal. Sistem hidrotermal merupakan sistem tertutup dengan memakai air sebagai pelarut, sehingga menghasilkan tekanan uap air pada sistem tersebut.

Zeolit merupakan mineral aluminasilikat terhidrat yang dapat mengikat molekul air secara reversibel. Kerangka dasar struktur zeolit dibentuk oleh satuan-satuan tetrahedral  $\text{SiO}_4^{4-}$  dan  $\text{AlO}_4^{5-}$  secara tiga dimensi membentuk rongga-rongga dan saluran-saluran berdimensi molekular yang saling berhubungan satu sama lain melalui penggunaan bersama atom oksigen ujung.<sup>4</sup>

Di dalam struktur zeolit, atom Si bervalensi empat, sedangkan atom Al bervalensi tiga atau muatan elektron  $\text{SiO}_4$  berbeda satu muatan dengan muatan  $\text{AlO}_4$ , sehingga untuk menyeimbangkan muatan tersebut masuklah kation-kation logam alkali atau alkali tanah di dalam rongga-rongganya, seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , dan  $\text{Ba}^{2+}$ . 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.<sup>1</sup>

Secara umum, unit sel zeolit ditulis sebagai sebagai berikut :

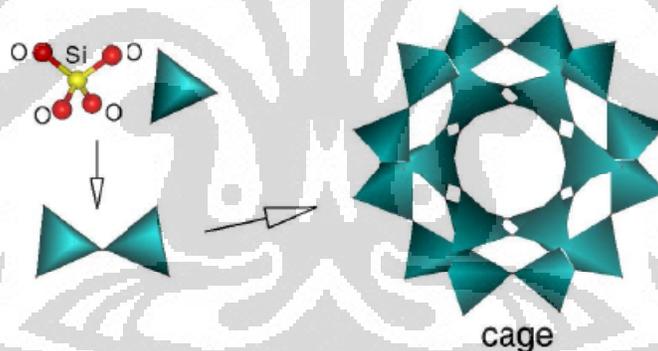


Dimana :    Me    = kation alkali atau alkali tanah  
                   n    = valensi logam alkali  
                   x    = bilangan tertentu (2 s/d 10)

y = bilangan tertentu (2 s/d 7)

z = bilangan tertentu

Struktur zeolit tersusun dari dalam tiga komponen utama yaitu rangka aluminosilikat, kation yang mengisi ruang kosong, dan molekul air dalam fase occluded.<sup>5</sup> Bentuk geometri primer zeolit adalah tetrahedral dengan atom pusatnya Si atau Al yang dikelilingi oleh empat buah atom Oksigen, dimana setiap atom Oksigen terikat pada dua buah bentuk tetrahedral. Morfologi dan struktur kristal yang terdiri dari rongga-rongga yang berhubungan ke segala arah menyebabkan permukaan zeolit menjadi luas.<sup>5</sup>



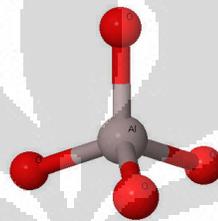
**Gambar 2. 1 Rangka zeolit yang terbentuk dari ikatan 4 atom O dengan 1 atom Si<sup>[5]</sup>**

### 2.1.1 Kerangka Zeolit<sup>1</sup>

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  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$ . Kerangka ini menentukan tipe struktur zeolit serta merupakan bagian zeolit yang paling stabil. Pada unit ini Si dan Al terletak di pusat tetrahedral dan keempat atom oksigen pada keempat sudut tetrahedralnya.

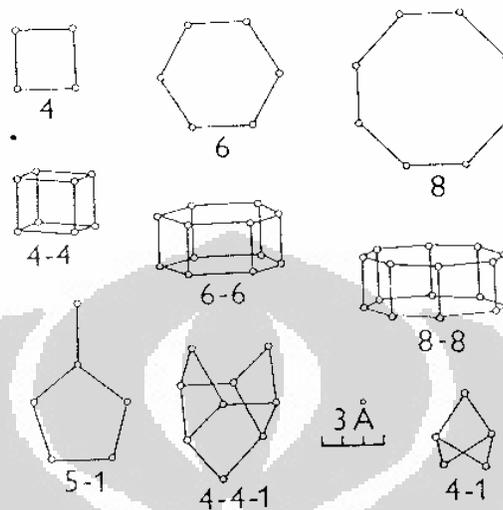


**Gambar 2. 2 Model unit pembangun primer <sup>5</sup>**

### 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 :

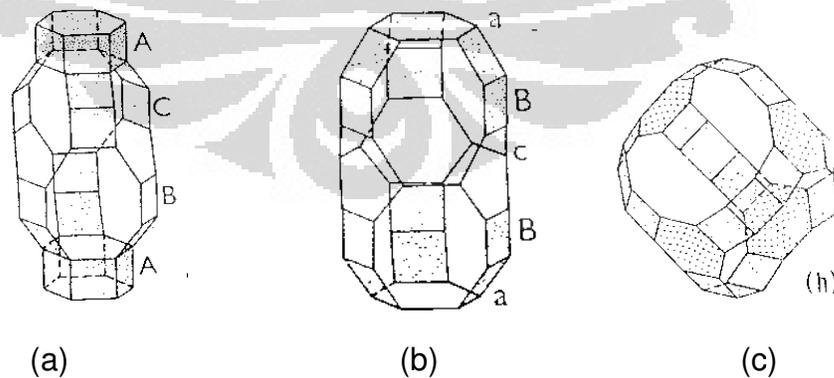
- a. Cincin tunggal, yaitu unit bangunan cincin lingkaran 4, 6, atau 8.
- b. Cincin ganda lingkaran (unit pembangun prisma) yaitu cincin lingkaran 4-4, 6-6, atau 8-8.
- c. Cincin kompleks, yaitu unit bangunan kompleks 4-1, 5-1, atau 4-4-1.



**Gambar 2.3 Unit pembangun sekunder<sup>4</sup>**

### 3. Unit pembangun tersier

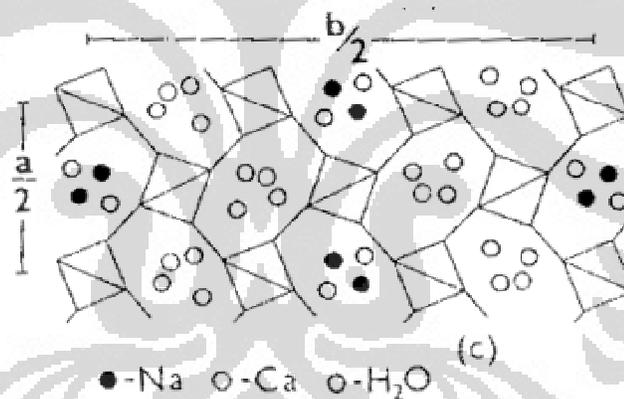
Unit ini merupakan gabungan dari beberapa unit sekunder yang berikatan dengan cara yang sama seperti pada unit pembangun lain, sehingga membentuk suatu polihedral yang merupakan struktur kristal zeolit.



**Gambar 2.4 Unit polihedral zeolit<sup>4</sup>**

**(a) kabasit : (b) erionit : (c) kabasit**

Kerangka 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 2.5



**Gambar 2. 5 Posisi kation dan molekul air dalam rongga zeolit <sup>4</sup>**

### 2.1.2 Pembuatan Zeolit <sup>4</sup>

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.

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

### **2.1.3 Sifat Khusus dan Penggunaan Zeolit <sup>1</sup>**

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

### 2.1.5 Tipe Zeolit

Berdasarkan perbandingan Si/Al, maka zeolit digolongkan berdasarkan empat klasifikasi :

- Zeolit Si rendah

Zeolit ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga yang efektif digunakan untuk pemisahan atau pemurnian. Contoh zeolit tipe A.

- Zeolit Si sedang

Zeolit jenis ini memiliki perbandingan kadar Si/Al antara 1-10, permukaannya memiliki selektifitas yang tinggi terhadap air dan molekul polar lainnya.

Contoh zeolit tipe X, tipeY, mordenite, dan sebagainya.

- Zeolit Si tinggi

Zeolit ini memiliki perbandingan kadar Si/Al yang tinggi antara 10-100, bahkan lebih, memiliki sifat yang hidrofobik, menyerap molekul yang tidak polar atau berinteraksi lemah dengan air.

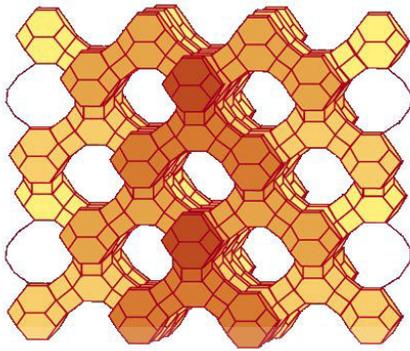
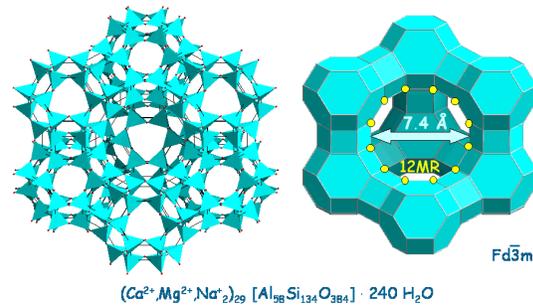
- Zeolit Si

Berbeda dengan zeolit kadar Si tinggi yang masih mengandung Al walau hanya sedikit. Zeolit ini tidak mengandung Al sama sekali dan tidak memiliki sisi kation, sehingga tidak dapat digunakan sebagai penukar kation.

### 2.1. 6 Faujasite

Faujasite ditemukan pada tahun 1842 oleh Damour dan dinamakan Barthélemy Faujas de Saint-Fond, nama seorang geologist dan volcanologieste. Struktur faujasite terdiri dari sodalite cages yang tersambungkan oleh prisma heksagonal. Pori-porinya tersusun secara perpendikular satu sama lainnya. Pori-pori yang terbentuk dari 12 cincin, memiliki diameter sebesar 7.4 Å. Rongga dalam nya memiliki diameter 12 Å, dan dikeliling oleh 10 sodalite cages. Satu unit sel faujasite berebentuk kubus dengan panjang sisi 24.7 Å.

Faujasite dapat disintesis sama seperti zeolit lainnya yang berasal dari sumber alumina(sodium aluminate) dan sumber silika(sodium silicate). Bahan-bahan ini dilarutkan dalam lingkungan larutan yang mengandung natrium hidroksida dan dikristalisasi pada 70 sampai 300 °C (umumnya 100 °C). Setelah proses kristalisasi, faujasite berada dalam bentuk natrium, dan harus digantikan ion natriumnya dengan ammonium untuk meningkatkan kestabilannya. Dan ammonium dapat dihilangkan setelah proses kalsinasi. Berdasarkan dari rasio silika dan alumina pada kerangka faujasite, sintesis faujasite dapat dibedakan menjadi zeolite X dan zeolite Y.

Gambar 2.6 Cluster FAU<sup>21</sup>Gambar 2.7 Struktur dan kerangka FAU<sup>20</sup>

## 2.2. Nanopartikel <sup>7</sup>

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

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).*

### **2.2.1 Nanozeolit <sup>1</sup>**

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.

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. Sintesis nanozeolit biasanya menghasilkan ukuran partikel dibawah 100 nm.

### **2.3 Karbon <sup>9,8</sup>**

Karbon (C) merupakan unsur golongan IV A dengan nomor atom 6, memiliki konfigurasi  $1s^2 2s^2 2p^2$ . Titik lelehnya mencapai  $350^\circ\text{C}$  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*.

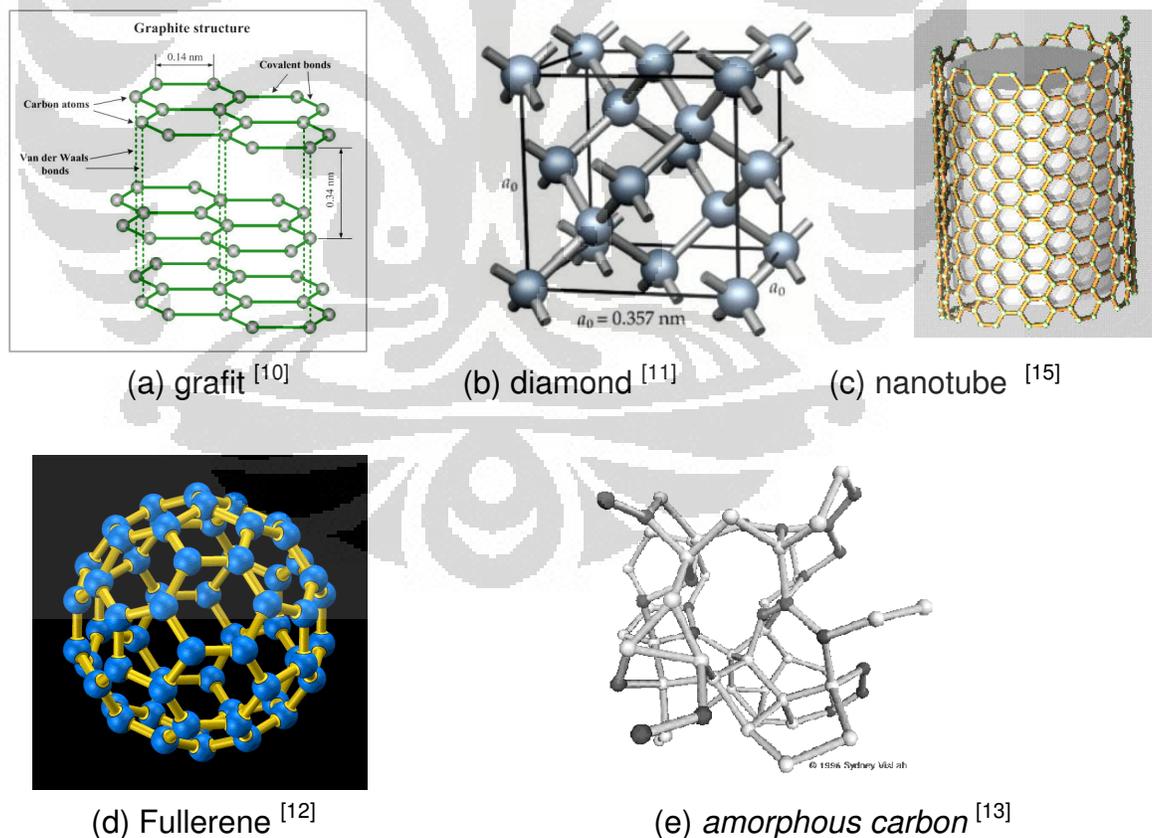
Grafit memiliki tingkat kekerasan 2, sedangkan intan 10 pada skala 1-10 berdasarkan skala Mosh. Densitas grafit sebesar  $2,25 \text{ gram/cm}^3$  dan intan  $3,52 \text{ gram/cm}^3$ . Daya hantar listrik grafit lebih besar dibandingkan hantaran listrik intan, sehingga grafit dapat bertindak sebagai 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.

*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  $sp^2$ .

*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.



**Gambar 2.8 Struktur Allotropi karbon**

### 2.3.1 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.<sup>3</sup>

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 reproduibilitas dari permukaan elektroda tersebut. Ada beberapa cara untuk dapat meningkatkan reproduibilitas dari permukaan elektroda antara lain dengan cara mekanik (polishing dengan menggunakan material abrasive), elektrokimia (dengan menggunakan *potential cycling*) dan fisika (pemanasan pada suhu tertentu) kondisi vakum atau sonikasi dalam pelarut tertentu.<sup>8</sup>

Elektroda karbon memiliki banyak kegunaan yang cukup luas dalam bidang elektroanalisis. Hal ini disebabkan terutama 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.<sup>10, 8</sup>

### 2.3.2 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.<sup>8</sup>

*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.<sup>8</sup>

*Glassy carbon* termasuk dalam kelas *amorphous carbon*, yang memiliki struktur amorf, namun kurang reaktif karena kerapatannya yang relatif besar, sifatnya inert, kemurniaannya tinggi, dan memiliki pori-pori berdekatan dalam ukuran mikro.<sup>8</sup>

*Glassy carbon* perlu diberi perlakuan awal untuk membuat glassy carbon menjadi mirip seperti kaca, yaitu dengan polishing dengan menggunakan material abrasive seperti amplas (silika karbida) dan  $\alpha$ -alumina, kemudian disonikasi.

#### **2.4. SEM (*Scanning Electron Microscopy* atau *Secondary Electron Microscopy*)**

SEM merupakan suatu mikroskop elektron yang mampu menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah permukaan sampel. Gambar yang dihasilkan oleh SEM memiliki karakteristik penampilan tiga dimensi, dan dapat digunakan untuk menentukan struktur permukaan dari sampel. Hasil gambar dari SEM hanya ditampilkan dalam warna hitam putih.

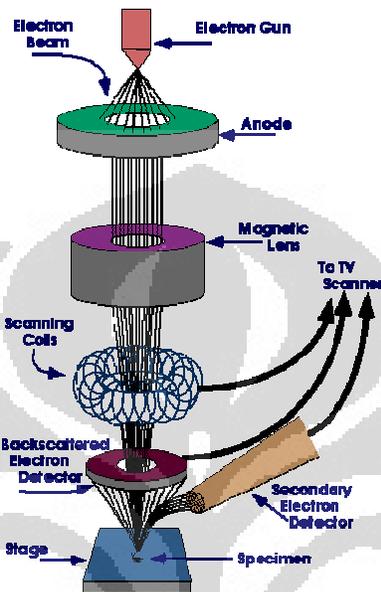
SEM menerapkan prinsip difraksi elektron, dimana pengukurannya sama seperti mikroskop optik. Prinsipnya adalah elektron yang ditembakkan akan dibelokkan oleh lensa elektromagnetik dalam SEM.

SEM menggunakan suatu sumber elektron berupa pemacu elektron (*electron gun*) sebagai pengganti sumber cahaya. Elektron-elektron ini akan diemisikan secara termionik (emisi elektron dengan membutuhkan kalor, sehingga dilakukan pada temperatur yang tinggi) dari sumber elektron. Elektron-elektron yang dihasilkan adalah elektron berenergi tinggi, yang biasanya memiliki energi berkisar 20 keV-200 keV atau sampai 1 MeV. Dalam prinsip pengukuran ini dikenal dua jenis elektron, yaitu elektron primer dan elektron sekunder. Elektron primer adalah elektron berenergi tinggi yang dipancarkan dari katoda (Pt, Ni, W) yang dipanaskan. Katoda yang biasa digunakan adalah tungsten (W) atau lanthanum hexaboride (LaB<sub>6</sub>). Tungsten digunakan karena memiliki titik lebur yang paling tinggi dan tekanan uap yang paling rendah dari semua metal, sehingga memungkinkannya dipanaskan

pada temperatur tinggi untuk emisi elektron. Elektron sekunder adalah elektron berenergi rendah, yang dibebaskan oleh atom pada permukaan. Atom akan membebaskan elektron sekunder setelah ditembakkan oleh elektron primer. Elektron sekunder inilah yang akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu sinyal *image* (gambar).

Proses pemindaian (*scanning process*) SEM secara singkat dapat dijelaskan sebagai berikut. Sinar elektron, yang biasanya memiliki energi berkisar dari beberapa ribu eV hingga 50 kV, difokuskan oleh satu atau dua lensa kondenser menjadi sebuah sinar dengan *spot focal* yang sangat baik berukuran 1 nm hingga 5 nm. Sinar tersebut melewati beberapa pasang gulungan pemindai (*scanning coils*) di dalam lensa obyektif, yang akan membelokkan sinar itu dengan gaya *raster* di atas area berbentuk persegi dari permukaan sampel. Selagi elektron-elektron primer mengenai permukaan, mereka dipancarkan secara inelastis oleh atom-atom di dalam sampel. Melalui kejadian penghamburan ini, sinar elektron primer menyebar secara efektif dan mengisi volume berbentuk air mata, yang dikenal sebagai volume interaksi, memanjang dari kurang dari 100 nm hingga sekitar 5  $\mu\text{m}$  ke permukaan. Interaksi di dalam wilayah ini mengakibatkan terjadinya emisi elektron sekunder, yang kemudian dideteksi untuk menghasilkan sebuah gambar. Elektron-elektron sekunder akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu sinyal *image* (gambar). Kekuatan

cahaya tergantung pada jumlah elektron-elektron sekunder yang mencapai detektor.



**Gambar 2. 9 Prinsip kerja SEM** <sup>16</sup>

SEM memiliki beberapa keunggulan, seperti: kemampuan untuk menggambar area yang besar secara komparatif dari spesimen; kemampuan untuk menggambar materi *bulk* dan berbagai mode analitikal yang tersedia untuk mengukur komposisi dan sifat dasar dari spesimen. Tergantung dari instrumen, resolusi dapat jatuh di suatu tempat diantara kurang dari 1 nm dan 20 nm. Pembesaran gambar dan resolusi SEM yang tinggi dipengaruhi oleh besarnya energi elektron yang diberikan. Semakin kecil panjang gelombang yang diberikan oleh elektron, energinya semakin besar, sehingga resolusinya juga semakin tinggi.

Preparasi sampel pada SEM harus dilakukan dengan hati-hati karena memanfaatkan kondisi vakum serta menggunakan elektron berenergi tinggi. Sampel yang digunakan harus dalam keadaan kering dan bersifat konduktif (menghantarkan elektron). Bila tidak, sampel harus dibuat konduktif terlebih dahulu oleh pelapisan dengan karbon, emas, atau platina.



**Gambar 2.10 Alat SEM** <sup>16</sup>

## **2.5 XRD (*X-Ray Diffraction*)**

Difraksi sinar  $\text{-X}$  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  $\theta$  yang berbanding terbalik dengan nilai jarak  $d$  (jarak antar kisi dalam kristal).

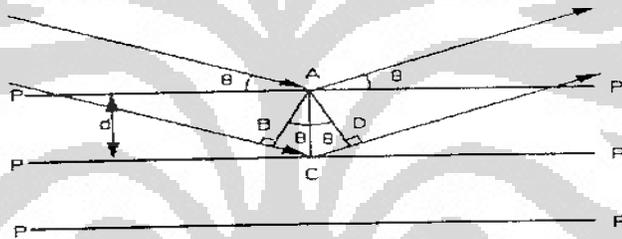
Sesuai dengan persamaan Bragg :

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

dimana  $d$  = jarak antar kristal

$\theta$  = sudut pengukuran (sudut difraksi)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X



**Gambar 2.11 Difraksi sinar -X suatu kristal<sup>16</sup>**

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

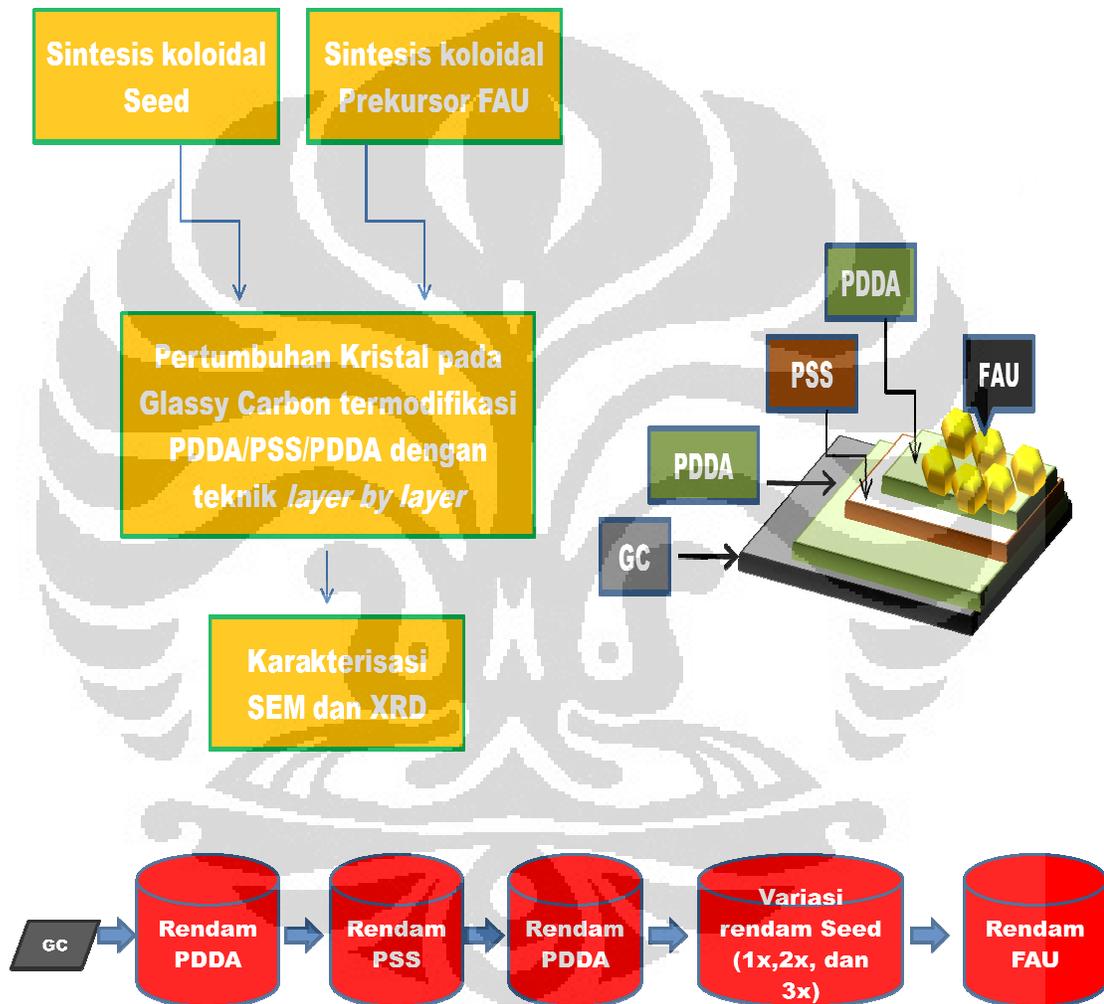
dapat dilakukan dengan membandingkan jumlah tinggi puncak pada sudut-sudut tertentu dengan jumlah tinggi puncak pada sampel standar.

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.



**Gambar 2.12 Difraktometer Sinar-X PHILIP<sup>22</sup>**

**BAB III**  
**METODE PENELITIAN**



**Gambar 3.1 Bagan kerja dan Ilustrasi Pelapisan**

### 3.1. Alat dan Bahan

#### 3.1.1. Bahan

- Tetramethylammonium hydroxide pentahydrate, TMAOH.5H<sub>2</sub>O > 99% (Sigma-Aldrich)
- Tetraethylortosilicate, TEOS 99% (Shintetsu)
- Aluminium isopropoksida > 98% (Sigma-Aldrich)
- Natrium hidroksida, NaOH (Merck)
- Larutan Ammonia NH<sub>4</sub>OH
- Larutan asam peroksida, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%
- Larutan asam klorida, HCl
- Poly(diallyldimethylammoniumchloride), PDDA (Aldrich)
- Poly-4-sodiumstyrenesulfonate, PSS (Florochem)
- Natrium klorida, NaCl
- Aquademin
- Glassy carbon Grade GC-20SS (Tokai Carbon Co. Ltd. Tokyo-Japan)
- $\alpha$ -alumina slurry

#### 3.1.2. Peralatan

- *Beaker glass* dan gelas ukur
- Penangas air dan set alat refuks dilengkapi stirrer
- Botol polipropilene

- pH meter
- Sentrifuge
- Oven
- Erlemeyer dan labu ukur
- Pengaduk dan pipet
- Botol timbang

Peralatan pengujian yang dipakai pada penelitian ini adalah XRD (PHILIPS, PW 2213/20), XRF (volt : 30.0 kV, arus : 0.079 mA), dan SEM.

## **3.2. Prosedur Percobaan**

### **3.2.1 Pembuatan Larutan**

#### **3.2.1.1 Pembuatan larutan Buffer Fosfat pH 9.5**

Sebanyak 0,0278 gram  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (BM = 174, 18 g/mol) dan 1,3337 gram  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  (BM = 136,09 g/mol) masing-masing dilarutkan di dalam labu ukur 100 mL, kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan.

#### **3.2.1.2 Pembuatan Larutan $\text{H}_2\text{O}_2$ 0,1 M**

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

### 3.2.1.3 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 tanda tera.

### 3.2.1.4 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

Sebanyak 0.4 gram NaOH dilarutkan dengan akuademineralisasi, kemudian diencerkan pada labu ukur 100 mL.

### 3.2.1.5 Pembuatan larutan NH<sub>4</sub>OH 0,1 M

Sebanyak 0,67 mL NH<sub>4</sub>OH (15 M) dipipet ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuademineralisasi hingga tanda tera.

### 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 0,1M

### 3.2.1.8 Pembuatan Larutan Asam untuk Pembersihan Elektroda

Larutan asam dibuat dengan mencampurkan larutan HCl 0,1 M, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 0,1 M dan H<sub>2</sub>O dengan perbandingan volume sebesar 1:1:4.

### 3.2.1.9 Pembuatan Larutan Basa untuk Pembersihan Elektroda

Larutan basa dibuat dengan mencampurkan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 M,  $\text{H}_2\text{O}_2$  0,1 M dan  $\text{H}_2\text{O}$  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  $\alpha$ -*alumina slurry*, kemudian disonikasi berturut-turut menggunakan larutan asam (larutan yang mengandung  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ ) dan larutan basa (larutan yang mengandung  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ ) masing-masing selama 20 menit, kemudian dibilas menggunakan akuades. Selanjutnya elektroda *glassy carbon* disingkat dengan GC.

#### 3.2.2.2 Sintesis *Seed*<sup>17</sup>

Koloid kristal zeolite Y yang digunakan sebagai *seed* dibuat dari larutan homogen dengan komposisi molar campuran  $2.46 (\text{TMA})_2\text{O} : 0.032 \text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3.40 \text{SiO}_2 : 400 \text{H}_2\text{O}$ . Kristal *seed* ini dibuat dengan melarutkan 4.168 gram *Aluminum isopropoxide* 98% dalam 10 mL akuademin pada *beaker glass* distirer selama 30 menit, lalu melarutkan 9.007 gram TMAOH 99% dalam 10 mL akuademin pada *beaker glass* selama 15 menit. Kedua larutan tersebut dimasukkan secara perlahan kedalam botol polipropilena

berisi 7.155 gram *tetraethoxysilane* (TEOS>99%) dan 10 mL akuademin yang distirer selama 30 menit. Kemudian ditambahkan 6.4 gram NaOH 0.1 M dan 41.819 mL akudemin secara perlahan kedalam botol polipropilena tersebut, dengan pengadukan kuat (*vigorous stirring*) selama 60 menit. Pengadukan dilanjutkan selama 18 jam. Selama pengadukan pH larutan dijaga agar tetap dikisaran pH= 8-11 dengan penambahan HCL 6 M.

Setelah 18 jam botol polipropilen tersebut dipasang pada alat refluks, dan proses hidrotermal ini berlangsung selama 192 jam dalam *water bath* suhu dijaga 100°C. Setelah proses hidrotermal ini, larutan didinginkan pada suhu kamar. Kemudian disentrifugasi dan endapan diredispersikan pada larutan ammonia 0.1 M selama 24 jam. Redispersi ini diulang sebanyak dua kali. Sol yang terbentuk kemudian diatur sampai memiliki pH=10 dengan konsentrasi 1%.

Untuk karakterisasi sol diendapkan pada suhu kamar, kemudian endapan dikeringkan dengan pemanasan 100°C selama 18 jam. Kemudian kristal dikarakterisasi dengan XRD dan XRF.

### 3.2.2.3 Preparasi larutan koloidal precursor nanozeolit tipe FAU<sup>17</sup>

Untuk mensintesis zeolit dengan bantuan *seed* yang telah terlapisi pada elektroda karbon diperlukan perendaman elektroda karbon ke dalam larutan yang memiliki komposisi molar 14 Na<sub>2</sub>O : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 10 SiO<sub>2</sub> : 798 H<sub>2</sub>O : 3 Na<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>. Larutan koloidal ini dibuat dengan melarutkan 6.732 gram *aluminum-sulfate-18-hydrate* (Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> > 99%) dengan 30 mL akuademin

pada *beaker glass* diaduk (*stirring*) selama 30 menit. Kemudian larutan ini dimasukkan ke dalam botol polipropilen berisi 29.001 gram *sodium metasilicate* ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} > 98\%$ ) yang telah dilarutkan dengan 80 mL NaOH 1.0 M dan diaduk selama 30 menit secara perlahan. Campuran koloidal ini ditambahkan 31.499 mL akuademin, dan diaduk hingga homogen selama 2 jam.

#### **3.2.2.4 Pelapisan *Glassy Carbon* dengan polielektrolit dan *Seed***

Proses immobilisasi polielektrolit pada 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. Masing-masing perendaman disertai pengeringan pada suhu kamar. Setelah pelapisan dengan polielektrolit, elektroda dilapisi dengan *seed*, dengan cara yang serupa elektroda direndam dengan larutan *seed* dengan variasi jumlah pelapisan *seed*, 1 kali pelapisan, 2 kali pelapisan, dan 3 kali pelapisan.

#### **3.2.2.5 Immobilisasi nanozeolit pada elektroda karbon**

Proses immobilisasi zeolit ke dalam elektroda karbon dilakukan dengan cara merendam elektroda karbon yang telah termodifikasi oleh *seed* pada larutan koloidal nanozeolit selama 20 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$  dengan kondisi statis. Setelah mengalami pendinginan pada suhu kamar, elektroda-

elektroda tersebut dibilas dengan larutan ammonia 0.1 M, dan diulang sebanyak dua kali pecucian. Kemudian elektroda-elektroda tersebut dikeringkan dalam oven 100°C.

### **3.2.2.6 Karakterisasi**

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD dan SEM.

### **3.2.2.7 Sintesis bubuk zeolit FAU**

Untuk keperluan karakterisasi, sebagai pembanding dibuat kristal zeolit FAU dalam bentuk bubuk. 15 ml koloid zeolit FAU (3.2.2.4) ditambahkan dengan 5 tetes koloid seed (3.2.2.2) diaduk sampai homogen selama 1 jam, kemudian ditumbuhkan (*ageing*) selama 20 jam pada 100°C. Setelah proses *ageing* dan pendinginan, koloid disentrifugasi dan dikeringkan pada suhu 150°C.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis *Seed*

Kristal *seed* berupa zeolit tipe Y dibuat dengan proses hidrotermal pada 100°C selama 192 jam dengan komposisi molar larutan homogen 2.46 (TMA)<sub>2</sub>O : 0.032 Na<sub>2</sub>O : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 3.40 SiO<sub>2</sub> : 400 H<sub>2</sub>O. Larutan homogen ini pada proses selanjutnya diharapkan menjadi koloidal yang stabil untuk menghasilkan nanokristal zeolit dengan agregat yang rendah. Pada sintesis ini kemurnian didapatkan dengan pengadukan kuat secara berulang, dan redispersi pada bak ultrasonik.<sup>24</sup> Pada pembuatan *seed* ini digunakan *aluminium isopropoxide* sebagai sumber Al dan *tetraethyl ortosilicate* (TEOS) sebagai sumber Si. Dengan penggunaan bahan-bahan organometalik tersebut diharapkan proses pembentukan yang terjadi lebih cepat karena bahan-bahan tersebut lebih reaktif sehingga memerlukan energi aktivasi yang lebih rendah, seperti TEOS dengan adanya air sangat mudah terkonversi menjadi SiO<sub>2</sub>, seperti reaksi di bawah ini :

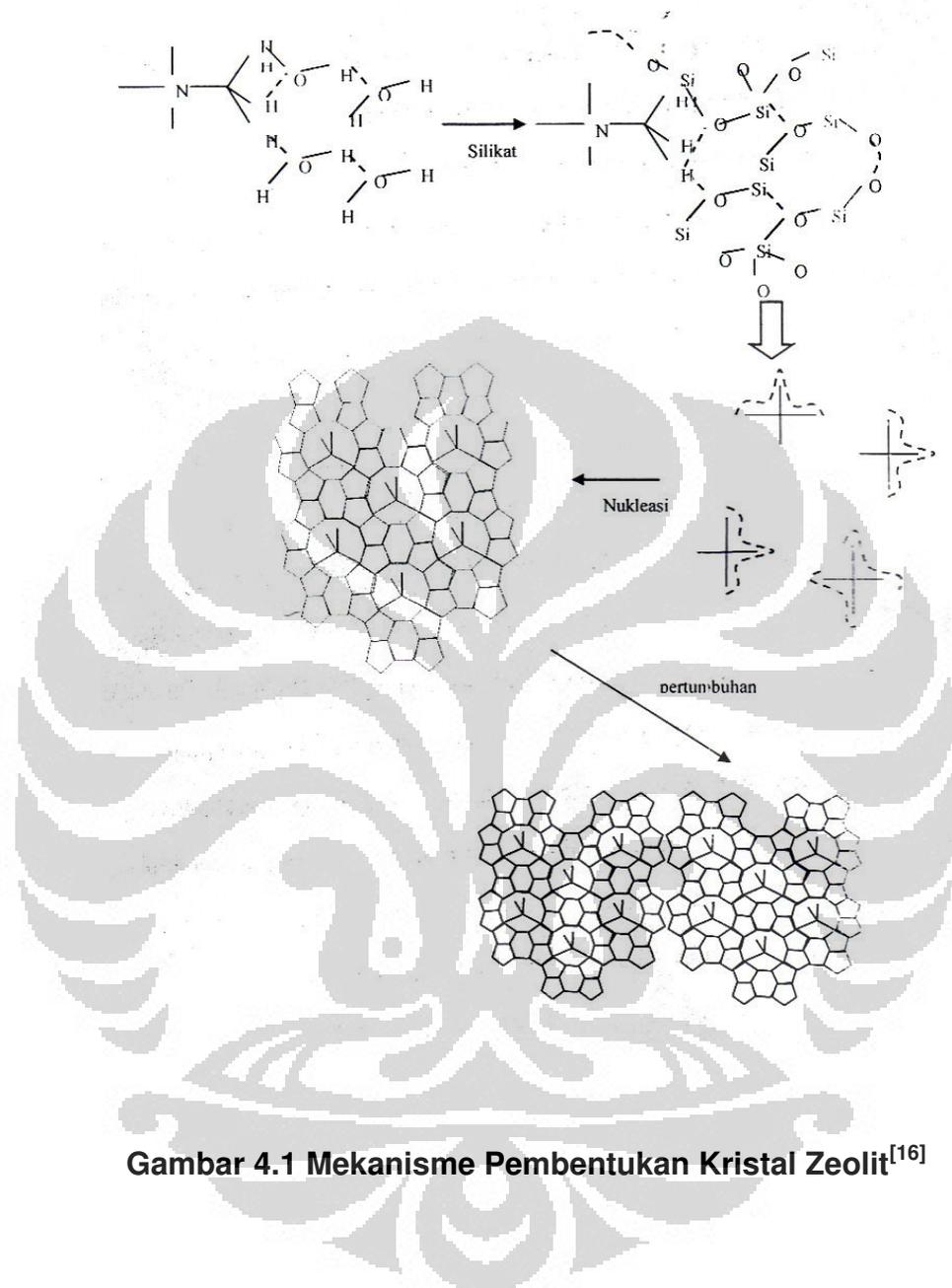


Selain itu mengarah pada jurnal acuan<sup>25</sup> yang telah membuktikan proses nukleasi menggunakan TEOS sebagai sumber Si berlangsung lebih cepat

dibandingkan dengan sumber Si amorphous lainnya. Dan kristal zeolit yang dihasilkan pun lebih kecil (sekitar 63 nm).<sup>25</sup>

Kondisi lewat jenuh (*supersaturation*) dan stabilitas kerapatan ruang gerak (*steric*) dari proto-nuklei adalah faktor yang utama dalam pembentukan nanokristal zeolit tanpa agregasi. Kondisi ini didapat dengan penggunaan seyawa organik sebagai zat pengarah struktur/ *structure directing agent*, yang mengandung kation alkali sehingga dapat mengurangi agregasi sebagai dampak dari muatan negatif yang terdapat pada partikel koloidal aluminosilikat.<sup>24</sup> Pada penelitian ini digunakan *tetramethyl ammonium hydroxide* (TMAOH) sebagai zat pengarah struktur zeolit / *structure directing agent* (SDA). TMAOH adalah surfaktan yang mengandung metil ammonium yang dapat berikatan hidrogen dengan silika. Ukuran pori dan bentuk zeolit dapat dikontrol dengan membangun kerangka zeolit di sekeliling *template* / SDA. Kerangka zeolit yang tepat mengelilingi molekul SDA akan distabilkan oleh SDA tersebut, akibatnya pembentukan zeolit tersebut akan disukai. Efek stabilisasi dari SDA ini terutama disebabkan oleh gaya Van der Waals.

Mekanisme pembentukan zeolit melalui tahap pembentukan gel dan kristalisasi dengan terbentuknya kompleks kation metil ammonium dengan silika melalui ikatan hidrogen. Kompleks ini mengarahkan pembentukan struktur zeolit melalui interaksi ikatan hidrogen antara kerangka oksigen dengan metil ammonium seperti ditunjukkan pada gambar 4.1.



**Gambar 4.1 Mekanisme Pembentukan Kristal Zeolit<sup>[16]</sup>**

Proses pembentukan zeolit 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 penggabungan inti-inti primer. Namun pada kerangka yang dibentuk sebagai akibat pergantian Si oleh Al sebagai pusatnya, gugus  $\text{TMA}^+$  tidak dapat berperan sebagai kationnya,  $\text{TMA}^+$  digantikan dengan kehadiran  $\text{Na}^+$  yang terdapat pada larutan akibat penambahan  $\text{NaOH}$ .

Koloid kristal ini didapat dengan proses *aging* selama 18 jam, tujuan dari proses ini adalah untuk meningkatkan interaksi antara  $\text{TMA}^+$  dengan spesi silika yang akan menghasilkan bentuk struktur kristal yang diinginkan. Proses ini dilanjutkan dengan proses hidrotermal pada  $100^\circ\text{C}$  selama 192 jam.<sup>17</sup>

Setelah proses hidrotermal selama 192 jam, koloid ini kemudian mengalami proses pendinginan dalam temperatur ruang. Koloid kristal ini disentrifugasi agar dapat diredispersi dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang bertujuan untuk mengganti kelebihan  $\text{TMA}^+$  pada larutan koloid zeolit dengan  $\text{NH}_4^+$ . Digunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$  karena bagian anionnya tidak bersifat merusak kerangka zeolit. Namun  $\text{TMA}^+$  yang ada pada kerangka zeolit dapat dihilangkan dengan kalsinasi.

Pada penelitian ini, sintesis dilakukan sebanyak dua kali, karena pada sintesis pertama tidak ditemukan endapan. Asumsi yang ada adalah pada sintesis pertama tidak adanya pengaturan pH sesuai dengan jurnal acuan.<sup>17</sup>

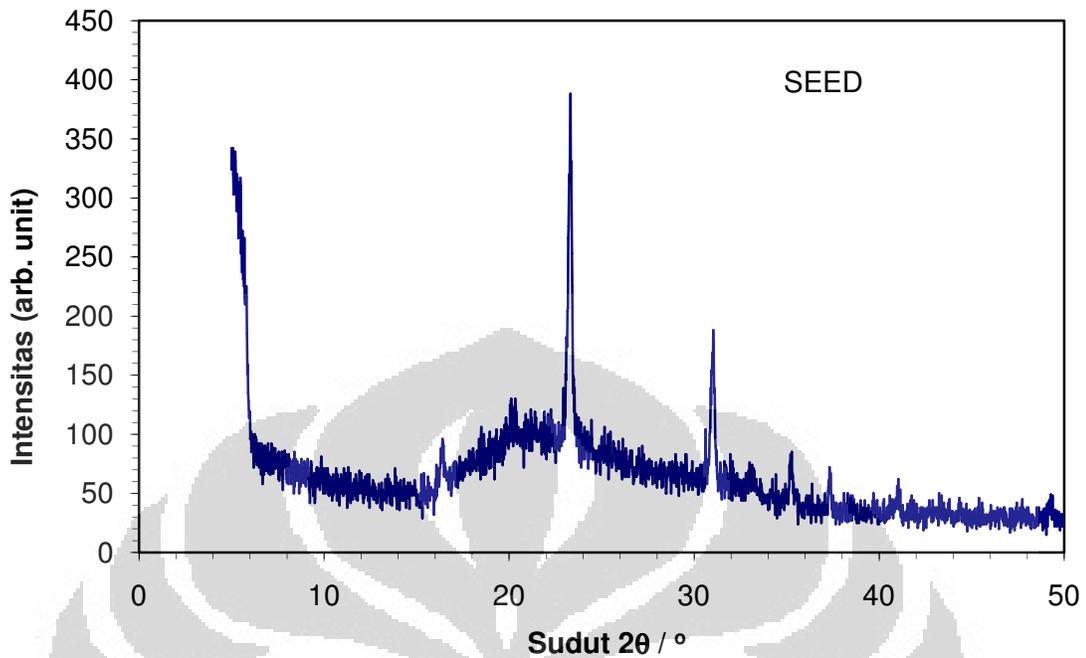
Pada sintesis kedua, dilakukan penjagaan pH pada saat pencampuran. Pada sintesis ini pH dijaga agar ada di kisaran pH 8 sampai dengan 11.

Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan HCl 6.0 M sebanyak 5 tetes ke dalam larutan *seed*. Penambahan asam ini menjadikan campuran keruh dan membentuk kristal-kristal halus. Kristal yang terbentuk diredispersi pada larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$ , untuk proses selanjutnya koloid stabil dalam  $\text{NH}_4\text{OH}$  ini dapat diimmobilisasi pada permukaan GC dan untuk uji karakterisasi koloid ini dapat disentrifugasi sehingga diperoleh endapan kristal yang dapat dikeringkan.

## 4. 2 Karakterisasi *Seed*

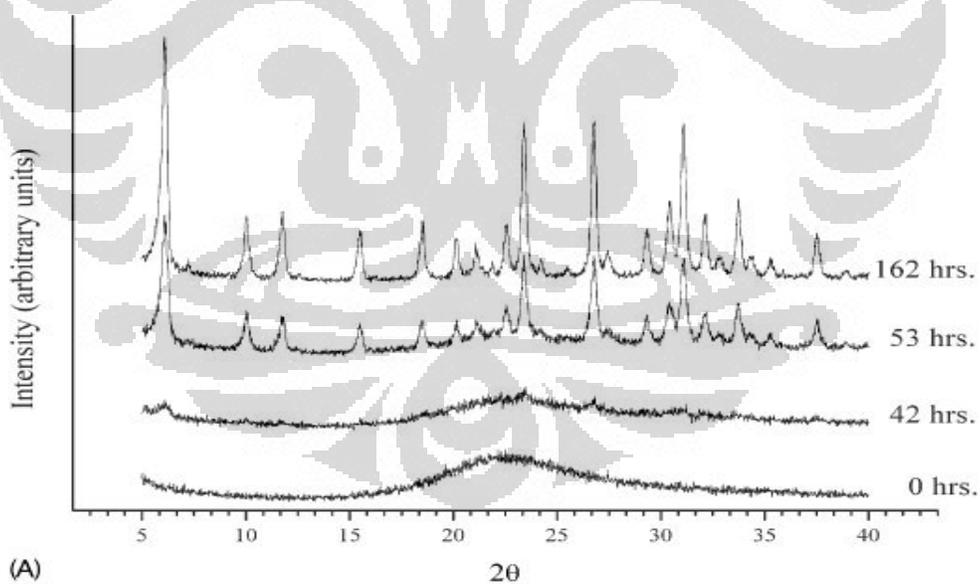
### 4.2.1 Karakterisasi dengan menggunakan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengetahui jenis zeolit yang terbentuk. Dari hasil XRD Gambar 4.2 menunjukkan bahwa zeolit yang terbentuk merupakan tipe Faujasite. Hal ini dapat disasumsikan berdasarkan puncak yang muncul pada  $2\theta = 5.02$  ;  $2\theta = 16.395$  ;  $2\theta = 23.346$  dan  $2\theta = 31.04$ , mendekati hasil data standar acuan gambar 4.3<sup>18</sup>.



**Gambar 4.2 Spektra XRD Seed**

*B.A. Holmberg et al. / Microporous and Mesoporous Materials 59 (2003) 13–28*



**Gambar 4.3 Spektra XRD standar zeolit tipe Faujasite <sup>18</sup>**

#### 4. 2. 2 Karakterisasi *Seed* dengan XRF (lampiran 1)

Untuk mengetahui komposisi dan pengotor (*noise*) terdapat pada kristal dapat dilihat dari hasil karakterisasi dengan XRF. Dari hasil karakterisasi dengan XRF (lampiran 1), didapatkan rasio Si/Al pada kristal *seed* ini sebesar 1.782. Data ini dapat menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk merupakan zeolit tipe Y. Namun pertimbangan yang muncul adalah adanya Cl yang memiliki persen berat yang cukup besar, sekitar 34.54 (%wt). Klorida ini belum dapat dipastikan dapat pengaruhnya pada sintesis zeolit ini. Klorida ini diasumsikan berasal dari penambahan asam klorida pada saat pengaturan pH.

#### 4. 3 Preparasi Elektroda *Glassy carbon*

Mikrostruktur, kekasaran permukaan elektroda, terhalangnya bagian aktif dari permukaan elektroda akibat adsorpsi senyawa tertentu, serta adanya gugus fungsi alamiah pada permukaan elektroda, sangat mempengaruhi proses dasar reaksi elektrokimia. 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.

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

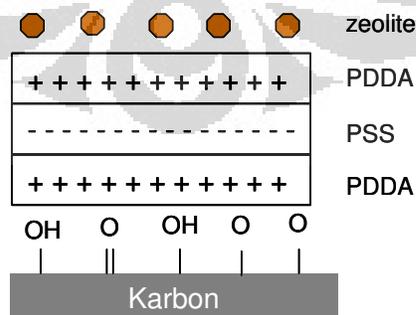
elektroda GC yang akan dimodifikasi dengan  $\alpha$ -alumina 0,5  $\mu\text{m}$  sampai permukaannya mengkilap seperti kaca. Selanjutnya elektroda GC tersebut dibersihkan secara fisika, yaitu dengan sonikasi di dalam larutan asam dan basa. Sonikasi ini dapat menghilangkan pengotor pada permukaan elektroda, bahkan efek getarannya dapat menghilangkan pengotor yang terjebak dalam pori-pori elektroda GC.

#### 4.4 Modifikasi Elektroda *Glassy carbon*

##### 4.4.1 Proses pelapisan *Glassy carbon* dengan polielektrolit dan *Seed*

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.

Ilustrasi dari proses ini dapat dilihat pada gambar berikut :



**Gambar 4.4 Ilustrasi modifikasi elektroda secara *layer by layer***<sup>19</sup>

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.

Pada penelitian ini pelapisan polielektrolit pada GC, dimaksudkan untuk mempermudah penempelan zeolit dan meratakan penyebaran pertumbuhan zeolit pada seluruh permukaan GC. Sifat GC yang kurang reaktif dan inert karena kerapatannya terlalu besar, menjadi tolak ukur untuk pelapisan GC dengan polielektrolit. Sifat permukaan GC yang cenderung licin/pori-pori rapat dan bermuatan negatif (hibridisasi  $sp^2$ ), dapat diatasi dengan pelapisan GC oleh polikation PDDA. Polikation PDDA ini dapat berinteraksi dengan permukaan zeolit yang cenderung bermuatan negatif (karena pergantian  $SiO_4^{4-}$  dengan  $AlO_4^{5-}$ ), namun untuk mengurangi dampak kurang meratanya PDDA pada GC maka dilakukan pelapisan dengan teknik *layer by layer* menggunakan PSS sebagai polianion dan sebagai lapisan terakhir adalah polikation yang dapat berinteraksi dengan *seed*. Hasil akhir dari pelapisan ini adalah GC yang telah mengandung *seed* pada permukaannya, dan siap untuk ditumbuhi kristal zeolit FAU. Pelapisan GC ini menggunakan variasi jumlah pelapisan *seed*. Dilakukan pelapisan 1 kali, 2 kali dan 3 kali pelapisan.

#### 4. 4. 2 Sintesis Zeolit Tipe FAU

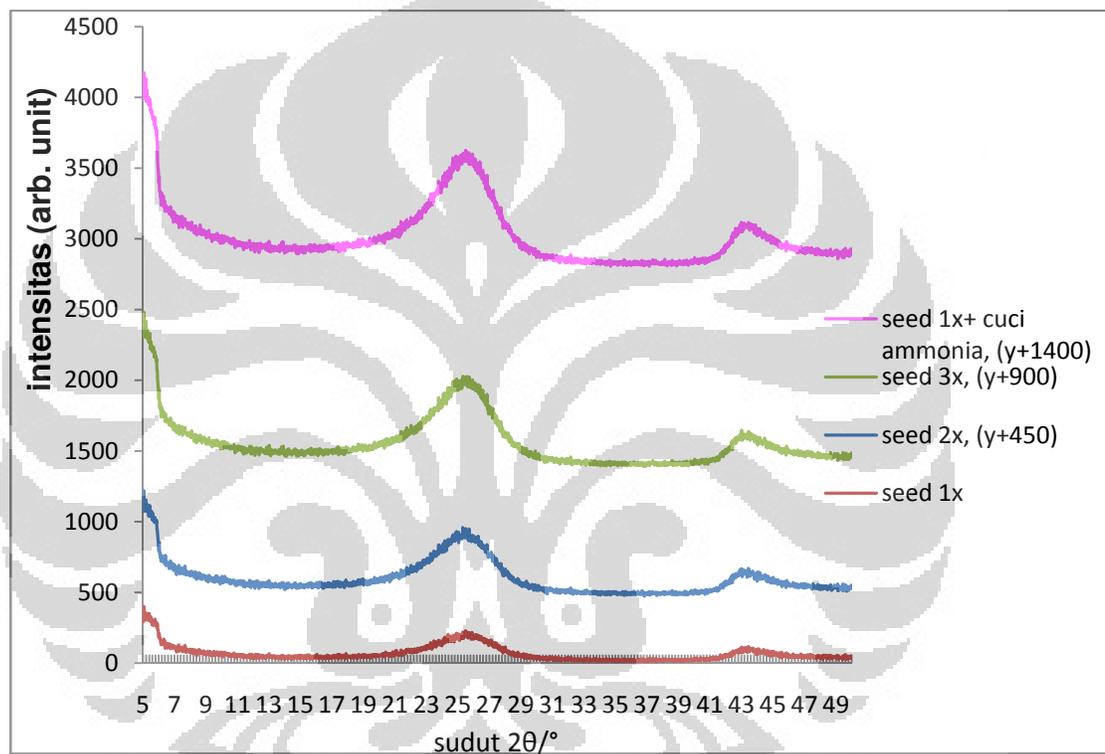
Zeolit ini dibuat dengan membuat larutan yang memiliki komposisi molar  $14 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2 : 798 \text{ H}_2\text{O} : 3 \text{ Na}_2 \text{ SO}_4$ . Larutan koloidal ini dihomogenasi selama 2 jam pada suhu kamar, kemudian zeolit ditumbuhkan dengan cara merendam *glassy carbon* yang telah termodifikasi ke dalam larutan tersebut disertai pemanasan  $100^\circ\text{C}$ . *Glassy carbon* yang digunakan sebelumnya telah termodifikasi dengan polielektrolit dan *seed* dengan variasi jumlah pelapisan kristal *seed*.

Dengan adanya lapisan *seed* ini diharapkan pertumbuhan kristal zeolit akan terkontrol sesuai dengan bentuk dan ukuran dari *seed*. Variasi jumlah pelapisan mempengaruhi pertumbuhan zeolit. Sebagai asumsi semakin banyak pelapisan *seed*, atau semakin banyak *seed* yang menempel pada permukaan *glassy carbon*, maka semakin sedikit zeolit yang tumbuh dengan sempurna. Dengan kata lain semakin tebal lapisan *glassy carbon* dengan *seed*, maka zeolit yang menempel semakin tidak seragam. Hal ini diasumsikan karena luas permukaan untuk aktivasi pertumbuhan kristal semakin sempit, sehingga semakin sedikit kristal zeolit tipe FAU yang tumbuh sempurna.

Sebagai pembanding dibuat zeolit bubuk FAU, dengan menambahkan *seed* pada koloid FAU dengan perbandingan tertentu. Kristal zeolit ini dapat dikarakterisasi untuk menunjukkan bentuk dari hasil teknik *seeding*.

#### 4. 4. 3 Karakterisasi XRD *glassy carbon* terlapisi zeolit FAU

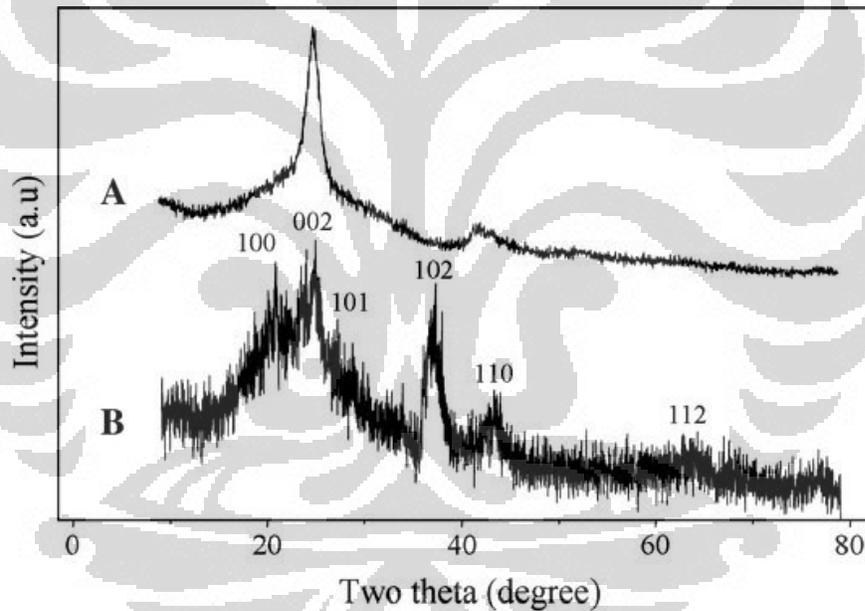
Pengujian dengan XRD dilakukan untuk memastikan terbentuknya zeolit yang ditumbuhkan pada permukaan *glassy carbon* sesuai dengan difraksi kisi kristalnya. Plat *glassy carbon* yang termodifikasi memberikan pola difraksi sinar X seperti pada gambar 4.5.



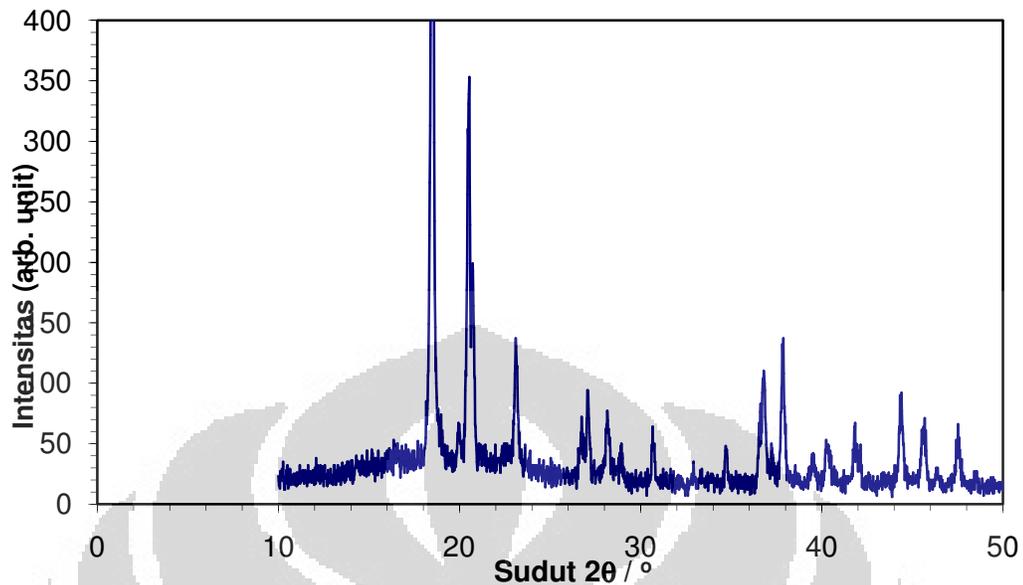
**Gambar 4.5 XRD *Glassy carbon***

Pada gambar 4.5 terdapat puncak di daerah sekitar  $2\theta = 5.02$  yang diduga difraksi yang dihasilkan dari zeolit yang menempel pada *glassy carbon*, namun untuk kelanjutan pola difraksi sekitar daerah  $2\theta = 30$  sampai dengan 50 menggambarkan pola difraksi karbon. Pola XRD gambar 4.5 ini

didominasi oleh karbon, seperti XRD standar karbon gambar 4.6. Hal ini disebabkan oleh karena ketebalan kristal zeolit pada GC kurang, sehingga X-ray berdifraksi pada GC. Pada penelitian ini, pelapisan zeolit dibuat tidak terlalu tebal untuk menghindari adanya agregat dan kristal-kristal yang lain (dalam hal ini kristal zeolit selain FAU). Untuk mengetahui pola difraksi tipe zeolit yang terbentuk dengan bantuan *seed* ini, dilakukan karakterisasi pada zeolit bubuk yg disintesis dengan koloidal precursor dan *seed* yang serupa.



Gambar 4.6 Standar XRD Karbon<sup>23</sup>

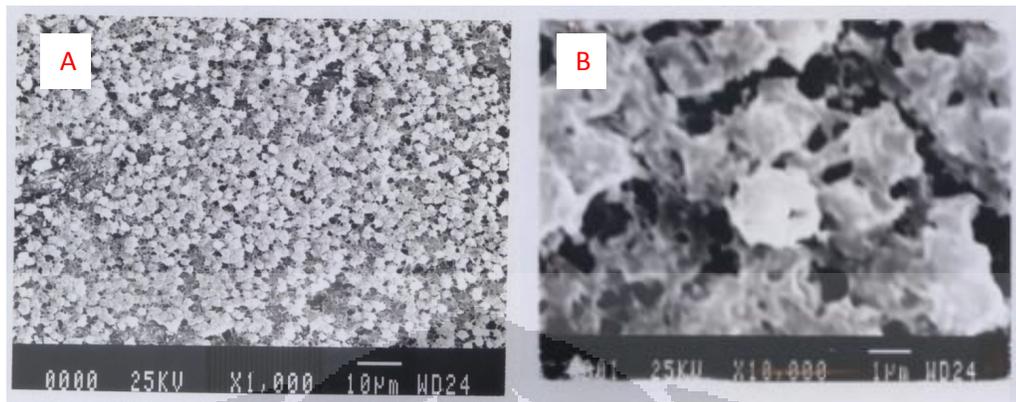


**Gambar 4.7 Spektra XRD bubuk zeolit FAU (prosedur 3.2.2.7)**

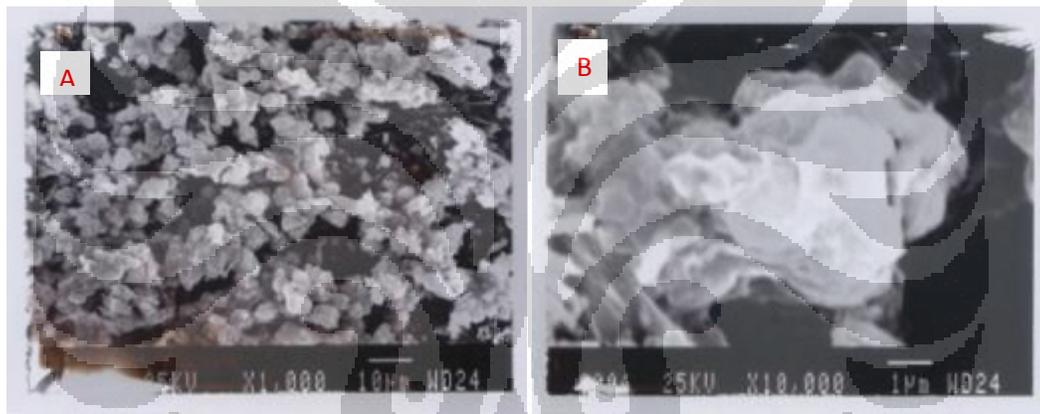
Pola XRD bubuk zeolit FAU (gambar 4.7) yang telah dibuat ternyata belum membuktikan bahwa bubuk kristal yang terbentuk merupakan kristal zeolit tipe FAU. Penyebab dari hasil yang tidak sesuai ini diasumsikan bahwa bubuk kristal FAU yang terbentuk memiliki komposisi perbandingan yang tidak sesuai antara koloid *seed* dan koloid zeolit, sehingga kristal yang tumbuh belum maksimal.

#### **4.4.4 Karakterisasi SEM *glassy carbon* terlapisi zeolit FAU**

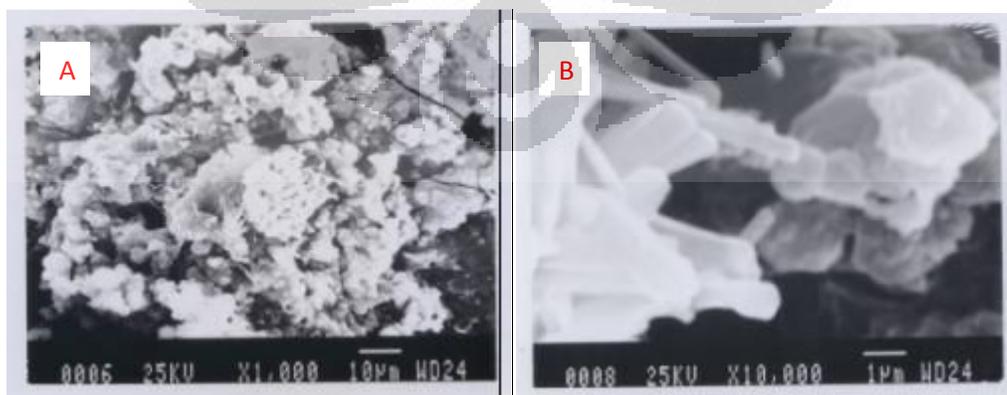
Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk menentukan morfologi dari permukaan kristal zeolit FAU yang terbentuk dan memperkirakan ukuran dari zeolit ini. Karakterisasi ini dilakukan pada keempat plat *glassy carbon* dengan *scanning* pada permukaan plat dan ketebalan plat dari samping. Hasil pengukuran ditunjukkan oleh gambar 4.8 sampai dengan gambar 4.12.



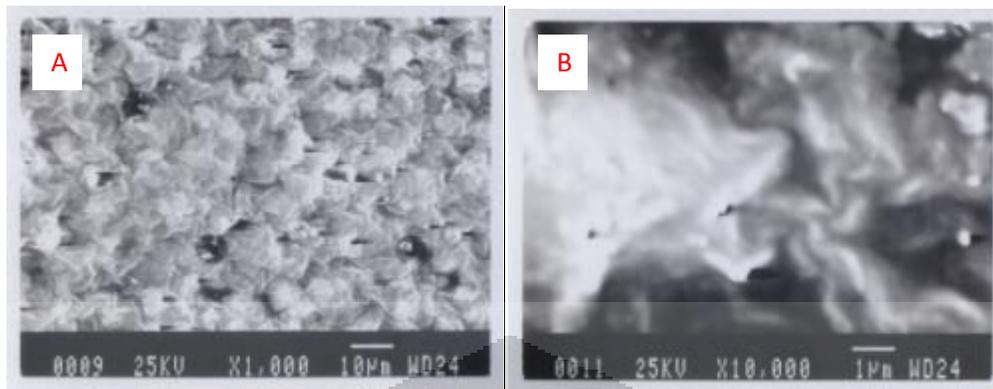
Gambar 4.8 SEM zeolit FAU pada *glassy carbon* 1 kali pelapisan *seed*



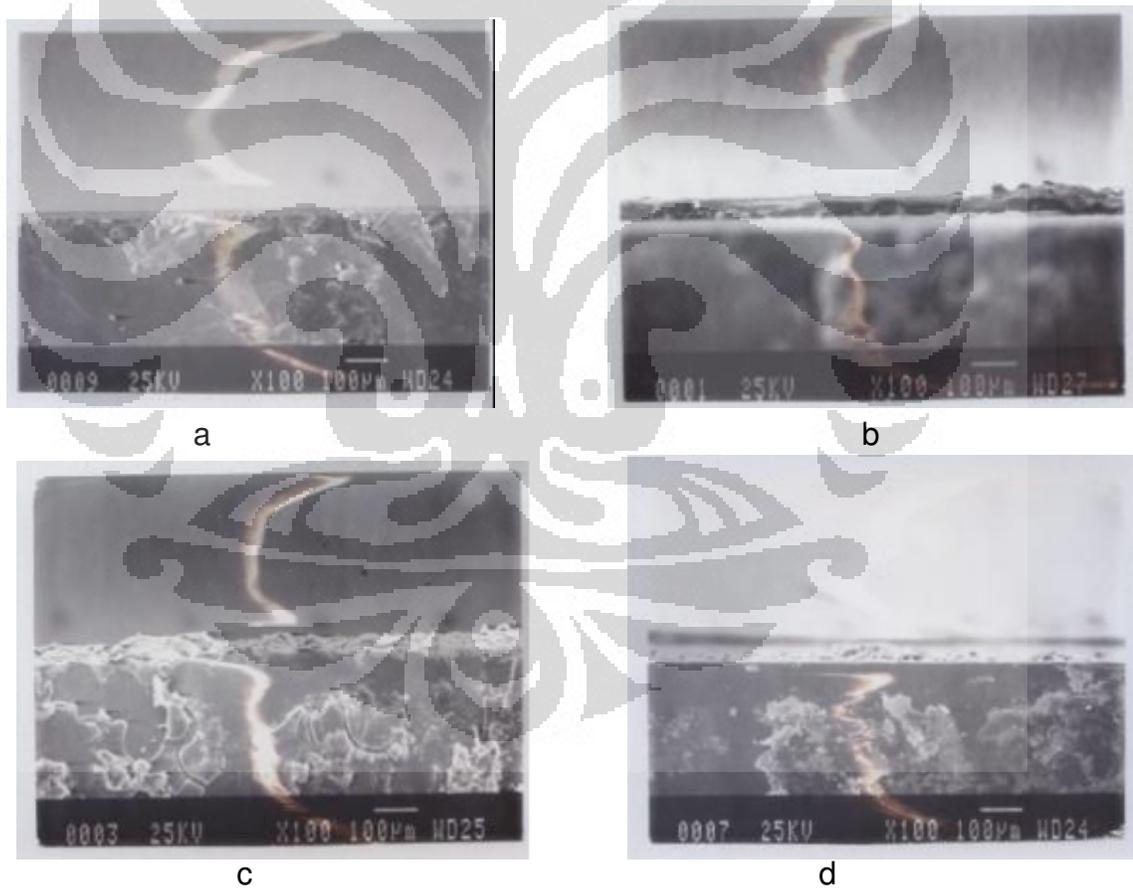
Gambar 4.9 SEM zeolit FAU pada *glassy carbon* 2 kali pelapisan *seed*



Gambar 4.10 SEM zeolit FAU pada *glassy carbon* 3 kali pelapisan *seed*



**Gambar 4.11 SEM zeolit FAU pada *glassy carbon* 1 kali pelapisan *seed* disertai pencucian dengan ammonia**



**Gambar 4.12 SEM ketebalan zeolit a). 1 kali *seed* & pencucian, b). 1 kali *seed*, c). 2 kali *seed*, d). 3 kali *seed*.**

Pada hasil gambar 4.8 A terlihat pada permukaan *glassy carbon* terdapat butiran-butiran kristal yang memiliki ukuran yang dapat dikatakan seragam. Dengan perbesaran 10.000 kali gambar 4.8 B, ukuran 1 unit kristal zeolit kurang dari 1  $\mu\text{m}$ , dan bentuknya menyerupai kubus. Hal ini terjadi pada plat *glassy carbon* yang termodifikasi pelapisan 1 kali *seed*, kristal zeolit tumbuh dengan seragam dan rata diseluruh permukaan plat karbon. Bentuk dan ukuran kristal yang sudah cukup memenuhi karakter dari 1 unit zeolit tipe FAU ini diharapkan memiliki rongga yang berukuran nano sehingga dapat bermanfaat untuk aplikasi selanjutnya.

Berbeda dengan gambar 4.9 dan 4.10, dimana kristal tumbuh tidak sempurna dan tidak merata pada permukaan plat *glassy carbon*. Kristal-kristal zeolit tumbuh saling tumpang tindih dan terlihat seperti teragregasi. Ketidakteraturan ini sangat mungkin disebabkan oleh jumlah zeolit yang berlebihan pada permukaan plat sehingga luas permukaan untuk aktivasi pertumbuhan kristal zeolit semakin sempit, dan kristal tumbuh dengan tidak sempurna.

Pada gambar 4.11 terlihat dampak pelakuan pencucian plat *glassy carbon* yang telah terlapsi zeolit dengan larutan ammonia. Kristal-kristal yang terbentuk diperkirakan seragam, namun karena pengaruh pencucian dengan ammonia, terdapat redispersi yang terjadi pada struktur zeolit sehingga bentuk zeolit tidak teratur, bahkan tidak memiliki bentuk yang pasti.

Dari keseluruhan gambar SEM ini dapat dilihat pengaruh ketebalan pelapisan *seed* pada plat *glassy carbon*, dimana semakin tebal *seed* pada

plat tidak menghasilkan pertumbuhan kristal zeolit yang sempurna. Ketebalan plat terdapat pada gambar 4.12 walaupun tidak terlalu signifikan perbedaannya dilihat dari posisi samping, namun pada permukaan terlihat jelas perbedaan pertumbuhan struktur kristal zeolit. Ketebalan dari polielektrolit pun tidak dapat terdeteksi dengan hasil SEM. Hal ini diduga karena konsentrasi pelapisan polielektrolit yang kecil, sehingga menghasilkan pelapisan yang sangat tipis, namun cukup untuk mengadsorpsi *seed* pada permukaan *glassy carbon* dan zeolit dapat tumbuh merata.



## BAB V

### KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dibuat zeolit dengan tipe Faujasite. Zeolit yang terbentuk ini dibuat dengan teknik *seeding*, dengan cara menumbuhkannya pada *glassy carbon* yang telah termodifikasi oleh polielektrolit PDDA dan PSS, serta *seed* yang berguna untuk pertumbuhan/proses nukleasi kristal zeolit. Zeolit yang terbentuk memiliki ukuran kurang dari 1  $\mu\text{m}$  untuk setiap 1 unit FAU, sehingga dapat diharapkan zeolit ini memiliki rongga yang berukuran nano yang dapat diaplikasikan untuk penelitian selanjutnya.

Kondisi optimum untuk pertumbuhan kristal zeolite adalah pada pH 9, dengan lama pertumbuhan kristal FAU selama 20 jam, pada suhu 100°C, pada plat *glassy carbon* yang termodifikasi PDDA, PSS, PDDA, dan dengan 1 kali pelapisan *seed* pada permukaan *glassy carbon*. Pertumbuhan struktur dan ukuran zeolite yang seragam dihasilkan pada permukaan *glassy carbon* dengan 1 kali pelapisan *seed*.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Tsitsishvili, G. V and T. G. Andronikashvili. 1992. *Natural Zeolites*.  
England: Elish Horwood.
2. Bonneman, H., Richards, R., M. 2001. *Eur. J. Inorg. Chem.* 2455-2480.
3. Janna N. R., gearheart, L., Murphy, C. J., *Chem. Commun.* 2001, 617
4. 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)
5. Saputra, Rodhie.2003. *Pemanfaatan zeolit sintetis sebagai alternatif  
pengolahan limbah industri.* [http ://www.google.co.id/zeolit](http://www.google.co.id/zeolit). 24  
September 2009. Pukul 14:11.
6. Krisnandi, Yuni Krisyuningsih. 2006. *Diktat Kuliah Material  
Aluminosilikat.* Dept. Kimia FMIPA UI, Depok.
7. Nanoparticle  
[http ://en.Wikipedia.org/wiki/nanoparticle](http://en.Wikipedia.org/wiki/nanoparticle). 10 Agustus 2009. pk. 15.35.
8. 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, Depok.

9. 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, Depok.
10. Structure of Graphite.  
[www.scifun.ed.ac.uk/.../graphite-layer.jpg](http://www.scifun.ed.ac.uk/.../graphite-layer.jpg) 14 November 2009  
pk. 19. 40.
11. Structure of Diamond.  
<http://newton.ex.ac.uk/.../sque/diamond/structure/> 14 November 2009.  
pk 20.00
12. Buckyball.  
<http://www.nanotech-now.com./nanotube-buckyball-sites.htm>  
14 November 2009. pk 20.30.
13. Structure of Amorphous Carbon.  
<http://vislab.uq.edu.au./research/carbon/images/nigel.gif>.  
14 November 2009. . pk. 20.30.
15. Irradiated of Suspended Carbon Nanotubes  
<http://beam.helsinki.fi./nanotubes/suspended/sub/bs/jpg>  
14 November 2009. pk. 20.30.
16. Nur Inayati.2006. Studi Pembuatan Partikel Nanozeolite Menggunakan Template TPABr (Tetra Propil Amonium Bromida) Serta Aplikasinya Sebagai Sensor Arsen. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI.

17. Lassinantti, M., Hedlund, J., Sterte, J. 2000. *Micro. Meso. Mater.* 38, 25-34.
18. B. A. Holmberg. et, al. 2003. *Micro. Meso. Mater.* 13-28
19. Krisnandi, Yuni Krisyuningsih. 2009. PROPOSAL RUUI PROGRAM UNGGULAN Pengembangan Sintesa Nanologam Secara Elektrokimia Menggunakan Pencetak Nanozeolite. Dept Kimia FMIPA UI, Depok.
20. Faujasite  
[http://www.materialkemi.lth.se/for\\_students/courses/course\\_projects/Catalysts/Catalysts-filer/image544.gif](http://www.materialkemi.lth.se/for_students/courses/course_projects/Catalysts/Catalysts-filer/image544.gif)  
14 November 2009. . pk. 20.30.
21. Faujasite cluster  
<http://www.chem.umass.edu/Faculty/facultyGraphics/auerbachFau2.jpg>  
14 November 2009. . pk. 20.30.
22. BATAN. 1997. Prosedur Tetap XRD PHILIP. PUSPITEK, Serpong.
23. XRD karbon  
[http://www.springerimages.com/Images/RSS/1-10.1007\\_s11671-009-9373-z-2.jpg](http://www.springerimages.com/Images/RSS/1-10.1007_s11671-009-9373-z-2.jpg) 14 November 2009. . pk. 20.30
24. Tosheva, L; Valtchev, P. V. *Chem. Mater.* **2005**, 17, 2494-2513.
25. Li, Q.; Mihailova, B.; Creaser, D.; Sterte, J. *Microporous Mesoporous Mater.* **2000**, 40, 53.