



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT
ZEOLITE-GLASSY CARBON DAN APLIKASINYA
SEBAGAI *ZEOLITE MODIFIED ELECTRODE (ZME)*
UNTUK INDIKATOR ASAM ASKORBAT**

SKRIPSI

WIDYA PUSPITA SARI

0706263555

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT SINTETIK
PADA *ZEOLITE MODIFIED ELECTRODE* (ZME)
SEBAGAI INDIKATOR ASAM ASKORBAT**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

WIDYA PUSPITA SARI

0706263555

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
PROGRAM STUDI REGULER KIMIA
DEPOK**

JANUARI 2012

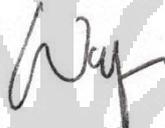
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun
dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : WIDYA PUSPITA SARI

NPM : 0706263555

Tanda Tangan :



Tanggal : Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Widya Puspita Sari
NPM : 0706263555
Program Studi : Reguler Kimia
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Sintetik pada *Zeolite Modified Electrode (ZME)* sebagai Indikator Asam Askorbat

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Yuni Krisyuningsih K.

Pembimbing II : Dr. Ivandini Tribidasari A.

Penguji : Dr. Yoki Yulizar

Penguji : Drs. Riswiyanto

Penguji : Dr. Riwandi Sihombing.

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Januari 2012

KATA PENGANTAR

Dengan karena rahmatNya, Puji dan Syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Semesta alam, Allah SWT , penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Sintetik pada *Zeolite Modified Electrode (ZME)* sebagai Indikator Asam Askorbat” ini tepat pada saatnya.

Penulisan Skripsi ini bertujuan untuk melengkapi salah satu tugas dan persyaratan untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Dalam penyusunan Skripsi ini, penulis banyak mendapat bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, melalui kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada yang terhormat :

1. Dr. Ridla Bakri, selaku Ketua Departemen Kimia
2. Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi dan Dr. Ivandini Tribidasari Anggraningrum selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini.
3. Dr. Endang Saepudin, selaku pembimbing akademik.
4. Drs. Riswiyanto, Dr. Yoki Yulizar, dan Dr. Riwandi Sihombing sebagai dosen penguji atas masukan dan koreksi yang diberikan.
5. Bapak dan Ibu Dosen Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia, terima kasih atas ilmu dan kasih sayang yang telah diberikan.
6. Pihak-pihak yang telah membantu proses penelitian: Ir. Hedi Surahman, M.Si, Mba Ina, Mba Cucu, “Babeh”, Pak Marji, Pak Amin, Pak Kiri, dan semua karyawan Departemen Kimia FMIPA UI.
7. Keluarga tercinta: Mama, Papa, Ka Fika, Tya, Ka Arief, Nadia terimakasih atas Do’a dan Cinta tulusnya
8. Fadiyah Sabila, Dwi Wahyu, Ahmad Ardilla, Rani Afrianti, Amelina, Misda, Fitriana dan semua Ikhwah 2007 FMIPA yang telah berjuang bersama dalam indahnya kekeluargaan .
9. Keluarga besar Mushola ‘Izzatul Islam, BEM FMIPA UI, KOPMA FMIPA UI, HMDK 2009 atas kebersamaannya dalam kerja-kerja besar yang telah dilakukan untuk mewujudkan cita-cita bersama.
10. Anak-anak KRISTAL, TPA Al Muhajirin, FOKUS 103 dan Adik-adik Rohis Al Ashr 103 atas cinta, keceriaan dan semangat yang diberikan.
11. Semua teman-teman penelitian 2007 (Yuliga, Santy, Ikor, Savit, Silvy, Rafi, Rohman, Putri, Riri, Hesty, Nancy, Rosa, Widi, Mita, Kezia, Adly, Atur, Adi, Tyo, Yomi Si Monster), 2008 (Mumu, Sania, Ochi, Umar, Marry, Lina, Dea,

- Rasty, Yogi, Bimo, Ayaz, Dinda, Mila, Vivi), dan pasca sarjana (Ka Habibah, dkk) atas kerjasama dan semangatnya.
12. Mba Cici, Ika, Erna, Ka Enap, Ka Noridha, Ka Ajeng, Mba yudha atas do'a dan *supportnya* di tiap pekan.
 13. Untuk adik-adikku yg Hebat: Asa, Reza, Gungun, Upi, Dimaz, Fariz, Lukman, Kiki, Resda, Erika, Astri, Rina, Rara, Tsabitah, Puti, Syifa, Hesty, Dea, Lara, Almira, Ratri, Niken, Hikmah, Nia akan besarnya bantuan dan Do'a ikhlas yang selalu kalian panjatkan.
 14. Semua pihak yang telah dengan tulus mendo'akan dan membantu penulis yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa Skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, sehingga saran dan kritik yang sifatnya membangun selalu penulis harapkan dari semua pihak demi kesempurnaan Skripsi ini.

Akhir kata penulis harapkan semoga Skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Depok, Januari 2012

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Widya Puspita Sari
NPM : 0706263555
Program Studi : Reguler Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

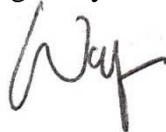
Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Sintetik pada *Zeolite Modified Electrode* (ZME) sebagai indikator Asam Askorbat.

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia / format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Januari 2012

Yang menyatakan,



(Widya Puspita Sari)

ABSTRAK

Nama :Widya Puspita Sari

Program Studi : Reguler Kimia

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Sintetik pada *Zeolite Modified Electrode* (ZME) sebagai indikator Asam Askorbat

Sintesis zeolit FAU tipe Y dilakukan dengan teknik *seeding*, dalam proses hidrotermal dengan direfluks selama 192 jam pada suhu 100°C. Sumber silika berasal dari tetraetilortosilikat (TEOS), aluminium isopropoksida $Al[(CH_3)_2CHO]_3$ sebagai sumber aluminium. Hasil Sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS, dan FTIR yang menunjukkan terbentuknya struktur zeolit tipe Y. Selanjutnya Zeolit ditumbuhkan pada Elektroda *Glassy Carbon* dengan teknik *layer by layer*, yaitu dengan pelapisan larutan poli elektrolit, *Poly diallyl dimethyl ammonium chloride* (PDDA) yang bermuatan positif dan *Poly-4-sodium styrene sulfonate* (PSS) yang bermuatan negatif selanjutnya dilakukan satu kali pelapisan akhir dengan seed. Elektroda yang termodifikasi dengan zeolit (ZME) dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM-EDS dan FTIR, terlihat bahwa ukuran zeolit yang terbentuk hampir seragam yaitu kubus dan metilen biru terabsorpsi dalam ZME. ZME digunakan sebagai indikator asam askorbat dengan memasukkan metilen biru ke dalam pori-pori zeolit, sehingga terjadi reaksi reduksi-oksidasi. Dari hasil pengukuran voltametri siklik pada elektroda *glassy carbon* yang termodifikasi dengan zeolit sintetik belum memberikan respon yang baik terhadap keberadaan senyawa asam askorbat.

Kata Kunci: zeolit, *Zeolite Modified Electrode* (ZME), *Glassy Carbon*, Asam Askorbat

xii + 51 halaman: 28 gambar; 2 tabel; 4 lampiran

Daftar Pustaka: 10 (1992-2011)

ABSTRACT

Name : Widya Puspita Sari

Study Program: Chemistry Regular

Title : Synthesis and Characterization Syntetic Zeolite on Zeolite
Modified Electrode (ZME) as Indicator Ascorbat Acid

Zeolite FAU type Y synthesis was done with seeding technique, in hydrothermal process with reflucted for 192 hours at 100°C temperature. Silica source got from *Tetra Ethyl Orto Silica* (TEOS), $Al[(CH_3)_2CHO]_3$ as Alumunium source. The result of synthesis is characterized with XRD, SEM-EDS and FTIR which show zeolite structure type Y is formed. Next zeolite is grown to glassy carbon electrode with layer by layer technique, there for with the layer of poly electrolite solution, *Poly diallyl dimethyl ammonium chloride* (PDDA) which has positive charge and *Poly-4-sodium styrene sulfonate* (PSS) with negative charge futhermore will done one last process of layer with seed. Modified electrode with zeolite ZME is characterized using XRD, SEM-EDS and FTIR, show that an the size of zeolite formed almost same, they are cubic and methylen blue is absorbed in ZME. ZME used as indicator of ascorbic acid with fill in methylen blue inside the zeolite pores, so redox reaction occurs. From the cyclic voltametry measurement through glassy carbon modified electrode with synthetic zeolite, respond to ascorbic acid is negative.

Key Words : zeolite, Zeolite Modified Electrode (ZME), Glassy Carbon, Ascorbat Acid

xii + 51 pages : 28 pictures; 2 tables; 4 attacment

Bibliograpy : 10 (1992-2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Hipotesis.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Zeolit.....	4
2.2 Faujasite.....	5
2.3 Nanozeolit.....	5
2.4 Elektrokimia.....	6
2.5 Elektroda Karbon.....	7
2.5.1 <i>Glassy Carbon</i>	8
2.6 <i>Zeolite Modified Electrode (ZME)</i>	8
2.7 Voltametri Siklik.....	9
2.8 Metilen Biru.....	10
2.9 Asam Askorbat.....	10
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	12

3.1 Bahan dan Alat.....	13
3.1.1 Bahan.....	13
3.1.2 Alat.....	13
3.2 Prosedur Percobaan.....	14
3.2.1 Pembuatan Larutan.....	14
3.2.2 Sintesis <i>Seed</i>	16
3.2.3 Sintesis nanozeolit FAU Tipe Y dengan Teknik <i>Seeding</i>	17
3.2.4 Preparasi elektroda.....	17
3.2.5 Pelapisan <i>Glassy carbon</i> dengan polielektrolit dan <i>seed</i>	17
3.2.6 Immobilisasi nanozeolit pada elektroda <i>glassy carbon</i>	18
3.2.7 Modifikasi ZME dengan Metilen biru.....	18
3.2.8 Pengukuran pada elektroda <i>glassy carbon</i> dengan voltametri siklik.....	18
3.2.9 Pengukuran voltametri siklik dengan menggunakan metilen biru.....	18
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	20
4.1 <i>Seed</i>	20
4.1.1 Sintesis <i>Seed</i>	20
4.1.2 Karakterisasi <i>Seed</i>	21
4.2 Zeolit FAU Tipe Y.....	24
4.2.1 Sintesis Zeolit Tipe Y.....	24
4.2.2 Karakterisasi Zeolit Tipe Y.....	25
4.3 Preparasi Elektroda <i>Glassy Carbon</i>	27
4.4 Modifikasi Elektroda.....	28
4.5 Pengukuran Voltametri siklik	32
4.5.1 Pengukuran Voltametri siklik ZME.....	36
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA.....	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Geometri tetrahedral Si dan Al.....	4
Gambar 2.2 Struktur dan kerangka FAU.....	5
Gambar 2.3 Elektroda Pembanding Ag/AgCl.....	6
Gambar 2.4 Elektroda Karbon.....	7
Gambar 2.5 Contoh Voltamogram dari Voltametri siklik.....	9
Gambar 2.6 Struktur molekul Metilen Biru.....	10
Gambar 2.7 Struktur molekul Asam Askorbat.....	11
Gambar 3.1 Diagram Alur Kerja Penelitian.....	12
Gambar 4.1 FTIR gabungan seed.....	21
Gambar 4.2 Pola XRD Seed.....	23
Gambar 4.3 SEM seed 1000x perbesaran.....	23
Gambar 4.4 SEM 10.000 xperbesaran.....	24
Gambar 4.5 SEM 40.000 x perbesaran.....	24
Gambar 4.6 Pola XRD NaY.....	25
Gambar 4.7 Pola XRD FAU Standar	26
Gambar 4.8 SEM FAU.....	27
Gambar 4.9 Pola XRD ZME.....	29
Gambar 4.10 Pola XRD <i>Glassy Carbon</i> standar.....	29
Gambar 4.11 SEM ZME 5.000 x perbesaran.....	30
Gambar 4.12 SEM ZME 10.000 x perbesaran.....	31
Gambar 4.13 SEM ZME 20.000 x perbesaran.....	31
Gambar 4.14 FTIR ZME.....	32
Gambar 4.15 Voltamogram <i>Glassy carbon</i> dengan Buffer.....	33
Gambar 4.16 Voltamogram <i>Glassy carbon</i> dengan variasi konsentrasi	35
Gambar 4.17 Kurva kalibrasi konsentrasi asam askorbat.....	36
Gambar 4.18 Voltamogram ZME dengan buffer fosfat 0,1 M pH 7.....	37
Gambar 4.19 Voltamogram ZME-MB dengan variasi konsentrasi AA.....	39
Gambar 4.20 Voltamogram GC dan ZME dengan met.Biru & As.Askorbat.....	40

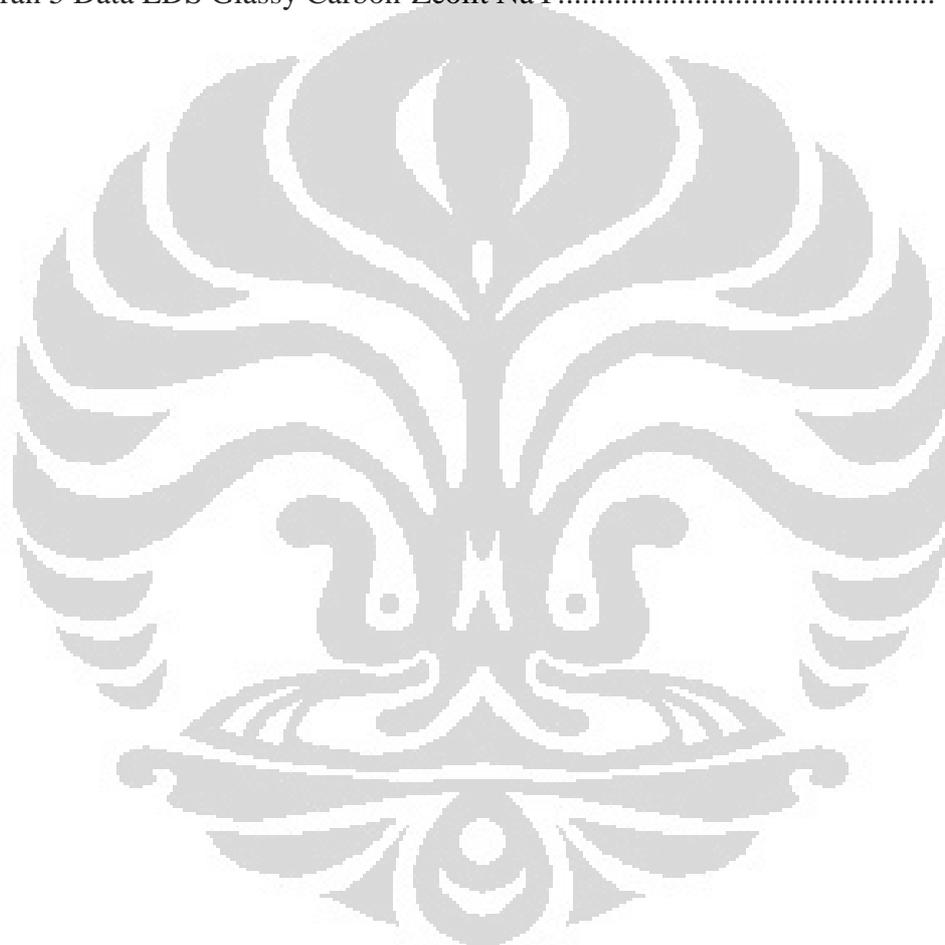
DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Daftar Bilangan gelombang sampel FTIR Seed.....	22
Tabel 4.2 Perbandingan sudut 2 theta XRD NaY.....	25



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Bagan Sintesis <i>seed</i>	44
Lampiran 2 Bagan Sintesis kolodial FAU.....	45
Lampiran 3 Ilustrasi Pelapisan Elektroda.....	46
Lampiran 4 Perhitungan LOD konsentrasi Asam Askorbat.....	47
Lampiran 5 Data EDS Glassy Carbon-Zeolit NaY.....	48



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Teknologi nano atau *nanotechnology* sekarang makin pesat perkembangannya. Nanoteknologi akhir-akhir ini begitu populer di masyarakat. Teknologi itu bahkan menjadi *trend* riset dunia, khususnya di negara-negara maju. Riset di bidang nanoteknologi tentu sangatlah potensial sehingga nanoteknologi memiliki prospek yang cerah di kemudian hari.

Istilah nanoteknologi pertama kali dipopulerkan peneliti Jepang *Norio Taniguchi* pada tahun 1974. Nanoteknologi adalah teknologi yang mampu mengerjakan dengan ketepatan lebih kecil dari satu mikrometer (seperjuta meter). Pengertian yang terkandung dalam kata nanoteknologi yang berkembang saat ini lebih dari sekadar miniaturisasi dalam skala nanometer (sepermiliar meter), tetapi suatu istilah dari teknologi dengan aplikasi yang sangat luas melingkupi hampir di seluruh kehidupan manusia. Di dalamnya tergabung ilmu fisika, teknik, biologi molekuler, serta kimia.

Material berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*). Di samping itu material dengan ukuran nanometer memiliki sifat yang tidak dimiliki oleh material berukuran besar. Salah satu bidang dari perkembangan nanoteknologi, adalah nanopartikel. Nanopartikel adalah material buatan manusia yang berskala nano dengan ukuran lebih kecil dari 100 nm. Contoh dari nanopartikel yang dibahas dalam penelitian ini adalah nanozeolit.

Nanozeolit merupakan zeolit yang berukuran nano. Zeolit merupakan mineral alumina silika terhidrat yang tersusun atas tetrahedral-tetrahedral alumina (AlO_4^{5-}) dan silika (SiO_4^{4-}) yang membentuk struktur bermuatan negatif dan berongga terbuka/berpori. Dikarenakan struktur dan kerangka zeolit yang khas, zeolit memiliki banyak kegunaan dan mudah untuk dimodifikasi. Dengan memanfaatkan pori-pori yang terdapat dalam zeolit maka diharapkan akan banyak produk terbentuk yang bermanfaat bagi manusia.

Pada penelitian ini, dilakukan modifikasi elektroda kerja *glassy carbon* dengan zeolit. Zeolit yang sudah di sintesis akan melapisi permukaan elektroda, sehingga elektroda memiliki lapisan berpori untuk diisi oleh senyawa yang berperan dalam proses transfer elektron dalam suatu sel elektrokimia. Sebelumnya elektroda dilapisi dengan lapisan polielektrolit terlebih dahulu, disesuaikan dengan jenis muatan permukaan zeolit. Penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Hani Tovina (2009) membuktikan hasil yang baik dalam teknik pelapisan elektroda dengan *layer by layer*.

Zeolit yang termodifikasi dengan elektroda dikenal dengan nama *Zeolite Modified Electrode* (ZME). ZME sering juga disebut sebagai *Chemically Modified Electrodes* (CME). Munculnya ZME pada awalnya adalah untuk meningkatkan respon elektroda konvensional dengan mengkombinasikan *modifier* melalui reaksi elektrokimia. Kelebihan dari ZME ini antara lain dapat mengkombinasikan sifat pertukaran ion secara voltametri dengan sifat *molecular sieve* dari suatu zeolit, sebagai sensor dalam peralatan elektroanalisis dan sebagai elektrokatalis. Penelitian sebelumnya pernah dilakukan oleh Marliana Suteja (2008), ZME yang terbentuk dapat digunakan sebagai sensor Arsen dengan mengimobilisasi ion Fe^{3+} ke dalam elektroda yang termodifikasi dengan zeolit terlihat dari respon yang terjadi pada voltametri siklik.

Dalam penelitian ini ZME yang terbentuk selanjutnya dimodifikasi dengan senyawa metilen biru yang bersifat hidrofilik dan berfungsi sebagai mediator elektron dengan senyawa asam askorbat yang terkandung dalam vitamin C. Dengan teknik voltametri siklik dapat dilihat hasil berupa gambaran respon dari elektron hasil reaksi reduksi-oksidasi yang masuk ke dalam zeolit dan mengenai elektroda dan terukur dalam bentuk potensialnya.

1.2. Rumusan Masalah

Apakah *Zeolite Modified Electrode* (ZME) yang terbentuk menggunakan nanoteknologi dapat digunakan sebagai Indikator pada asam askorbat dengan menggunakan metilen biru?

1.3. Hipotesis

Zeolite Modified Elektrode (ZME) yang terbentuk menggunakan nanoteknologi dapat digunakan sebagai Indikator Asam Askorbat dengan menggunakan metilen biru.

1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk preparasi elektroda *Glassy Carbon* yang dimodifikasi dengan nanozeolite Y tipe Faujasite (FAU) dan metilen biru sebagai indikator asam askorbat dengan teknik voltametri siklik.

BAB 2

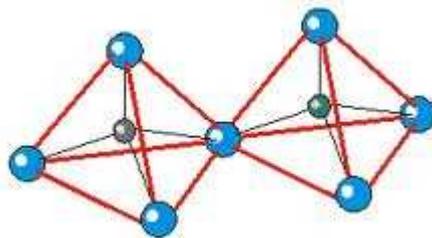
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit

Zeolit berdasarkan proses pembentukannya diklasifikasikan menjadi dua, yaitu zeolit alam yang terbentuk karena proses alam (zeolitisasi) yang biasanya ditemukan dalam sedimen sebagai hasil alterasi debu-debu vulkanik (yang mengandung Si) dan zeolit sintetik yang dapat dibuat dalam kondisi hidrotermal. Dalam penelitian ini digunakan zeolit sintetik melalui proses hidrotermal, yang dapat disintesis dalam skala laboratorium.

Struktur zeolit tersusun dari tiga komponen utama yaitu rangka aluminosilika, kation yang mengisi ruang kosong dan molekul air dalam *fase occluded*. Dengan bentuk geometri tetrahedral dengan atom pusat Si atau Al yang dikelilingi oleh empat buah atom oksigen seperti pada **Gambar 2.1**. Morfologi dan struktur kristal yang terdiri dari rongga-rongga yang berhubungan ke segala arah menyebabkan permukaan zeolit menjadi luas.

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.

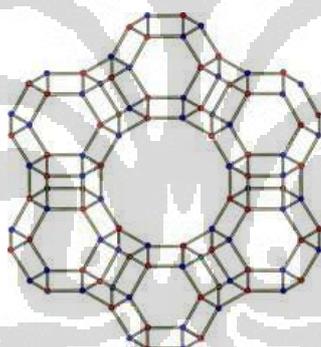


<http://ardra.biz/mineral/mineral-zeolit>

Gambar 2. 1 Bentuk geometri tetrahedral Si dan Al

2.2 Faujasite

Struktur faujasite yang ditemukan oleh seorang *geologist* dan *volcanologiste* dinamakan *Barthélemy Faujas de Saint-Fond*. Terdiri dari *sodalite cages* yang tersambungkan oleh prisma heksagonal. Ditemukan oleh *Damour* pada tahun 1842. Tersusun secara perpendikular satu sama lainnya yang terbentuk dari 12 cincin, memiliki diameter sebesar 7.4 Å. Rongga pori-pori dalam nya memiliki diameter 12 Å, dan dikeliling oleh 10 *sodalite cages*. Satu unit sel Faujasite berbentuk kubus 24.7 Å. Faujasite dapat disintesis sama seperti zeolit lainnya yang berasal dari sumber alumina (*sodium aluminate*) dan sumber silika (*sodium silicate*). Berdasarkan dari rasio silika dan alumina pada kerangka faujasite, sintesis faujasite dapat dibedakan menjadi zeolit X dan zeolit Y.



<http://folk.uio.no/pouln/hfcads.htm>

Gambar 2.2 Struktur dan kerangka FAU

2.3 Nanozeolit

Partikel 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 di *recovery* dengan agregasi minimum yang bertujuan mendapatkan koloid yang stabil, kemudian dimurnikan dengan sentrifugasi berulang-ulang dengan kecepatan tinggi dan

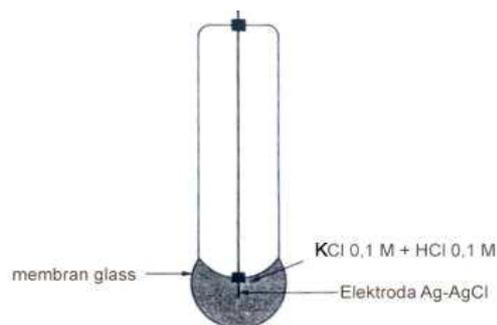
diredispersi dalam cairan. Sintesis nanozeolit biasanya menghasilkan ukuran partikel di bawah 100 nm.

2.4 Elektrokimia

Elektrokimia merupakan ilmu yang mempelajari hubungan antara perubahan (reaksi) kimia dengan kerja listrik, biasanya melibatkan sel elektrokimia yang menerapkan prinsip reaksi redoks dalam aplikasinya. Dalam pengukuran yang menggunakan prinsip elektrokimia diperlukan suatu elektroda untuk melihat respon reaksi transfer elektron yang terjadi. Sel elektrokimia biasanya tersusun atas 3 elektroda, yaitu:

- elektroda pembanding (*reference electrode*)
- elektroda kerja (*working electrode*)
- elektroda bantu (*counter electrode*)

Elektroda yang potensialnya dibuat konstan sehingga mampu digunakan sebagai pembanding terhadap perubahan yang terjadi pada elektroda kerja disebut elektroda pembanding. Elektroda kerja sendiri adalah elektroda tempat terjadinya reaksi reduksi-oksidasi analit. Seperti elektroda pembanding, pada umumnya elektroda kerja terbuat dari bahan yang *inert*. Bahan yang sering digunakan contohnya Hg, Pt, Ag, Au dan karbon. Sedangkan elektroda bantu adalah elektroda yang berperan sebagai sumber atau tempat masuknya elektron-elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel. Biasanya elektroda bantu terbuat dari bahan yang *inert* juga (logam mulia atau karbon/grafit) dengan harapan mampu mencegah disolusi dari bahan tersebut selama eksperimen berlangsung. Elektroda bantu yang biasa digunakan adalah Pt berupa kawat lurus, kawat spiral atau lempengan (*disk*). Contoh bentuk dari elektroda pembanding dapat dilihat pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Elektroda pembanding Ag/AgC**2.5 Elektroda Karbon**

Salah satu jenis elektroda kerja adalah elektroda padat, contohnya elektroda karbon yang digunakan dalam penelitian ini. Materi yang biasa digunakan sebagai elektroda padat adalah platina, emas, perak, nikel, tembaga, dan karbon. 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 *pre-treatment* 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.



<http://www.scientific-equipments.com/carbon-electrodes.htm>

Gambar 2.4 Elektroda Karbon

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. Jenis elektroda karbon antara lain elektroda karbon pasta dan elektroda *glassy carbon*.

2.5.1 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.

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. *Glassy carbon* termasuk dalam kelas *amorphus 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. *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 alumina, kemudian disonikasi.

2.6 Zeolite Modified Electrode (ZME)

Elektroda yang terdahulu hanya membahas tentang permukaan elektroda yang menerima dan menyediakan elektron yang dapat mempercepat satu reaksi transfer elektron saja. Sehingga dicari suatu struktur kimia baru pada permukaan elektroda agar banyak transfer elektron yang terjadi (konduktivitas yang tinggi), dengan kata lain elektroda dapat dipakai berulang-ulang dengan kondisi yang berbeda pula.

Pada ZME, harus ada sesuatu senyawa berupa lapisan tingkat molekuler yang dapat diisi oleh suatu senyawa sebagai mediator elektron dalam jangka waktu yang lebih lama, dimana gabungan senyawa ini akan aktif pada permukaan elektrodanya. Lapisan yang dipilih dapat berupa bahan anorganik seperti lempung, zeolit, dan film aluminium oksida. Dengan mengkombinasikan kelebihan yang dimiliki oleh lapisan dan mediator elektron atau senyawa yang mengisi/mengimobilisasi lapisan molekuler, diharapkan dapat meningkatkan respon elektroda sebagai sensor.

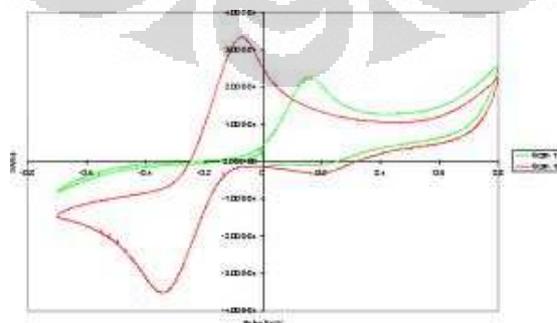
Pada penelitian ini lapisan molekuler yang digunakan adalah zeolit karena mempunyai dimensi yang dapat menyediakan tempat untuk mediator elektron. Zeolit yang dikenal sebagai *molecular sieve*, melalui reaksi tukar kation dapat digunakan sebagai mediator elektron dengan ukuran molekul tertentu. Dengan terperangkapnya mediator elektron dalam zeolit maka transfer elektron berjalan lebih efektif.

2.7 Voltametri Siklik

Voltametri merupakan elektrolisis dalam ukuran mikro dengan menggunakan mikro elektroda kerja, disebut juga teknik arus voltase. Potensial dari mikro elektroda kerja divariasikan dan arus yang dihasilkan dibaca sebagai fungsi dari potensial. Hasil data dari pengukuran disebut voltamogram. Metode ini umum digunakan untuk menentukan komposisi dan analisis kuantitatif larutan.

Dalam sistem voltametri ada yang disebut dengan siklik voltametri. Voltametri ini merupakan teknik voltametri dimana arus diukur selama *scanning* potensial dari potensial awal ke potensial akhir dan kembali lagi potensial awal. Dengan demikian arus katodik maupun anodik dapat terukur. Arus katodik adalah arus yang digunakan pada saat *scanning* dari arus yang paling besar menuju arus yang paling kecil dan arus anodik adalah sebaliknya (Khopkar, 1985).

Metoda voltametri siklik banyak digunakan karena merupakan metoda yang cepat dan sederhana untuk mengkarakterisasi reaksi yang terjadi di dalam sistem elektrokimia. Melalui metoda ini diperoleh informasi laju transfer elektron yang terjadi pada permukaan elektroda.



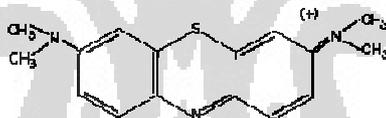
Gambar 2.5 Contoh Voltamogram dari Voltametri Siklik

Instrumen yang dihubungkan dalam voltametri siklik adalah potensiostat. Alat ini digunakan untuk mengontrol beda potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding dalam suatu sel elektrokimia.

Larutan elektrolit berfungsi sebagai medium penghantar dimana transfer muatan terjadi melalui pergerakan ion-ion elektrolit tersebut. Pada umumnya digunakan larutan asam, basa atau garam, pelarut organik dan lelehan garam (*molten salt*).

2.8 Metilen Biru

Metilen biru adalah pewarna biru dengan muatan kationik pada molekulnya. Dalam bidang kimia metilen biru sering digunakan sebagai indikator redoks. Indikator redoks adalah indikator yang mengalami perubahan warna pada potensial elektroda tertentu. Perubahan warna menyatakan kesetimbangan sistem redoks telah tercapai. Pada larutan yang mengandung metilen biru warna akan berubah menjadi biru ketika terjadi reaksi oksidasi, dan larutan akan menjadi tidak berwarna jika mengalami reaksi reduksi.



Gambar 2.6 Struktur molekul Metilen Biru

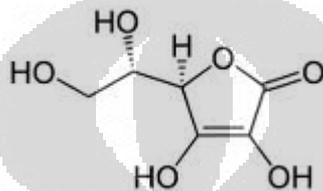
Metilen biru berbentuk kristal biru dengan titik leleh 100-110 °C. Zat ini cukup larut dalam air. Pada suhu 21 °C metilen biru tidak menguap, dan densitas uapnya sekitar 13. Sifat lain dari metilen biru ini adalah hidrofilik.

2.9 Asam Askorbat

Asam askorbat merupakan kristal putih yang larut dalam air dan memiliki sifat antioksidan. Antioksidan sebenarnya didefinisikan sebagai inhibitor yang bekerja menghambat oksidasi melalui reaksi dengan radikal bebas reaktif membentuk radikal bebas tak reaktif yang relatif stabil.

Asam askorbat meleleh pada suhu 190 °C -192 °C dan mudah mengalami oksidasi sehingga dapat digunakan sebagai pereduksi pada berbagai reaksi kimia. Asam

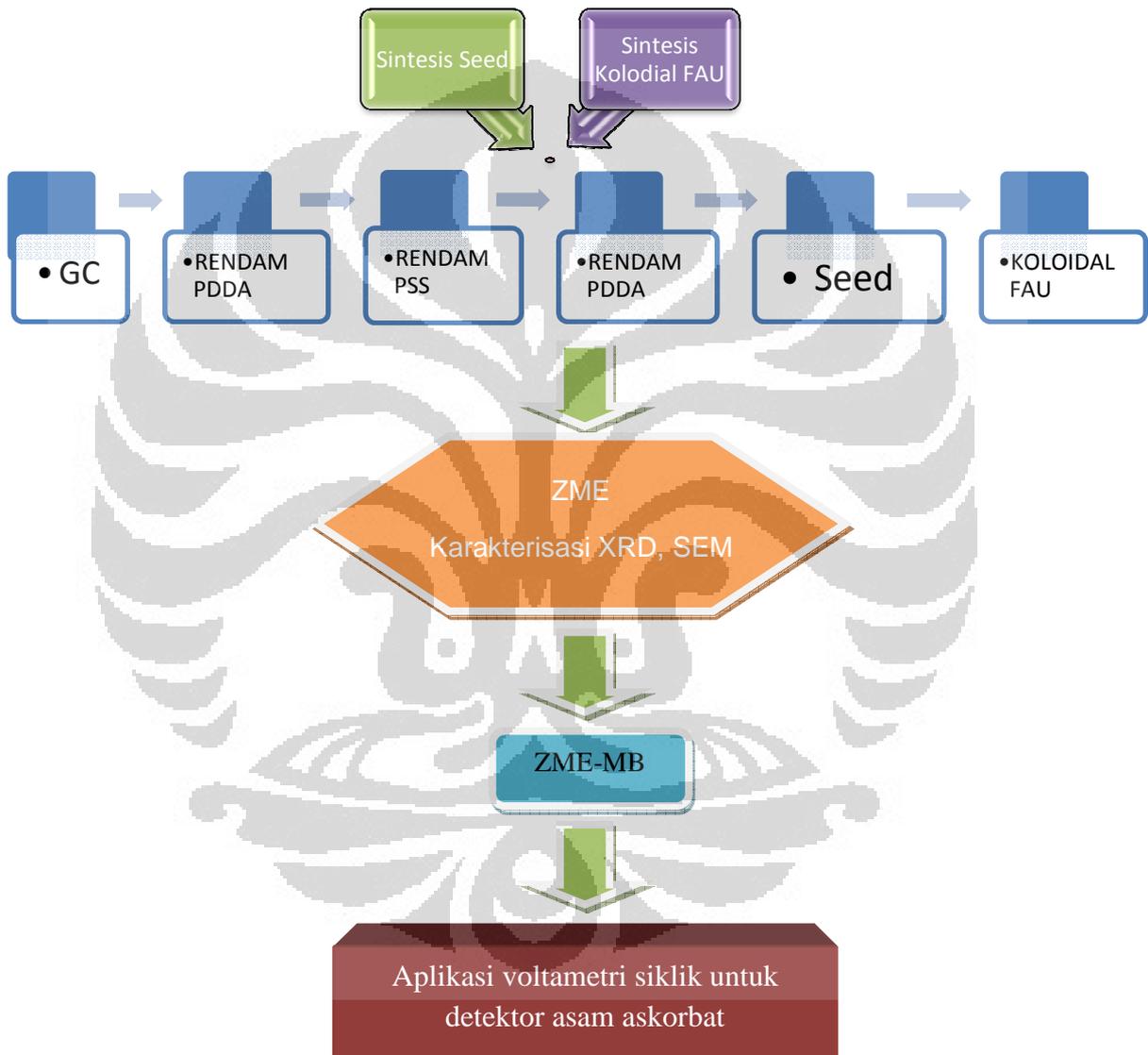
ini penting untuk pencegahan adsorpsi unsur besi, dan memperkuat tulang dan gigi. Asam askorbat adalah salah satu senyawa kimia yang disebut vitamin C, selain asam dehidroaskorbat. Vitamin C ini sangat besar manfaatnya untuk antioksidan karena mengandung asam askorbat. Asam askorbat didapat dengan mengonsumsi buah-buahan dan sayur-sayuran sesuai dengan jumlah yang dibutuhkan tubuh.



Gambar 2.7 Struktur molekul Asam Askorbat

BAB 3
METODE PENELITIAN

DIAGRAM ALUR PENELITIAN



Gambar 3.1 Diagram Alur Kerja Penelitian

3.1. Bahan dan Alat Penelitian

3.1.1. Bahan

1. Tetraetilortosilikat, TEOS
2. Alumunium isopropoksida, $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$
3. Tetrametilamonium hidroksida, TMAOH
4. Natrium metasilikat, $(\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$
5. Alumunium sulfat, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$
6. Natrium hidroksida, NaOH 0,1 M dan 1 M
7. Larutan ammonia, NH_4OH 0,1 M
8. Natrium Klorida, NaCl
9. Asam asetat glasial, CH_3COOH
10. Asam klorida, HCl 0,1 M
11. Alumunium foil
12. α -alumina slurry
13. Aquademin, H_2O
14. Larutan asam peroksida, H_2O_2 30%
15. Glassy carbon Grade GC-20SS (Tokai Carbon Co. Ltd. Tokyo-Japan)
16. Metilen Biru
17. Elektroda Pt
18. Asam Askorbat
19. Gas N_2
20. $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
21. $\text{KH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
22. Elektroda Ag/AgCl
23. Poly(diallyldimethylammoniumchloride), PDDA (Aldrich)
24. Poly-4-sodiumstyrenesulfonate, PSS (Flochem)

3.1.2 Alat

1. Botol polipropilen (PP)
2. Oven

3. Gelas beaker dan gelas ukur
4. Pipet ukur dan pipet volumetri
5. Labu ukur dan labu bulat
6. Sentrifuge dan tabung sentrifuge
7. Batang pengaduk dan pipet tetes
8. Hotplate dan magnetic bar
9. Kondensor dan slang
10. Sonikator
11. Thermostat
12. Crucible
13. Botol semprot
14. pH Meter
15. Potensiostat
16. XRD (Phillips PW 1710)
17. SEM-EDS (JEOL JSM-6390)
18. FTIR (Shimadzu IR Prestige-21)

3.2. Prosedur Percobaan

3.2.1 Pembuatan Larutan

3.2.1.1 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M dan 1 M

Sebanyak 0,2 gram NaOH dimasukkan ke dalam beaker gelas, kemudian dilarutkan dengan akuademin dan diaduk. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuademin sampai tanda tera. Maka diperoleh larutan NaOH dengan konsentrasi 0,1 M. Sebanyak 4 gram NaOH dimasukkan ke dalam beaker gelas, kemudian dilarutkan dengan akuademin dan diaduk. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuademin sampai tanda tera. Maka diperoleh larutan NaOH dengan konsentrasi 1 M.

3.2.1.2 Pembuatan Larutan NH₄OH 0,1 M

Untuk membuat larutan NH₄OH 0,1 M, maka dilakukan pengenceran dari larutan NH₄OH pekat (15 M). Sebanyak 0,67 mL NH₄OH 15 M dipipet menggunakan

pipet ukur ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda tera.

3.2.1.3 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M

Untuk membuat larutan HCl 0,1 M, maka dilakukan pengenceran dari larutan HCl 6 M. Sebanyak 0,83 mL HCl 6 M dipipet menggunakan pipet ukur ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda tera.

3.2.1.4 Pembuatan Larutan Buffer Pospat pH 7

Buffer ini disiapkan dari KH_2PO_4 sebanyak 0,3402 gr dan K_2HPO_4 sebanyak 0,4355 gr dalam labu ukur 50 ml.

3.2.1.5 Pembuatan Larutan Buffer Pospat pH 9,5

Sebanyak 0,0278 gram KH_2PO_4 (BM = 174, 18 g/mol) dan 1,3337 gram K_2HPO_4 (BM = 136,09 g/mol) masing-masing dilarutkan di dalam labu ukur 100 mL, kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan.

3.2.1.6 Pembuatan larutan H_2O_2 0,1 M

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

3.2.1.7 Pembautan 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.

3.2.1.8 Pembuatan Larutan PDDA

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

3.2.1.9 Pembuatan Larutan PSS

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

3.2.1.10 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.

3.2.1.11 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.

3.2.1.12 Pembuatan Larutan Asam Askorbat 0,01 M

0,176 gr asam askorbat dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 ml, untuk variasi konsentrasi dilakukan pengenceran.

3.2.1.13 Pembuatan Larutan Metilen Biru 0,001 M

Sebanyak 1 ml larutan metilen biru 0,005 M diencerkan dengan aquades dalam labu ukur 50 ml.

3.2.2 Sintesis Seed

Dalam sintesis seed menggunakan perbandingan molar larutan 2,46 (TMA)₂O dari larutan TMAOH : 0,032 Na₂O dari larutan NaOH : 1 Al₂O dari larutan Aluminium isopropoksida : 3,40 SiO₂ dari larutan Natrium metasilikat : 400 H₂O. Dilarutkan 10,732 g TEOS sebagai sumber silika dalam 15 mL pelarut di dalam botol polipropilen lalu distirer selama 30 menit. Aluminium isopropoksida sebanyak 6,252 g dilarutkan dalam 15 mL pelarut dan di stirer selama 30 menit. Dan pembuatan larutan terakhir, TMAOH sebanyak 13,5105 g ke dalam 15 mL pelarut, distirer selama 15 menit. Pelarut yang digunakan adalah etanol : aquademin dengan perbandingan volume 1 : 4 (v/v). Larutan Al-isopropoksida ditambahkan ke dalam larutan TEOS distirer selama 60 menit. Selanjutnya larutan TMAOH yang terbentuk di tambahkan ke dalam campuran larutan TEOS dan Al.isopropoksida di stirer selama 60 menit.

Setelah terbentuk larutan di atas, larutan tersebut di tambahkan dengan 9,6 g NaOH 0,1 M dan 57,7285 g aquademin secara perlahan-lahan sambil di stirer selama

120 menit. Selanjutnya larutan diatur pada pH 8-11 dengan CH_3COOH dan di aging selama 18-24 jam. Dilanjutkan dengan proses refluks selama 192 jam dijaga pada suhu 100°C . Dan dibiarkan pada suhu kamar. Larutan sol *disentrifuge*, endapan diredispersi dengan ammonia 0,1 M selama 24 jam sebanyak dua kali dan *disentrifuse* kembali. Sol yang diperoleh di*adjust* dengan aquabides hingga pH 10 pada konsentrasi 1%. Sampai tahap ini sudah terbentuk kolodial *seed* zeolit (Ahkam, 2011).

Proses selanjutnya untuk kepentingan karakterisasi dengan mengendapkan sol pada suhu kamar 100°C selama 18 jam. Hasil pemanasan dengan oven berupa padatan, selanjutnya digerus dan disaring. Diteruskan dengan kalsinasi 500°C selama 18 jam. Setelah itu padatan *seed* di karakterisasi dengan XRD dan SEM.

3.2.3 Sintesis Nanozeolit FAU Tipe Y dengan Teknik Seeding

Sintesis kolodial FAU dilakukan dengan melarutkan 29,001 g Na_2SiO_3 dalam 30 ml aquademin distirer selama 30 menit. Selanjutnya dilarutkan 6,732 g $\text{Al}(\text{SO}_4)_3$ dalam 80 mL NaOH 1 M dan distirer selama 30 menit. Kedua larutan di tambahkan secara perlahan dan kembali distirer selama 60 menit. Lalu ditambahkan aquademin sebanyak 32 mL dan distirer selama 120 jam. Ditambahkan *seed* sebanyak 10 mL, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam setelah itu dibiarkan dingin pada suhu kamar. Selanjutnya sol disentrifugasi dan diredispersi dengan ammonia 0,1 M selam 24 jam. Perbandingan komposisi molar larutan kolodial FAU 14 Na_2O dari larutan NaOH: 1 Al_2O_3 dari larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$: 10 SiO_2 dari larutan Na_2SiO_3 : 798 H_2O : $3\text{Na}_2\text{SO}_4$. Di dapatkan suatu kolodial FAU yang selanjutnya akan digunakan untuk menumbuhkan zeolit pada lapisan atas elektroda *glassy carbon*.

Untuk kepentingan karakterisasi endapan dikeringkan pada oven suhu 100°C selama 18 jam. Dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 500°C selama 18 jam. Dan *powder* FAU siap untuk dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDX.

3.2.4 Preparasi Elektroda

Elektroda *glassy carbon* dipolish hingga mengkilap dengan menggunakan alumina slurry, kemudian disonikasi menggunakan larutan asam (larutan yang mengandung HCl, H_2O_2 dan H_2O) selama 20 menit dan larutan basa (larutan yang

mengandung NH_4OH , H_2O_2 dan H_2O) selama 20 menit, kemudian dibilas menggunakan aquades.

3.2.5 Pelapisan Glassy Carbon dengan polielektrolit dan Seed

Merendam elektroda GC yang telah dibersihkan ke dalam larutan PDDA dan PSS sebanyak 30 mL 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 sebanyak 20 mL, dengan perendaman selama 20 menit.

3.2.6 Immobilisasi koloidal zeolit pada elektroda karbon

Proses immobilisasi zeolit ke dalam elektroda karbon yang telah termodifikasi oleh seed dengan cara merendam dalam larutan koloidal nanozeolit sebanyak 10 mL selama 20 jam pada suhu 100°C sehingga zeolit tumbuh pada lapisan atas elektroda yang telah termodifikasi.

3.2.7 Modifikasi ZME dengan Metilen Biru (ZME-MB)

Zeolite Modified Electrode yang dimodifikasi dengan metilen biru dengan konsentrasi 0,001 M dengan cara merendam ZME dalam larutan metilen biru 0,001 M sebanyak 5 mL selama 20 menit, kemudian dikeringkan dalam suhu kamar.

3.2.8 Pengukuran pada elektroda *Glassy Carbon* dengan Voltametri Siklik

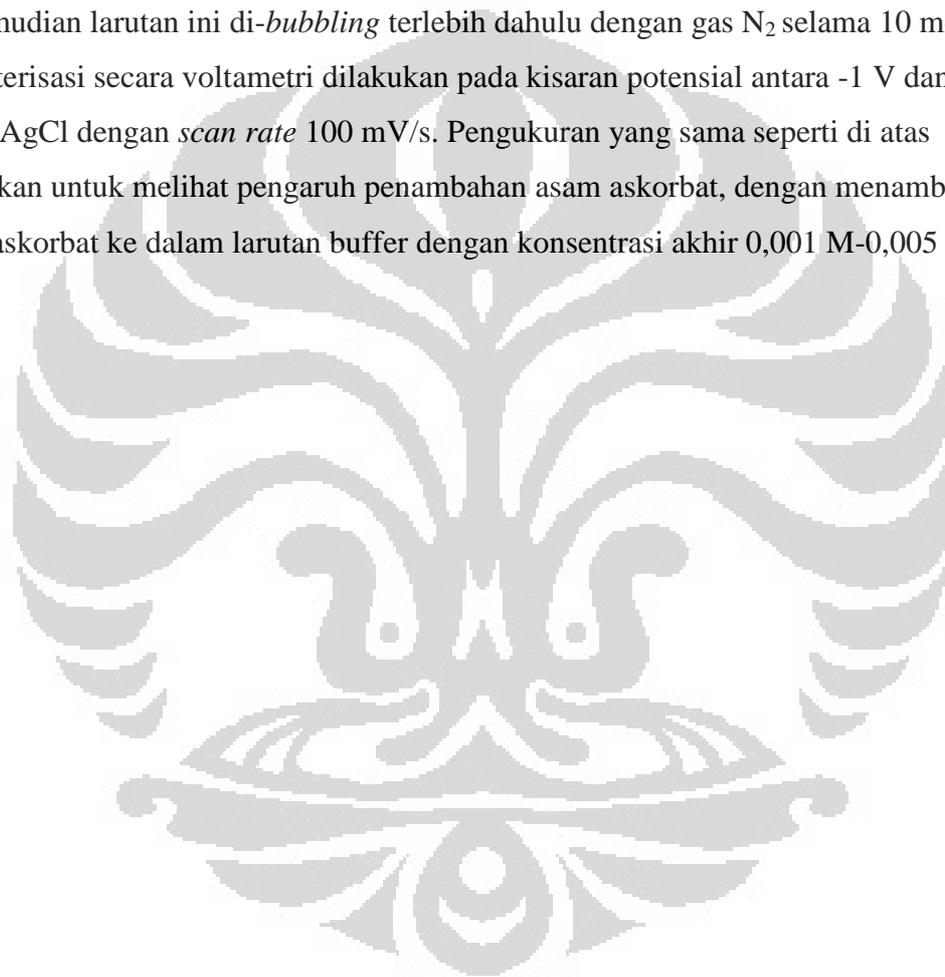
Elektroda kerja *Glassy Carbon* tanpa modifikasi digunakan untuk melihat respon dari metilen biru. Sistem tiga elektroda (elektroda kerja, pembanding, dan bantu) yang telah dibersihkan dicelupkan dalam 10 mL larutan 0.1 M bufer fosfat pH 7 M. Sebelumnya larutan ini di-*bubbling* terlebih dahulu dengan gas N_2 selama 10 menit. Karakterisasi secara voltametri dilakukan dengan kisaran potensial antara -1 V dan 1,5 V vs Ag/AgCl dengan *scan rate* 100 mV/s.

Standarisasi dilakukan terlebih dahulu dengan melihat voltamogram dasar yang hanya berisi larutan 0.1 M bufer fosfat pH 7, kemudian dengan larutan 0.1 M bufer

fospat pH 7 yang berisi larutan metilen biru 1 mL 0,001 M dengan konsentrasi akhir larutan 10 mmol, kemudian larutan bufer fosfat pH 7 dengan variasi asam askorbat 0,001 M- 0,005 M

3.2.9 Pengukuran Voltametrik siklik dengan menggunakan ZME-MB

Untuk melihat respon metilen biru yang terimmobilisasi di dalam zeolit, sistem tiga elektroda yang telah bersih dicelupkan dalam 10 mL larutan 0.1 M bufer fosfat pH 7. Kemudian larutan ini di-*bubbling* terlebih dahulu dengan gas N₂ selama 10 menit. Karakterisasi secara voltametri dilakukan pada kisaran potensial antara -1 V dan 1,5 V vs Ag/AgCl dengan *scan rate* 100 mV/s. Pengukuran yang sama seperti di atas dilakukan untuk melihat pengaruh penambahan asam askorbat, dengan menambahkan asam askorbat ke dalam larutan buffer dengan konsentrasi akhir 0,001 M-0,005 M.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 *Seed*

4.1.1 Sintesis *Seed*

Seed dibentuk menggunakan teknik *seeding*, yang telah berhasil dilakukan dalam penelitian terdahulu (Ahkam, 2011). Pada sintesis *seed* pertama yang dilakukan oleh Hani Tovina (2009), saat penambahan larutan asam tidak terbentuk endapan dikarenakan pengaturan pH yang tidak sesuai dengan jurnal acuan (Lassinantti et al., 1999) sehingga dilakukan sintesis dengan pengaturan pH 8-11. Penambahan larutan asam awalnya menggunakan HCl 6 M tetapi karena hasil XRF menunjukkan persen berat dari Cl cukup besar sehingga asam diganti dengan asam asetat yang merupakan asam lemah (Tovina, 2009). Sintesis *seed* yang dikerjakan Mutammimal Ahkam (2011) sudah dilakukan dengan pengaturan pH 8-11 dengan asam asetat dan hasil yang didapatkan lebih baik dibandingkan yang dikerjakan Hani Tovina (2009). Sehingga pada penelitian ini menggunakan tahapan sintesis yang sama dengan yang dilakukan oleh Mutammimal Ahkam (2011).

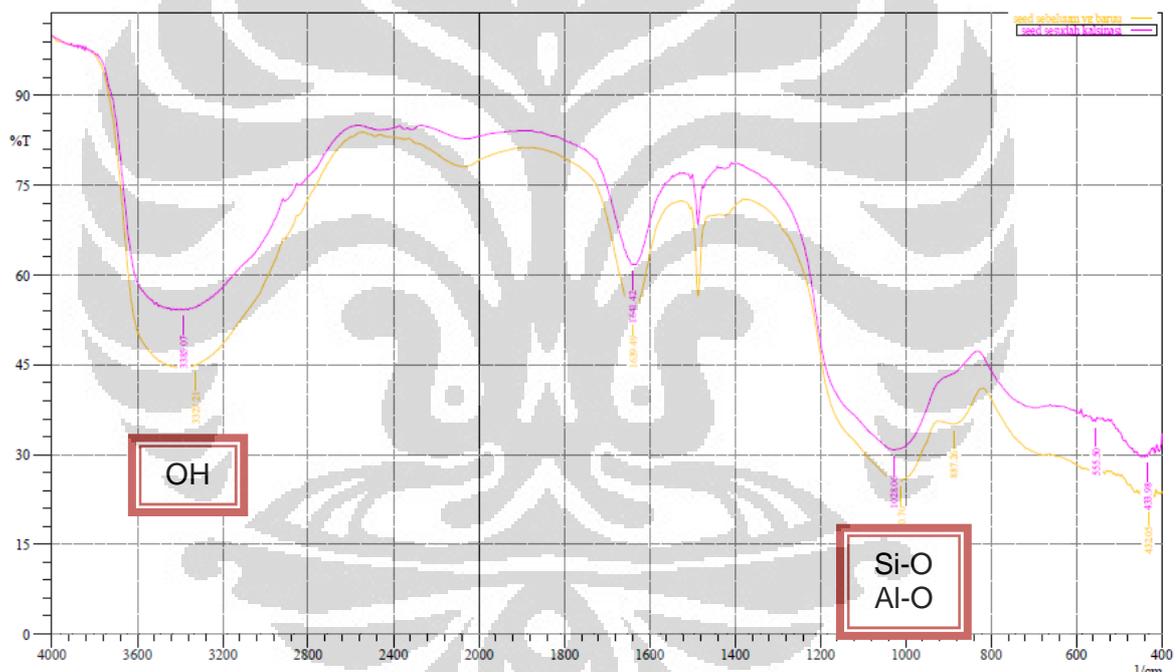
Sumber silika didapat dari *tetraethyl ortosilicate* (TEOS) dan *aluminium isopropoxide* sebagai sumber Aluminium. Dan TMAOH sebagai molekul pengarah pembentukan struktur zeolit. Dalam sintesis *seed* zeolit pada penelitian ini melalui proses hidrotermal, yaitu proses refluks selama 192 jam pada temperatur 100°C. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa dan larutan lewat jenuh. Proses tersebut berada pada keadaan metastabil. Redispersi dengan ammonia dimaksudkan untuk menghilangkan TMA^+ dengan NH_4^+ yang bersifat tidak merusak struktur zeolit. Selanjutnya koloid ini akan diimmobilisasi pada permukaan elektroda *glassy carbon*.

Untuk uji karakterisasi, endapan di oven 100°C selama 18 jam. Kemudian digerus untuk memperluas luas permukaan dan selanjutnya di saring. Terakhir, tahap kalsinasi dengan suhu 500°C selama 18 jam dengan tujuan untuk mendekomposisi surfaktan yang tertinggal pada pori material setelah proses hidrotermal.

4.1.2 Karakterisasi Seed

4.1.2.1 FTIR

Dilakukan pengukuran dengan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa. Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan infra merah yang karakteristik di sekitar bilangan gelombang 300-1200 cm^{-1} . Dari data terlihat *peak* di daerah serapan khas dari zeolit, yaitu di 1010,70 cm^{-1} (*seed* sebelum kalsinasi). Selain itu tujuan analisis infra merah adalah untuk mengetahui keberadaan molekul pengarah maka diambil data FTIR sebelum dan sesudah kalsinasi *seed*. Seperti terlihat pada spektrum FTIR berikut ini, spektrum yang berwarna kuning merupakan *seed* sebelum kalsinasi, spektrum berwarna ungu menunjukkan *seed* setelah kalsinasi.



Gambar 4.1 Perbandingan seed sebelum dan sesudah kalsinasi

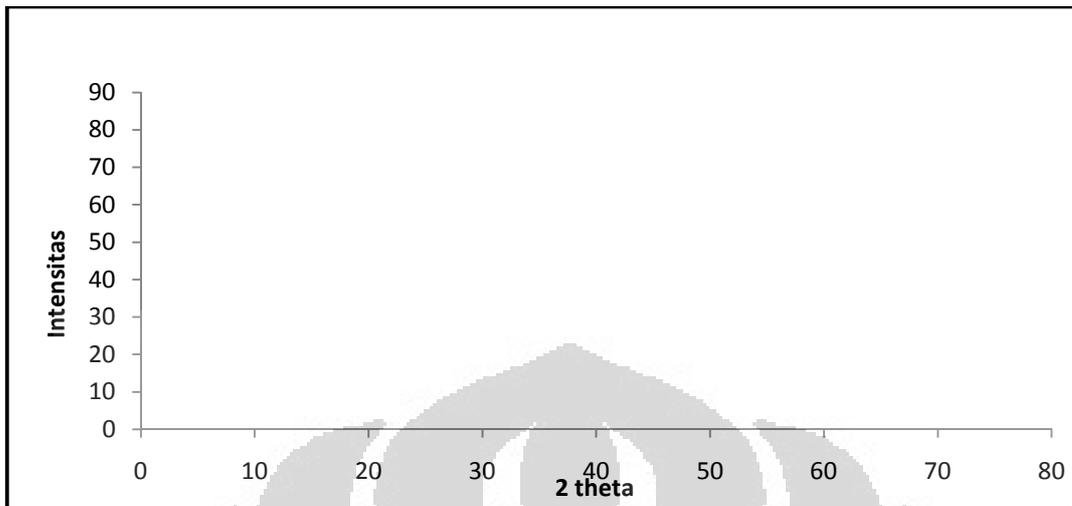
Tidak terlihat *peak* tajam pada daerah serapan pada daerah 2960 – 2850 cm^{-1} , hal ini menandakan bahwa dekomposisi terhadap molekul pengarah, TMAOH, pada proses kalsinasi sudah terjadi secara sempurna. Dapat dikatakan bahwa pada pengujian secara kualitatif sudah terbentuk *seed* yang diinginkan. Interpretasi gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam sampel zeolit disajikan pada **Tabel 4.1**.

Tabel 4.1 Daftar Bilangan Gelombang pada Sampel

Range	Sampel	Interpretasi
420-500	433,98	Vibrasi tekuk Si-O dan Al-O
	432,05	
950-1250	1010.70	Vibrasi ulur Si-O dan Al-O
	1028.06	
1600-1700	1639.49	Vibrasi tekuk O-H
	1637.56	
3200-3600	3327.21	Vibrasi ulur O-H
	3207.62	

4.1.2.2 XRD

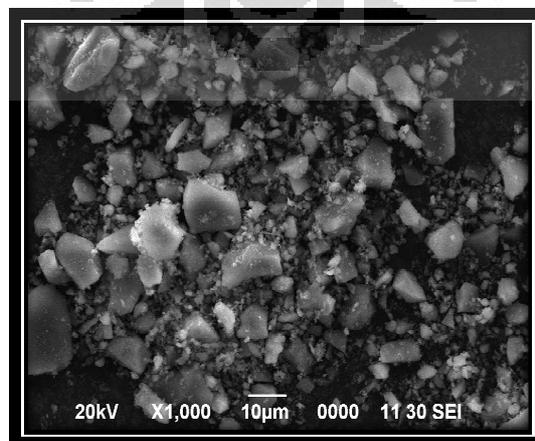
Suatu pengukuran yang menggunakan XRD akan memberikan informasi data secara kualitatif. Terutama mengenai kekristalan suatu mineral karena setiap mineral memiliki pola difraktogram yang karakteristik (Taufiqurrahmi et al., 2011). Kristalinitas sampel dilihat dari tampilan pola difraktogramnya. Difraktogram yang memiliki pola pemisahan puncak-puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncaknya tinggi memiliki kristalinitas yang baik. Hasil karakterisasi XRD *seed*, diperoleh difraktogram seperti pada **Gambar 4.2**. Difraktogram yang didapatkan tidak menunjukkan puncak-puncak difraktogram dengan intensitas yang tinggi. Hal disebabkan oleh *seed* yang berbentuk *amorf*, sehingga puncak yang dihasilkan saling berhimpit. Pada penelitian ini zeolit yang terbentuk dari *seed* yang disintesis tidak bisa dipastikan kristal zeolit tipe Y karena tidak ditemukan *peak* dengan intensitas yang tinggi sehingga tidak bisa dibandingkan dengan data standar zeolit tipe Y.



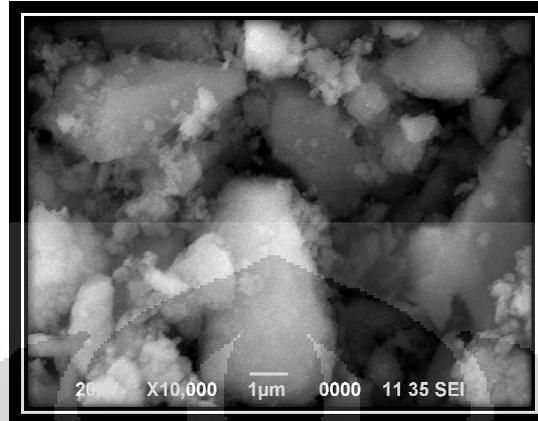
Gambar 4.2 XRD Seed

4.1.2.3 SEM-EDS

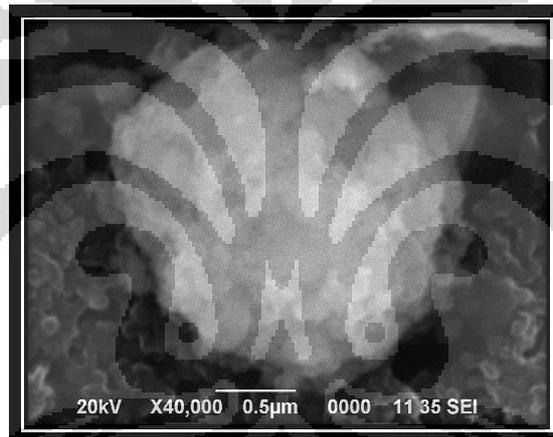
Karakterisasi SEM bertujuan untuk memberikan informasi tentang bentuk dan ukuran kristal *seed*. Ukuran dan bentuk *seed* ini sangat penting karena akan mempengaruhi ukuran dan bentuk zeolit yang dihasilkan pada tahap berikutnya. Pada perbesaran 1.000 kali terlihat butiran-butiran *seed* yang memiliki ukuran yang kurang beragam, dengan ukuran 1 unit *seed* zeolit lebih dari 1 μm pada perbesaran 10.000 kali. Sedangkan pada perbesaran 40.000 kali bentuk dari butiran berbentuk sedikit menyerupai kubus. Hasil dari EDS di dapatkan perbandingan Si/Al sebesar 1,55. Hal ini berarti *seed* yang terbentuk merupakan *seed* zeolit tipe Y karena masuk ke dalam rentang rasio Si/Al 1,5-3.



Gambar 4.3 SEM seed perbesaran 1.000 x



Gambar 4.4 SEM Seed perbesaran 10.000 x



Gambar 4.5 SEM seed perbesaran 40.000 x

4.2 Zeolit FAU

4.2.1 Sintesis Kolodial FAU

Dalam sintesis kolodial FAU perbandingan komposisi molar larutan adalah $14 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2 : 798 \text{ H}_2\text{O} : 3 \text{ Na}_2\text{SO}_4$. Pertumbuhan zeolit Y dengan teknik *seeding* dilakukan dengan menambahkan 10 mL *seed*, ini berdasarkan dari penelitian sebelumnya (Ahkam, 2011), dimana telah dilakukan berbagai macam variasi penambahan *seed* yaitu 1 mL, 5 mL, 10 mL dan 15 mL. Zeolit yang memberikan hasil terbaik adalah dengan penambahan 10 mL *seed* karena paling mendekati karakteristik dari zeolit FAU tipe Y dengan luas permukaan $521,682 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori 0,2783

cm³/g, ukuran pori rata-rata 10,67 Å, dan ketebalan lapisan 3,39 µm. Selanjutnya dilakukan proses hidrotermal dalam kondisi statis pada suhu 100°C. Kemudian sol dimurnikan dengan proses sentrifugasi dan redispersi dengan larutan ammonia, maka baru terbentuk koloidal NaY. Untuk kepentingan karakterisasi peneliti merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Kurniyasari (2011) yaitu dengan mengeringkan koloidal pada suhu 100°C dan kalsinasi pada suhu 500°C sehingga diperoleh zeolit dalam bentuk *powder* yang siap untuk dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

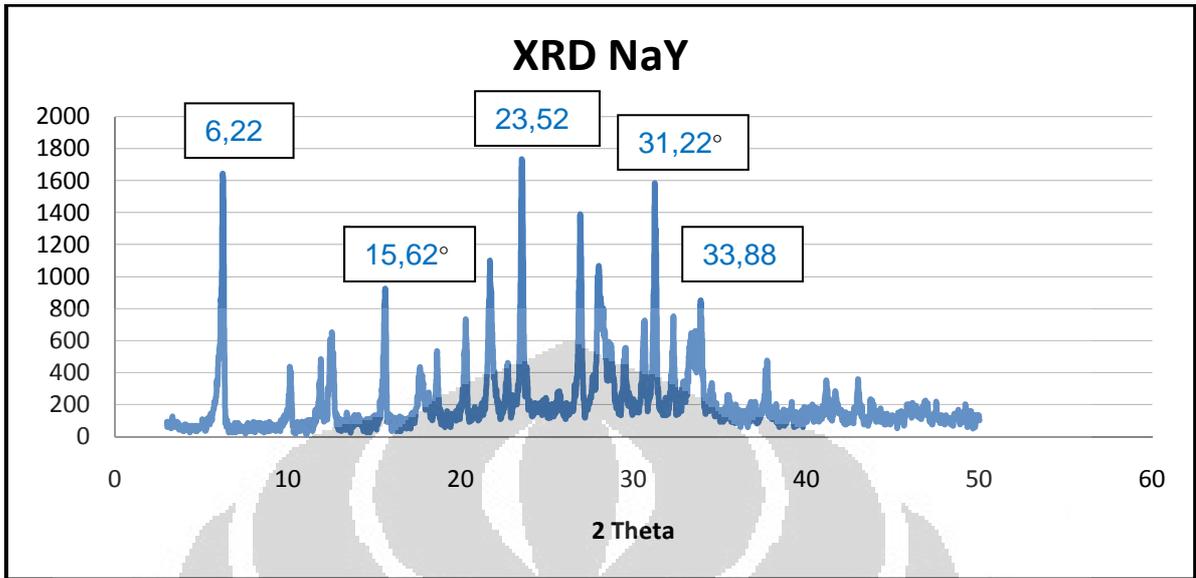
4.2.2 Karakterisasi Zeolit FAU

4.2.2.1 XRD

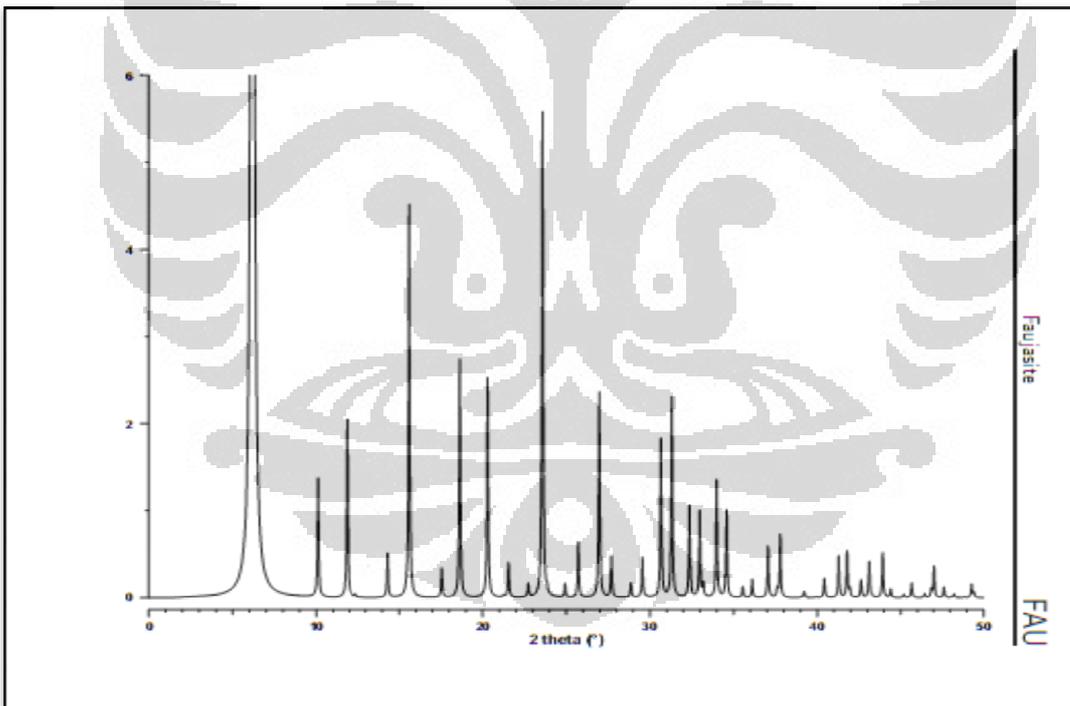
Difraktogram dari zeolit FAU yang dihasilkan (**Gambar 4.6**) memiliki kemiripan dengan data standar (**Gambar 4.7**), yaitu munculnya *peak* dengan intensitas tinggi pada beberapa sudut 2θ pada XRD NaY yang terbentuk. Seperti terlihat pada **Tabel 4.2**. Hal ini membuktikan bahwa pola difraktogram NaY hampir mendekati pola standar zeolit Y. Sehingga dapat dikatakan bahwa zeolit yang terbentuk termasuk zeolit FAU tipe Y.

Tabel 4.2 Daftar perbandingan sudut 2θ FAU

sudut 2θ standar Zeolit Y	6,19°	11,86°	15,61°	18,64°	20,3°	23,58°	26,97°	30,66°	31,31°	33,99°
sudut 2θ FAU	6,22°	11,9°	15,62°	18,62°	21,68°	23,52°	26,9°	31,22°	32,3°	33,88°



Gambar 4.6 XRD FAU

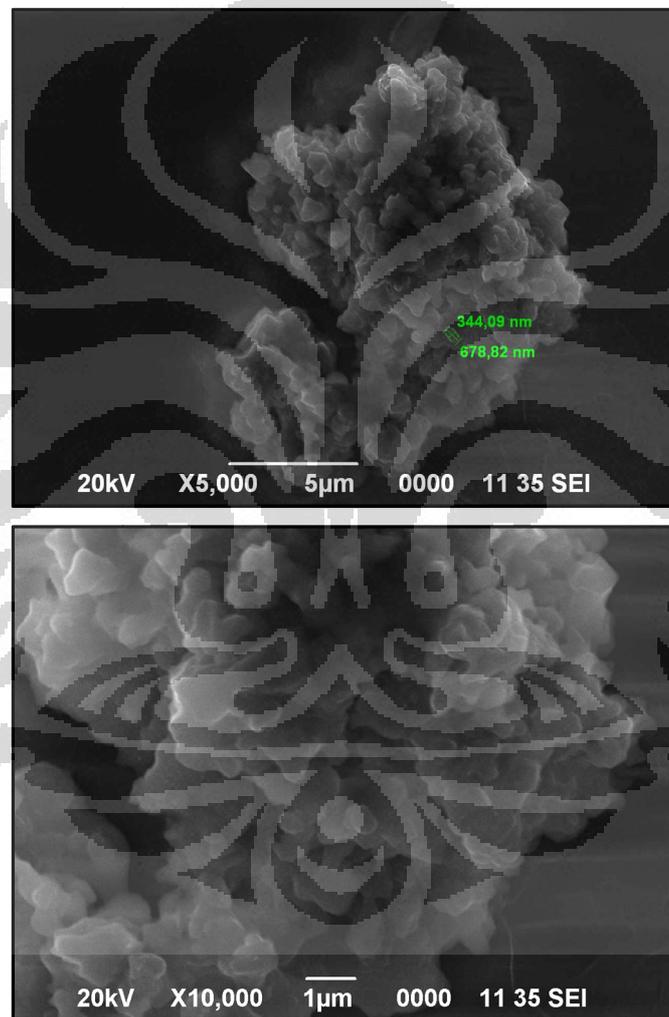


(sumber: iza-online.org)

Gambar 4.7 XRD FAU standar

4.2.2.2 SEM

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk mengidentifikasi morfologi dari permukaan kristal zeolit NaY yang terbentuk. Dari hasil karakterisasi dengan SEM, terlihat bahwa kristal pada **Gambar 4.8** memiliki bentuk yang dapat dikatakan menyerupai kubus. Terlihat pada gambar zeolit NaY mengalami agregat yg tidak terpisah. Dilihat dari ukuran dalam 1 unit lebih dari 100 nm.



Gambar 4.8 SEM FAU 5.000 x dan 10.000 x perbesaran

4.3 Preparasi Elektroda *Glassy Carbon*

Elektroda *glassy carbon* yang akan dilapisi, terlebih dahulu harus dibersihkan dengan tujuan untuk memperhalus permukaan dan menghilangkan pengotor yang

terperangkap dalam pori-pori elektroda. Hal ini disebabkan keberadaan senyawa tertentu yang teradsorpsi pada permukaan elektroda yang berpengaruh pada proses dasar reaksi elektrokimia. Preparasi dilakukan dalam dua tahap, pertama secara mekanik dimana *glassy carbon* di *polish* hingga mengkilap seperti kaca dengan menggunakan senyawa *alumina slurry*. Setelah mengkilap, *glassy carbon* selanjutnya dibersihkan secara fisika dengan bantuan alat sonikator.

4.4 Modifikasi Elektroda *Glassy carbon*

4.4.1 Pelapisan *Glassy carbon* dengan polielektrolit dan *Seed*

Pelapisan elektroda *glassy carbon* dilakukan dengan teknik *layer by layer* yaitu proses pelapisan elektroda secara selapis demi selapis, yang didahului dengan pelapisan polikation selanjutnya polianion. Pada proses ini digunakan PDDA sebagai polikation yang mempunyai muatan positif dan PSS sebagai polianion yang mempunyai muatan negatif.

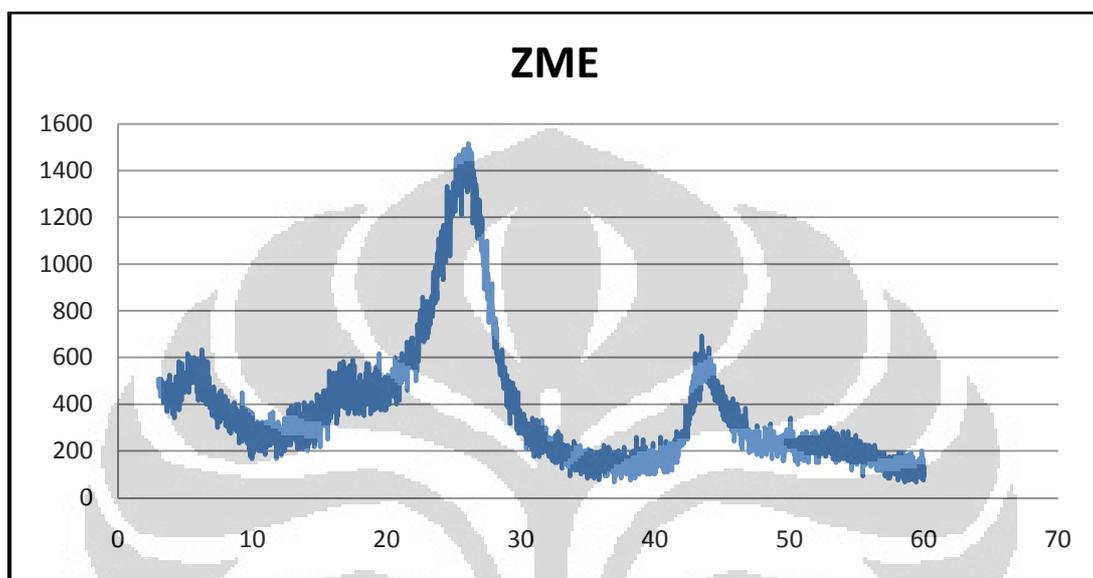
Gugus sianol pada permukaan zeolit yang berada dalam bentuk Si-O menyebabkan adanya gaya tarik menarik yang lebih kuat antara partikel zeolit dengan PDDA. Pelapisan ini dilakukan karena elektroda *glassy carbon* cenderung bermuatan negatif agar dapat berinteraksi diperlukan suatu partikel bermuatan positif. Dan hal ini dapat diatasi dengan PDDA yang bermuatan positif, dilakukan pelapisan lagi dengan PSS (polianoin) dengan maksud mengurangi dampak kurang meratanya pelapisan PDDA awal pada elektroda sehingga pelapisan yang di lakukan *layer by layer* (Tovina, 2009). Hasil akhir dari pelapisan ini adalah *glassy carbon* yang telah mengandung *seed* pada permukaannya, dan siap untuk ditumbuhi kristal zeolit FAU.

4.4.2 Karakterisasi *Glassy Carbon*

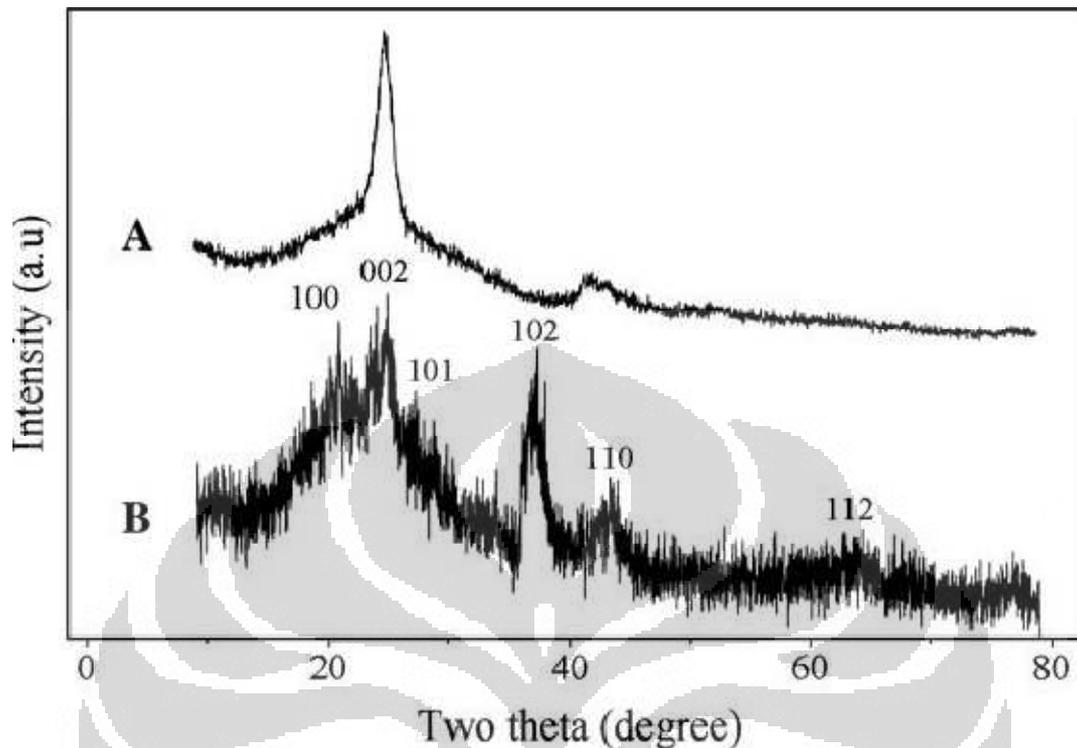
4.4.2.1 XRD

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 4.9**.



Gambar 4.9 XRD ZME



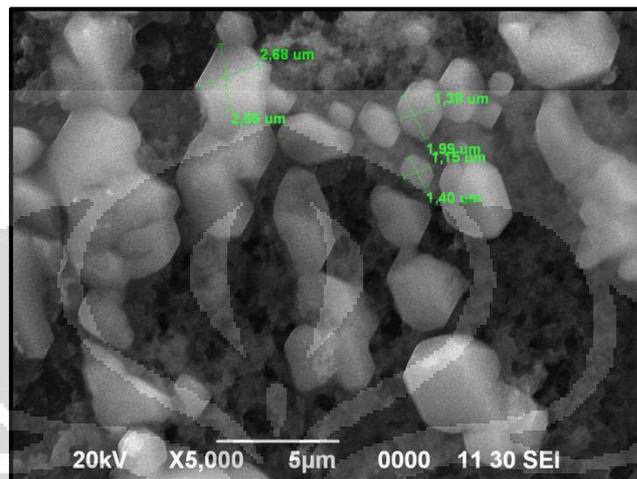
Gambar 4.10 XRD Karbon Kaca standar

Pada XRD ZME (**Gambar 4.9**) puncak yang terdapat pada gambar memiliki kemiripan dengan pola XRD karbon standar seperti yang terlihat pada **Gambar 4.10**. Hal ini menandakan bahwa zeolit terlalu tipis lapisannya tidak terukur pada alat XRD dikarenakan lapisan zeolit yang sangat tipis sehingga sinar X mengenai elektroda *glassy carbon*. merupakan puncak-puncak yang mempunyai ke terdapat peak pada sudut $2\theta = 6,22^\circ; 16,52^\circ$ yang diduga sebagai difraksi dari zeolit yang menempel pada *glassy carbon*, sedangkan untuk kelanjutan pola difraksi pada daerah sudut $2\theta = 26,08^\circ$ dan $43,44^\circ$ menggambarkan pola difraksi dari karbon (**Gambar 4.10**).

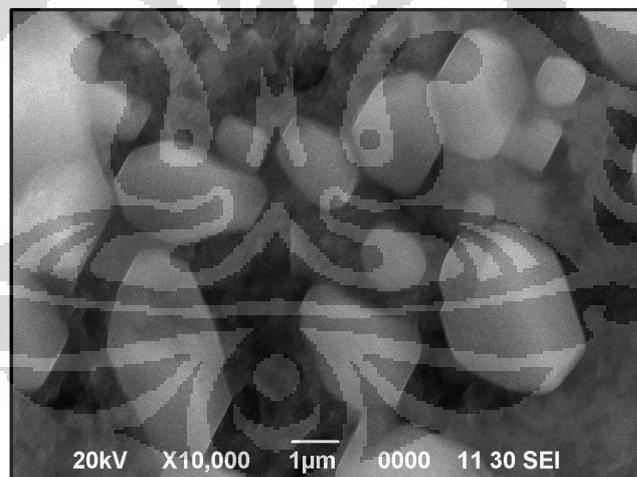
4.4.2.2 SEM-EDS

Karakterisasi SEM ini dilakukan pada plat *glassy carbon* dengan *scanning* pada permukaan plat. Hasil pengukuran terlihat bahwa zeolit yang terlapisi memiliki pola yang cukup merata, berupa bentuk menyerupai kubus dengan ukuran di atas $1 \mu\text{m}$. Dalam hal ini dapat dikatakan bahwa zeolit terlapisi di elektroda sehingga dapat digunakan sebagai ZME untuk aplikasi. Hasil pengukuran dengan EDS didapatkan

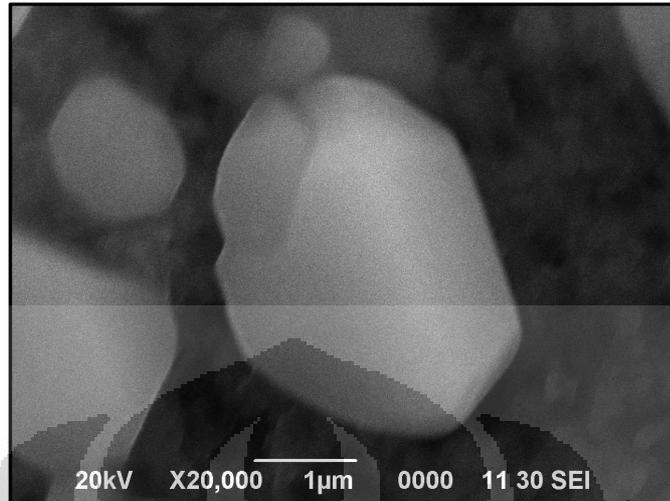
perbandingan Si/Al sebesar 5,37 yang menandakan ZME yang terbentuk mengandung silika dalam jumlah yang banyak karena pada proses redispersi dengan ammonia tidak dilakukan dengan baik.



Gambar 4.11 SEM ZME perbesaran 5.000 x



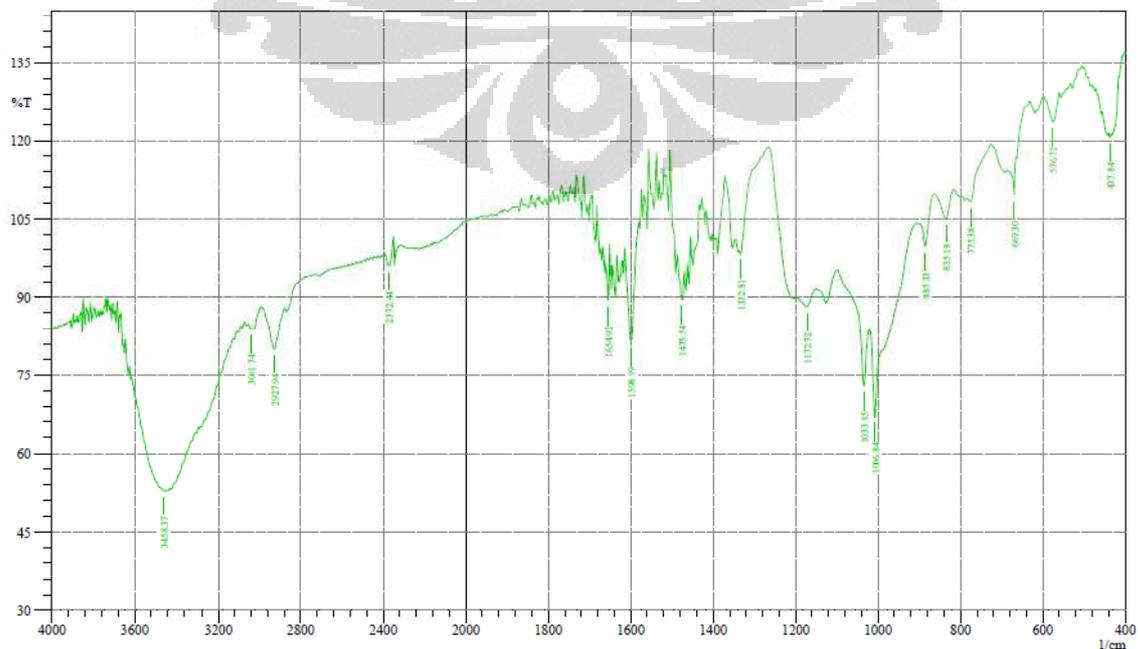
Gambar 4.12 SEM ZME perbesaran 10.000 x



Gambar 4.13 SEM ZME perbesaran 20.000 x

4.4.2.3 FTIR

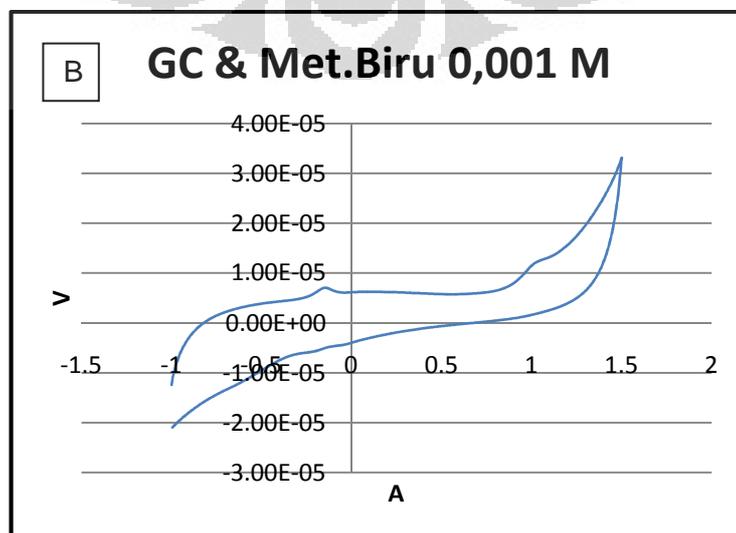
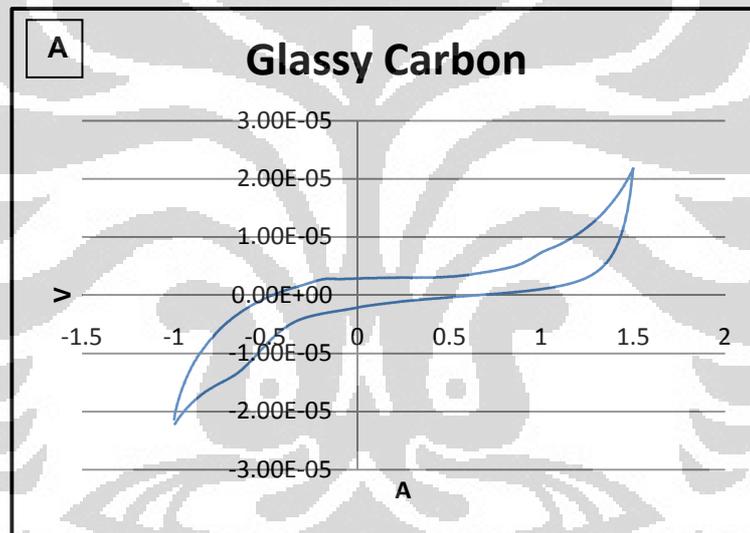
Zeolit yang telah mengadsorpsi metilen biru dapat digunakan untuk indikator asam askorbat. Pengujian ini dilakukan pada *Zeolite Modified Electrode* yang porinya telah diisi oleh metilen biru. Metilen biru ini teradsorpsi ke dalam zeolit yang melapisi elektroda *glassy carbon*. Pada spektra IR dapat dilihat spesi metilen biru pada daerah bilangan gelombang $1514,25 - 1535,17 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan bagian *fingerprint* dari metilen biru (-CSNH-), dan $2856,37 - 2961,39 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan uluran -N-CH₃. Spektra IR dapat dilihat pada Gambar 4.14.

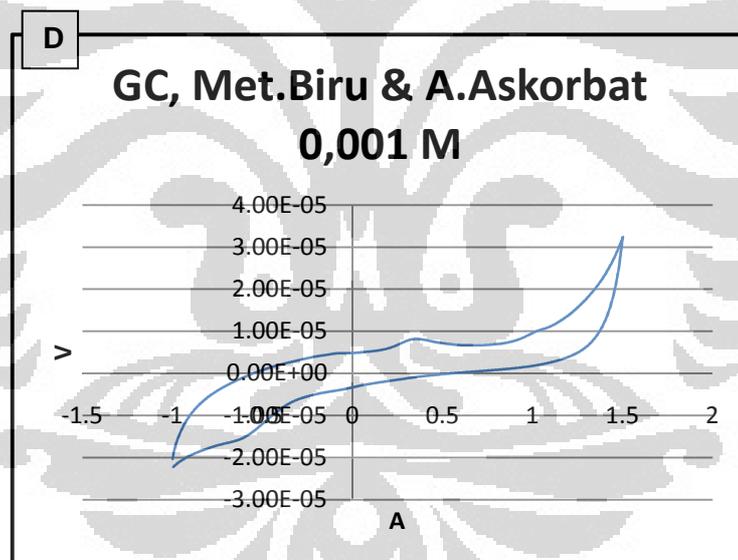
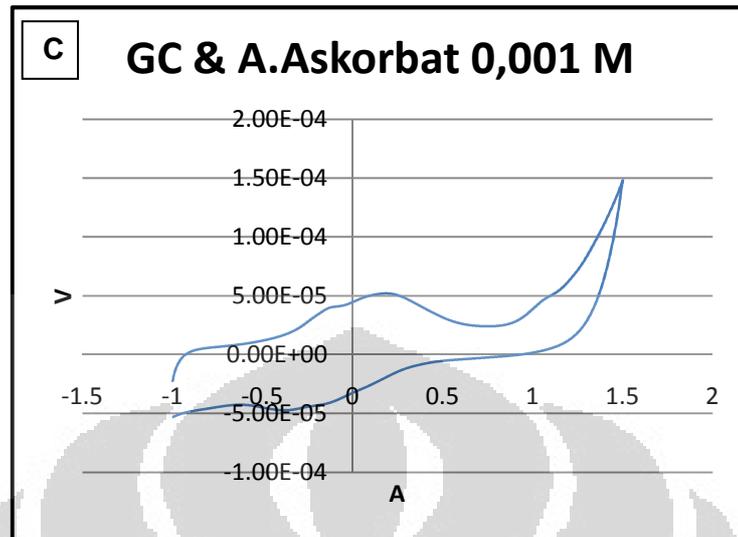


Gambar 4.14 Spektra IR ZME-MB

4.5 Pengukuran pada elektroda *Glassy Carbon* dengan Voltametri Siklik

Zeolit merupakan senyawa anorganik yang tidak dapat menghantarkan listrik, zeolit hanya menyediakan pori-porinya untuk dimasuki senyawa tertentu sehingga berfungsi hanya sebagai *support* senyawa lain yang dapat menghantarkan listrik. Uji pendahuluan dilakukan pada elektroda *glassy carbon* sebagai acuan standar tanpa lapisan zeolit untuk melihat respon metilen biru dalam larutan bufer fosfat 0,1 M pH 7.





Gambar 4.15 Voltamogram glassy carbon dalam larutan buffer fosfat 0, 1M pH 7

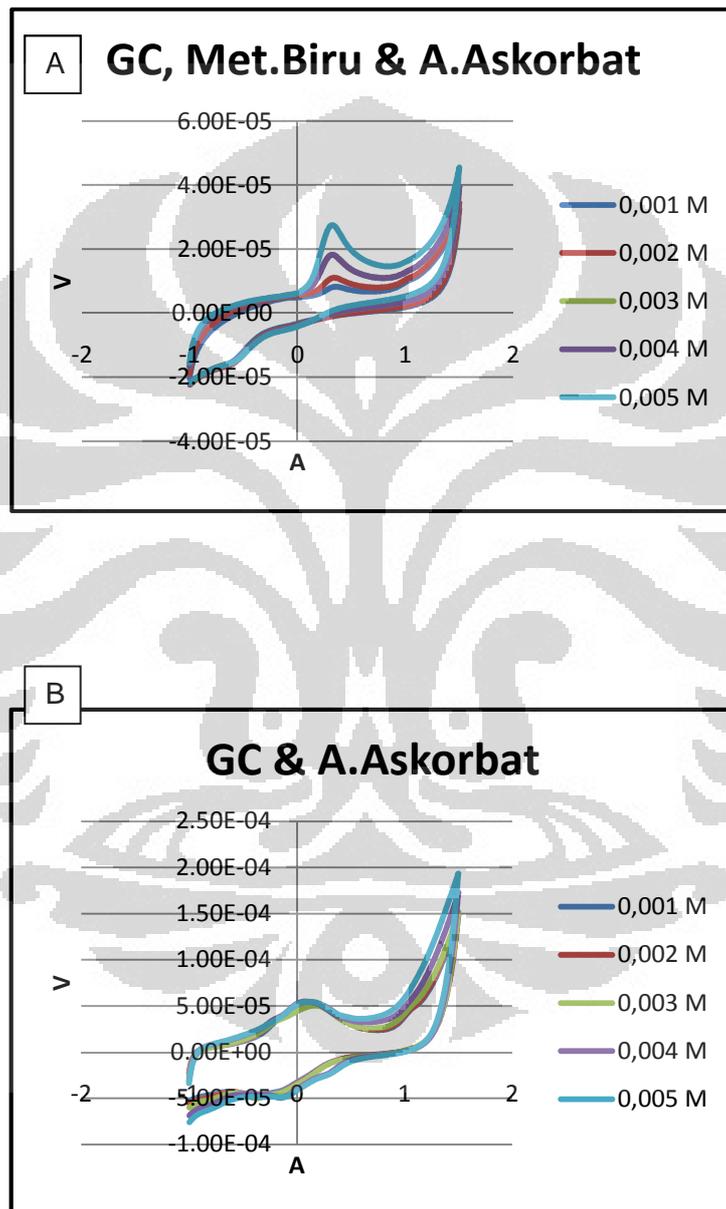
Pada hasil pengukuranditsmpilks pada **Gambar 4.15** di atas terdapat empat buah voltamogram pengukuran *glassy carbon* dalam berbagai macam kondisi. Pada pengukuran awal (**Gambar 4.15 A**), hanya dilakukan pengukuran dengan menggunakan elektroda *glassy carbon* saja untuk melihat respon dari elektroda yang digunakan. Terlihat bahwa tidak

terdapat puncak reduksi maupun oksidasi. Selanjutnya dilakukan pengukuran elektroda *glassy carbon* yang ditambahkan larutan metilen biru 0,001 M sebanyak 1 mL (**Gambar 4.15 B**), terdapat puncak reduksi-oksidasi pada voltamogram yaitu pada -0,1V - +1V. Hal ini menandakan bahwa metilen biru dapat memberikan respon pada elektroda.

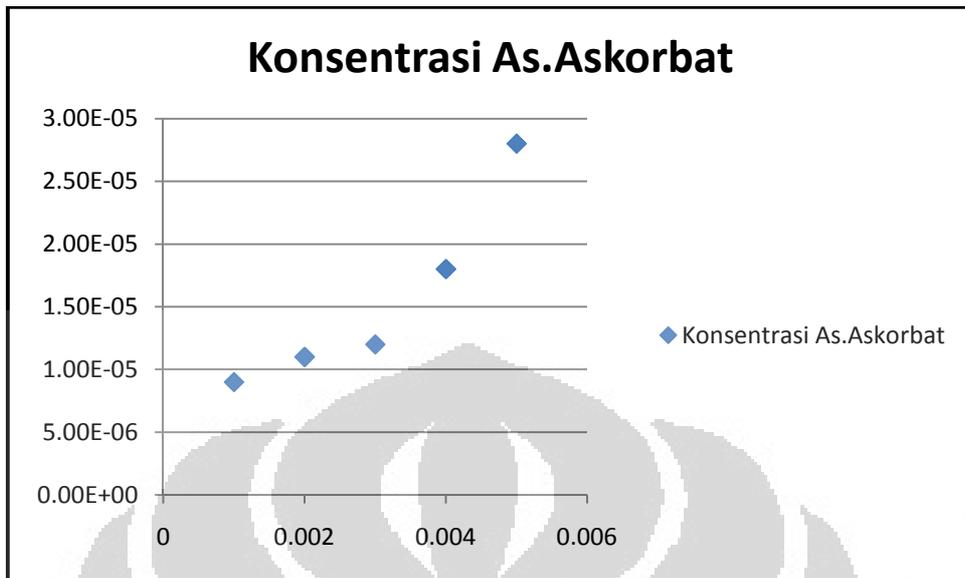
Pada pengukuran dengan hanya menambahkan larutan asam askorbat 0,001 M sebanyak 1 mL (**Gambar 4.15 C**) terlihat puncak oksidasi yang cukup tinggi di sebelah kanan voltamogram, di daerah potensial +0,3 V. Pada pengukuran terakhir dengan mengukur elektroda *glassy carbon* yang ditambahkan metilen biru 0,001 M dan asam askorbat 0,001 M dengan jumlah yang sama yaitu 1 mL (**Gambar 4.15 D**), terdapat puncak oksidasi dari senyawa asam askorbat pada daerah +0,4 V. Puncak oksidasi dari asam askorbat yang ditambahkan dengan larutan metilen biru ini mengalami penurunan dibandingkan pada pengukuran yang hanya dengan menambahkan larutan asam askorbat. Hal ini disebabkan asam askorbat telah mengalami reaksi redoks dengan metilen biru, terjadinya transfer elektron menyebabkan perubahan puncak pada voltamogram. Sedangkan pada voltamogram dari penambahan asam askorbat saja puncak yang muncul hanya puncak oksidasi, karena belum terjadi reaksi transfer elektron pada larutan buffer. Selain dilakukan empat pengukuran voltametri siklik di atas, dilakukan juga pengukuran variasi konsentrasi asam askorbat 0,001 M- 0,005 M pada respon elektroda *glassy carbon* dengan tujuan untuk mengetahui batas limit deteksi konsentrasi dari asam askorbat dalam pengukuran menggunakan voltametri siklik.

Pada **Gambar 4.16** terlihat kenaikan arus pada peningkatan konsentrasi asam askorbat, baik yang hanya pengukuran asam askorbat saja (**Gambar 4.16 B**) muncul *peak* di daerah potensial +0,3 V, maupun pada pengukuran asam askorbat yang ditambahkan dengan larutan metilen biru (**Gambar 4.16 A**) *peak* potensial di daerah +0,4 V. Hal ini menandakan bahwa kenaikan konsentrasi asam askorbat sebanding dengan kenaikan arus dalam voltametri siklik,

seperti terlihat dalam **Gambar 4.17**. Dalam perhitungan *Limit of Detection* (LOD) didapatkan nilai 0,001 M.



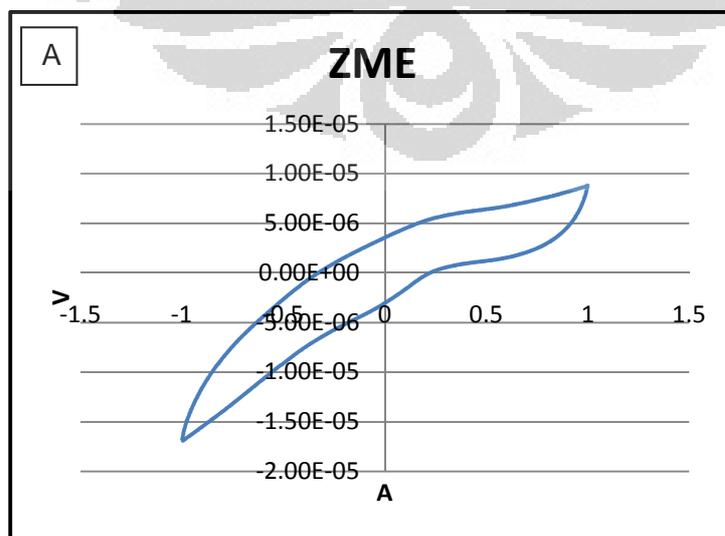
Gambar 4.16 Voltamogram pengukuran glassy carbon dengan variasi konsentrasi asam askorbat

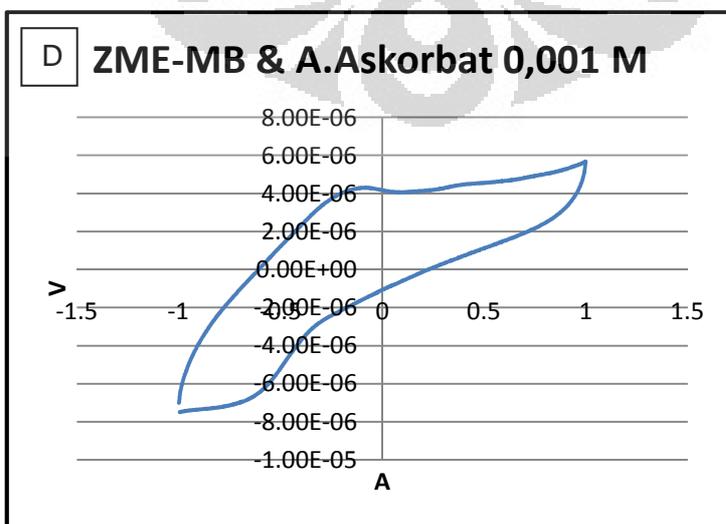
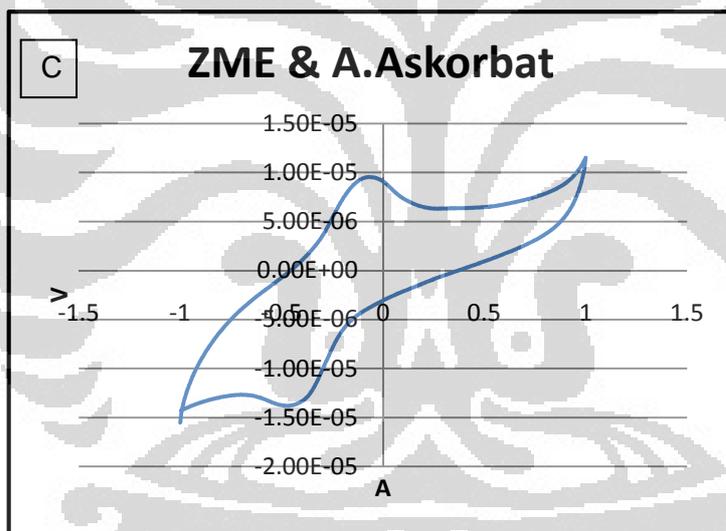
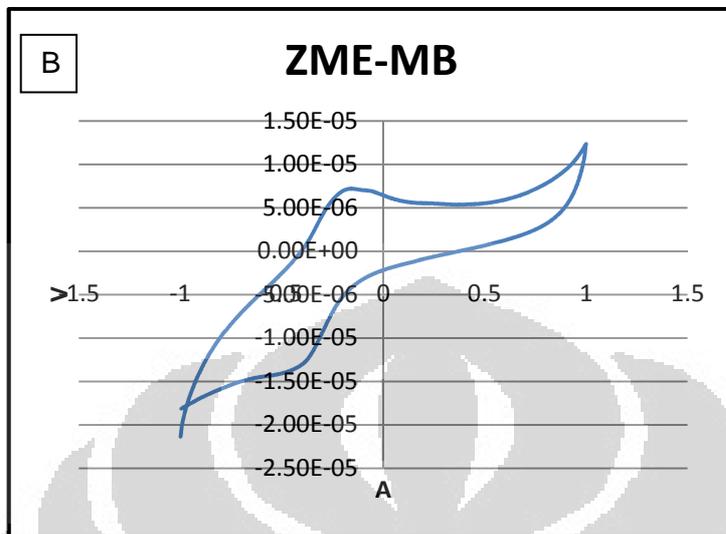


Gambar 4.17 Kurva kalibrasi As.Askorbat Vs Arus

4.5.1 Pengukuran Voltametri siklik dengan menggunakan ZME-MB

Setelah mengetahui respon dari elektroda kerja *glassy carbon* yang digunakan selanjutnya dilakukan pengukuran dengan menggunakan elektroda *glassy carbon* yang telah termodifikasi dengan zeolit, yaitu ZME. Perlakuan dalam pengukuran hampir sama dengan pengukuran dalam uji pendahuluan, yaitu mengukur respon ZME dalam berbagai kondisi.



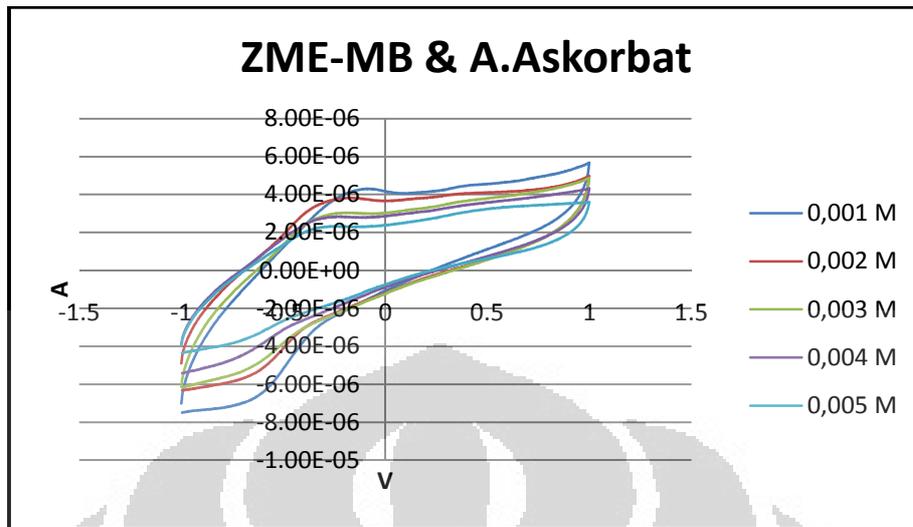


Gambar 4.18 Voltamogram pengukuran ZME dalam larutan bufer 0,1 M fosfat pH 7

Pada **Gambar 4.18** di atas, voltamogram pada pengukuran ZME (**Gambar 4.18 A**) tidak terdapat puncak, hal ini menandakan bahwa ZME tidak memberikan respon. Selanjutnya untuk melihat respon metilen biru yang terimmobilisasi di dalam zeolit (**Gambar 4.18 B**) dilakukan pengukuran pada ZME-MB, senyawa metilen biru ini berada di dalam pori-pori zeolit. Respon pengukuran pada voltametri siklik yang diberikan adalah terdapatnya puncak reduksi dari metilen biru yang terukur pada daerah -0,2 V.

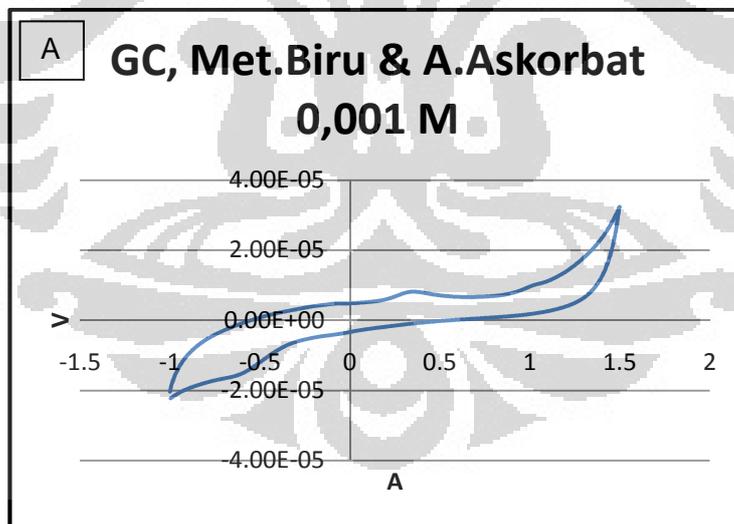
Pada ZME dengan penambahan asam askorbat 0,001 M sebanyak 1 mL (**Gambar 4.18 C**) terdapat puncak reduksi di bagian kiri voltamogram pada daerah -0,1 V, hal ini berarti bahwa ZME dapat merespon kehadiran asam askorbat namun puncak yang muncul tidak pada daerah potensial asam askorbat. Dan terakhir adalah pengukuran penentuan respon dari ZME-MB untuk mengindikasikan keberadaan asam askorbat (**Gambar 4.18 D**), dari gambar terlihat bahwa terdapat puncak di bagian kiri voltamogram. Puncak ini diidentifikasi sebagai puncak dari metilen biru, karena posisi puncak sama dengan saat pengukuran ZME-MB tanpa asam askorbat.

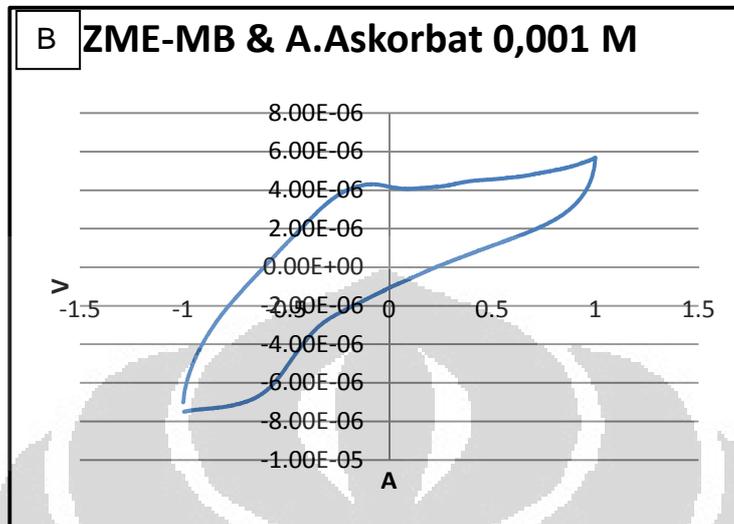
Dilakukan juga pengukuran ZME-MB dengan variasi konsentrasi asam askorbat untuk membuktikan respon ZME-MB yang terjadi (**Gambar 4.19**). Walaupun terjadi pergeseran puncak, namun nilainya tidak terlalu signifikan karena yang diharapkan adalah munculnya puncak oksidasi dari senyawa asam askorbat. Dapat dikatakan bahwa keberadaan senyawa asam askorbat tidak terlalu terindikasi dikarenakan lapisan yang melapisi elektroda cukup menghambat pergerakan spesi ion-ion dari asam askorbat menuju permukaan elektroda dan metilen biru yang diharapkan teradsorpsi pada permukaan elektroda *glassy carbon* tidak terbentuk, metilen biru pada penelitian ini teradsorpsi pada permukaan elektroda. Dengan keberadaan senyawa metilen biru yang melapisi ZME dalam jumlah yang cukup banyak menyebabkan transfer elektron tidak sebanding dengan konsentrasi asam askorbat pada pengukuran dengan voltametri siklik. Hal ini menyebabkan reaksi redoks tidak berjalan secara optimum.



Gambar 4.19 Voltamogram ZME-MB dengan bufer fosfat pH 7 dan variasi konsentrasi Asam Askorbat

4.5.2 Perbandingan pengukuran voltametri siklik pada glassy carbon dengan ZME-MB





Gambar 4.20 Voltamogram pada *glassy carbon* dan ZME dengan Metilen biru dan asam askorbat 0,001 M

Pada **Gambar 4.20** (A) terdapat voltamogram dari pengukuran *glassy carbon* terhadap metilen biru dan asam askorbat, puncak yang terlihat adalah puncak oksidasi dari asam askorbat yaitu di daerah +0,3 V dengan tinggi arus potensial lebih tinggi dibandingkan dengan puncak yang terdapat pada **Gambar 4.20** (B). Puncak oksidasi pada **Gambar 4.20** B tidak terbentuk dikarenakan metilen biru yang teradsorpsi pada zeolit terlalu banyak sehingga jumlah asam askorbat yang terukur tidak sebanding, yang akhirnya menyebabkan reaksi redoks tidak berjalan secara optimum.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis zeolit FAU tipe Y dengan teknik *seeding*. Partikel zeolit ini kemudian digunakan untuk pelapisan elektroda *glassy carbon* dengan teknik *layer by layer* dengan senyawa polielektrolit (PDDA/PSS/PDDA). Karakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX pada *Zeolite Modified Electrode* menunjukkan bahwa zeolit terlapisi dengan baik pada permukaan elektroda. Zeolit yang telah termodifikasi pada penelitian ini digunakan sebagai *template* untuk indikator keberadaan asam askorbat yang terdeteksi keberadaannya dengan bantuan senyawa metilen biru yang terperangkap dalam pori-pori zeolit.

Pengukuran awal voltametri siklik pada elektroda tanpa lapisan zeolit terlihat elektroda *glassy carbon* yang digunakan dapat memberikan respon yang cukup baik, dengan terdapatnya *peak* pada daerah potensial + 0,3 V. Selanjutnya dilakukan pengukuran dengan voltametri siklik dengan elektroda termodifikasi zeolit (ZME) yang mengandung senyawa metilen biru. Pengukuran dengan menggunakan ZME memperlihatkan respon yang baik, namun pada elektroda dengan metilen biru terimmobilisasi ke dalam ZME (ZME-MB) tidak terdapat respon yang menunjukkan kehadiran dari senyawa asam askorbat. Hal ini kemungkinan terjadi karena metilen biru terperangkap dalam pori-pori zeolit terlalu tebal/banyak sehingga jumlah asam askorbat yang diukur tidak sebanding yang akhirnya menyebabkan reaksi redoks tidak berjalan secara optimum.

5.2 Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disarankan untuk melakukan variasi konsentrasi metilen biru, untuk melihat kondisi reaksi redoks optimum dari respon elektroda *glassy carbon* yang termodifikasi dengan zeolit sintetik.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahkam, Mutammimal. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Membran Nanozeolit Y untuk Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol*. Departemen Kimia, FMIPA UI.
- Breck, D. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. New York: JohnWiley and Sons.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*. Kuala Lumpur: Universiti Teknologi Malaysia.
- Jona, Hery, et al. "Hydrothermal conversion of FAU zeolite into RUT zeolite in TMAOH system". Japan: Department of Applied Chemistry, Graduate School of Engineering, Hiroshima University, Higashi-Hiroshima 739-8527.
- Sitri M, Dessy. 2006. *Studi Pendahuluan Sintesis Zeolit Y dari Kaolin dan Penggunaannya sebagai Zeolite Modified Electrode (ZME)*. Departemen Kimia, FMIPA UI.
- Sunardi. 2008. *Penuntun Praktikum Kimia Analisis Instrumen*. Departemen Kimia, FMIPA UI.
- Suteja, Marlina. 2008. *Studi Pembuatan Partikel Nanozeolite Menggunakan Template TMAOH serta Aplikasinya Sebagai Sensor Arsen*. Departemen Kimia, FMIPA UI.
- Tovina, Hani, dkk. 2007. *Sintesis Nanozeolit Na-Y pada glassy carbon dengan metode seeding*. Departemen Kimia, FMIPA UI.

Walcarius, Alain. 2010. "*Template-directed porous electrodes in electroanalysis*".
Anal Bioanal Chem 396:261-272.

Zhang, J, et al. *Zeolite-Modified Electrodes: Intra- versus Extrazeolite Electron Transfer*. Canada: Department of Chemistry and Biochemistry, University of Guelph. 5849-5862



Lampiran 1

SINTESIS SEED

Lar.A: TEOS + 15 ml pelarut, stirer 30 menit

Lar.B: Al isopropoksida + 15 ml pelarut, stirer 30 menit

Lar.C: TMAOH + 15 pelarut, stirer 15 menit

Lar.D: Lar.B + Lar.A, stirer 60 menit

Lar.C + Lar.D, stirer 60 menit

Lar + NaOH & Aquademin, stirer 120 menit

Atur pH 8-11 dengan CH₃COOH, Aging 18-24 jam

Refluks 192 jam suhu 100 C

Sentrifuge, Redispersi Endapan dengan ammonia 0,1 M(2x)

Sentrifuge, adjust hingga pH 10 pada konsentrasi 1%

Lampiran 2

SINTESIS KOLOIDAL FAU

Lar.A: Na_2SiO_3 + aquademin, stirer 30 menit

Lar.B: $\text{Al}(\text{SO}_4)_3$ + NaOH 1M, stirer 30 menit

Lar.B + La.A, Stirer 60 menit

Di tambah aquademin, stirer 120 menit

ditambahkan seed 10 ml

oven 100 C selama 24 jam

didinginkan pada suhu kamar

sentrifuge dan redispersi dalam ammonia 0,1 M selama 24 jam

Lampiran 3

Ilustrasi Pelapisan Elektroda

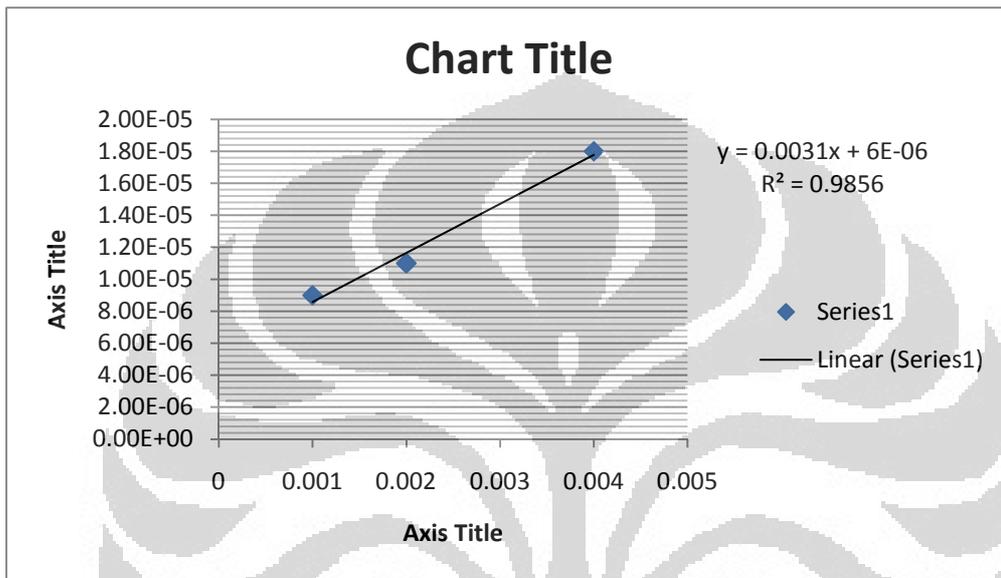


Lapisan +++ : PDDA

Lapisan - - - : PSS

Lampiran 4

LOD Konsentrasi Asam askorbat



n	x	y	x ²	(x-x ²) ²	y ²	xy	y ²	(y-y ²) ²
1	0,001	9,00E-06	0,000001	5,42424E-06	8,10E-11	9,00E-09	0,000009	0
2	0,002	1,10E-05	0,000004	5,41028E-06	1,21E-10	2,20E-08	0,000012	1E-12
3	0,004	1,80E-05	0,000016	5,3546E-06	3,24E-10	7,20E-08	0,000018	0
	0,002333							1E-12

$$Y = a + 3Sd$$

$$= 0,000006 + 3(0,000001)$$

$$= 0,001 \text{ M}$$