

**PENGARUH WAKTU OKSIDASI TERHADAP KARAKTER  
FISIKOKIMIAWI  $ZrO_2$ -MONTMORILLONIT  
DAN PEMANFAATANNYA UNTUK FOTODEGRADASI  
METILEN BIRU**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si)

Program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Jogyakarta



Diajukan Oleh :

**LAILI DEWI SARASWATI**

**No Mhs : 01612036**

**JURUSAN ILMU KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
JOGJAKARTA**

**2005**

Halaman Pengesahan Skripsi

**PENGARUH WAKTU OKSIDASI TERHADAP KARAKTER  
FISIKOKIMIWI ZrO<sub>2</sub>-MONTMORILLONIT  
DAN PEMANFAATANNYA UNTUK FOTODEGRADASI  
METILEN BIRU**

Oleh :

**Laili Dewi Saraswati**

No.Mhs : 01612036

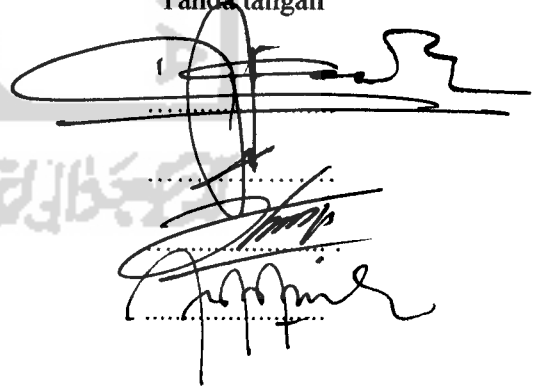
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi  
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Jogjakarta

Tanggal : .....

Dewan Penguji :

Tanda tangan


1. Drs. H. Allwar, M.Sc.
2. Rudy Syahputra, M.Si.
3. Dr. rer. nat. Karna Wijaya, M. Eng.
4. Is Fatimah, M.Si.



Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia  
JOGJAKARTA  
(Jaka Nugraha, M.Si)



## **Saya tahu bahwa**

Tidak ada sesuatu pun yang  
Baik di dalam diri saya.

.....Sebab ada keinginan pada  
saya untuk berbuat baik,  
tetapi saya tidak sanggup  
menjalankannya. Saya tidak  
melakukan yang baik yang ingin saya  
lakukan, sebaliknya saya melakukan  
hal-hal yang jahat, yang saya **tidak**  
mau lakukan.

*Kupersembahkan karya kecil ini teruntuk :*

*Kesuksesan ini karunia dari-Mu*

*Ketulusan doa yang terurai dalam rangkaian dorongan*

*Selalu hadir padaku dari semua orang yang kusayangi*

*Untuk itu, kupersembahkan awal dari langkahku ini*

*Sebagai bingkisan kecil untukmu, Bapak dan Mamaku tercinta*

*serta kakak dan adik sebagai dua kupu kecilku*

*yang selalu memberi warna cerah.....*

*Kasih sayang adalah cahaya semangatku yang memberi*

*arti tersendiri bagiku untuk merintis sebuah sukses*

*Bintangku, terima kasih untuk selalu hadir memberi*

*cahaya itu.....*

## Kata pengantar

*Assalamu'alaikum Wr. Wb*

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penyusunan skripsi dengan judul **“PENGARUH WAKTU OKSIDASI TERHADAP KARAKTER FISIKOKIMIWI ZrO<sub>2</sub>-MONTMORILLONIT DAN PEMANFAATANNYA UNTUK FOTODEGRADASI METILEN BIRU”** dapat terselesaikan dengan baik.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat mencapai derajat sains pada Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta. Dengan penyusunan skripsi ini diharapkan mahasiswa dapat mengetahui sejauh mana penerapan teori yang telah didapatkan di bangku kuliah dengan penelitian nyata yang ada.

Dalam penelitian ini, penulis banyak menemukan hal-hal baru dan sedikit kesulitan. Namun dengan adanya bantuan dari berbagai pihak pada akhirnya dapat terselesaikan juga. Untuk itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
2. Bapak Dr.rer.nat. Karna Wijaya, M.Eng, selaku Pembimbing I yang telah banyak memberikan masukan dan dorongan demi sempurnanya skripsi ini.
3. Ibu Is Fatimah, M.Si, selaku Pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, saran, kritik serta kesabarannya hingga terselesaikannya skripsi ini.

4. Bapak Drs. H. Allwar, M. Sc, selaku Pembantu Dekan III Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
5. Bapak Rudy Syahputra, M.Si, Ketua Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
6. Seluruh Dosen Jurusan Ilmu Kimia F-MIPA Universitas Islam Indonesia atas semua ilmu yang telah diberikan.
7. Kepala Laboratorium Kimia F-MIPA Universitas Islam Indonesia beserta staf yang telah membantu kelancaran selama penelitian berlangsung.
8. Seluruh staf dan karyawan Universitas Islam Indonesia atas kesabaran dan keikhlasannya.
9. Teman-temanku, Lina, Gun, Ida serta teman-teman kimia '01 yang tidak bisa aku sebutkan satu persatu atas kebersamaan dan hari-hari indah yang dilalui selama 4 tahun di Kimia.

Penulis menyadari sepenuhnya kekurangan dalam penyusunan skripsi ini, saran kritik dari pembaca sangat diharapkan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Amin

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb*

Jogjakarta, Juni 2005

Penulis

## DAFTAR ISI

Halaman Judul.....	i
Halaman Pengesahan .....	ii
Halaman Persembahan .....	iii
Kata Pengantar.....	iv
Daftar Isi.....	vi
Daftar Gambar.....	viii
Daftar Tabel.....	ix
Daftar Lampiran.....	x
Intisari.....	xi
Abstract.....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>6</b>
2.1 Lempung Terpillar.....	6
2.2 Lempung Terpillar Sebagai Fotokatalis.....	9
<b>BAB III LANDASAN TEORI.....</b>	<b>11</b>
3.1 Lempung Montmorillonit.....	11
3.2 Interkalasi pada Montmorillonit.....	14
3.3 Konsep Pilarisasi.....	15
3.4 Fotokatalis.....	16
3.5 Metilen Biru ( <i>Methylene Blue</i> ).....	18
3.6 Karaktersisasi terhadap Montmorillonit Terpillar Oksida Zr.....	19

3.6.1 Metode Difraksi Sinar-X.....	19
3.6.2 Analisis Luas Permukaan dengan BET.....	21
3.6.2 Metode <i>Fluorescence Sinar-X</i> (XRF).....	22
3.7 Uji Aktifitas dengan Spektrofotometri UV-Visible.....	24
3.8 Hipotesis.....	25
BAB IV METODE PENELITIAN.....	26
4.1 Alat dan Bahan.....	26
4.2 Cara Kerja.....	27
4.2.1 Prosedur Kerja.....	27
4.2.2 Karakterisasi Bentonit Alam dengan ZrO <sub>2</sub> -Montmorillonit.....	28
4.2.3 Uji Aktivitas Katalis pada Fotodegradasi Metilen biru.....	29
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN.....	30
5.1 Karakterisasi Montmorillonit Alam.....	30
5.2 Preparasi Lempung Na-montmorillonit.....	31
5.3 Pilarisasi Montmorillonit dengan Oksida Logam Zr.....	32
5.4 Karakterisasi ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit.....	34
5.4.1 Identifikasi dengan Difraksi Sinar-X.....	34
5.4.2 Analisis Unsur dengan <i>X-Ray Fluorescence</i> .....	37
5.4.3 Analisis Luas Permukaan Spesifik.....	39
5.5 Uji Aktivitas Fotokatalitik ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit.....	41
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN.....	46
6.1 Kesimpulan.....	46
6.2 Saran.....	46
DAFTAR PUSTAKA.....	47

## LAMPIRAN

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1	: Skema pembentukan lempung terpillar.....	8
Gambar 2	: Struktur lempung terpillar yang membentuk jaringan dengan pori-porinya; mikropori karena pilarisasi dan mesopori karena pembentukan struktur <i>house of cards</i> .....	9
Gambar 3	: Susunan atom-atom dalam smektit (montmorillonit).....	13
Gambar 4	: Struktur lempung montmorillonit.....	13
Gambar 5	: Skema Mekanisme Fotokatalitik.....	17
Gambar 6	: Struktur metilen biru.....	19
Gambar 7	: Spektrofotometer <i>Fluorescence Sinar-X</i> (XRF).....	23
Gambar 8	: Diagram spektrofotometri UV-Visible.....	25
Gambar 9	: Difraktogram montmorillonit alam .....	30
Gambar 10	: Difraktogram montmorillonit terpillar $ZrO_2$ dalam berbagai variasi waktu oksidasi.....	35
Gambar 11	: Histogram distribusi ukuran pori montmorillonit alam dan $ZrO_2$ -PILC.....	40
Gambar 12	: Spektrum UV-tampak larutan metilen biru pada pH = 6-7.....	43



## DAFTAR TABEL

Tabel 1: Hasil analisis Zr pada montmorillonit alam dan $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi.....	37
Tabel 2 : Hasil pengukuran luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume pori total pada montmorillonit alam dan $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi.....	39
Tabel 3 : Prosentase penurunan konsentrasi metilen biru karena aktivitas fotokatalis $ZrO_2$ -montmorillonit pada variasi waktu oksidasi.....	43



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Difraktogram sinar-x montmorillonit alam.....	50
Lampiran 2 Difraktogram sinar-x ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan waktu oksidasi 3 jam.....	53
Lampiran 3 Difraktogram sinar-x ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan waktu oksidasi 6 jam.....	57
Lampiran 4 Difraktogram sinar-x ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan waktu oksidasi 9 jam.....	62
Lampiran 5 Data kandungan Zr dengan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF) pada ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit.....	66
Lampiran 6 Hasil <i>gas sorption analysis</i> montmorillonit alam.....	70
Lampiran 7 Hasil <i>gas sorption analysis</i> ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan waktu oksidasi 3 jam.....	73
Lampiran 8 Hasil <i>gas sorption analysis</i> ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan waktu oksidasi 6 jam.....	76
Lampiran 9 Hasil <i>gas sorption analysis</i> ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan waktu oksidasi 9 jam.....	79
Lampiran 10 Data distribusi ukuran pori Na-montmorillonit dan ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi.....	82
Lampiran 11 Grafik penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru dengan spektrofotometer UV-Visible.....	83
Lampiran 12 Data dan grafik kurva baku metilen biru dengan spektrofotometer UV-Visible.....	84
Lampiran 13 Data absorbansi dan konsentrasi metilen biru setelah fotodegradasi dengan sinar UV dan dikatalis ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi.....	85
Lampiran 14 Data persentase penurunan metilen biru setelah fotodegradasi dengan sinar UV dan dikatalis ZrO <sub>2</sub> -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi.....	87

**PENGARUH WAKTU OKSIDASI TERHADAP KARAKTER  
FISIKOKIMIAWI ZrO<sub>2</sub>-MONTMORILLONIT  
DAN PEMANFAATANNYA UNTUK FOTODEGRADASI  
METILEN BIRU**

Oleh :

**Laili Dewi Saraswati**

No.Mhs : 01612036

**Intisari**

Telah dilakukan penelitian mengenai sintesis, karakterisasi dan uji aktivitas ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit pada fotodegradasi metilen biru. Penelitian bertujuan mengamati perubahan karakter fisikokimia montmorillonit setelah pilarisasi dan uji aktivitas fotokatalitik bahan tersebut untuk degradasi metilen biru. Sintesis dilakukan dengan mendispersi ion kompleks okso atau hidrokso logam poli inti Zr<sup>4+</sup> pada suspensi montmorillonit dilanjutkan dengan netralisasi dan kalsinasi dengan variasi waktu oksidasi selama 3 jam, 6 jam dan 9 jam. Karakterisasi fisikokimiawi yang dilakukan meliputi analisis luas permukaan spesifik, analisis XRD dan penentuan kandungan logam Zr secara *X-ray Fluorescence*, sedangkan uji aktivitas dilakukan dengan sistem suspensi fotokatalis pada larutan metilen biru 1 mg/L pada penyinaran UV 366 nm. Konsentrasi metilen biru ditentukan secara spektrofotometri UV-tampak.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pilarisasi montmorillonit dengan oksida Zr menghasilkan kenaikan luas permukaan spesifik montmorillonit dari 55,14 m<sup>2</sup>/g menjadi 69,77 m<sup>2</sup>/g untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 3; 79,10 m<sup>2</sup>/g untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 6 dan 74,53 m<sup>2</sup>/g untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 9, tetapi tidak menaikkan *basal spacing*. Kandungan Zr pada ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit hasil sintesis adalah sebesar 4,64% (b/b) untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 3; 4,28% (b/b) untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 6 dan 3,84% (b/b) untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 9 dari prosentase teoritis yang diharapkan yaitu sebesar 2,28% (b/b). Hasil analisis terhadap karakter fisisk menunjukkan bahwa ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit memiliki kristalinitas yang rendah dan distribusi pori yang tinggi. Uji aktivitas fotokatalitik ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit pada fotodegradasi metilen biru menunjukkan bahwa ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit memiliki aktivitas sebagai fotokatalis dengan kemampuan menurunkan konsentrasi metilen biru hingga 79% untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 3; 51% untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 6 dan 99% untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 9 dari konsentrasi metilen biru 1 mg/L.

Kata kunci : Pilarisasi , montmorillonit terpillar ZrO<sub>2</sub>, fotodegradasi

**EFFECT OF OXIDATION TIME ON PHYSICOCHEMICAL  
CHARACTER OF ZrO<sub>2</sub>-MONTMORILLONIT AND  
IT'S APPLICATION ON METHYLENE BLUE  
PHOTODEGRADATION**

By :

**Laili Dewi Saraswati**

**No.Mhs : 01612036**

**Abstract**

Research on synthesis, characterization and photocatalytic of ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite for methylene blue photodegradation has been investigated. The research purpose was to determine physicochemical properties of the ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite and its activity on methylene blue photodegradation. Synthesis of ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite was done by dispersing Zr<sup>4+</sup> polyhydroxo metal ion into montmorillonite suspension followed by neutralization and calcination with time oxidation variation for 3 hours, 6 hours and 9 hours. Physicochemical characterization was performed by analyzing its specific surface area, basal spacing and concentration of Zr in the ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite. Photocatalytic activity was carried out in suspension system of photocatalyst and methylene blue solution of 1 mg/L by exposing UV light of 366 nm on the dispersion systems. Methylene blue concentration was determined by UV-Visible spectrophotometric method.

Result of the research showed that pillarization of montmorillonite by Zr oxide could increase the specific surface area of montmorillonite from 55,14 m<sup>2</sup>/g to 69,77 m<sup>2</sup>/g for ZrO<sub>2</sub>-PILC 3; 79,10 m<sup>2</sup>/g for ZrO<sub>2</sub>-PILC 6 and 74,53 m<sup>2</sup>/g for ZrO<sub>2</sub>-PILC 9, but decrease *basal spacing*. Analysis of Zr by XRF showed that Zr content in ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite was 2,28% (w/w). Physico-chemical characterization result showed that ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite has low crystallinity and homogeneous pore distribution. Activity test of ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite on methylene blue photodegradation showed that ZrO<sub>2</sub>-montmorillonite can be applied as a photocatalyst with its ability to decrease methylene blue concentration of 79% for ZrO<sub>2</sub>-PILC 3; 51% for ZrO<sub>2</sub>-PILC 6 and 99% for ZrO<sub>2</sub>-PILC 9 by 1 mg/L methylene blue.

**Key word : Pillarization, ZrO<sub>2</sub>-pillared montmorillonite, photodegradation**

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Metilen biru adalah senyawa yang digunakan secara luas sebagai pewarna pada bidang bakteriologi serta sebagai reagen beberapa senyawa kimia, pada identifikasi campuran digunakan sebagai indikator oksidasi-reduksi. Penggunaan pada bidang kesehatan, metilen biru digunakan sebagai antiseptik, agen antimethemoglobin dan juga sebagai penangkal racun sianida. Pengolahan metilen biru dalam beberapa industri tentunya sangat memungkinkan sisa bahan metilen biru dalam limbah terutama limbah cair. Disisi lain, metilen biru merupakan zat berbahaya dan beracun. Dalam konsentrasi tertentu masuknya metilen biru dalam tubuh dapat menyebabkan karsinogenik pada binatang dan manusia. Dalam pengelolaan lingkungan, berbagai upaya dilakukan untuk mengurangi pencemaran metilen biru antara lain dengan metode elektrolisis, oksidasi, ekstraksi, filtrasi dan metode adsorpsi. Metode terakhir tersebut merupakan metode yang banyak digunakan dan dinyatakan efektif dalam pengelolaan metilen biru terutama untuk pengelolaan dalam konsentrasi yang kecil. Namun demikian, proses adsorpsi memerlukan penanganan lanjutan berkaitan dengan senyawa yang teradsorpsi. Salah satu solusi pada permasalahan tersebut adalah penerapan metode fotodegradasi. Melalui metode ini, senyawa organik akan mengalami peruraian sehingga efek toksikologi terhadap lingkungan akan menurun, bahkan degradasi

sempurna dari senyawa hidrokarbon akan menghasilkan karbon dioksida yang dilepaskan di udara dan H<sub>2</sub>O saja sehingga tidak memberikan efek serta tidak memerlukan penanganan lanjut. Keberhasilan fotodegradasi bertumpu pada fotokatalis, yaitu zat yang digunakan sebagai pemercepat reaksi degradasi. Fotokatalis adalah bahan padatan yang memiliki sifat semikonduktor. Fotokatalis yang sudah dikenal adalah oksida logam transisi yang memiliki sifat semikonduktor. Dispersi oksida logam transisi pada padatan pendukung seperti *clay*, zeolit atau karbon aktif dilaporkan dapat meningkatkan distribusi logam dan aktivitas fotokatalitiknya (Ekimav, 1985).

Salah satu bahan padatan pendukung yang dapat dikembangkan dalam kajian sintesis fotokatalis dengan padatan pendukung adalah bentonit alam. Selain karena potensinya yang sangat besar di Indonesia, secara kimia, kandungan utama lempung bentonit adalah mineral montmorillonit. Lempung alam umumnya memiliki unjuk kerja yang tidak begitu tinggi. Untuk dapat meningkatkan unjuk kerjanya, tanah lempung tersebut biasanya dimodifikasi sedemikian rupa sehingga memiliki sifat fisik yang sesuai untuk penggunaannya sebagai fotokatalis. Dengan memanfaatkan kandungan montmorillonitnya yang memiliki struktur berlapis-lapis, diharapkan bentonit dapat dimodifikasi sedemikian rupa sehingga sifat-sifat fisik dan kimianya menjadi lebih baik dari sebelumnya. Sifat fisik dan kimia tersebut meliputi *basal spacing* ( $d_{001}$ ), luas permukaan spesifik, porositas, sifat semi konduktor dan keasaman permukaan. Sifat-sifat fisik dan kimia ini merupakan syarat mutlak dalam peranannya sebagai fotokatalis.

Salah satu cara modifikasi lempung alam yang saat ini banyak dilakukan oleh para peneliti adalah pilarisasi mineral montmorillonit yang merupakan komponen utama bentonit. Setelah terbentuk lempung terpillar, diharapkan ketahanan lempung, terutama ketahanan termalnya menjadi lebih tinggi. Pemilaran dapat dilakukan dengan cara mengembankan suatu oksida logam dalam lempung. Sebagai spesies tuan rumah (*host material*), lempung lebih mudah diperoleh dan lebih murah bila dibandingkan dengan bahan lain, misalnya zeolit. Hal ini disebabkan karena lempung yang sangat melimpah di alam selama ini lebih banyak dimanfaatkan sebagai penukar ion atau sebagai adsorben (Wijaya, 2000).

Beberapa penelitian fotodegradasi dengan fotokatalis dilakukan dengan penggunaan oksida logam transisi, diantaranya oksida logam Ti, Fe dan Zr. Fotokatalis yang digunakan meliputi oksida logam murni maupun oksida logam terpillar pada bahan padatan seperti bentonit alam. Sementara itu, preparasi fotokatalis dan uji aktivitas bentonit alam terpillar oksida Zr belum banyak dilakukan, padahal secara teoritis oksida logam Zr memiliki potensi besar untuk dapat digunakan sebagai fotokatalis berdasarkan energi celah pita (*bandgap*) yang dimiliki cukup besar yaitu sebesar 5,0 eV (Kalyanasundaram, 1999). Berdasarkan energi yang dimiliki tersebut, kemungkinan montmorillonit terpillar oksida Zr memiliki aktivitas yang besar sebagai fotokatalis. Prediksi aktivitas fotokatalitik dapat ditinjau dari perubahan karakter fisika montmorillonit sebelum dan sesudah pilarisasi. Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Fatimah (2005) melaporkan keberhasilan sintesis  $ZrO_2$ -montmorillonit, tetapi hasilnya dirasa

belum optimal. Beberapa faktor menentukan sifat fisika montmorillonit, antara lain waktu oksidasi.

Berlatar belakang permasalahan tersebut, kajian pilarisasi bentonit alam dengan oksida logam Zr merupakan kajian yang menarik. Kajian sintesis yang penting dilakukan antara lain mengamati perubahan karakter fisika sampel bentonit setelah pilarisasi dengan oksida logam Zr dengan variasi waktu oksidasi serta aktivitasnya pada degradasi zat warna. Montmorillonit terpillar oksida Zr dengan variasi waktu oksidasi dilakukan untuk mengamati pengaruh waktu oksidasi terhadap karakter fisika bentonit alam setelah pilarisasi menggunakan oksida logam Zr sehingga dapat dihasilkan  $ZrO_2$ -montmorillonit yang memiliki sifat fisik yang sesuai untuk penggunaannya sebagai fotokatalis. Untuk uji aktivitas fotokatalis pada degradasi zat warna, dalam penelitian ini dipilih sampel uji senyawa metilen biru yang merupakan senyawa zat warna yang stabil di lingkungan. Diharapkan pengaruh waktu oksidasi terhadap fotoaktivitas montmorillonit terpillar oksida Zr pada fotodegradasi zat warna metilen biru adalah semakin lama waktu oksidasi maka semakin tinggi aktivitasnya dalam mendegradasi metilen biru.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan Masalah yang diambil dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana mensintesis montmorillonit terpillar oksida Zr dan mengamati pengaruh waktu oksidasi terhadap karakter fisika bentonit alam setelah pilarisasi menggunakan oksida logam Zr ?



2. Bagaimana pengaruh waktu oksidasi terhadap fotoaktivitas montmorillonit terpillar oksida Zr pada fotodegradasi zat warna metilen biru ?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan diadakannya penelitian ini adalah :

1. Mensintesis montmorillonit terpillar oksida Zr dan mengamati pengaruh waktu oksidasi terhadap karakter fisika bentonit alam setelah pilarisasi menggunakan oksida logam Zr.
2. Menentukan pengaruh waktu oksidasi terhadap fotoaktivitas montmorillonit terpillar oksida Zr dalam fotodegradasi zat warna metilen biru.

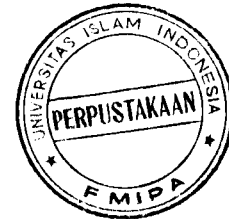
### **1.4 Manfaat Penelitian**

Dalam penelitian ini diharapkan :

1. Pemanfaatan montmorillonit sebagai salah satu sumber daya mineral di Indonesia terutama yang telah dipilarisasi sebagai alternatif untuk teknik pengelolaan limbah zat warna dalam dunia industri.
2. Menginformasikan pengaruh waktu oksidasi terhadap fotoaktivitas montmorillonit terpillar oksida Zr dalam fotodegradasi zat warna metilen biru.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA



#### 2.1 Lempung Terpillar

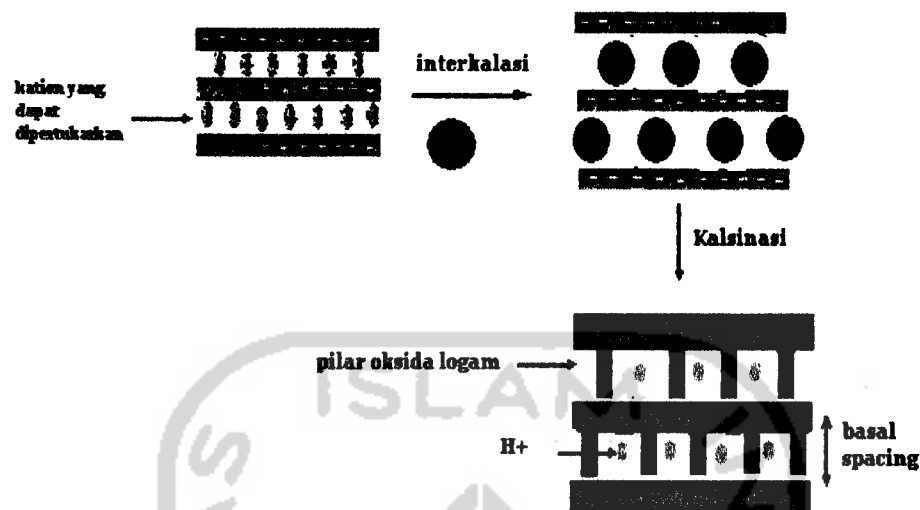
Lempung terpillar didefinisikan sebagai turunan dari lempung smektit yang kation-kationnya telah ditukarkan dengan kation-kation yang berukuran besar dan kation-kation tersebut berfungsi sebagai pilar atau tiang di antara lapisannya. Berbagai macam kation yang telah digunakan sebagai agen pemilar di antaranya yang paling populer adalah ion-ion alkilamonium, kation amina bisiklis, dan beberapa kation seperti kompleks logam *chelate* dan kation logam polihidroksi. Di antara agen pemilar tersebut, kation logam polihidroksi paling stabil terhadap pengaruh panas. Agen pemilar ion-ion alkilamonium dan kation amina bisiklis dapat mengalami dekomposisi pada temperatur di bawah 250° C dan kompleks logam *chelate* dapat mengalami degradasi pada temperatur di bawah 450° C, sedangkan kation logam polihidroksi cukup stabil pada temperatur tinggi (stabil di atas temperatur 500° C) (Pinnavaia, 1983). Karena keunggulan sifatnya tersebut, maka perlu dikembangkan pilarisasi dengan agen pemilar kation logam polihidroksi khususnya bila digunakan pada kondisi yang harus melibatkan temperatur proses yang cukup tinggi, seperti untuk katalis dan pendukung katalis.

Lempung terpillar sering disebut dengan “zeolit dua dimensi” karena strukturnya berpori menyerupai zeolit, tetapi ciri khas lempung sebagai material dua dimensinya masih kelihatan (Cheng dan Yang, 1995). Dengan mengukur ukuran pilar maka dapat diperoleh berbagai macam variasi ukuran pori sesuai

dengan kebutuhannya. Oleh karena itu, lempung terpillar bersifat relatif fleksibel daripada zeolit (Yang dkk., 1992; Wijaya, 2000). Walaupun beberapa sifat dari lempung terpillar menyerupai sifat zeolit tetapi lempung memiliki beberapa keunggulan lain jika dibandingkan dengan zeolit. Beberapa keunggulan sifat dari lempung tersebut antara lain adalah luas permukaan yang cukup besar dan ukuran pori relatif lebih besar. Selanjutnya bila dibandingkan dengan lempung yang tidak terpillar, lempung terpillar mempunyai mikroporositas yang lebih permanen, luas area yang lebih besar dan stabilitas terhadap panas yang lebih baik. Untuk selanjutnya, karakteristik fisik inilah yang sangat penting dan menjadi perhatian dari lempung terpillar.

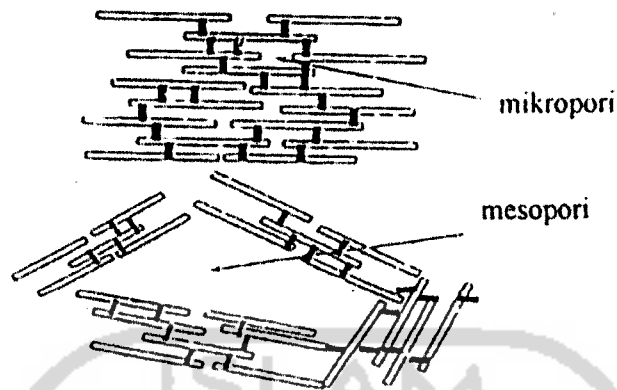
Canizares (1999), berhasil mempreparasi lempung terpillar dengan oksida logam campuran dan mempelajari stabilitas termal dan keasamannya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa lempung terpillar dengan oksida logam campuran mempunyai stabilitas termal lebih tinggi daripada lempung terpillar dengan oksida logam tunggal. Antarlapis lempung terpillar umumnya lebih stabil secara termal daripada lempung yang tidak terpillar, sehingga material ini bisa digunakan untuk reaksi-reaksi katalitik yang berlangsung pada suhu tinggi (Leonard, 1995).

Melalui metode interkalasi dan dengan memilih agen pemilar yang sesuai maka dapat dibuat lempung terpillar yang memiliki tinggi pilar tertentu. Pada prinsipnya metode ini adalah suatu penyisipan dapat-balik (*reversibel*) dari spesies kimia ke dalam antarlapis dari material berlapis. Gambar 1 menunjukkan proses pembentukan lempung terpillar.



Gambar 1. Skema pembentukan lempung terpillar (Ogawa, 1992, Leonard, 1995)

Pemilaran antarlapis silikat lempung, dapat dibuat dengan menukarkan kation-kation  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$  yang ada dalam antarlapis silikat lempung dengan kation Al, Zr, Cr, Ti, dan Fe-polihidroksi. Kation logam polihidroksi tersebut dapat dibuat dengan hidrolisis pada kondisi tertentu dari larutan garamnya. Melalui pemanasan atau kalsinasi, kation logam polihidroksi akan mengalami dehidrasi dan dehidroksilasi membentuk kelompok oksida logam yang stabil. Oksida logam yang terbentuk tersebut akan berfungsi sebagai pilar atau tiang antarlapis silikat lempung (Baksh dkk., 1992; Drljaca dkk., 1997). Dengan pilarisasi, akan dapat membentuk ukuran pori lempung lebih besar dan relatif lebih stabil terhadap panas (masih stabil pada temperatur di atas  $500^\circ\text{C}$ ) (Pinnavaia, 1983; Yang dkk., 1992)



Gambar 2. Struktur lempung terpilar yang membentuk jaringan dengan poriporinya; mikropori karena pilarisasi dan mesopori karena pembentukan struktur *house of cards* (Leonard, 1995; Wijaya, 2000)

Berdasarkan perubahan strukturnya setelah pilarisasi, lempung bentonit terpilar memiliki potensial sebagai adsorben, katalis dan penyaring molekular (*molecular sieving*). Pilarisasi lempung bentonit dengan oksida logam dengan sifat semikonduktor akan menaikkan potensialnya sebagai semikonduktor. Sifat semikonduktor ini dapat diamati melalui pengukuran energi *band gap* dengan *Ultra Violet Diffuse Reflectance Spectrophotometry* (UV DRS).

## 2.2 Lempung Terpilar Sebagai Fotokatalis

Penelitian mengenai pilarisasi bentonit dengan oksida logam sebagai fotokatalis telah dilakukan, antara lain oleh Sumerta (2002). Pada penelitian tersebut, fotokatalis dibuat dengan cara pilarisasi bentonit menggunakan oksida logam  $\text{TiO}_2$  dan telah dimanfaatkan untuk degradasi zat warna. Penelitian serupa dilakukan oleh Nogueira dan Jardim (1993) pada penggunaan  $\text{TiO}_2$  untuk

fotokatalis pada degradasi biru metilena. Aktivitas  $\text{TiO}_2$  untuk mendegradasi biru metilena alam penelitian tersebut cukup baik, dimana sampel biru metilena dapat terdegradasi sampai 99% dalam waktu satu jam. Persentase tersebut termasuk kontribusi dari proses adsorpsi yang terjadi bersamaan dengan proses fotodegradasi oleh  $\text{TiO}_2$ . Penelitian-penelitian menunjukkan bahwa dispersi  $\text{TiO}_2$  pada pengemban menghasilkan aktivitas fotokatalis yang lebih besar.

Penggunaan jenis semikonduktor telah dikembangkan untuk mendegradasi zat warna sebagai metode alternatif untuk mengatasi lingkungan, Mudjijono, dkk (1997) melakukan fotodegradasi limbah zat warna yang dikatalis dengan  $\text{TiO}_2$ , ia menunjukkan adanya penurunan kadar zat warna. Dalam kesempatan yang lain penelitian tentang fotodegradasi zat warna dengan semikonduktor ZnS juga dilakukan oleh Nurroiniyah (1997). ZnS mampu mempercepat proses penguraian zat warna Turg Blue dan Red RB. Ashadi (2000) melakukan penelitian tentang fotodegradasi zat warna Remazol Yellow, ia menunjukkan adanya percepatan proses penguraian zat warna Remazol Yellow.

Beberapa penelitian mengungkapkan bahwa dispersi logam semikonduktor pada padatan pengemban menghasilkan kinerja yang lebih baik, diantaranya dilaporkan oleh Canizares, dkk. (1999). Hasil penelitian Baksh, dkk. (1992) menunjukkan bahwa dispersi oksida logam pada lempung menghasilkan peningkatan sifat semikonduktor dan stabilitas termal. Dispersi meliputi pilarisasi oksida logam pada struktur lempung sehingga dihasilkan luas permukaan katalis yang besar dan efektifitas efek semikonduktor yang meningkat.

## BAB III

### DASAR TEORI

#### 3.1 Lempung Montmorillonit

Tanah lempung mengandung paling banyak bahan-bahan anorganik, yang berisi kumpulan mineral-mineral dan bahan koloid. Bagian tanah yang paling aktif adalah koloid. Hampir semua tanah lempung bertipe koloid anorganik dengan butir-butir individunya berbentuk gepeng dan berlapis-lapis. Butiran tanah lempung merupakan sistem yang terdiri dari dua bagian yang berlainan, yaitu :

1. Misel yang relatif besar dan tidak larut.
2. Kumpulan kation-kation yang tidak kuat terikat.

Kumpulan kation-kation tersebut umumnya sangat mudah diganti tempatnya atau didesak ke luar oleh kation-kation lain. Proses tersebut sering disebut dengan pertukaran atau yang dapat diganti. Pergantian ini dinamakan pertukaran kation (*cation exchange*) (Van-Olphen, 1977).

Berdasarkan kandungan mineralnya, tanah lempung dapat dikelompokkan seperti smektit (montmorillonit), kaolinit, haloisit, klorit, dan ilit. Mineral montmorillonit termasuk dalam kelompok smektit dan mempunyai komposisi beragam. Dari berbagai mineral lempung tersebut, montmorillonit merupakan kelompok lempung yang paling banyak menarik perhatian karena montmorillonit mempunyai kemampuan untuk mengembang (*swelling*) dan memiliki kation-kation yang dapat ditukarkan (*exchangeable cations*) serta dapat diinterkalasi (*intercalated*) (Pinnavaia, 1983).

Montmorillonit kualitas komersial sering disebut dengan bentonit (kandungan montmorillonitnya  $\geq 85\%$ ) yang umumnya mengandung kation-kation  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ca}^+$  yang mudah ditukarkan (Baksh dkk., 1992; Riyanto, 1994). Pengamatan secara visual, lempung montmorillonit mempunyai ciri-ciri berwarna pucat dengan penampakan putih kadang-kadang kekuningan, hijau muda, merah muda bahkan sampai kecoklatan; bila diraba terasa licin dan lunak seperti sabun serta kalau dimasukkan ke dalam air akan mengisap air (Riyanto, 1994).

Berdasarkan kemudahannya mengembang, bentonit dapat dibagi menjadi dua golongan yaitu :

1. Bentonit natrium (*swelling bentonit*)

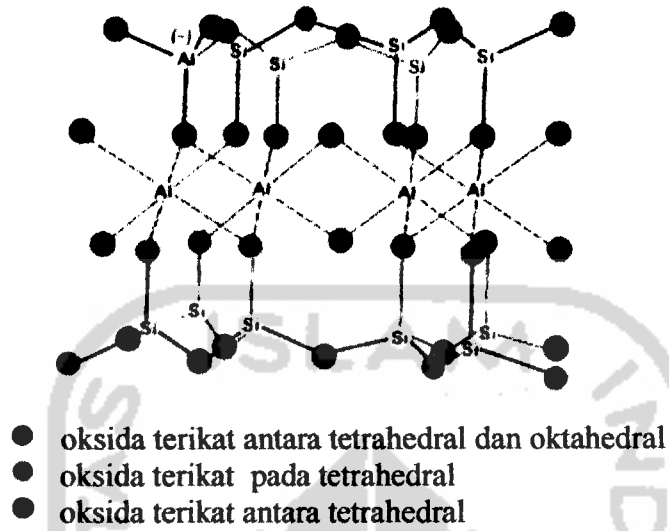
Bentonit jenis ini mengandung relatif banyak ion  $\text{Na}^+$  dibandingkan ion  $\text{Ca}^+$  dan ion  $\text{Mg}^{2+}$ , mempunyai sifat mengembang bila terkena air. Dalam keadaan kering, jarak antar lapis lempung sekitar 9,6 dan ketika menyerap air akan bertambah hingga mencapai 21,4.

2. Bentonit kalsium (*non swelling bentonit*)

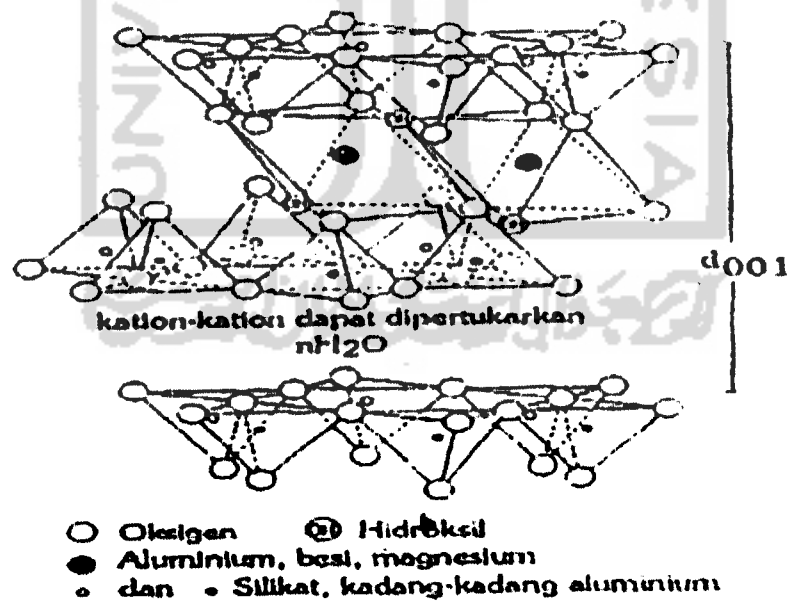
Bentonit jenis ini relatif mengandung banyak ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dibanding dengan ion  $\text{Na}^+$ . Bentonit jenis ini sedikit menyerap air dan relatif akan mengendap jika terdispersi dalam air.

Struktur kimia montmorillonit berupa lapisan oktahedral alumina sebagai pusat tertumpuk di antara dua lapisan tetrahedral silika seperti disajikan pada gambar 3.





Gambar 3. Susunan atom-atom dalam montmorillonit (Fatimah, 2005)



Gambar 4 Struktur lempung montmorillonit (Pinnavaia dan Kim, 1992)

### 3.2 Interkalasi pada Montmorillonit

Lempung terpillar dapat dibuat dengan metode interkalasi. Interkalasi didefinisikan sebagai penyisipan terbalikkan (*reversible*) dari spesies kimia (molekul-molekul atau ion-ion) ke dalam antarlapis (*interlayer*) suatu senyawa anorganik berstruktur lapis (*layered materials*). (Whittingham dan Jacobson, 1982).

Menurut proses pembentukannya, senyawa interkalasi diklasifikasikan sebagai berikut (Wijaya, 1995) :

1. Senyawa interkalasi yang terbentuk dari interkalasi dwi kutub atau pembentukan ikatan hidrogen antar spesies tamu (*guest species*) dengan spesies tuan rumah (*host material*).
2. Senyawa interkalasi yang terbentuk dari pertukaran kation.
3. Senyawa interkalasi yang terbentuk dari interkalasi dwi kutub antara spesies tamu dan ion-ion di dalam ruang antarlapis *host material*.
4. Senyawa interkalasi yang terbentuk dari reaksi transfer muatan antara spesies tamu dan permukaan lapis pada *host layer*.
5. Senyawa interkalasi yang terbentuk dari ikatan kovalen antara spesies tamu dan *host layer*.

Dalam beberapa literatur kelompok senyawa ini tidak dimasukkan dalam kelompok senyawa interkalasi karena sifatnya yang tak terbalikkan.

### 3.3 Konsep Pilarisasi

Pilarisasi merupakan interkalasi agen pemilar ke dalam struktur material berlapis. Interkalasi merupakan suatu proses penyisipan atom-atom atau molekul-molekul secara dapat-balik (*reversible*) ke dalam antarlapis material berlapis dengan tidak merusak struktur lapisan tersebut (Ogawa, 1992). Atom-atom atau molekul-molekul yang akan disisipkan biasa disebut dengan interkalat (*intercalate*) sedangkan lapisan yang merupakan tempat interkalat yang akan masuk disebut interkalan (*intercalant*). Dengan masuknya interkalat ke dalam interkalan maka susunan yang dimiliki interkalan mengalami perubahan. Perubahan terjadi karena lapisan terdekat terhalangi oleh interkalat karena memiliki ukuran molekul lebih besar dari molekul asalnya.

Interkalasi ke dalam antarlapis silikat lempung terjadi karena interkalat yang masuk berupa kation (ion bermuatan positif) menggantikan kation-kation yang ada di antara lapisan silikat lempung seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$ . Kation  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$  umumnya tidak kuat terikat sehingga sangat mudah digeser atau ditukarkan oleh kation-kation interkalat. Proses pergantian ini sering disebut dengan pertukaran kation (*cation exchange*).

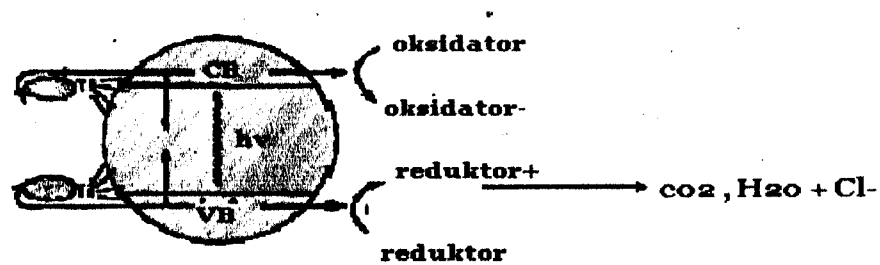
Pilarisasi dalam antarlapis silikat lempung dapat dilakukan dengan interkalasi agen pemilar kation logam polihidroksi ke dalam antarlapis silikat lempung. Kation logam polihidroksi yang masuk ke dalam antarlapis silikat lempung akan menggantikan kation  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$  selanjutnya dikalsinasi untuk membentuk pilar-pilar oksida logam yang stabil (Baksh dkk., 1992; Yang dkk., 1992; Mokaya dan Jones, 1995). Pilar-pilar oksida logam yang terbentuk

berfungsi sebagai pengikat antarlapis silikat lempung sehingga struktur yang dimiliki lempung menjadi lebih kuat dan relatif lebih tahan terhadap perlakuan panas dibandingkan dengan lempung tanpa terpillar yang dapat mengalami kerusakan struktur di atas temperatur 200° C.

### 3.4 Fotokatalis

Fotokatalis adalah zat yang mempercepat reaksi dengan bantuan cahaya. Reaksi fotokatalis dikembangkan dengan fenomena fotokatalis pada makhluk hidup yaitu proses fotosintesis. Reaksi fotokatalis dikembangkan dalam kimia berkaitan dengan beberapa reaksi yang dapat dipacu dengan reaksi oksidasi-reduksi salah satunya adalah reaksi fotodegradasi.

Mekanisme fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  telah dikemukakan oleh Hoffman, dkk (1995) yang secara singkat dapat dituliskan sebagai berikut, penyerapan energi foton  $h\nu$  akan mengakibatkan elektron pada pita valensi tereksitasi ke pita konduksi dengan meninggalkan lubang ( $h^+$ ) pada pita valensi. Selanjutnya elektron akan bereaksi dengan oksidator, biasanya oksigen (reaksi reduksi), dan  $h^+$  akan bereaksi dengan reduktor/substrat (reaksi oksidasi). Reaksi oksidasi substrat yang lebih efektif dapat terjadi akibat terbentuknya hidrogen peroksida (suatu oksidator), yaitu hasil dari reaksi antara molekul air dengan oksigen tereduksi. Mekanisme yang menggambarkan efek fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan pada gambar 5.



Gambar 5. Skema Mekanisme Fotokatalitik (Hoffman, 1995)

Gambar 5 menggambarkan tahapan utama mekanisme fotokatalitik yang meliputi:

1. Pembentukan pembawa muatan oleh foton: jika suatu semikonduktor fotokatalis dikenai suatu energi foton  $h\nu$ , maka elektron pada pita valensi akan tereksitasi kedalam pita konduksi ( $e_{cb}^-$ ) sambil meninggalkan lubang (*hole*) pada pita valensi ( $h_{vb}^+$ ).
2. Rekombinasi pembawa muatan: elektron pada pita konduksi ( $e_{cb}^-$ ) dan lubang pada pita valensi (*hole*) akan bergabung dan menghasilkan energi panas.
3. Inisiasi reaksi oksidasi oleh lubang pada pita valensi ( $h_{vb}^+$ ): yang akan bereaksi dengan substrat atau reduktor.
4. Inisiasi reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi ( $e_{cb}^-$ ): yang akan bereaksi dengan oksidator, yaitu oksigen.
5. Reaksi fotoreduksi terkatalis dan reaksi termal lanjutan (reaksi dengan oksigen aktif) akan menghasilkan gas CO<sub>2</sub> atau zat-zat mineral.
6. Penjebakan (*trapping*) elektron pada pita konduksi ( $e_{cb}^-$ ) ke dalam ikatan *Dangling* pada permukaan membentuk Ti (III).

7. Penjebakan (*trapping*) lubang pada pita valensi ( $h_{vb}^+$ ) ke dalam gugus titanol pada permukaan.

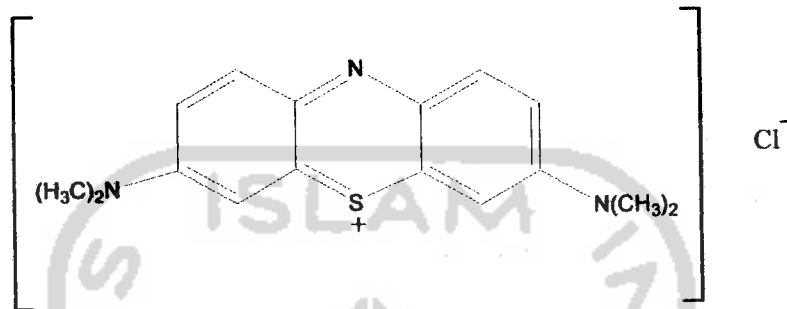
Kemampuan suatu semikonduktor sebagai fotokatalis ditunjukkan oleh harga  $E_g$ . Harga  $E_g$  yang semakin besar menunjukkan fotoaktifitas yang makin tinggi. Harga  $E_g$  akan meningkat seiring dengan semakin turunnya ukuran partikel (Brus, 1984).

Beberapa penelitian mengungkapkan bahwa dispersi logam semikonduktor pada padatan pengemban menghasilkan kinerja yang lebih baik, diantaranya dilaporkan Canizares, dkk (1999). Dispersi meliputi pilarisasi oksida logam pada struktur lempung sehingga dihasilkan luas permukaan katalis yang besar dan efektifitas efek semikonduktor yang meningkat. Pengembangan teknik dispersi oksida logam pada bahan material sangat diperlukan untuk kepentingan tersebut.

### 3.5 Metilen biru (*Methylene Blue*)

Metilen biru menurut Index Merck (Stretcher dkk., 1968) merupakan senyawa yang berwarna hijau kehitaman, memiliki absorpsi maksimum pada panjang gelombang 668,61 nm. Satu gram metilen biru terlarut dalam 25 mL air, sekitar 65 mL alkohol, senyawa ini berbentuk padatan dalam kloroform. Metilen biru akan membentuk garam rangkap dengan garam-garam anorganik. Penggunaannya adalah sebagai pewarna pada bidang bakteriologi serta sebagai reagen beberapa senyawa kimia, pada identifikasi campuran digunakan sebagai indikator oksidasi-reduksi.

Penggunaan pada bidang kesehatan, metilen biru digunakan sebagai antiseptik, agen antimethemoglobin dan juga sebagai penangkal racun sianida. Struktur dari metilen biru dapat ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur metilen biru

### 3.6 Karakterisasi terhadap Montmorillonit Terpillar Oksida Zr

Metode yang digunakan dalam menentukan beberapa sifat fisik seperti luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, volume total pori, distribusi ukuran pori dan isotherm adsorpsi adalah dengan isotherm BET. Sifat fisik yang lain seperti *basal spacing* diidentifikasi dengan metode difraksi sinar-X dengan jarak dasar antar bidang  $d_{001}$ . Sifat kimia yang meliputi jumlah kandungan Zr yang terikat dalam lempung terpillar dianalisis dengan metode *X-Ray Fluorescence* (XRF).

#### 3.6.1 Metode Difraksi Sinar-X

Metode ini merupakan metode yang paling luas digunakan dalam identitas lempung. Pada dasarnya metode ini hanya digunakan untuk analisis kualitatif, walaupun penetapan semikuantitatif dari lempung telah sering dilakukan dengannya. Analisis difraksi sinar-X merupakan metode yang tidak merusak,

yang berarti bahwa contoh tidak dipengaruhi oleh analisis dan masih dapat digunakan untuk analisis lain. Akan tetapi metode ini tidak dapat diterapkan untuk analisis bahan yang bersifat amorf atau non kristalin (Tan,1982).

Dasar penggunaan metode difraksi sinar-X dalam penelitian lempung tanah adalah susunan sistematis atom-atom atau ion-ion dalam bidang kristal. Setiap spesies mineral dicirikan oleh susunan atom yang spesifik, yang menciptakan bidang atom penciri yang dapat memantulkan sinar-X. Sinar-X adalah radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang ( $\lambda$ ) yang pendek yaitu sekitar  $1 (10^{-10} \text{ m})$ . Hampir semua kristal mempunyai jarak antar atom atau jarak bidang kristal yang ukurannya hampir sama dengan panjang gelombang sinar-X. Laue merupakan orang pertama yang menemukan bahwa sinar-X dapat dipantulkan oleh atom-atom dalam bidang kristal, yang menghasilkan pola-pola khas sewaktu direkam. Pola difraksi ini digunakan sebagai sidik jari dalam identifikasi spesies mineral lempung (Tan, 1982).

Jika suatu berkas sinar-X mengenai bidang kristal dari suatu mineral, maka sinar-X tersebut akan dipancarkan oleh atom-atom dalam bidang kristal. Untuk memperoleh suatu difraksi, harus terjadi penguatan pada sinar-X yang terpancarkan tersebut pada suatu arah tertentu. Penguatan pada sinar-X yang terpancarkan menjadi kuantitatif hanya jika hukum Bragg dipatuhi. Hukum Bragg didefinisikan sebagai berikut :

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

dimana :  $d$  = jarak antar bidang atom dalam kristal (  $\text{\AA}$  )

$\lambda$  = panjang gelombang (nm)



$\theta$  = sudut pantul difraksi ( $^{\circ}$ )

$n$  = tingkat difraksi

Hasil analisis biasanya ditunjukkan dalam bentuk nilai  $2\theta$  yang dapat dikonversikan ke satuan jarak  $d_{hkl}$ . Jarak  $d_{hkl}$  menunjukkan *basal spacing* ( $d_{001}$ ) dari lempung yang berada pada kisaran antara 3 Å hingga 30 Å, yang bersesuaian dengan sudut  $2\theta$  antara  $2^{\circ}$  hingga  $30^{\circ}$  (Tan, 1982). Karakteristik lempung terpillar dengan difraksi sinar-X dilakukan oleh semua penelitian lempung terpillar untuk mengidentifikasi jarak *basal spacing* lempung tersebut.

### 3.6.2 Analisis Luas Permukaan dengan BET

Pada dasarnya permukaan nyata padatan tidaklah memiliki bentuk yang sempurna dan teratur, hampir selalu ada retakan dan celah yang akan memberikan sumbangan pada luas permukaan padatan. Jika adsorben yang berupa padatan berpori mengadsorpsi adsorbat, maka proses adsorpsi akan terjadi di permukaan luar dan didalam pori (Lowell dan Shields, 1984). Teknik karakterisasi dengan metode adsorpsi gas dapat memberikan informasi mengenai luas permukaan spesifik, volume total pori, distribusi ukuran pori dan isoterm adsorpsi (Lowell dan Shields, 1984).

Metode yang paling umum digunakan untuk menentukan luas permukaan dikembangkan oleh Brunauer, Emmett dan Teller yang lebih dikenal dengan metode BET yang dituliskan sebagai berikut :

$$\frac{1}{W[(P_0/P)-1]} = \frac{1}{W_0C} + \frac{C-1}{W_0C}(P/P_0)$$

Dimana :  $W$  = Berat gas yang teradsorpsi pada tekanan relatif  $P/P_0$  (g)

$W_0$  = Berat yang teradsorpsi pada lapis tunggal (g)

$C$  = Konstanta BET

$P_0$  = Tekanan uap jenuh adsorpsi (mmHg)

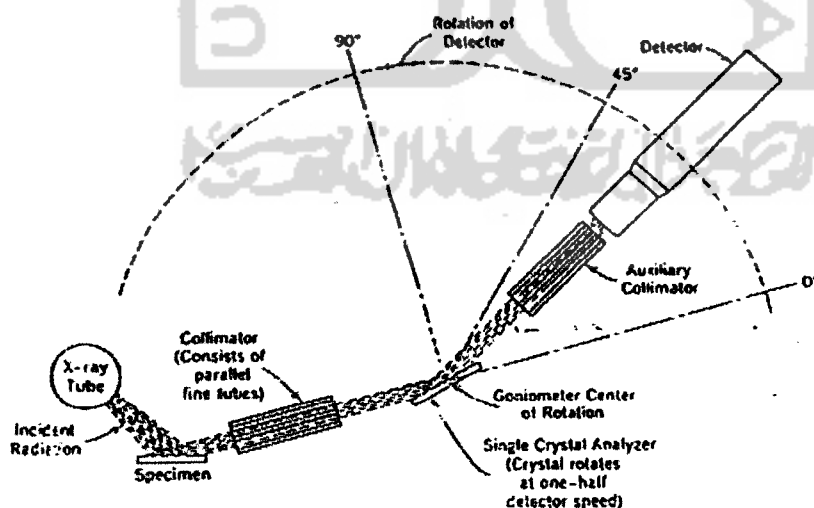
$P$  = Tekanan gas (mmHg)

Asumsi menurut teori BET bahwa permukaan padatan tidak akan tertutupi secara sempurna selama tekanan uap jenuh ( $P_0$ ) belum tercapai. Jika adsorpsi mengikuti teori BET maka kurva antara  $1/W [(P_0/P)-1]$  lawan  $(P/P_0)$  akan menghasilkan garis lurus, untuk keperluan ini digunakan adsorbat gas  $N_2$  dan adsorpsi berlangsung pada temperatur 77 K. Pada adsorpsi isoterm ini, tekanan relatif ( $P/P_0$ ) yang berlaku menurut teori BET dibatasi pada rentang 0,05-0,35. Dalam aplikasinya menggunakan  $N_2$  (sebagai adsorbat) dengan densitas fasa cair pada tekanan 1 atm dan temperatur 77 K dan harga  $\sigma = 16,2 \text{ \AA}^2/\text{molekul}$ . (Baksh dkk., 1992; Huston dkk., 1998; Ocelli dkk., 2000).

### 3.6.3 Metode *Fluorescence Sinar-X* (XRF)

Metode ini merupakan metode spektroskopi sinar-X, yaitu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan  $\lambda = 0,5 - 2,5 \text{ \AA}$  dan energinya  $\pm 10^7 \text{ eV}$ . Sumber radiasi dari metode pendar sinar-X adalah sumber radiasi sinar-X dengan panjang gelombang pendek, sumber radioisotop pemancar sinar  $\gamma$  dan sumber pemercepat ion.

Jika suatu berkas sinar ditembakkan pada sampel oleh energi potensial yang tinggi, maka elektron pada kulit atom yang terdalam akan terlempar keluar sehingga terjadi kekosongan. Kekosongan ini akan diisi oleh elektron pada kulit yang lebih luar demikian seterusnya, akan diisi oleh elektron dari kulit yang lebih luar lagi. Kulit yang lebih luar bersifat tidak stabil sehingga pada waktu tertentu elektron yang berada pada kulit yang lebih luar akan kembali lagi ke kulit yang terdalam dengan mengeluarkan emisi atau intensitas. Fluoresensi dipengaruhi oleh pH larutan, sifat pelarut, konsentrasi reagensia yang ditambahkan dalam penetapan ion-ion anorganik dan dalam beberapa kasus oleh temperatur waktu yang dipakai untuk mencapai intensitas fluoresensi yang maksimum (Ewing, G.W., 1985). Gambar dari spektrofotometer *fluorescence sinar-X* (XRF) adalah sebagai berikut :



Gambar 7. Spektrofotometer *Fluorescence Sinar-X* (XRF)

### 3.7 Uji Aktifitas dengan Spektrofotometri UV-Visible

Spektrofotometri adalah salah satu cabang analisis instrumental yang membahas segala sesuatu tentang interaksi sinar dan molekul. Analisis spektrofotometri adalah suatu metode kimia berdasarkan pengukuran seberapa banyak energi yang diabsorpsi oleh suatu zat sebagai fungsi panjang gelombang. Panjang gelombang untuk sinar UV adalah 190 - 380 nm dan sinar tampak adalah 380 - 780 nm.

Spektrofotometer UV-Vis adalah alat dari spektrofotometri UV-Vis. Spektrofotometer UV-Vis merupakan spektrofotometer yang dapat digunakan untuk mengukur serapan cahaya baik di daerah UV maupun di daerah sinar tampak. Jumlah cahaya yang diserap oleh suatu zat dalam larutan sebanding dengan konsentrasi zat dalam larutannya. Hubungan antara serapan cahaya dengan konsentrasi zat dalam larutan dinyatakan oleh persamaan Lambert-Beer berikut ini (Khopkar, 2002)

$$A = -\log T = a b c$$

Dimana : A = absorbansi

T = transmitansi

a = absorbtivitas molar ( $\text{Lcm}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$ )

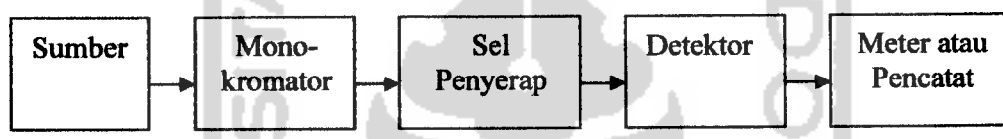
b = tebal kuvet (cm)

c = konsentrasi zat yang menyerap sinar (mol/L)

Penentuan konsentrasi suatu senyawa dengan spektrofotometer, dilakukan dengan membandingkan kekuatan serapan cahaya oleh larutan contoh terhadap larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya. Terdapat dua cara penentuan

konsentrasi suatu zat dalam contoh yaitu cara kurva kalibrasi dan cara standar adisi. Pada cara yang pertama dibuat terlebih dahulu sederetan larutan standar, diukur serapannya, kemudian dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi terhadap serapan. Konsentrasi zat dalam contoh dapat ditentukan dengan mengukur serapannya kemudian ditentukan konsentrasinya dengan menggunakan kurva kalibrasi. Cara yang kedua dilakukan dengan menambahkan sejumlah larutan contoh yang sama ke dalam larutan standar (Sastrohamidjojo, 2001).

Diagram sederhana dari spektrofotometri UV-Visible adalah sebagai berikut :



Gambar 8. Diagram spektrofotometri UV-Visible (Sastrohamidjojo, 2001)

### 3.8 Hipotesis

Pilarisasi montmorillonit dengan agen pemilar  $ZrO_2$  akan menghasilkan lempung terpillar dengan stabilitas termal tinggi serta dapat digunakan sebagai bahan pengemban katalis  $ZrO_2$ . Berdasarkan pemikiran tersebut dapat dibuat hipotesis sebagai berikut :

1. Pemilaran antarlapis silikat lempung montmorillonit dengan oksida logam Zr dengan variasi waktu kalsinasi dapat mengubah sifat-sifat fisik lempung seperti *basal spacing* ( $d_{001}$ ), kristalinitas, dan luas permukaan menjadi lebih baik dibandingkan dengan lempung montmorillonit alam tidak terpillar.
2.  $ZrO_2$ -montmorillonit dapat dimanfaatkan sebagai fotodegradasi zat warna metilen biru.

**BAB IV**  
**METODOLOGI PENELITIAN**



**4.1 Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :

- a. Seperangkat alat gelas
- b. Seperangkat alat refluks
- c. *Mesh Screen*
- d. pH universal indikator
- e. Kertas saring Whatman 40
- f. Timbangan
- g. *Oven*
- h. Alat kalsinasi
- i. *Surface Area Analyzer* NOVA 1000
- j. *X-Ray Diffraction* merek Shimadzu XRD 6000
- k. *X-Ray Fluorescence* (XRF) merek EG & G ORTEC 7010
- l. Lampu UV dengan panjang gelombang 366 nm
- m. Spektrofotometri UV-Visible merek HITACHI U 2010

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :

- a. Bentonit alam asal Pacitan Jawa Timur
- b. Metilen biru buatan E. Merck

- c.  $\text{ZrOCl}_2$  buatan E. Merck
- d. Gliserol buatan E. Merck
- e.  $\text{AgNO}_3$  buatan E. Merck
- f. Aquades buatan Lab. Kimia Analitik FMIPA UGM Jogjakarta

## 4.2 Cara Kerja

### 4.2.1 Prosedur kerja

Sebelum proses pemiliran terhadap bentonit, terlebih dahulu dilakukan karakterisasi dan preparasi lempung bentonit. Karakterisasi lempung alam bentonit ditentukan dengan pengukuran luas permukaan spesifik, *basal spacing* ( $d_{001}$ ), kristalinitas dan analisis logam Zr, dengan cara pencucian menggunakan aquades dan penggerusan serta pengayaan ukuran yang lolos ukuran 200 *mesh*. Sintesis lempung terpillar  $\text{ZrO}_2$  adalah sebagai berikut :

#### a. Preparasi Na-montmorillonit

Lempung dicuci dengan aquadest, dipisahkan antara Na-montmorillonit dan Ca-montmorillonit. Dipilih Na-montmorillonit kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 130 °C selama 24 jam. Setelah itu, lempung dihaluskan dan diayak dengan ukuran 200 *mesh*. Lempung siap digunakan untuk penelitian.

#### b. Persiapan agen pemilar

Sintesis lempung terpillar  $\text{ZrO}_2$  dilakukan dengan terlebih dahulu mempersiapkan larutan pemilar dengan cara mencampurkan larutan  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  0,1 M 250 mL dengan gliserol 50 mL dilanjutkan pengadukan pada temperatur 25 °C.

### c. Pilarisasi bentonit

Pilarisasi  $ZrO_2$  dilakukan dengan terlebih dahulu mempersiapkan larutan pemilar dengan cara mencampurkan larutan  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  0,1 M dengan gliserol 50 mL dilanjutkan pengadukan pada temperatur 25 °C. Larutan pemilar yang dihasilkan kemudian dicampurkan dengan Na-montmorillonit 100 gram dengan prosentase Zr teoritis yang diharapkan sebesar 2,28% (b/b) kemudian direfluks selama 2 jam pada temperatur 105 °C. Hasil pilarisasi disaring dan dicuci sampai pH netral kemudian dites menggunakan  $AgNO_3$  0,1 M yang ditandai dengan tidak terbentuknya endapan putih  $AgCl$ , setelah itu dioksidasi menggunakan aliran gas  $O_2$  dengan variasi waktu oksidasi dilanjutkan kalsinasi menggunakan aliran gas  $N_2$ .

### d. Kalsinasi

Sampel bentonit yang telah kering dioksidasi pada temperatur 250 °C dengan aliran gas  $O_2$  dengan variasi waktu oksidasi 3 jam, 6 jam, 9 jam dilanjutkan proses kalsinasi pada temperatur 250 °C dengan aliran gas  $N_2$  selama 2 jam. Hasil preparasi ini kemudian disebut  $ZrO_2$ -montmorillonit atau  $ZrO_2$ -PILC.

#### 4.2.2. Karakterisasi bentonit alam dan $ZrO_2$ -montmorillonit

Karakter fisika bentonit alam dan hasil sintesis  $ZrO_2$ -montmorillonit dilakukan analisis kristalinitas dan *basal spacing* ( $d_{001}$ ) menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), analisis logam Zr menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan luas permukaan dengan metode serapan nitrogen (alat : BET *surface area*



*analyzer*). Karakter  $ZrO_2$ -montmorillonit yang dihasilkan dibandingkan dengan karakter bentonit alam.

#### 4.2.3 Uji aktivitas katalis pada fotodegradasi metilen biru

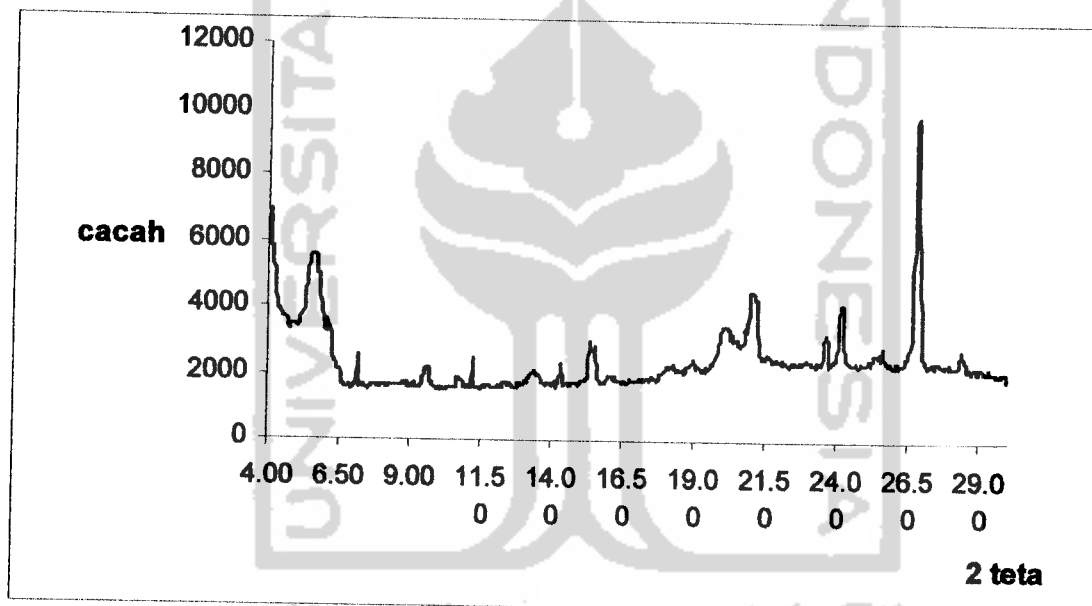
Katalis hasil sintesis diuji aktivitasnya sebagai fotokatalis degradasi metilen biru. Katalis dalam sistem reaksi dibuat sebagai suspensi bersama sampel metilen biru dengan konsentrasi 1 mg/L dan diekspos dengan penyinaran UV dengan panjang gelombang 366 nm selama 2 jam. Pada setiap variasi waktu oksidasi suspensi disaring dan diukur absorbansinya. Penggunaan sistem suspensi dimaksudkan agar kontak antara katalis dengan sampel lebih luas sehingga reaksi fotodegradasi lebih efektif. Setiap pengujian dibandingkan dengan blanko yaitu metilen biru saja dan pembanding berupa pembentukan suspensi katalis dengan variasi waktu oksidasi dengan sampel metilen biru menggunakan bantuan sinar UV.

## BAB V

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 5.1 Karakterisasi Montmorillonit Alam

Karakterisasi awal pada montmorillonit alam dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil identifikasi menggunakan XRD menghasilkan difraktogram seperti pada gambar 9.



Gambar 9. Difraktogram montmorillonit alam

Dari difraktogram terlihat bahwa sampel mempunyai puncak pada  $2\theta = 5,93^\circ$  ( $d = 14,90 \text{ \AA}$ ) dan  $2\theta = 19,92^\circ$  ( $d = 4,46 \text{ \AA}$ ) yang merupakan daerah karakteristik mineral montmorillonit alam dengan intensitas yang cukup berarti. Pada  $2\theta = 5,93^\circ$  menunjukkan intensitas yang paling besar berarti merupakan mineral

penyusun utama montmorillonit. Hal ini menunjukkan bahwa lempung alam yang diteliti sebagian besar tersusun atas montmorillonit. Puncak-puncak lain yang menunjukkan kandungan montmorillonit adalah  $2\theta = 20,18^\circ$ ;  $23,57^\circ$ ;  $26,57^\circ$ . Dibandingkan data difraktogram montmorillonit alam asal Boyolali yang digunakan dalam penelitian Simpen, dkk (2001), intensitas puncak spesifik montmorillonit yang digunakan dalam penelitian ini menunjukkan tingkat kekristalan mineral yang lebih rendah. Selain adanya puncak karakteristik dari montmorillonit, beberapa puncak menunjukkan kandungan mineral lain yaitu adanya puncak spesifik kaolinit pada  $2\theta = 12,2^\circ$  ( $d = 7,24 \text{ \AA}$ );  $24,86^\circ$  ( $d = 3,57 \text{ \AA}$ ) dan  $19,88^\circ$  ( $d = 4,46 \text{ \AA}$ ). Selain itu, beberapa puncak menunjukkan adanya mineral kersa (*Quartz*) ditunjukkan pada  $d = 3,34 \text{ \AA}$ ;  $4,26 \text{ \AA}$  dan  $1,83 \text{ \AA}$ . Secara keseluruhan, difraktogram menunjukkan bahwa sampel merupakan mineral montmorillonit.

## 5.2 Preparasi Lempung Na-montmorillonit

Preparasi montmorillonit dilakukan dengan mencuci lempung alam tersebut menggunakan air bebas ion untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang ada pada permukaan lempung karena di dalam lempung terdapat berbagai macam jenis mineral. Selain itu untuk memisahkan antara Na-montmorillonit dari Ca-montmorillonit. Dipilih Na-montmorillonit karena memiliki sifat mudah mengembang bila terkena air dan kationnya lebih mudah tergantikan oleh kation dari oksida logam pemilar. Selanjutnya Na-montmorillonit dikeringkan dalam oven pada

temperatur 130 °C selama 24 jam dengan tujuan menghilangkan molekul-molekul air yang terdapat di dalam ruang antarlapis lempung. Kemudian dihaluskan dan diayak dengan ukuran 200 *mesh*. Pada tahap ini dihasilkan montmorillonit yang relatif lebih bersih dari pengotor dan digunakan untuk penelitian selanjutnya.

### 5.3 Pilarisasi Montmorillonit dengan Oksida Logam Zr

Pilarisasi terhadap lempung dilakukan dengan memasukkan Na-montmorillonit yang lolos ayakan 200 *mesh* sebanyak 100 gram ke dalam larutan pemilar dan diaduk selama 5-10 menit. Larutan pemilar dibuat dengan mencampurkan 250 mL  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  0,1 M dan 50 mL gliserol. Lempung dan larutan pemilar kemudian direfluks pada temperatur 105 °C selama 2 jam. Tujuan dari refluks untuk mempercepat terjadinya pertukaran kation (terbentuk polihidroksikation). Tahap ini disebut dengan tahap interkalasi. Tahap interkalasi yaitu tahap dimana kation polihidroksi menggantikan posisi kation-kation dalam ruang antarlapis lempung. Pertukaran kation ini dapat terjadi karena ikatan kation yang ada pada antarlapis lempung relatif lemah. Interkalasi merupakan suatu proses penyisipan atom-atom atau molekul-molekul ke dalam antarlapis material berlapis dengan tidak merusak struktur lapisan tersebut (Ogawa, 1992). Setelah itu, larutan didinginkan terus dipisahkan dengan penyaringan dan dicuci beberapa kali dengan air bebas ion sampai terbebas dari ion klorida. Pencucian dihentikan jika filtrat diuji dengan larutan  $AgNO_3$  0,1 M tidak membentuk endapan putih dari  $AgCl$ .

Montmorillonit yang telah terinterkalasi kompleks Zr dikeringkan dalam oven pada temperatur 130 °C selama 24 jam. Ini dilakukan untuk menghilangkan kandungan air dalam montmorillonit terpillar. Selanjutnya montmorillonit terpillar dioksidasi dengan dialiri gas oksigen pada temperatur 250 °C dengan variasi waktu oksidasi 3 jam, 6 jam dan 9 jam. Tujuan proses oksidasi adalah untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam lempung serta untuk menjadikan logam pemilar tanpa muatan yaitu  $Zr^{4+}$  menghasilkan oksida logam Zr. Dilanjutkan proses kalsinasi dengan dialiri gas nitrogen pada temperatur 250 °C selama 2 jam. Proses kalsinasi menggunakan gas pembawa  $N_2$  yang inert dapat memperbesar terbentuknya pori-pori baru karena mikropori yang ada pada antarlapis montmorillonitkan menjadi lebih terbuka sehingga logam pemilar dapat menempati posisi pengemban dengan baik. Adanya agregat-agregat yang menyumbat pori dapat dihilangkan dengan adanya aliran gas  $N_2$  tersebut. Selama kalsinasi, lempung terpillar oksida logam Zr mengalami dehidrasi (pelepasan molekul air) dan dehidroksilasi membentuk kumpulan oksida logam yang stabil ( $ZrO_2$ ) dengan melepas  $H_2O$ . Oksida logam ( $ZrO_2$ ) ini berfungsi sebagai penghalang sekaligus pengikat antarlapis silikat montmorillonit. Hasil pilarisasi ini disebut  $ZrO_2$ -montmorillonit atau  $ZrO_2$ -PILC.

Montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  diperoleh dengan reaksi pertukaran kation  $Na^+$  pada antarlapis lempung dengan Zr ion Keggin. Kation ini memiliki ukuran ion yang lebih besar daripada kation  $Na^+$ , sehingga dari pertukaran ini diperoleh bahan yang memiliki struktur lapis dengan jarak antarlapis (*basal spacing*) yang lebih besar dari

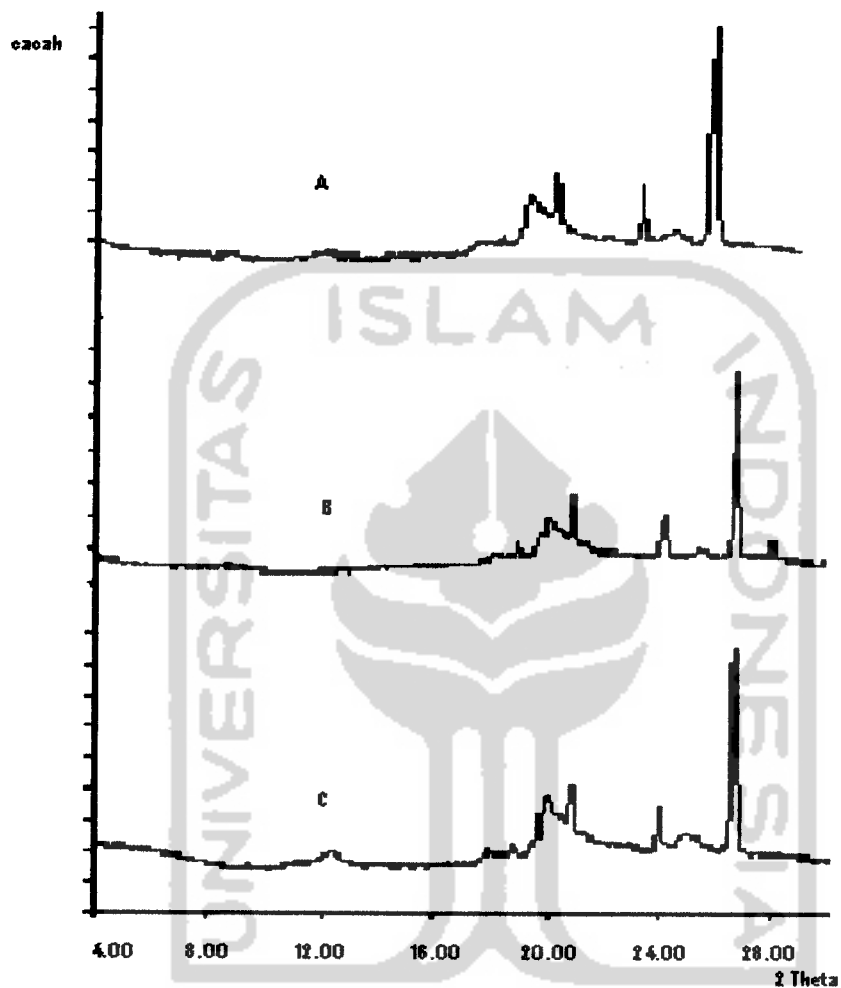
montmorillonit alam. Reaksi pertukaran kation  $\text{Na}^+$  dengan Zr ion Keggin di dalam mineral montmorillonit dapat terjadi karena kation  $\text{Na}^+$  yang berada diantara lapisan silikat lempung tidak terikat kuat sehingga mudah digeser atau ditukar oleh Zr ion Keggin.

#### **5.4 Karakterisasi $\text{ZrO}_2$ -montmorillonit**

Untuk mengetahui keberhasilan sintesis  $\text{ZrO}_2$ -montmorillonit atau pilarisasi montmorillonit, dilakukan analisis terhadap beberapa karakter fisika padatan meliputi analisis kandungan Zr menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), analisis luas permukaan dengan cara adsorpsi gas  $\text{N}_2$  (alat : *BET surface area analyzer*), dan identifikasi mineral dengan *X-Ray Diffraction* (XRD).

##### **5.4.1 Identifikasi dengan Difraksi Sinar-X**

Untuk mengetahui apakah terjadi peningkatan *basal spacing* montmorillonit setelah pemiliran dengan oksida Zr, dilakukan analisis menggunakan XRD. Hasil identifikasi perubahan struktur  $\text{ZrO}_2$ -PILC dengan waktu oksidasi selama 3 jam, 6 jam dan 9 jam disajikan pada Gambar 10.



Gambar 10. Difraktogram montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  dalam berbagai variasi waktu oksidasi

A. waktu oksidasi 3 jam

B. waktu oksidasi 6 jam

C. waktu oksidasi 9 jam

Hasil analisis XRD pada Gambar 10, menunjukkan bahwa montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  dengan variasi waktu oksidasi tidak menyebabkan terjadinya pergeseran *basal spacing* ( $d_{001}$ ). Pola refleksi pada difraktogram  $ZrO_2$ -montmorillonit (A, B, C) tidak ramping (landai) seperti halnya pada montmorillonit alam. Ini ditunjukkan dengan tidak adanya pergeseran ke arah kiri puncak karakteristik montmorillonit alam. Hal ini kemungkinan disebabkan karena temperatur panas yang terlalu cepat pada waktu proses kalsinasi  $ZrO_2$ -montmorillonit sehingga terjadi ketidakteraturan dari atom-atom dalam ruang antarlapis montmorillonit walaupun telah terbentuk pilar yang menyebabkan kenaikan tinggi pilar yang diharapkan setelah pilarisasi tidak terbentuk. Selain itu, perbedaan tinggi pilar, perbedaan jarak antar pilar dan perbedaan tebal pilar juga dimungkinkan menyebabkan tidak rampingnya pola refleksi pada difraktogram  $ZrO_2$ -montmorillonit. Ketinggian pilar yang terbentuk dapat ditentukan dengan menghitung selisih antara *basal spacing* ( $d_{001}$ ) montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  dengan ketebalan lapisan silika  $9,6 \text{ \AA}$  (Cannizares, dkk., 1999). Data yang diperoleh dalam penelitian ini kurang baik dibandingkan dengan penelitian Fatimah (2005), yang menghasilkan peningkatan *basal spacing* sebesar  $9,60 \text{ \AA}$ . Interpretasi ini didukung oleh tidak munculnya puncak difraktogram karakteristik yang menunjukkan adanya oksida Zr. Difraktogram karakteristik untuk kristal  $ZrO_2$  adalah pada  $d = 3,139 \text{ \AA}$  (Fatimah, 2005).



Beberapa puncak yang menunjukkan kandungan mineral lain yaitu puncak spesifik kaolinit masih muncul pada  $2\theta=12,2^\circ$  ( $d=7,24 \text{ \AA}$ );  $24,85^\circ$  ( $d=3,58 \text{ \AA}$ ) dan  $19,85^\circ$  ( $d=4,47 \text{ \AA}$ ). Selain itu, beberapa puncak yang menunjukkan adanya mineral kuarsa (*Quartz*) pada  $d=3,34 \text{ \AA}$ ;  $4,26 \text{ \AA}$  dan  $1,83 \text{ \AA}$  tidak teridentifikasi. Hasil difraktogram  $ZrO_2$ -montmorillonit yang tidak ramping menunjukkan kristalinitas yang rendah.

#### 5.4.2 Analisis Unsur dengan X-Ray Fluorescence

Adanya dispersi  $ZrO_2$  pada antarlapis montmorillonit dapat diketahui dari analisis XRF yang dilakukan pada montmorillonit alam dan montmorillonit terpillar dengan variasi waktu oksidasi yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis Zr pada montmorillonit alam dan  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi

No.	Sampel	Kandungan Logam Zr (% b/b)
1.	Montmorillonit alam	Tidak terdeteksi
2.	$ZrO_2$ -PILC 3	4,635
3.	$ZrO_2$ -PILC 6	4,276
4.	$ZrO_2$ -PILC 9	3,839

Keterangan :

$ZrO_2$ -PILC 3 = montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  dengan waktu oksidasi 3 jam

$ZrO_2$ -PILC 6 = montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  dengan waktu oksidasi 6 jam

$ZrO_2$ -PILC 9 = montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  dengan waktu oksidasi 9 jam

Hasil analisis menunjukkan kandungan Zr dalam sampel montmorillonit alam tidak terdeteksi dan kandungan Zr pada sampel  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi menghasilkan kadar Zr yang berbeda, masing-masing sebesar 4,64 % (b/b) untuk  $ZrO_2$ -PILC 3; 4,28 % (b/b) untuk  $ZrO_2$ -PILC 6 dan 3,84 % (b/b) untuk  $ZrO_2$ -PILC 9. Kandungan Zr sebesar 4,64 %; 4,28 % dan 3,84 % (b/b) menunjukkan bahwa proses interkalasi polioksokation  $Zr^{4+}$  berlangsung sempurna, karena proses interkalasi dilakukan dengan perbandingan teoritis kandungan Zr sebesar 2,28%. Ketidaksesuaian konsentrasi Zr dalam  $ZrO_2$ -PILC dengan kandungan Zr yang diharapkan kemungkinan dipengaruhi oleh kadar montmorillonit pada sampel montmorillonit alam yaitu terjadi dekomposisi mineral montmorillonit selama proses kalsinasi sehingga ada penurunan kadar alumina dan silika yang menyebabkan kandungan logam Zr dalam  $ZrO_2$ -PILC lebih besar dari Zr teoritis. Selain itu, kemungkinan disebabkan karena pada saat proses oksidasi terjadi reduksi mineral pengotor yang terdapat dalam montmorillonit.

Dari hasil analisis yang ditunjukkan pada Tabel 1, terjadi peningkatan jumlah Zr dalam  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi. Hal ini juga menunjukkan afektivitas proses pemiliran yang dilakukan. Kandungan Zr tertinggi terjadi pada  $ZrO_2$ -PILC 3, hal ini disebabkan oleh kation-kation yang dapat ditukarkan ( $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ) masih tetap dalam kondisi maksimum jumlahnya dan belum tergantikan kation  $H^+$  sehingga pertukaran kation oleh agen pemilar kompleks Zr terjadi secara optimal sesuai dengan kemampuan kapasitas tukar kationnya. Kandungan Zr pada  $ZrO_2$ -PILC 6 dan  $ZrO_2$ -PILC 9 terjadi penurunan

walaupun masih lebih besar dari Zr teoritis. Hal ini karena kation-kation yang mudah ditukarkan seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  sudah bertukarkan oleh kation  $\text{H}^+$ . Kation  $\text{H}^+$  memiliki kemampuan tukar kation lebih rendah dari kation  $\text{Na}^+$  dan  $\text{K}^+$ . Oleh karena itu, jumlah ion kompleks Zr yang terikat menjadi berkurang.

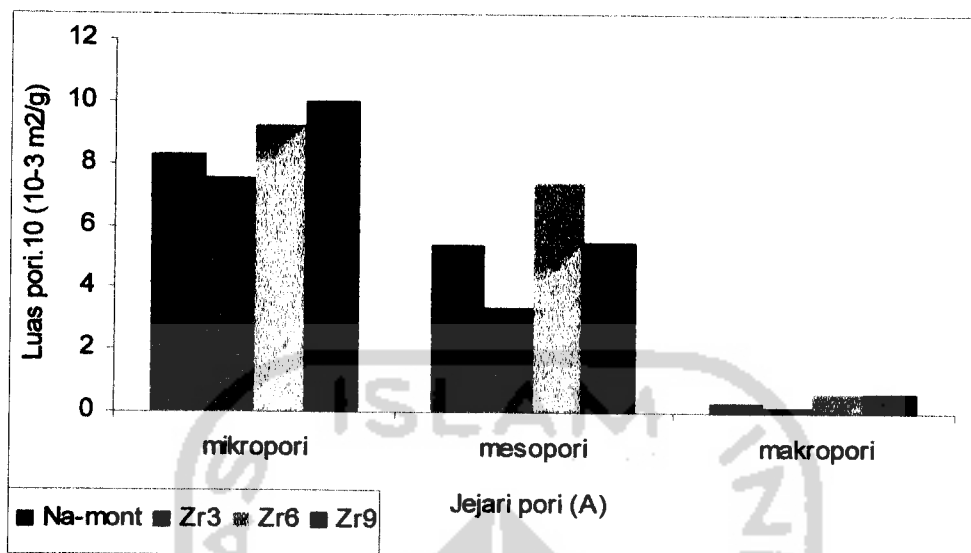
#### 5.4.3 Analisis Luas Permukaan Spesifik

Untuk mengetahui perubahan fisika yang terjadi setelah pilarisasi montmorillonit, dilakukan pengukuran luas permukaan spesifik dengan cara adsorpsi gas  $\text{N}_2$ . Secara teoritis, setelah terjadi pilarisasi pada struktur montmorillonit, akan terjadi perubahan fisika meliputi perubahan distribusi pori yang mengakibatkan perubahan rerata jejari pori dan luas permukaan spesifik padatan yang dapat digunakan untuk mengadsorpsi  $\text{N}_2$ .

Tabel 2. Hasil pengukuran luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, dan volume pori total pada Na-montmorillonit dan  $\text{ZrO}_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi

No.	Sampel	Luas permukaan spesifik ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Rerata jejari pori ( $\text{Å}$ )	Volume total pori ( $\text{mL}/\text{g}$ )
1.	Na-Montmorillonit	55,14	17,59	48,51
2.	$\text{ZrO}_2$ -PILC 3	69,77	12,96	45,19
3.	$\text{ZrO}_2$ -PILC 6	79,10	16,26	64,33
4.	$\text{ZrO}_2$ -PILC 9	74,53	16,37	60,99

Terdapat perubahan luas permukaan spesifik padatan, volume total pori dan rerata jejari pori seperti disajikan pada Tabel 2. Perubahan distribusi pori montmorillonit sebelum dan sesudah pilarisasi disajikan pada gambar 10. Dari histogram yang dibuat berdasarkan data yang disajikan pada Lampiran 10, terlihat adanya perubahan distribusi pori dalam sampel.



Gambar 11. Histogram distribusi ukuran pori Na-montmorillonit dan  $ZrO_2$ -PILC dengan variasi waktu oksidasi

Berdasarkan data hasil analisis yang diperoleh menunjukkan adanya peningkatan luas permukaan spesifik dari Na-montmorillonit setelah proses pilarisasi. Luas permukaan spesifik dari  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi 3 jam, 6 jam dan 9 jam relatif lebih besar dari Na-montmorillonit. Perlakuan terhadap Na-montmorillonit setelah dipilar dengan oksida Zr telah menambah luas permukaan spesifik sebesar  $14,62 \text{ m}^2/\text{g}$  untuk  $ZrO_2$ -PILC 3;  $23,96 \text{ m}^2/\text{g}$  untuk  $ZrO_2$ -PILC 6 dan  $19,39 \text{ m}^2/\text{g}$  untuk  $ZrO_2$ -PILC 9. Luas permukaan spesifik montmorillonit mengalami peningkatan setelah pilarisasi namun peningkatan relative kecil yaitu sebesar 26,5% untuk  $ZrO_2$ -PILC 3; 43,5% untuk  $ZrO_2$ -PILC 6 dan 35% untuk  $ZrO_2$ -PILC 9. Hal ini kemungkinan dipengaruhi oleh kandungan oksida Zr dalam mineral serta struktur kristal yang dibentuk. Hal ini didukung oleh data distribusi jejari pori (Gambar 11) serta hasil perhitungan rerata jejari pori  $ZrO_2$ -montmorillonit ( $12,96 \text{ \AA}$ ) untuk  $ZrO_2$ -PILC 3,

(16,26 Å) untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 6 dan (16,37 Å) untuk ZrO<sub>2</sub>-PILC 9, lebih kecil daripada rerata jejari pori Na-montmorillonit (17,59 Å) yang menunjukkan distribusi pori yang merata pada montmorillonit terpillar.

Peningkatan luas permukaan spesifik ini disebabkan adanya pilarisasi Na-montmorillonit yang menyebabkan terbentuknya pori baru dengan ukuran mikropori dan terbentuknya struktur rumah kartu (*house of cards*) yang menyebabkan terbentuknya mesopori sehingga memberikan kontribusi terhadap peningkatan luas permukaan spesifik. Peningkatan luas permukaan spesifik pada montmorillonit terpillar dipengaruhi oleh homogenitas distribusi pilar yang dapat meningkatkan luas permukaan internal pada montmorillonit terpillar. Luas permukaan spesifik ini diperoleh berdasarkan penentuan kapasitas monolayer yang ditunjukkan dari banyaknya molekul yang dapat diadsorpsi pada permukaan material padatan.

Pilarisasi juga menyebabkan terjadinya peningkatan porositas. Peningkatan porositas akibat pilarisasi ZrO<sub>2</sub> dalam antarlapis silikat lempung terhidrat memperlihatkan bahwa ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit memiliki volume total pori yang lebih besar dari Na-montmorillonit. Tetapi pada ZrO<sub>2</sub>-PILC 3 terjadi penurunan porositas, hal ini kemungkinan disebabkan ketidakteraturan dari atom-atom dalam struktur lempung, akibatnya volume total pori menurun.

### 5.5 Uji Aktivitas Fotokatalitik ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit

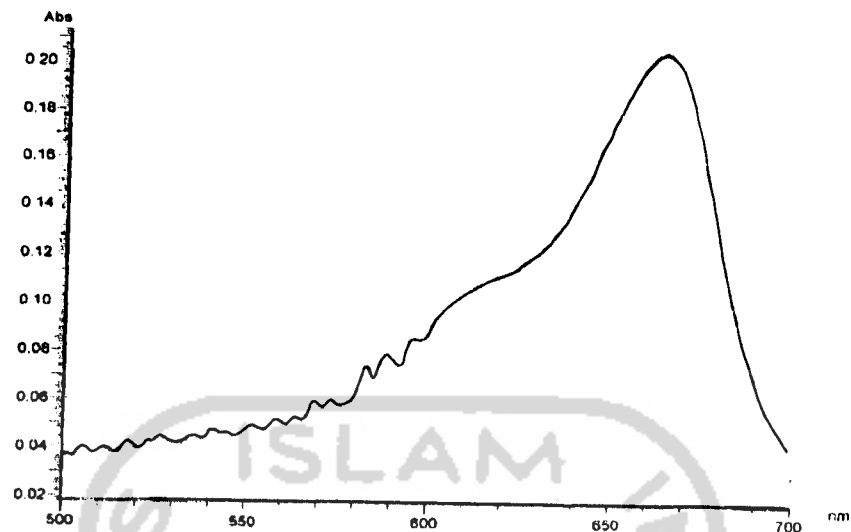
Fotodegradasi metilen biru dengan menggunakan montmorillonit terpillar ZrO<sub>2</sub> hasil sintesis sebagai katalis dilakukan dengan bantuan sinar UV dengan

panjang gelombang 366 nm. Dalam hal ini montmorillonit digunakan sebagai inang dari bahan semikonduktor  $ZrO_2$  yang memiliki kemampuan untuk mendegradasi senyawa-senyawa organik. Sistem uji aktivitas fotokatalitik yang digunakan dalam penelitian ini adalah sistem suspensi. Fotokatalis dibuat dalam bentuk suspensi bersama larutan penguji metilen biru dengan konsentrasi 1 mg/L dan diekspos dengan sinar UV pada panjang gelombang 366 nm selama 2 jam. Keasaman (pH) sistem fotokatalitik dibuat tetap pada  $pH = 6-7$ . Data yang diambil dari pengujian aktivitas adalah konsentrasi sistem suspensi untuk variasi waktu oksidasi yang ditentukan.

Pemilihan sistem suspensi dalam uji aktivitas ini dimaksudkan agar fotodegradasi berlangsung maksimal melalui kontak langsung antara katalis dengan sampel penguji. Setiap pengujian dibandingkan dengan blanko yaitu metilen biru saja dan pembanding berupa pembentukan suspensi katalis dengan variasi waktu oksidasi dengan sampel metilen biru menggunakan bantuan sinar UV. Konsentrasi metilen biru ditentukan secara spektrofotometri UV-tampak.

Langkah-langkah yang dilakukan sebelum melakukan uji aktivitas fotokatalis meliputi identifikasi panjang gelombang maksimum dan pembuatan kurva baku metilen biru. Data selengkapnya disajikan pada Lampiran 11 dan 12.

Analisis UV-tampak metilen biru secara spektrofotometri didasarkan pada kemampuan penyerapan zat warna metilen biru pada daerah tampak (400-800 nm) dengan adanya gugus kromofor. Dari hasil pengukuran diketahui bahwa panjang gelombang maksimum larutan metilen biru pada kisaran  $pH = 6-7$  adalah 664,0 nm dapat dilihat dari pola spektra pada Gambar 12.



Gambar 12. Spektrum UV-tampak larutan metilen biru pada pH = 6-7

Uji fotoaktivitas sampel yang telah disintesis dilakukan dengan melakukan fotodegradasi terhadap metilen biru dalam sistem suspensi larutan dengan  $ZrO_2$ -montmorillonit dan diekspos sinar UV 366 nm selama 2 jam. Pengamatan terhadap perubahan konsentrasi larutan metilen biru 1 mg/L pada reaksi fotodegradasi menggunakan katalis  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan waktu oksidasi 3 jam, 6 jam dan 9 jam serta blanko dapat digambarkan melalui data prosentase penurunan konsentrasi metilen biru karena aktivitas fotokatalis  $ZrO_2$ -montmorillonit pada variasi waktu oksidasi seperti terlihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Prosentase penurunan konsentrasi metilen biru karena aktivitas fotokatalis  $ZrO_2$ -montmorillonit pada variasi waktu oksidasi

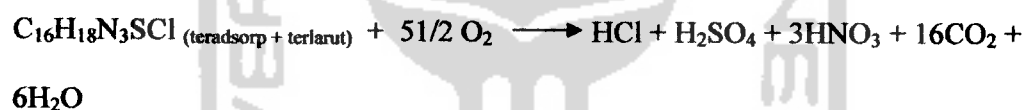
No.	Katalis	Konsentrasi (mg/L) metilen biru	Penurunan (%)
1.	$ZrO_2$ -PILC 3	0,21	79
2.	$ZrO_2$ -PILC 6	0,49	51
3.	$ZrO_2$ -PILC 9	0,01	99

Berdasarkan data hasil analisis dengan spektrofotometri UV-tampak pada panjang gelombang 664,0 nm menunjukkan terjadinya penurunan konsentrasi metilen biru setelah ditambah  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan waktu oksidasi 3 jam, 6 jam, 9 jam disertai penyinaran dengan sinar UV selama 2 jam. Semakin besar persen penurunan konsentrasi maka semakin baik aktivitas fotokatalisnya dalam mendegradasi metilen biru. Hasil pengamatan yang disajikan dalam Tabel 3 menunjukkan bahwa dengan menggunakan fotokatalis  $ZrO_2$ -PILC 9 mampu menurunkan konsentrasi metilen biru paling banyak hingga 0,01 mg/L dari 1 mg/L konsentrasi awal pada ekspos selama 2 jam. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu oksidasi maka semakin tinggi aktivitasnya dalam mendegradasi senyawa organik metilen biru. Lamanya waktu penyinaran yaitu selama 2 jam, juga mengakibatkan pengurangan jumlah metilen biru semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama kontak antara fotokatalis dengan metilen biru dan semakin lama waktu penyinaran maka semakin banyak foton yang terserap oleh fotokatalis yang selanjutnya energi foton yang diserap tersebut digunakan untuk proses transfer muatan antar muka fotokatalis dan substrat metilen biru. Pada  $ZrO_2$ -PILC 9 prosentase penurunan konsentrasi metilen biru sampai 99%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan menggunakan montmorillonit terpillar  $ZrO_2$  dengan waktu oksidasi paling lama dapat menurunkan konsentrasi metilen biru dalam larutan paling besar.

Dikaitkan dengan luas permukaan spesifik,  $ZrO_2$ -PILC 6 memiliki luas permukaan spesifik paling besar dibandingkan dengan  $ZrO_2$ -PILC 9 tapi perbedaan luas permukaan spesifik ini tidak terlalu jauh berbeda. Namun dari



kadar Zr, kandungan Zr dalam ZrO<sub>2</sub>-PILC 3 lebih besar dari ZrO<sub>2</sub>-PILC 9. Walaupun luas permukaan spesifik ZrO<sub>2</sub>-PILC 6 lebih tinggi dari ZrO<sub>2</sub>-PILC 9 tapi dalam mendegradasi metilen biru kurang efektif dibandingkan ZrO<sub>2</sub>-PILC 9. Ketidaksesuaian antara luas permukaan spesifik dan kadar Zr pada ZrO<sub>2</sub>-PILC dengan aktivitas fotoakatalitik montmorillonit terpillar oksida Zr pada fotodegradasi zat warna metilen biru kemungkinan disebabkan oleh fase ZrO<sub>2</sub> yang terbentuk berbeda pada setiap variasi waktu oksidasi. Aktivitas tertinggi terdapat pada fase ZrO<sub>2</sub> yang berbentuk monoclin. Ini berarti pada ZrO<sub>2</sub>-PILC 9 terbentuk fase ZrO<sub>2</sub> dominan yaitu pada fase monoclin, sehingga aktivitas ZrO<sub>2</sub>-PILC 9 dalam mendegradasi metilen biru paling tinggi. Reaksi degradasi metilen biru dapat dituliskan sebagai berikut (Nogueira dan Jardim, 1993) :



Sumerta (2002) melakukan fotodegradasi metilen biru dengan menggunakan montmorillonit tidak terpillar. Hasil yang diperoleh adalah bahwa penggunaan montmorillonit yang tidak terpillar menunjukkan adanya penurunan konsentrasi namun tidak signifikan. Secara umum bahwa penggunaan montmorillonit yang tidak terpillar tidak menurunkan konsentrasi metilen biru pada larutan. Adapun penurunan konsentrasi metilen biru setelah dikatalis montmorillonit alam kemungkinan disebabkan adsorpsi oleh montmorillonit alam.

## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN



#### 6.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Pilarisasi  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi dapat dilakukan dengan proses intrkalasi polioksokation  $Zr^{4+}$  dilanjutkan dengan kalsinasi. Variasi waktu oksidasi berpengaruh terhadap karakter fisikokimiawi meliputi luas permukaan spesifik, kandungan Zr serta perubahan struktur kristal montmorillonit. Luas permukaan spesifik tertinggi diperoleh pada waktu oksidasi 6 jam dengan kandungan Zr 4,28 % (b/b).
2. Waktu oksidasi pada sintesis  $ZrO_2$  montmorillonit berpengaruh terhadap fotoaktivitasnya dalam fotodegradasi metilen biru. Aktivitas tertinggi dicapai oleh  $ZrO_2$ -PILC 9 dengan penurunan konsentrasi metilen biru sebesar 99 % setelah diekspose dengan sinar UV 366 nm selama 2 jam.

#### 6.2 Saran

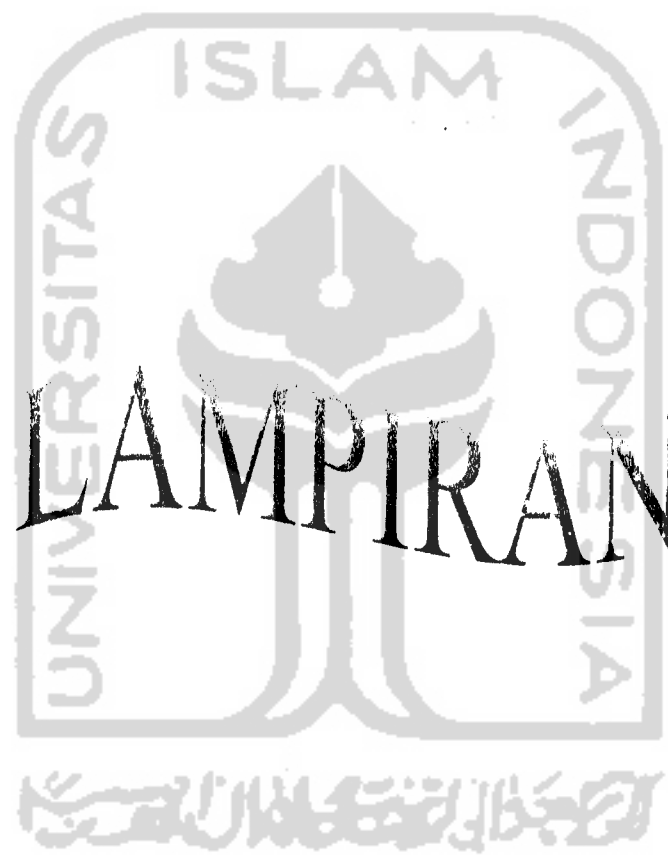
Perlu dilakuka kajian lebih lanjut tentang penggunaan  $ZrO_2$ -montmorillonit pada fotodegradasi senyawa organik yang lain khususnya zat warna pada limbah industri kimia.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ashadi, 2000, *Studi Penggunaan Katalis ZnO untuk fotodegradasi Zat Warna Reaktif*, Laboratorium Pusat MIPA, UNS, Surakarta.
- Baksh, M.S., Kikkides, E.D., and Yang, R.T., 1992, Characterization by Physiosorption of a New Class of Microporous Adsorbents; Pillared Clays, *Ind. Chem. Res.*, 31, 2181-2189.
- Brus, L., 1984, Electron-Electron and Electron-Hole Interaction in Small Semiconductors Crystallites; The Size Dependence of The Lowest Excited Electronic State, *J. Phys. Chem.*, 80(9), 4403-4409.
- Canizares, P., Valverde, J.L., Sun Kou, M.R., and Molina, C.B., 1999, *Micro. and Meso. Matt.*, 29, 267-281.
- Cheng, L.S., and Yang, R.T., 1995, A New Class of Non-Zeolite Sorbent for Air Separation: Lithium Ion Exchanged Pillared Clays, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 34, 2021-2028.
- Drljaca, A., Spiccia, L., Anderson, J.R., and Turney, T.W., 1997, Intercalation of Montmorillonite Clay with Individual Oligomeric Rhodium (III) Aqua Cation, *Inorg. Chem. Acta.*, 254, 219-224.
- Ekimay, A. I., Effros, A. I. L. dan Anuchenko, A. A., 1985, Quantum Size Effect in Semiconductor Microcrystal, *Solid States Communication*. 5611, 921-1524.
- Ewing, G. W., 1985, *Instrumental Methods Of Chemical Analysis*, McGraw-Hill Book Co, Singapore.
- Fatimah, Is., 2005, *Fotodegradasi Rhodamin B dengan menggunakan Bentonit Terpilir Oksida Zr*, Laporan penelitian Jurusan Ilmu Kimia, FMIPA UII, Jogjakarta.
- Hoffman, M.R., Martin, S.T., Choi, W., and Bahnemann, D.W., 1995, Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis, *Chem. Rev.*, 95, 69-96.
- Huston, N.D., Gualdoni, D.J., and Yang, R.T., 1998, Synthesis and Characterization of The Microporosity of Ion-Exchanged Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pillared Clays, *Chem. Matt.*, 10, 3797-3715.

- Kalyanasundaram, K dan Gratzel, M., 1998, Applications of Functionalized Transition Metal Complexes in Phototonic and optoelectronic Devices, *Coordination Chemistry Reviews*, 77, 347-414.
- Khopkar, 2002, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Universitas Indonesia-Press, Jakarta.
- Leonard, V.I., 1995, *Materials Chemistry an Emerging Discipline*, ACS., Washington.
- Lowell, S., and Shields, J.E., 1984, *Power Surface Area and Porosity*, 2<sup>nd</sup> ed., Chapman and Hall Ltd., London.
- Mokaya, R. and Jones, W., 1995, Pillared Clays and Pillared Acid-Activated Clays: A Comparative Study of Physical, Acidic and Catalytic Propertes, *J. Catalysis*, 153, 76-85.
- Mudjijono, Abu Maskur, 1997, *Fotodegradasi Limbah Zat Warna Terkatalis TiO<sub>2</sub>*, Jurusan Kimia FMIPA, UNS, Surakarta.
- Nogueria, R. F. P. dan Jardim, W. F., 1993, Photodegradation of Methylene Blue Using Solar Light and Semiconductor (TiO<sub>2</sub>), *J. Chem. Ed.*, 70,10, 861-862.
- Nurroiniyah L, 1999, *Pengaruh ZnS Sebagai Katalisator Pada Reaksi Fotodegradasi Zat Warna*, Program Kimia FKIP, UNS, Surakarta.
- Ocelli, M.L., Bertrand, J.A., Gould, S.A.C., and Dominiques, J.M., 2000, Physic Chemical Characterization of Texas Montmorillonite Pillared with Polyoocations of Aluminium Part I: The microporous Structure, *Micro. and Meso. Matt.*, 34, 195-206.
- Ogawa, M., 1992, *Preparation of Clays-Organic Intercalation Compounds by Solid-Solid Reactions and Their Application to Photo-functional Material*, Dissertation, Waseda University, Tokyo.
- Olphen, H., 1977, *An Introduction to Clay Colloid Chemistry for Clay Technologist, Geologist, and Soil Scintist*, 2<sup>nd</sup> ed., A Wiley Intetscience-publication, Canada.
- Pinnavaia, T.J., 1983, Intercalated Clay Catalyst, *Science*, 220, 4595.
- Pinnavaia, T. J. dan Kim, H., 1992, *Molecular Engineerinh of Lamellar Solid, Principles derived from Pillared Smectite Clays, Zeolite Microporous Solid: Syntesis, Structure and Reactivity*, Kluwer Academic Publishers, Amsterdam.

- Riyanto, A., 1984, *Bahan Galian Industri Bentonit*, Dir. Jen. PPTM, Bandung.
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Liberty, Jogjakarta.
- Simpen, I.N., 2001, *Preparasi dan Karakterisasi Lempung Montmorillonit Teraktivasi Asam Terpillar  $TiO_2$* , Tesis S-2, Pasca Sarjana UGM, Yogyakarta.
- Stretcher, P.G., Windholz, M., Leahy, D.S., Bolton, D.M., Eaton, I.G, 1986, *The Merck Index*, Eighth edition, Merck & Co. Inc., New York, USA.
- Sumerta, 2002, *Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis  $TiO_2$ -Montmorillonit dan Sinar UV*, Skripsi, FMIPA-UGM, Yogyakarta.
- Susetyo, W., 1988, *Spektrometer Gamma dan Penerapannya dalam Analisis Pengaktifan Neutron*, Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- Tan, K. H., 1982, *Dasar-Dasar Kimia Tanah*, edisi pertama, Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- Wijaya, K., 1995, *Interkalasi Senyawa-senyawa Fotokromik Kedalam Antar Lapis Smektit dan Pemanfaatannya untuk Bahan Penyimpan Data Optik*, Penelitian P4M, UGM, Yogyakarta.
- Wijaya, K., 2000, *Lempung Terpillar Sebagai Material Multiguna*, Jurnal Ilmu Kimia, Eksakta, Vol. 1, No. 2, UGM, Yogyakarta.
- Whittingham, M. S., dan Jacobson, A. J., 1982, *Intercalation Chemistry*, Academic Press, New York.
- Yang, R.T., Chem, J.P., Kikkinides, E.S., and Cheng, L.S., 1992, *Pillared Clays as Superior Catalyst for Selective Catalytic Reduction of NO with  $NH_3$* , *Ind. Eng. Chem. Res.*, 31, 1440-1445.



**Lampiran 1** Difraktogram sinar-x montmorillonit alam

4	6094	6.3	2404	8.6	1660	10.9	1570
4.05	6924	6.35	2318	8.65	1632	10.95	1562
4.1	5876	6.4	2255	8.7	1672	11	1580
4.15	5822	6.45	2122	8.75	1636	11.05	1646
4.2	5433	6.5	2087	8.8	1700	11.1	1570
4.25	5112	6.55	1987	8.85	1672	11.15	1616
4.3	4877	6.6	1642	8.9	1730	11.2	2518
4.35	3922	6.65	1646	8.95	1636	11.25	1584
4.4	3898	6.7	1556	9	1622	11.3	1582
4.45	3842	6.75	1580	9.05	1658	11.35	1588
4.5	3770	6.8	1550	9.1	1622	11.4	1568
4.55	3670	6.85	1626	9.15	1716	11.45	1540
4.6	3671	6.9	1602	9.2	1646	11.5	1556
4.65	3589	6.95	1502	9.25	1554	11.55	1582
4.7	3467	7	1552	9.3	1656	11.6	1646
4.75	3309	7.05	1572	9.35	1634	11.65	1554
4.8	3440	7.1	1765	9.4	1672	11.7	1582
4.85	3442	7.15	2568	9.45	1756	11.75	1650
4.9	3443	7.2	1598	9.5	1997	11.8	1626
4.95	3444	7.25	1604	9.55	2013	11.85	1588
5	3412	7.3	1576	9.6	2165	11.9	1568
5.05	3449	7.35	1654	9.65	2098	11.95	1588
5.1	3473	7.4	1550	9.7	1788	12	1582
5.15	3721	7.45	1604	9.75	1709	12.05	1580
5.2	3772	7.5	1516	9.8	1632	12.1	1628
5.25	4123	7.55	1592	9.85	1582	12.15	1578
5.3	4276	7.6	1576	9.9	1580	12.2	1632
5.35	4712	7.65	1648	9.95	1530	12.25	1604
5.4	4778	7.7	1656	10	1558	12.3	1718
5.45	5431	7.75	1658	10.05	1480	12.35	1700
5.5	5449	7.8	1636	10.1	1538	12.4	1690
5.55	5551	7.85	1622	10.15	1548	12.45	1666
5.6	5554	7.9	1610	10.2	1532	12.5	1720
5.65	5549	7.95	1656	10.25	1474	12.55	1640
5.7	5547	8	1618	10.3	1562	12.6	1638
5.75	4997	8.05	1678	10.35	1552	12.65	1660
5.8	4981	8.1	1606	10.4	1554	12.7	1592
5.85	4754	8.15	1618	10.45	1598	12.75	1688
5.9	3876	8.2	1578	10.5	1550	12.8	1712
5.95	3566	8.25	1646	10.55	1594	12.85	1764
6	3444	8.3	1638	10.6	1584	12.9	1658
6.05	3255	8.35	1630	10.65	1876	12.95	1670
6.1	3620	8.4	1646	10.7	1865	13	1706
6.15	3421	8.45	1664	10.75	1834	13.05	1818
6.2	2877	8.5	1668	10.8	1789	13.1	1756
6.25	2567	8.55	1646	10.85	1604	13.15	1882

13.2	1892	15.7	1789	18.2	2258	20.7	2952
13.25	1956	15.75	1822	18.25	2166	20.75	2984
13.3	2052	15.8	1744	18.3	2308	20.8	3123
13.35	2050	15.85	1843	18.35	2206	20.85	3655
13.4	2097	15.9	1765	18.4	2090	20.9	3306
13.45	1998	15.95	1923	18.45	2206	20.95	3854
13.5	2021	16	1889	18.5	2184	21	4460
13.55	1997	16.05	1997	18.55	2134	21.05	4532
13.6	1752	16.1	1876	18.6	2192	21.1	4421
13.65	1702	16.15	1976	18.65	2002	21.15	4322
13.7	1748	16.2	1780	18.7	2110	21.2	4300
13.75	1732	16.25	1984	18.75	2176	21.25	3978
13.8	1626	16.3	1810	18.8	2266	21.3	2636
13.85	1654	16.35	1778	18.85	2244	21.35	2504
13.9	1728	16.4	1788	18.9	2320	21.4	2542
13.95	1690	16.45	1768	18.95	2488	21.45	2504
14	1684	16.5	1814	19	2484	21.5	2544
14.05	1690	16.55	1784	19.05	2304	21.55	2550
14.1	1654	16.6	1752	19.1	2174	21.6	2618
14.15	1778	16.65	1754	19.15	2246	21.65	2532
14.2	1594	16.7	1860	19.2	2150	21.7	2474
14.25	1736	16.75	1802	19.25	2120	21.75	2512
14.3	2313	16.8	1802	19.3	2184	21.8	2450
14.35	2251	16.85	1792	19.35	2176	21.85	2474
14.4	1987	16.9	1812	19.4	2150	21.9	2484
14.45	1686	16.95	1842	19.45	2282	21.95	2460
14.5	1744	17	1802	19.5	2218	22	2410
14.55	1750	17.05	1826	19.55	2304	22.05	2454
14.6	1762	17.1	1860	19.6	2268	22.1	2366
14.65	1662	17.15	1794	19.65	2384	22.15	2424
14.7	1724	17.2	1892	19.7	2338	22.2	2414
14.75	1710	17.25	1904	19.75	2578	22.25	2356
14.8	1710	17.3	1844	19.8	2728	22.3	2300
14.85	1744	17.35	1906	19.85	2836	22.35	2310
14.9	1724	17.4	1868	19.9	3040	22.4	2320
14.95	1688	17.45	1832	19.95	3266	22.45	2394
15	1716	17.5	1892	20	3392	22.5	2320
15.05	1772	17.55	1930	20.05	3416	22.55	2382
15.1	1830	17.6	1892	20.1	3472	22.6	2324
15.15	1844	17.65	1914	20.15	3438	22.65	2386
15.2	1906	17.7	1842	20.2	3362	22.7	2404
15.25	1914	17.75	1914	20.25	3430	22.75	2400
15.3	1922	17.8	1926	20.3	3098	22.8	2306
15.35	3044	17.85	2036	20.35	3254	22.85	2386
15.4	2781	17.9	2026	20.4	3024	22.9	2460
15.45	2752	17.95	2112	20.45	3078	22.95	2384
15.5	2798	18	2170	20.5	3002	23	2378
15.55	2876	18.05	2228	20.55	3056	23.05	2414
15.6	2087	18.1	2206	20.6	2896	23.1	2432
15.65	2016	18.15	2246	20.65	2972	23.15	2344



23.2	2356	25.7	2408	28.2	2256
23.25	2252	25.75	2388	28.25	2336
23.3	2352	25.8	2348	28.3	2456
23.35	2406	25.85	2304	28.35	2675
23.4	2302	25.9	2394	28.4	2789
23.45	2362	25.95	2294	28.45	2506
23.5	2788	26	2338	28.5	2431
23.55	2897	26.05	2388	28.55	2268
23.6	3211	26.1	2410	28.6	2196
23.65	3176	26.15	2294	28.65	2272
23.7	3088	26.2	2372	28.7	2206
23.75	2297	26.25	2328	28.75	2098
23.8	2388	26.3	2374	28.8	2264
23.85	2434	26.35	2404	28.85	2300
23.9	2456	26.4	2468	28.9	2218
23.95	2482	26.45	2558	28.95	2122
24	2642	26.5	2666	29	2230
24.05	2884	26.55	2850	29.05	2254
24.1	3420	26.6	3410	29.1	2114
24.15	4148	26.65	4270	29.15	2154
24.2	3988	26.7	6382	29.2	2106
24.25	3212	26.75	9250	29.25	2106
24.3	2570	26.8	9894	29.3	2122
24.35	2454	26.85	8408	29.35	2234
24.4	2418	26.9	5118	29.4	2142
24.45	2362	26.95	3242	29.45	2114
24.5	2312	27	2690	29.5	2144
24.55	2344	27.05	2454	29.55	2102
24.6	2340	27.1	2380	29.6	2096
24.65	2334	27.15	2324	29.65	2066
24.7	2400	27.2	2250	29.7	2112
24.75	2286	27.25	2368	29.75	2052
24.8	2380	27.3	2410	29.8	2120
24.85	2340	27.35	2390	29.85	2134
24.9	2358	27.4	2262	29.9	2102
24.95	2324	27.45	2340	29.95	1920
25	2322	27.5	2406	30	2006
25.05	2378	27.55	2302		
25.1	2470	27.6	2340		
25.15	2366	27.65	2318		
25.2	2412	27.7	2342		
25.25	2500	27.75	2284		
25.3	2548	27.8	2268		
25.35	2670	27.85	2340		
25.4	2556	27.9	2238		
25.45	2592	27.95	2392		
25.5	2684	28	2240		
25.55	2522	28.05	2276		
25.6	2899	28.1	2276		
25.65	2807	28.15	2254		

Lampiran 2 Difraktogram sinar-x  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan waktu oksidasi 3 jam

```

////////////////////////////////////
/// Profile Data Ascii Dump (XRD)          ///
////////////////////////////////////
Group   : Standard
Data    : laili_3
File Name : laili_3.RAW
# Profile Datafile
Sample Name   =
comment      =
date & time  = 05-03-30 14:13:39
# Measurement Condition
X-ray tube
target       = Cu
voltage      = 40.0 (kV)
current      = 30.0 (mA)
Slits
divergence slit = 1.00000 (deg)
scatter slit   = 1.00000 (deg)
receiving slit = 0.30000 (mm)
Scanning
drive axis    = Theta-2Theta
scan range    = 4.000 - 30.000
scan mode     = Continuous Scan
scan speed    = 3.0000 (deg/min)
sampling pitch = 0.0500 (deg)
preset time   = 1.00 (sec)

# Data [ Total No. =
521 ]
<2Theta> < I >
4.0000 4126      5.5000 3432      7.0000 2994      8.5000 3192
4.0500 4096      5.5500 3374      7.0500 3216      8.5500 3210
4.1000 4048      5.6000 3448      7.1000 3228      8.6000 3048
4.1500 4112      5.6500 3456      7.1500 3108      8.6500 3152
4.2000 4058      5.7000 3420      7.2000 3170      8.7000 3140
4.2500 3994      5.7500 3484      7.2500 3132      8.7500 3132
4.3000 3916      5.8000 3398      7.3000 3316      8.8000 3206
4.3500 3936      5.8500 3376      7.3500 3172      8.8500 3166
4.4000 3950      5.9000 3278      7.4000 3196      8.9000 3184
4.4500 3838      5.9500 3388      7.4500 3138      8.9500 3074
4.5000 3860      6.0000 3400      7.5000 3138      9.0000 3166
4.5500 3670      6.0500 3324      7.5500 3152      9.0500 3192
4.6000 3730      6.1000 3300      7.6000 3094      9.1000 3070
4.6500 3752      6.1500 3408      7.6500 3250      9.1500 3136
4.7000 3696      6.2000 3302      7.7000 3204      9.2000 3054
4.7500 3718      6.2500 3136      7.7500 3176      9.2500 3114
4.8000 3614      6.3000 3262      7.8000 3116      9.3000 3150
4.8500 3666      6.3500 3264      7.8500 3116      9.3500 3068
4.9000 3600      6.4000 3238      7.9000 3206      9.4000 3048
4.9500 3514      6.4500 3246      7.9500 3234      9.4500 3060
5.0000 3644      6.5000 3220      8.0000 3118      9.5000 3012
5.0500 3564      6.5500 3158      8.0500 3188      9.5500 3114
5.1000 3426      6.6000 3188      8.1000 3098      9.6000 3044
5.1500 3458      6.6500 3158      8.1500 3280      9.6500 3004
5.2000 3500      6.7000 3290      8.2000 3150      9.7000 2928
5.2500 3442      6.7500 3270      8.2500 3146      9.7500 2844
5.3000 3424      6.8000 3216      8.3000 3048      9.8000 3080
5.3500 3546      6.8500 3176      8.3500 3204      9.8500 2932
5.4000 3470      6.9000 3196      8.4000 3214      9.9000 2954
5.4500 3566      6.9500 3230      8.4500 3024      9.9500 3024

```

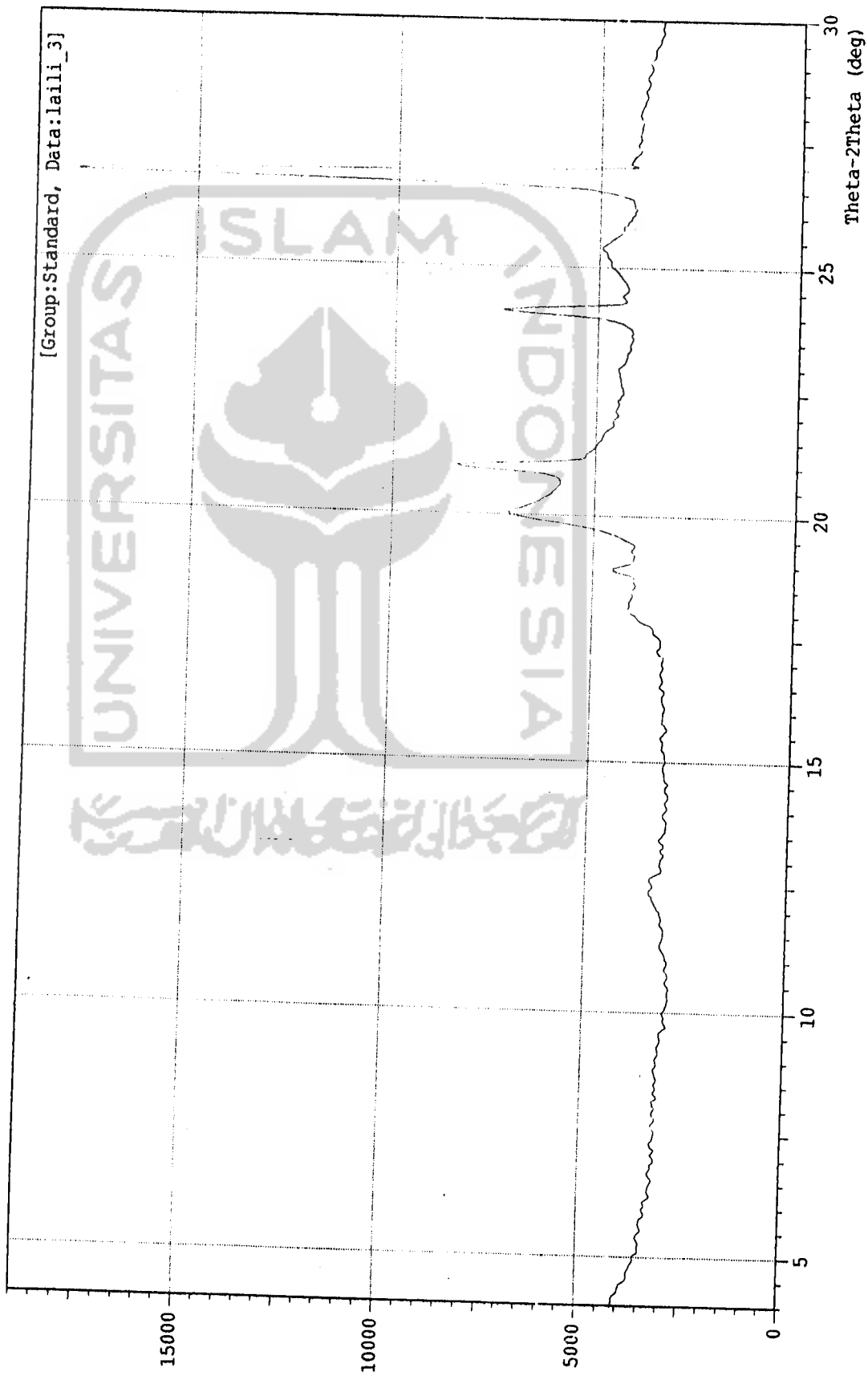
10.0000	2992	13.2000	3138	16.4000	3198	19.6000	4438
10.0500	2974	13.2500	3186	16.4500	3104	19.6500	4600
10.1000	2898	13.3000	3054	16.5000	3240	19.7000	4812
10.1500	2944	13.3500	3038	16.5500	3294	19.7500	5090
10.2000	2870	13.4000	3228	16.6000	3240	19.8000	5498
10.2500	2890	13.4500	3156	16.6500	3168	19.8500	5922
10.3000	2884	13.5000	3158	16.7000	3234	19.9000	6300
10.3500	2900	13.5500	3072	16.7500	3256	19.9500	6780
10.4000	2912	13.6000	3066	16.8000	3228	20.0000	6966
10.4500	2866	13.6500	3012	16.8500	3284	20.0500	7272
10.5000	2854	13.7000	3048	16.9000	3204	20.1000	6890
10.5500	2978	13.7500	3018	16.9500	3154	20.1500	6832
10.6000	2954	13.8000	3016	17.0000	3278	20.2000	6646
10.6500	2908	13.8500	3056	17.0500	3250	20.2500	6488
10.7000	2902	13.9000	3126	17.1000	3142	20.3000	6344
10.7500	2890	13.9500	3124	17.1500	3248	20.3500	6270
10.8000	2960	14.0000	3044	17.2000	3244	20.4000	6204
10.8500	2966	14.0500	3042	17.2500	3394	20.4500	6004
10.9000	3012	14.1000	2982	17.3000	3344	20.5000	6048
10.9500	2854	14.1500	3094	17.3500	3288	20.5500	5982
11.0000	2962	14.2000	3072	17.4000	3252	20.6000	5830
11.0500	2966	14.2500	3000	17.4500	3308	20.6500	5920
11.1000	2966	14.3000	2972	17.5000	3276	20.7000	5806
11.1500	3006	14.3500	3044	17.5500	3298	20.7500	5886
11.2000	3024	14.4000	3028	17.6000	3414	20.8000	6046
11.2500	3084	14.4500	3124	17.6500	3482	20.8500	6258
11.3000	3098	14.5000	3034	17.7000	3476	20.9000	6940
11.3500	3122	14.5500	3002	17.7500	3454	20.9500	8210
11.4000	3070	14.6000	3014	17.8000	3590	21.0000	8672
11.4500	3056	14.6500	3194	17.8500	3682	21.0500	7350
11.5000	3042	14.7000	3036	17.9000	3898	21.1000	5878
11.5500	3030	14.7500	3104	17.9500	3886	21.1500	5306
11.6000	3050	14.8000	3178	18.0000	3888	21.2000	5328
11.6500	3004	14.8500	3074	18.0500	4096	21.2500	5172
11.7000	3102	14.9000	3202	18.1000	4122	21.3000	5202
11.7500	3130	14.9500	3110	18.1500	4086	21.3500	5062
11.8000	3112	15.0000	3084	18.2000	4082	21.4000	4946
11.8500	3062	15.0500	3088	18.2500	4054	21.4500	5034
11.9000	3140	15.1000	3140	18.3000	4148	21.5000	4920
11.9500	3096	15.1500	3060	18.3500	3948	21.5500	4848
12.0000	3168	15.2000	3154	18.4000	4054	21.6000	4844
12.0500	3160	15.2500	3166	18.4500	3998	21.6500	4820
12.1000	3298	15.3000	3206	18.5000	4032	21.7000	4774
12.1500	3196	15.3500	3148	18.5500	4010	21.7500	4730
12.2000	3344	15.4000	3152	18.6000	3840	21.8000	4634
12.2500	3342	15.4500	3214	18.6500	4022	21.8500	4534
12.3000	3316	15.5000	3224	18.7000	4028	21.9000	4552
12.3500	3402	15.5500	3208	18.7500	3904	21.9500	4664
12.4000	3460	15.6000	3048	18.8000	4092	22.0000	4448
12.4500	3360	15.6500	3142	18.8500	4284	22.0500	4464
12.5000	3350	15.7000	3010	18.9000	4504	22.1000	4474
12.5500	3320	15.7500	3182	18.9500	4544	22.1500	4552
12.6000	3386	15.8000	3178	19.0000	4240	22.2000	4502
12.6500	3442	15.8500	3186	19.0500	4044	22.2500	4398
12.7000	3372	15.9000	3174	19.1000	4002	22.3000	4526
12.7500	3260	15.9500	3166	19.1500	4032	22.3500	4370
12.8000	3148	16.0000	3174	19.2000	3944	22.4000	4526
12.8500	3028	16.0500	3164	19.2500	3984	22.4500	4304
12.9000	3226	16.1000	3110	19.3000	4078	22.5000	4378
12.9500	3114	16.1500	3176	19.3500	4040	22.5500	4338
13.0000	3146	16.2000	3180	19.4000	3914	22.6000	4360
13.0500	3174	16.2500	3214	19.4500	4044	22.6500	4372
13.1000	3082	16.3000	3216	19.5000	4172	22.7000	4454
13.1500	3042	16.3500	3196	19.5500	4322	22.7500	4362

22.8000	4438	26.0000	4126	29.2000	3704
22.8500	4444	26.0500	4184	29.2500	3708
22.9000	4420	26.1000	4104	29.3000	3700
22.9500	4468	26.1500	4126	29.3500	3676
23.0000	4516	26.2000	4082	29.4000	3708
23.0500	4402	26.2500	4254	29.4500	3654
23.1000	4322	26.3000	4072	29.5000	3574
23.1500	4312	26.3500	4250	29.5500	3612
23.2000	4266	26.4000	4336	29.6000	3516
23.2500	4280	26.4500	4612	29.6500	3576
23.3000	4220	26.5000	4964	29.7000	3502
23.3500	4276	26.5500	5568	29.7500	3450
23.4000	4092	26.6000	6652	29.8000	3526
23.4500	4190	26.6500	8978	29.8500	3532
23.5000	4286	26.7000	13580	29.9000	3484
23.5500	3994	26.7500	18862	29.9500	3494
23.6000	4222	26.8000	18204	30.0000	3500
23.6500	4120	26.8500	11682		
23.7000	4154	26.9000	6706		
23.7500	4128	26.9500	4686		
23.8000	4172	27.0000	4352		
23.8500	4274	27.0500	4346		
23.9000	4426	27.1000	4160		
23.9500	4552	27.1500	4248		
24.0000	5000	27.2000	4158		
24.0500	5586	27.2500	4064		
24.1000	6686	27.3000	4068		
24.1500	7718	27.3500	3966		
24.2000	6532	27.4000	4022		
24.2500	5026	27.4500	4116		
24.3000	4464	27.5000	4052		
24.3500	4256	27.5500	3974		
24.4000	4382	27.6000	4034		
24.4500	4422	27.6500	4060		
24.5000	4350	27.7000	3992		
24.5500	4214	27.7500	4010		
24.6000	4306	27.8000	4012		
24.6500	4258	27.8500	3970		
24.7000	4332	27.9000	3964		
24.7500	4378	27.9500	3958		
24.8000	4424	28.0000	4034		
24.8500	4464	28.0500	4026		
24.9000	4518	28.1000	4042		
24.9500	4574	28.1500	3996		
25.0000	4644	28.2000	4004		
25.0500	4788	28.2500	3960		
25.1000	4632	28.3000	3890		
25.1500	4712	28.3500	3944		
25.2000	4850	28.4000	3882		
25.2500	4768	28.4500	3814		
25.3000	4794	28.5000	3964		
25.3500	4974	28.5500	3882		
25.4000	4910	28.6000	3892		
25.4500	4850	28.6500	3818		
25.5000	4730	28.7000	3832		
25.5500	4672	28.7500	3802		
25.6000	4622	28.8000	3902		
25.6500	4458	28.8500	3888		
25.7000	4422	28.9000	3766		
25.7500	4422	28.9500	3796		
25.8000	4370	29.0000	3768		
25.8500	4404	29.0500	3724		
25.9000	4180	29.1000	3838		
25.9500	4346	29.1500	3826		

\*\*\* Multi Plot \*\*\*

File Name : Standard\laili 3  
Sample Name :  
Date & Time : 03-30-05 14:13:39  
Condition : Comment :

X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA  
Scan Range : 4.0000 <-> 30.0000 deg Step Size : 0.0500 deg  
Count Time : 1.00 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



**Lampiran 3 Difraktogram sinar-x ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit dengan waktu oksidasi 6 jam**

```

/          // Profile D      ata Ascii Dump (XR      D)          //
/          // Profile D      ata Ascii Dump (XR      D)          //
#          Group      :      Standard
          Data      :      laili_6
          File Name :      laili_6.RAW
#          Profile Dat      afile
          Sam      ple Name      =
          com      ment      =
          dat      e & time      =      5/3/1930 14:25
#          Measurement      Condition
          X-ray tube
          tar      get      =      Cu
          vol      tage      =      40.0 (kV)
          cur      rent      =      30.0 (mA)
          Slits
          div      ergence slit      =      1.00000 (deg)
          sca      tter slit      =      1.00000 (deg)
          rec      eiving slit      =      0.30000 (mm)
          Scanning
          dri      ve axis      =      Theta-2Theta
          sca      n range      =      4.000 - 30.000
          sca      n mode      =      Continuous Scan
          sca      n speed      =      3.0000 (deg/min)
          sam      pling pitch      =      0.0500 (deg)
          pre      set time      =      1.00 (sec)

#Data[Total No. = 521 ]
<2Theta> < I >
4      3510      5.3      3100      6.6      2928
4.05   3538      5.35   3126      6.65   2894
4.1     3500      5.4     3060      6.7     3034
4.15    3482      5.45    3140      6.75    2990
4.2     3486      5.5     2966      6.8     2934
4.25    3398      5.55    2978      6.85    2996
4.3     3414      5.6     3098      6.9     2844
4.35    3438      5.65    3108      6.95    3002
4.4     3450      5.7     3048      7       2974
4.45    3338      5.75    3042      7.05    3012
4.5     3380      5.8     3054      7.1     2954
4.55    3292      5.85    3060      7.15    2902
4.6     3322      5.9     3018      7.2     2852
4.65    3260      5.95    2910      7.25    2878
4.7     3238      6       3018      7.3     2900
4.75    3242      6.05    2966      7.35    2902
4.8     3302      6.1     3036      7.4     2960
4.85    3190      6.15    2940      7.45    2794
4.9     3146      6.2     2964      7.5     2902
4.95    3282      6.25    2948      7.55    2876
5       3136      6.3     2960      7.6     2914
5.05    3088      6.35    2972      7.65    2894
5.1     3124      6.4     2958      7.7     2820
5.15    3160      6.45    2964      7.75    2968
5.2     3160      6.5     2924      7.8     2996
5.25    3156      6.55    3062      7.85    2996

```

7.9	2928	10.7	2528	13.5	2848
7.95	2960	10.75	2540	13.55	2850
8	2846	10.8	2612	13.6	2866
8.05	2838	10.85	2564	13.65	2868
8.1	2984	10.9	2566	13.7	2914
8.15	2854	10.95	2566	13.75	2802
8.2	2914	11	2588	13.8	2842
8.25	2898	11.05	2484	13.85	2748
8.3	2934	11.1	2538	13.9	2778
8.35	2848	11.15	2594	13.95	2834
8.4	3006	11.2	2640	14	2876
8.45	3080	11.25	2590	14.05	2864
8.5	2976	11.3	2614	14.1	2934
8.55	2898	11.35	2508	14.15	2928
8.6	2876	11.4	2630	14.2	2942
8.65	3108	11.45	2568	14.25	2932
8.7	2932	11.5	2586	14.3	2866
8.75	2890	11.55	2608	14.35	2924
8.8	2904	11.6	2636	14.4	2994
8.85	2864	11.65	2638	14.45	2948
8.9	2902	11.7	2560	14.5	2958
8.95	2886	11.75	2638	14.55	2900
9	2992	11.8	2618	14.6	2902
9.05	2874	11.85	2586	14.65	2950
9.1	2984	11.9	2638	14.7	2914
9.15	2894	11.95	2540	14.75	2942
9.2	2892	12	2688	14.8	3042
9.25	2864	12.05	2696	14.85	2966
9.3	2896	12.1	2722	14.9	2994
9.35	2866	12.15	2672	14.95	3052
9.4	2772	12.2	2698	15	2932
9.45	2884	12.25	2700	15.05	3020
9.5	2724	12.3	2616	15.1	2950
9.55	2850	12.35	2776	15.15	2980
9.6	2774	12.4	2686	15.2	3022
9.65	2770	12.45	2680	15.25	3102
9.7	2754	12.5	2706	15.3	3074
9.75	2748	12.55	2730	15.35	2970
9.8	2696	12.6	2722	15.4	2986
9.85	2624	12.65	2856	15.45	3130
9.9	2688	12.7	2776	15.5	3012
9.95	2696	12.75	2798	15.55	2982
10	2608	12.8	2844	15.6	3082
10.05	2530	12.85	2846	15.65	3122
10.1	2642	12.9	2768	15.7	3064
10.15	2652	12.95	2648	15.75	2986
10.2	2572	13	2762	15.8	3028
10.25	2646	13.05	2794	15.85	3122
10.3	2622	13.1	2890	15.9	3052
10.35	2630	13.15	2786	15.95	3120
10.4	2498	13.2	2760	16	3078
10.45	2612	13.25	2736	16.05	3078
10.5	2620	13.3	2838	16.1	3132
10.55	2526	13.35	2750	16.15	3042
10.6	2672	13.4	2788	16.2	3176
10.65	2494	13.45	2836	16.25	3046

16.3	3108	19.1	4348	21.9	4092
16.35	3194	19.15	4000	21.95	4064
16.4	3156	19.2	3950	22	3900
16.45	2990	19.25	3670	22.05	4016
16.5	3100	19.3	3754	22.1	3994
16.55	3148	19.35	3642	22.15	3998
16.6	3178	19.4	3672	22.2	3944
16.65	3168	19.45	3748	22.25	3910
16.7	3142	19.5	3716	22.3	3998
16.75	3292	19.55	3786	22.35	3914
16.8	3120	19.6	3784	22.4	3864
16.85	3180	19.65	3962	22.45	3882
16.9	3294	19.7	4008	22.5	4026
16.95	3202	19.75	4260	22.55	3810
17	3130	19.8	4416	22.6	3946
17.05	3228	19.85	4478	22.65	3880
17.1	3112	19.9	4668	22.7	3792
17.15	3250	19.95	4978	22.75	3784
17.2	3184	20	5270	22.8	3786
17.25	3292	20.05	5774	22.85	3840
17.3	3240	20.1	5898	22.9	3882
17.35	3214	20.15	5968	22.95	3808
17.4	3252	20.2	5968	23	3938
17.45	3258	20.25	6052	23.05	3878
17.5	3186	20.3	5850	23.1	3876
17.55	3166	20.35	5666	23.15	3762
17.6	3194	20.4	5538	23.2	3786
17.65	3318	20.45	5332	23.25	3788
17.7	3260	20.5	5376	23.3	3716
17.75	3292	20.55	5120	23.35	3816
17.8	3362	20.6	5206	23.4	3770
17.85	3346	20.65	5180	23.45	3716
17.9	3484	20.7	5098	23.5	3836
17.95	3428	20.75	4950	23.55	3692
18	3614	20.8	4866	23.6	3846
18.05	3646	20.85	5052	23.65	3660
18.1	3688	20.9	4976	23.7	3768
18.15	3780	20.95	5260	23.75	3730
18.2	3906	21	5498	23.8	3594
18.25	3892	21.05	6124	23.85	3790
18.3	3848	21.1	6924	23.9	3646
18.35	3870	21.15	7232	23.95	3844
18.4	3854	21.2	6320	24	3776
18.45	3844	21.25	5062	24.05	3876
18.5	3840	21.3	4576	24.1	4188
18.55	3718	21.35	4390	24.15	4626
18.6	3678	21.4	4380	24.2	5158
18.65	3756	21.45	4396	24.25	5926
18.7	3604	21.5	4314	24.3	6162
18.75	3614	21.55	4214	24.35	5464
18.8	3694	21.6	4236	24.4	4286
18.85	3778	21.65	4266	24.45	3918
18.9	3776	21.7	4242	24.5	3988
18.95	3776	21.75	4142	24.55	3668
19	3998	21.8	4006	24.6	3724
19.05	4092	21.85	4006	24.65	3780



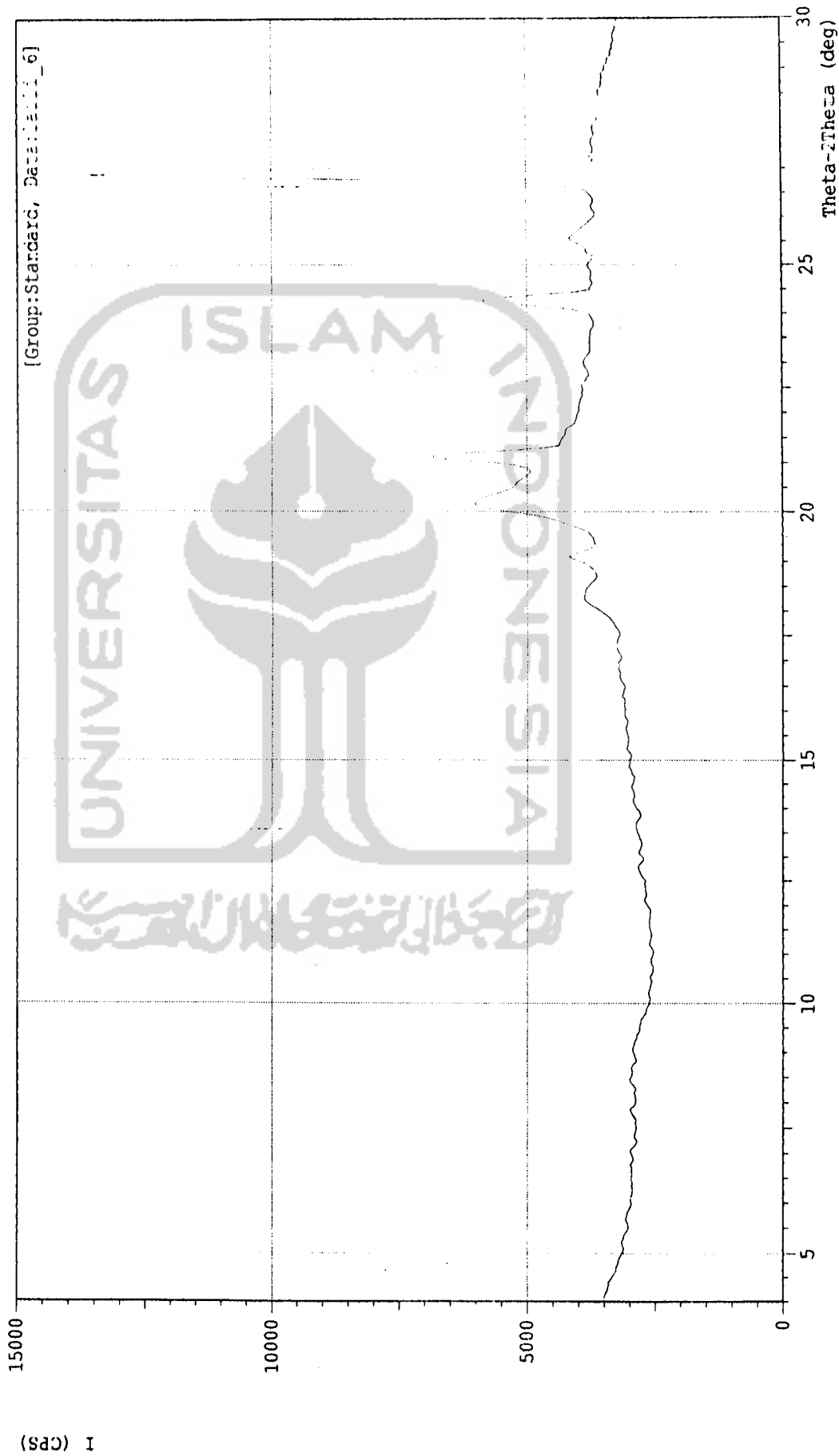
24.7	3684	27.5	3752
24.75	3814	27.55	3726
24.8	3718	27.6	3710
24.85	3732	27.65	3650
24.9	3726	27.7	3758
24.95	3760	27.75	3654
25	3868	27.8	3592
25.05	3804	27.85	3768
25.1	3710	27.9	3732
25.15	3648	27.95	3660
25.2	3748	28	3560
25.25	3770	28.05	3614
25.3	3894	28.1	3768
25.35	3924	28.15	3788
25.4	3758	28.2	4374
25.45	3934	28.25	4614
25.5	4178	28.3	4350
25.55	4212	28.35	3896
25.6	4120	28.4	3616
25.65	4010	28.45	3578
25.7	4056	28.5	3636
25.75	3954	28.55	3532
25.8	3912	28.6	3594
25.85	3800	28.65	3548
25.9	3830	28.7	3516
25.95	3758	28.75	3452
26	3674	28.8	3562
26.05	3660	28.85	3550
26.1	3616	28.9	3430
26.15	3746	28.95	3484
26.2	3736	29	3538
26.25	3734	29.05	3340
26.3	3720	29.1	3458
26.35	3686	29.15	3428
26.4	3676	29.2	3322
26.45	3764	29.25	3434
26.5	3802	29.3	3256
26.55	3896	29.35	3316
26.6	3984	29.4	3378
26.65	4342	29.45	3286
26.7	5190	29.5	3240
26.75	6204	29.55	3334
26.8	8802	29.6	3258
26.85	12252	29.65	3250
26.9	14868	29.7	3314
26.95	13310	29.75	3262
27	9138	29.8	3262
27.05	5714	29.85	3130
27.1	4166	29.9	3258
27.15	3902	29.95	3334
27.2	3840	30	3104
27.25	3730		
27.3	3778		
27.35	3728		
27.4	3612		
27.45	3710		

\*\*\* Multi Plot \*\*\*

File Name : Standard\laili 6  
Sample Name :  
Date & Time : 03-30-05 14:25:32  
Condition

Comment :

X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA  
Scan Range : 4.0000 <-> 30.0000 deg Step Size : 0.0500 deg  
Count Time : 1.00 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



**Lampiran 4 Difraktogram sinar-x  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan waktu oksidasi 9 jam**

```

////////////////////////////////////
/// Profile Data Ascii Dump (XRD)          ///
////////////////////////////////////
Group   : Standard
Data    : laili_9
File Name : laili_9.RAW
# Profile Datafile
  Sample Name      =
  comment          =
  date & time      = 05-03-30 14:36:53
# Measurement Condition
X-ray tube
  target           = Cu
  voltage          = 40.0 (kV)
  current          = 30.0 (mA)
Slits
  divergence slit  = 1.00000 (deg)
  scatter slit     = 1.00000 (deg)
  receiving slit   = 0.30000 (mm)
Scanning
  drive axis       = Theta-2Theta
  scan range       = 4.000 - 30.000
  scan mode        = Continuous Scan
  scan speed       = 3.0000 (deg/min)
  sampling pitch   = 0.0500 (deg)
  preset time      = 1.00 (sec)

# Data[Total No.= 521 ]
<2Theta> < I >
4.0000  4446      5.1500  4116      6.3000  3914      7.4000  3334
4.0500  4358      5.2000  4192      6.3500  3870      7.4500  3416
4.1000  4376      5.2500  4256      6.4000  3930      7.5000  3486
4.1500  4314      5.3000  4202      6.4500  3908      7.5500  3346
4.2000  4368      5.3500  4078      6.5000  4022      7.6000  3396
4.2500  4358      5.4000  4130      6.5500  3778      7.6500  3334
4.3000  4344      5.4500  4232      6.6000  3854      7.7000  3402
4.3500  4408      5.5000  4182      6.6500  3762      7.7500  3298
4.4000  4418      5.5500  4178      6.7000  3696      7.8000  3280
4.4500  4292      5.6000  4078      6.7500  3684      7.8500  3264
4.5000  4304      5.6500  4068      6.8000  3840      7.9000  3328
4.5500  4300      5.7000  4088      6.8500  3698      7.9500  3222
4.6000  4204      5.7500  4174      6.9000  3710      8.0000  3238
4.6500  4288      5.8000  4118      6.9500  3740      8.0500  3248
4.7000  4178      5.8500  4184      7.0000  3674      8.1000  3204
4.7500  4318      5.9000  4120      7.0500  3696      8.1500  3086
4.8000  4292      5.9500  3988      7.1000  3522      8.2000  3176
4.8500  4236      6.0000  3910      7.1500  3582      8.2500  3150
4.9000  4204      6.0500  3986      7.2000  3526      8.3000  3132
4.9500  4276      6.1000  3892      7.2500  3628      8.3500  3154
5.0000  4318      6.1500  4050      7.3000  3500      8.4000  3090
5.0500  4250      6.2000  4028      7.3500  3502      8.4500  3128
5.1000  4144      6.2500  4028      8.5000  3100

```

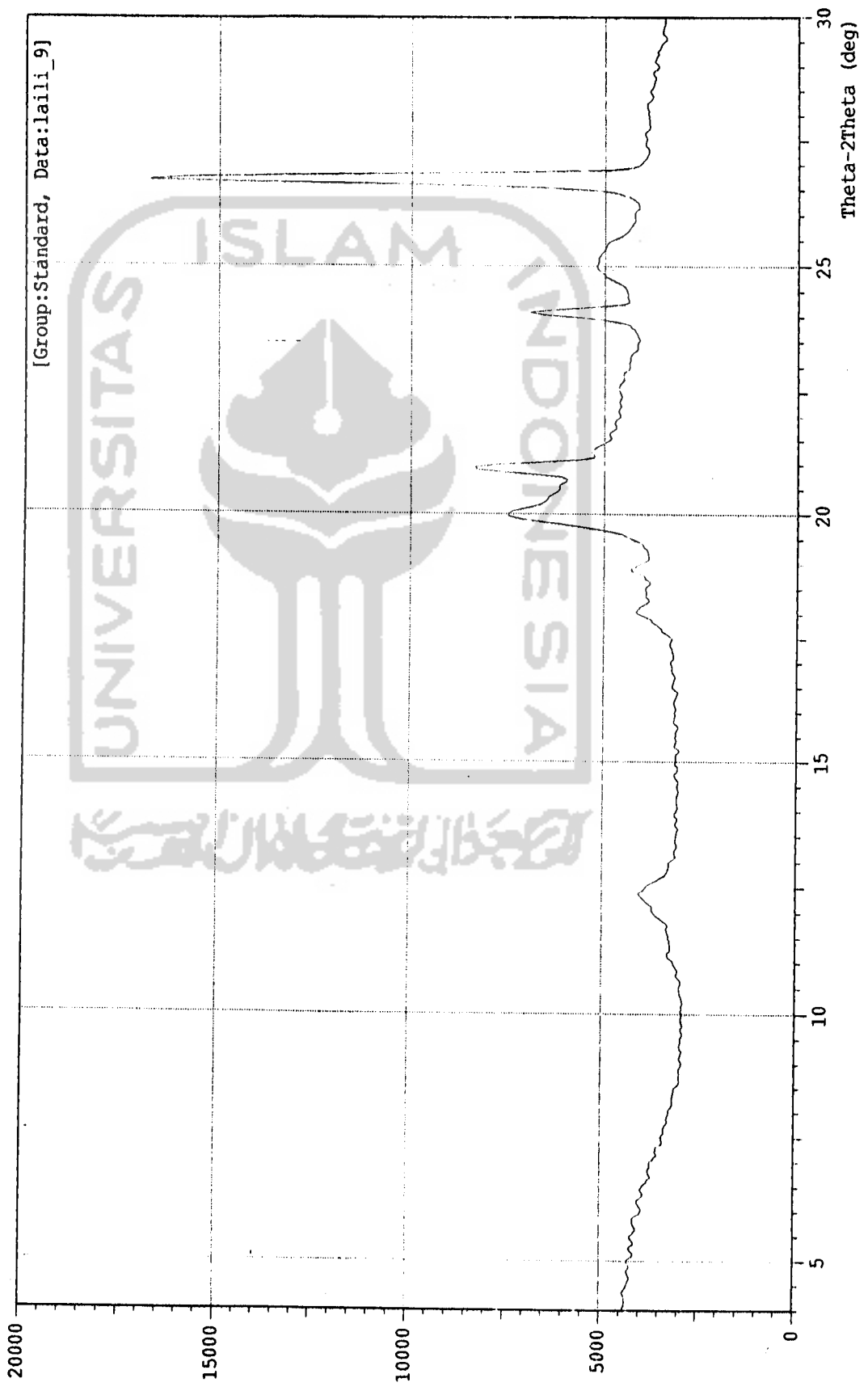
8.5500	3036	11.3500	3264	14.1500	3036	16.9500	3220
8.6000	2924	11.4000	3240	14.2000	3118	17.0000	3282
8.6500	2976	11.4500	3240	14.2500	3098	17.0500	3246
8.7000	2980	11.5000	3274	14.3000	3046	17.1000	3210
8.7500	2954	11.5500	3344	14.3500	3120	17.1500	3142
8.8000	2986	11.6000	3198	14.4000	2970	17.2000	3236
8.8500	2950	11.6500	3438	14.4500	3082	17.2500	3210
8.9000	2980	11.7000	3286	14.5000	3108	17.3000	3234
8.9500	2956	11.7500	3314	14.5500	3024	17.3500	3246
9.0000	2860	11.8000	3370	14.6000	3052	17.4000	3330
9.0500	2956	11.8500	3412	14.6500	3082	17.4500	3244
9.1000	2960	11.9000	3532	14.7000	3162	17.5000	3234
9.1500	2968	11.9500	3596	14.7500	3144	17.5500	3246
9.2000	2884	12.0000	3686	14.8000	3098	17.6000	3426
9.2500	2936	12.0500	3718	14.8500	3004	17.6500	3436
9.3000	2908	12.1000	3706	14.9000	3130	17.7000	3582
9.3500	3036	12.1500	3712	14.9500	3074	17.7500	3506
9.4000	2908	12.2000	3828	15.0000	3182	17.8000	3706
9.4500	2928	12.2500	3950	15.0500	3076	17.8500	3728
9.5000	2976	12.3000	3896	15.1000	3118	17.9000	3788
9.5500	2902	12.3500	4064	15.1500	3150	17.9500	3876
9.6000	2852	12.4000	4056	15.2000	3016	18.0000	4164
9.6500	2938	12.4500	3950	15.2500	2994	18.0500	4148
9.7000	2964	12.5000	3830	15.3000	3184	18.1000	4096
9.7500	2866	12.5500	3896	15.3500	3184	18.1500	4062
9.8000	2864	12.6000	3718	15.4000	3004	18.2000	3960
9.8500	2998	12.6500	3592	15.4500	3206	18.2500	3786
9.9000	2884	12.7000	3502	15.5000	3108	18.3000	3848
9.9500	2908	12.7500	3372	15.5500	3104	18.3500	3934
10.0000	2952	12.8000	3298	15.6000	3142	18.4000	3926
10.0500	2844	12.8500	3358	15.6500	3098	18.4500	3842
10.1000	3018	12.9000	3256	15.7000	3014	18.5000	3970
10.1500	2822	12.9500	3274	15.7500	3114	18.5500	3930
10.2000	2946	13.0000	3316	15.8000	3180	18.6000	3738
10.2500	2878	13.0500	3214	15.8500	3212	18.6500	3858
10.3000	2902	13.1000	3066	15.9000	3078	18.7000	3912
10.3500	2990	13.1500	3112	15.9500	3198	18.7500	3988
10.4000	2924	13.2000	3212	16.0000	3114	18.8000	4004
10.4500	3012	13.2500	3062	16.0500	3152	18.8500	4346
10.5000	2972	13.3000	3100	16.1000	3108	18.9000	4310
10.5500	2988	13.3500	3082	16.1500	3166	18.9500	4158
10.6000	2956	13.4000	3100	16.2000	3212	19.0000	4070
10.6500	2904	13.4500	3172	16.2500	3116	19.0500	3970
10.7000	3060	13.5000	3024	16.3000	3148	19.1000	3782
10.7500	3078	13.5500	3152	16.3500	3094	19.1500	3864
10.8000	3036	13.6000	3068	16.4000	3064	19.2000	3884
10.8500	3036	13.6500	3024	16.4500	3118	19.2500	3834
10.9000	3060	13.7000	3070	16.5000	3278	19.3000	3916
10.9500	3130	13.7500	3176	16.5500	3184	19.3500	3960
11.0000	3146	13.8000	3062	16.6000	3200	19.4000	4040
11.0500	3168	13.8500	3038	16.6500	3190	19.4500	4024
11.1000	3228	13.9000	3142	16.7000	3144	19.5000	4316
11.1500	3386	13.9500	3176	16.7500	3136	19.5500	4458
11.2000	3242	14.0000	3080	16.8000	3222	19.6000	4492
11.2500	3296	14.0500	3052	16.8500	3250	19.6500	4822
11.3000	3184	14.1000	3100	16.9000	3206	19.7000	5262

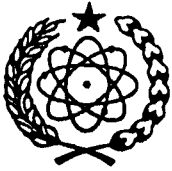
19.7500	5570	22.5500	4590	25.3500	4974	28.1500	3852
19.8000	6200	22.6000	4640	25.4000	4944	28.2000	3962
19.8500	6678	22.6500	4650	25.4500	4964	28.2500	3888
19.9000	7196	22.7000	4504	25.5000	4832	28.3000	3888
19.9500	7404	22.7500	4520	25.5500	4656	28.3500	3752
20.0000	7544	22.8000	4494	25.6000	4556	28.4000	3762
20.0500	7338	22.8500	4542	25.6500	4476	28.4500	3824
20.1000	7136	22.9000	4494	25.7000	4376	28.5000	3834
20.1500	6844	22.9500	4404	25.7500	4324	28.5500	3820
20.2000	6632	23.0000	4296	25.8000	4348	28.6000	3718
20.2500	6516	23.0500	4396	25.8500	4216	28.6500	3756
20.3000	6484	23.1000	4362	25.9000	4254	28.7000	3732
20.3500	6390	23.1500	4308	25.9500	4198	28.7500	3688
20.4000	6362	23.2000	4340	26.0000	4256	28.8000	3688
20.4500	6186	23.2500	4332	26.0500	4236	28.8500	3782
20.5000	6128	23.3000	4232	26.1000	4180	28.9000	3778
20.5500	6178	23.3500	4198	26.1500	4128	28.9500	3630
20.6000	6130	23.4000	4084	26.2000	4084	29.0000	3580
20.6500	5984	23.4500	4192	26.2500	4190	29.0500	3682
20.7000	5920	23.5000	4148	26.3000	4190	29.1000	3678
20.7500	6162	23.5500	4032	26.3500	4338	29.1500	3760
20.8000	6622	23.6000	4138	26.4000	4518	29.2000	3572
20.8500	7870	23.6500	4210	26.4500	4742	29.2500	3696
20.9000	8206	23.7000	4088	26.5000	5286	29.3000	3596
20.9500	8330	23.7500	4332	26.5500	6658	29.3500	3668
21.0000	7926	23.8000	4262	26.6000	9394	29.4000	3508
21.0500	6624	23.8500	4384	26.6500	13804	29.4500	3572
21.1000	5546	23.9000	4612	26.7000	17110	29.5000	3526
21.1500	5252	23.9500	5092	26.7500	16320	29.5500	3358
21.2000	5346	24.0000	5632	26.8000	11250	29.6000	3436
21.2500	5260	24.0500	6694	26.8500	6808	29.6500	3528
21.3000	5376	24.1000	6938	26.9000	4950	29.7000	3510
21.3500	5194	24.1500	6412	26.9500	4332	29.7500	3524
21.4000	5092	24.2000	5066	27.0000	4110	29.8000	3476
21.4500	5048	24.2500	4544	27.0500	4076	29.8500	3476
21.5000	4852	24.3000	4336	27.1000	4020	29.9000	3444
21.5500	4812	24.3500	4418	27.1500	3914	29.9500	3474
21.6000	4862	24.4000	4408	27.2000	3918	30.0000	3444
21.6500	4902	24.4500	4396	27.2500	3900		
21.7000	4780	24.5000	4420	27.3000	3818		
21.7500	4676	24.5500	4472	27.3500	3926		
21.8000	4702	24.6000	4448	27.4000	3934		
21.8500	4740	24.6500	4592	27.4500	3982		
21.9000	4732	24.7000	4744	27.5000	3942		
21.9500	4650	24.7500	4858	27.5500	3906		
22.0000	4626	24.8000	4970	27.6000	3958		
22.0500	4532	24.8500	5040	27.6500	3994		
22.1000	4680	24.9000	5082	27.7000	3944		
22.1500	4652	24.9500	5222	27.7500	3810		
22.2000	4520	25.0000	5196	27.8000	3860		
22.2500	4622	25.0500	5154	27.8500	3882		
22.3000	4606	25.1000	5182	27.9000	3856		
22.3500	4604	25.1500	5142	27.9500	3836		
22.4000	4578	25.2000	5168	28.0000	3938		
22.4500	4512	25.2500	5038	28.0500	3812		
22.5000	4674	25.3000	5056	28.1000	3946		

\*\*\* Multi Plot \*\*\*

File Name : Standard\laili 9  
Sample Name :  
Date & Time : 03-30-05 14:36:53  
Condition : Comment :

X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA  
Scan Range : 4.0000 <-> 30.0000 deg Step Size : 0.0500 deg  
Count Time : 1.00 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm





# BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL

PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI MAJU

Jl. Babarsari, Kotak Pos 1008 Yogyakarta 55010 Indonesia - Telp. (0274) 488435, 484436


Fax. (0274) 487824 E-mail : <p3tm@batan.go.id

DATA ANALISIS UNSUR ZIRCON (Zr) PADA SAMPEL BENTONITE  
MENGUNAKAN ALAT X-RAY FLOURESENCE (XRF)  
(U/P. SDRI. LAILI, MHS.JRS.KIMIA, FAK.MIPA UII YOGYAKARTA. )

## HASIL PENGUJIAN :

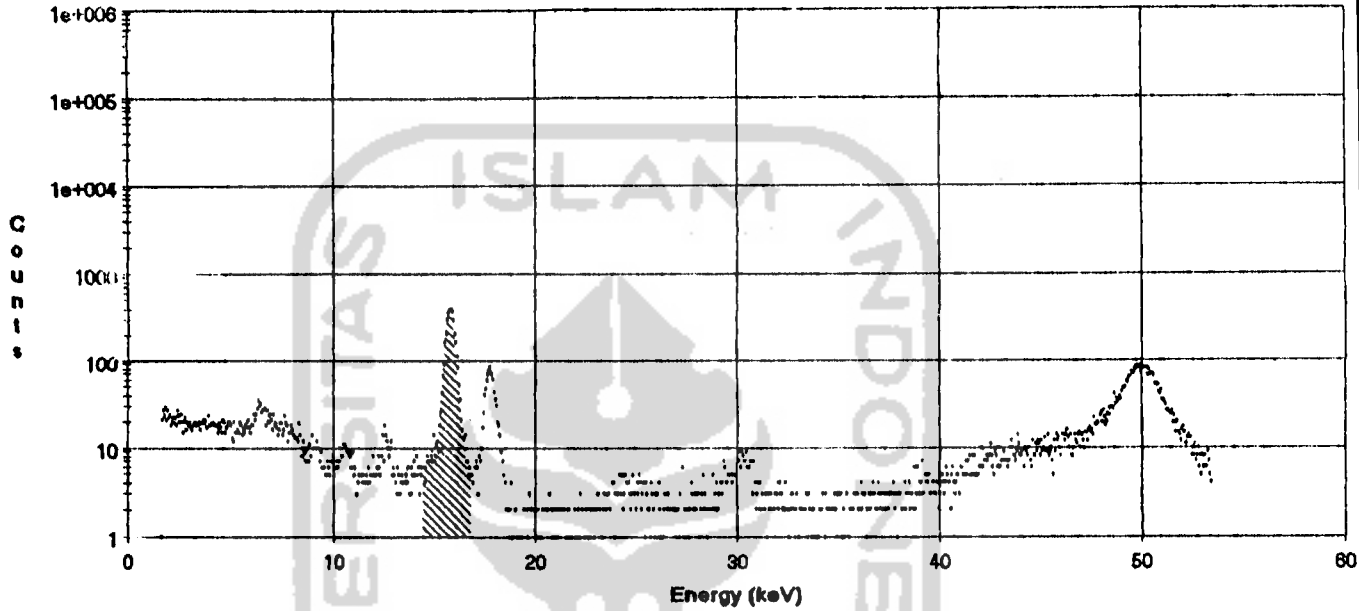
NO.	KODE SAMPEL	PARAMETER	KADAR (%)	METODE
1.	Laili-3	Zr	4,635 ± 0,0003	XRF
2.	Laili-6	Zr	4,276 ± 0,0022	XRF
3.	Laili-9	Zr	3,839 ± 0,0044	XRF

Yogyakarta, 4 April 2005 .  
Kapok. Dasar Inovasi Bahan,

  
Dr. Ir. Agus Taftazani  
NIP. 330002278

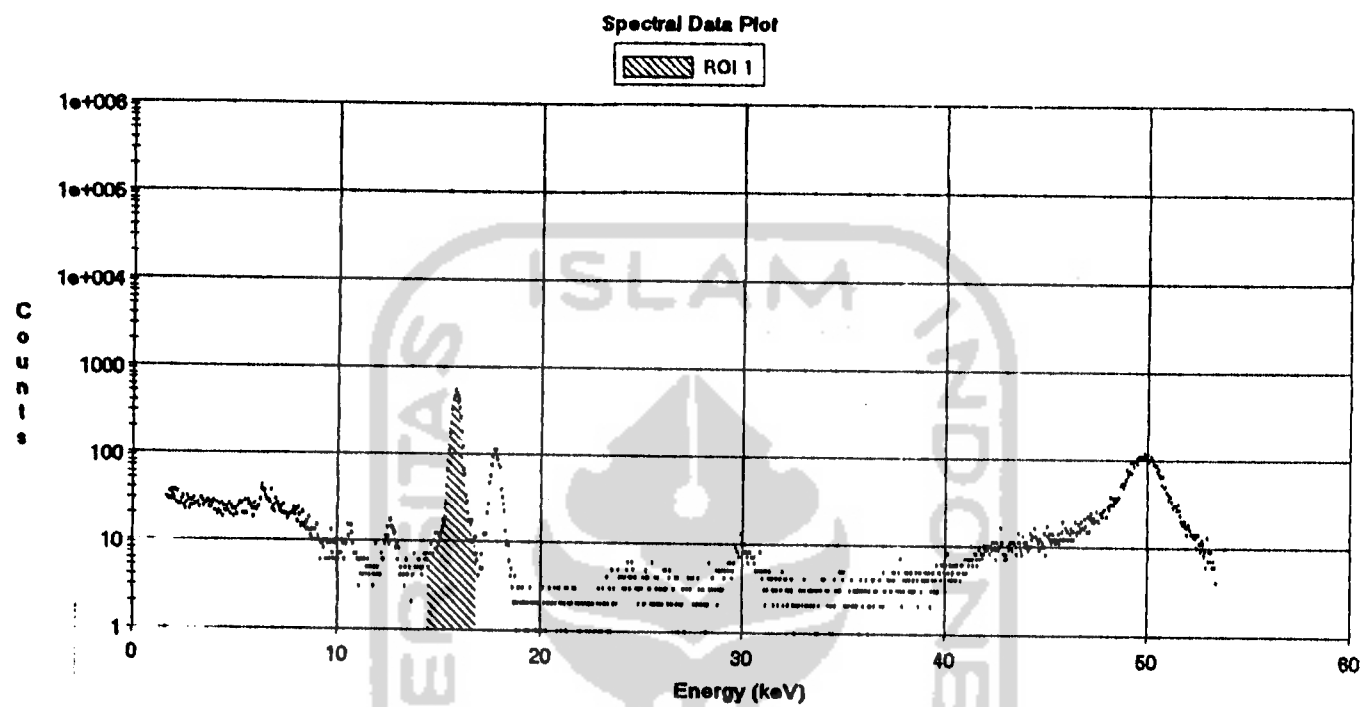
Spectral Data Plot

ROI 1



Datasource: Laill (3) Zr.CNF  
Live Time: 600 sec  
Real Time: 604 sec  
Acq. Start: 6/9/05 10:39:48 AM  
Start: 1 : 0.22 (keV)  
Stop: 8192 : 55.54 (keV)

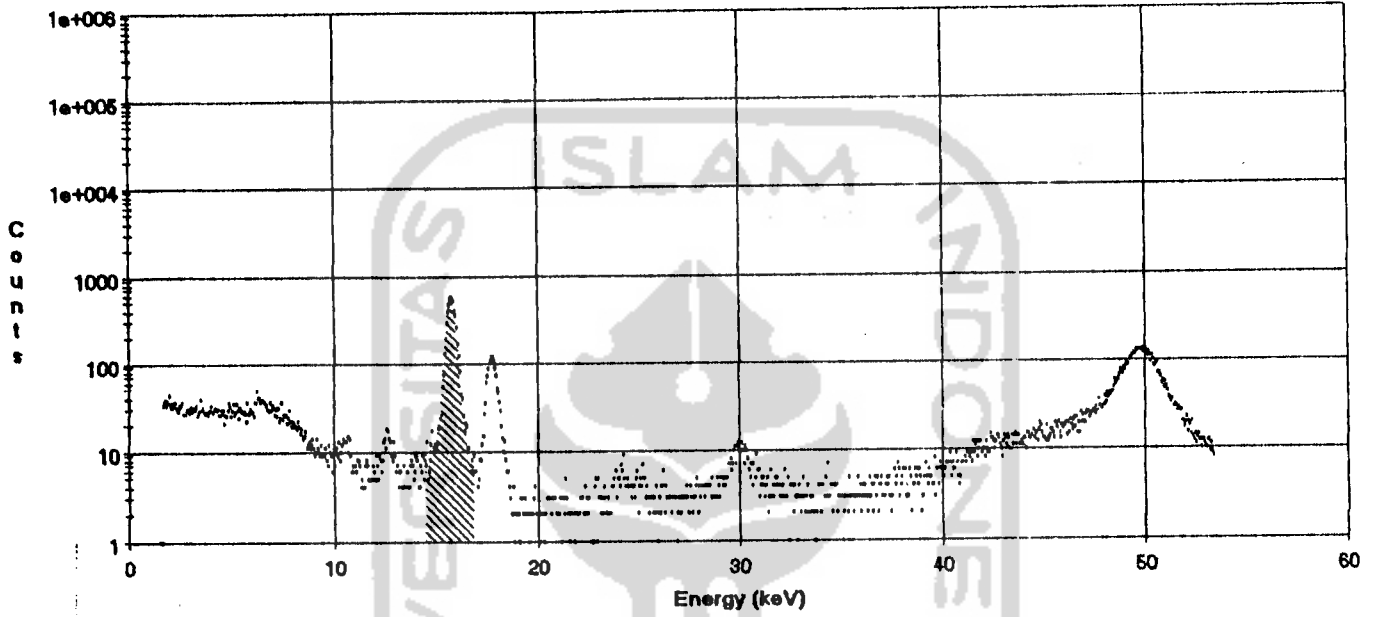




Datasource: Laili (6) Zr.CNF  
Live Time: 600 sec  
Real Time: 600 sec  
Acq. Start: 6/8/05 10:54:32 AM  
Start: 1 : 0.22 (keV)  
Stop: 8192 : 55.54 (keV)

Spectral Data Plot

ROI 1



Datasource: Laili (9) Zr CNF  
Live Time: 600 sec  
Real Time: 607 sec  
Acq. Start: 6/9/05 11:07:30 AM  
Start: 1 : 0.22 (keV)  
Stop: 8192 : 55.54 (keV)

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Quantachrome Corporation  
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00  
File Name = sig-1na.dat

Sample ID	= Sigit S	User Setup	= 5
Sample ID	= Lempung Na	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.2983 g	Sample Volume	= 0.2983 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Type	= User	Po	= 749.67 mm Hg
Sorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Sorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Sorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Sorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Feb 07 09:41:52 2005	Analysis End Time	= Mon Feb 07 11:08:37 2005

Multi BET (Adsorption)

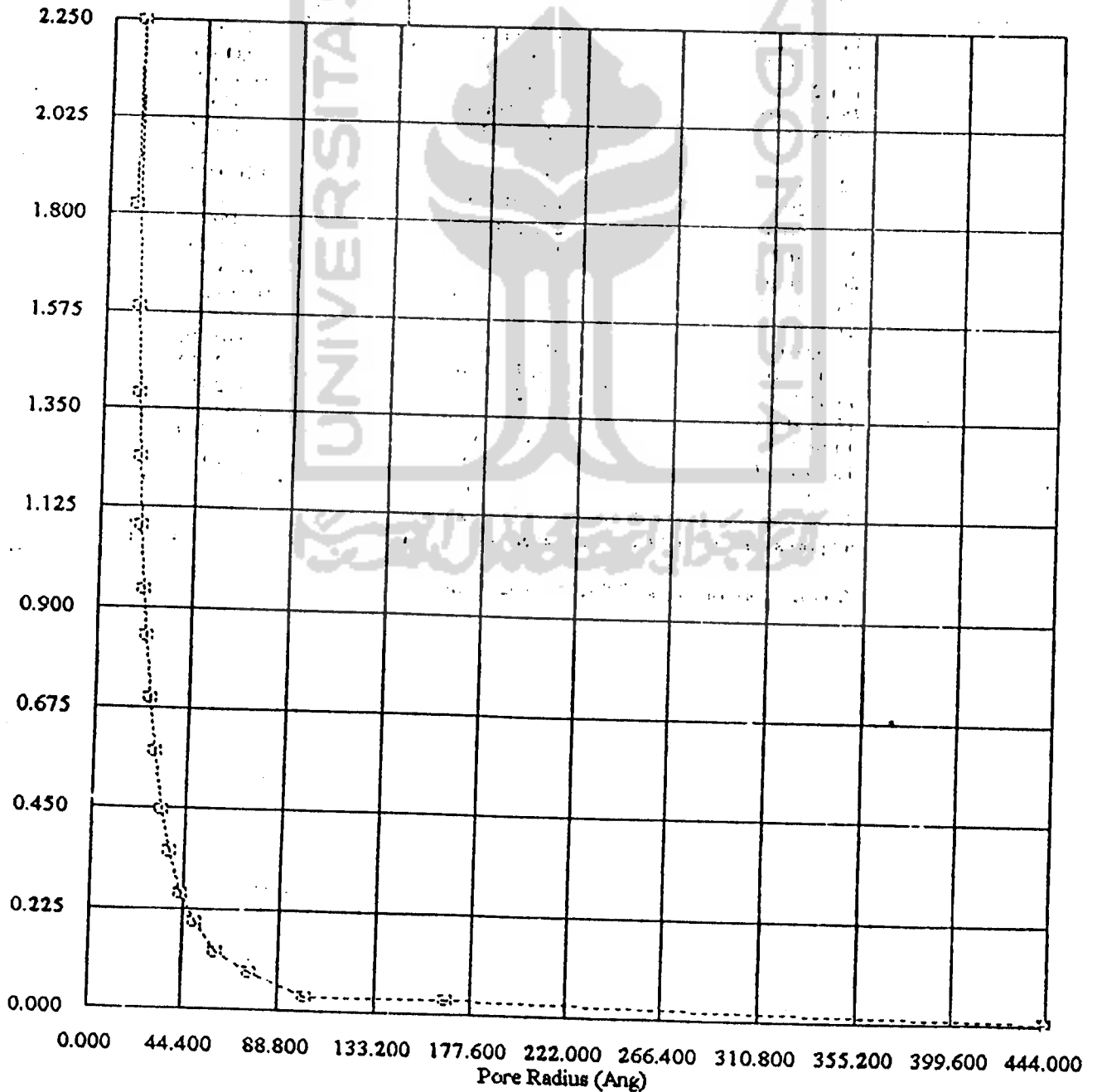
P/Po	BET Transform (1/(W(Po/P - 1)))
0.052422	3.501248
0.066984	4.387104
0.142971	9.026910
0.193852	12.250309
0.251295	16.093602
Slope	= 63.021676
Intercept	= 0.133975
Correlation Coefficient	= 0.999804
BET C	= 471.398251
Surface Area	= 16.449352 sq m
Specific Surface Area	= 55.141804 sq m/g



Quantachrome Corporation  
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00  
File Name = sig-1na.dat

Sample ID	= Sigit S	User Setup	= 5
Sample ID	= Lempung Na	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.2983 g	Sample Volume	= 0.2983 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Type	= User	Po	= 749.67 mm Hg
Sorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Feb 07:09:41:52 2005	Analysis End Time	= Mon Feb 07:11:08:37 2005

DVR (Adsorption)

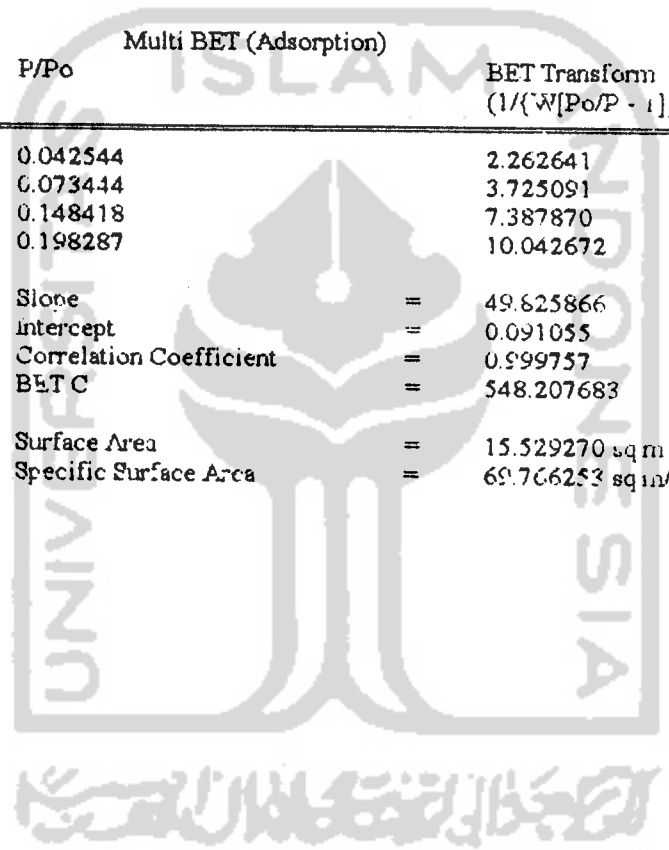


Lampiran 7 Hasil gas sorption analysis ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit dengan waktu oksidasi 3 jam

Quantachrome Corporation  
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00  
File Name = laili-3.dat

ID	= Laili	User Setup	= 5
Sample ID	= ZrO <sub>2</sub> -Mont Laili 3	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.2226 g	Sample Volume	= 0.2226 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Operator	= User	Po	= 746.91 mm Hg
Carrier Gas	= N <sub>2</sub>	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Tue Mar 29 11:13:11 2005	Analysis End Time	= Tue Mar 29 12:28:09 2005

Multi BET (Adsorption)	
P/Po	BET Transform (1/(W[Po/P - 1]))
0.042544	2.262641
0.073444	3.725091
0.148418	7.387870
0.198287	10.042672
Slope	= 49.625866
Intercept	= 0.091055
Correlation Coefficient	= 0.999757
BET C	= 548.207683
Surface Area	= 15.529270 sq m
Specific Surface Area	= 69.766253 sq m/g



D	= Laili	User Setup	= 5
Sample ID	= ZrO2-Mont Laili 3	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.2226 g	Sample Volume	= 0.2226 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Operator	= User	Po	= 746.91 mm Hg
Gas	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Tue Mar 29 11:13:11 2005	Analysis End Time	= Tue Mar 29 12:28:09 2005

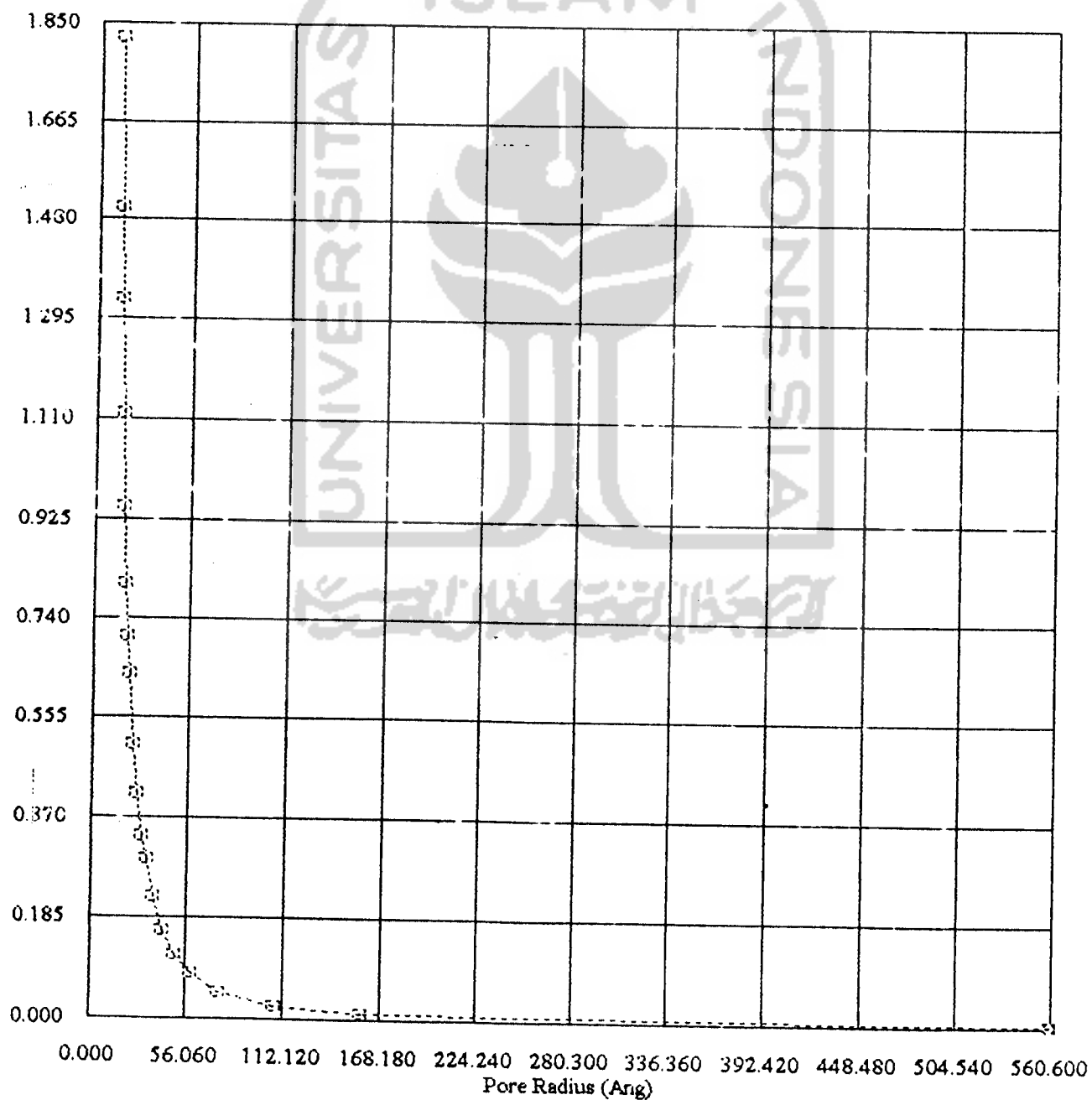
Pore Radius (Ang)	DVR (Adsorption)	
	Pore Area (sq m/A/g e-03)	Pore Volume (cc/A/g e-03)
560.594794	0.042908	0.001203
157.386777	1.192683	0.009386
107.649118	3.906861	0.021029
75.110991	12.410695	0.046609
59.037674	27.829684	0.082150
49.494493	46.756044	0.115708
42.066596	75.693966	0.161313
36.900243	120.634992	0.222573
32.572797	179.280452	0.291983
29.544997	226.452823	0.334527
26.576961	310.959063	0.413217
24.081122	417.772200	0.503023
21.766505	582.549030	0.634003
20.073943	792.053525	0.704649
18.775069	856.113768	0.803680
17.352086	1091.396793	0.947334
16.064340	1392.480122	1.118464
14.914875	1782.979160	1.329646
13.944033	2166.381293	1.499573
12.800730	2943.921137	1.820213

Total Pore Volume is 45.191144 e-03 cc/g for all pores less than 907.242632 Angstrom.

Average pore radius is 12.955015 Angstrom.

ID	= Laili	User Setup	= 5
Sample ID	= ZrO2-Mont Laili 3	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.2226 g	Sample Volume	= 0.2226 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Sample Type	= User	Po	= 746.91 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Tue Mar 29 11:13:11 2005	Analysis End Time	= Tue Mar 29 12:28:09 2005

DVR (Adsorption)





Lampiran 8 Hasil gas sorption analysis ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit dengan waktu oksidasi 6 jam

Quantachrome Corporation  
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00  
File Name = laili-6.dat

ID	= Laili	User Setup	= 3
Sample ID	= ZrO <sub>2</sub> Mont Laili 6	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.2276 g	Sample Volume	= 0.2276 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Gas Type	= User	P <sub>0</sub>	= 746.49 mm Hg
Carrier Gas	= N <sub>2</sub>	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Wed Mar 30 10:36:32 2005	Analysis End Time	= Wed Mar 30 12:02:57 2005

Multi BET (Adsorption)		BET Transform
P/P <sub>0</sub>		(1/(W[P <sub>0</sub> /P - 1]))
0.042307		1.953933
0.071747		3.182510
0.143380		6.218097
0.193287		8.438158
0.250400		11.151941
Slope	=	44.006189
Intercept	=	0.018192
Correlation Coefficient	=	0.999664
BET C	=	2419.986598
Surface Area	=	18.006305 sq m
Specific Surface Area	=	79.104270 sq m/g

Sample ID	= Laili	User Setup	= 5
Sample ID	= ZrO2 Mont Laili 6	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.2276 g	Sample Volume	= 0.2276 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Type	= User	Po	= 746.49 mm Hg
Sorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Wed Mar 30 10:36:32 2005	Analysis End Time	= Wed Mar 30 12:02:57 2005

DVR (Adsorption)

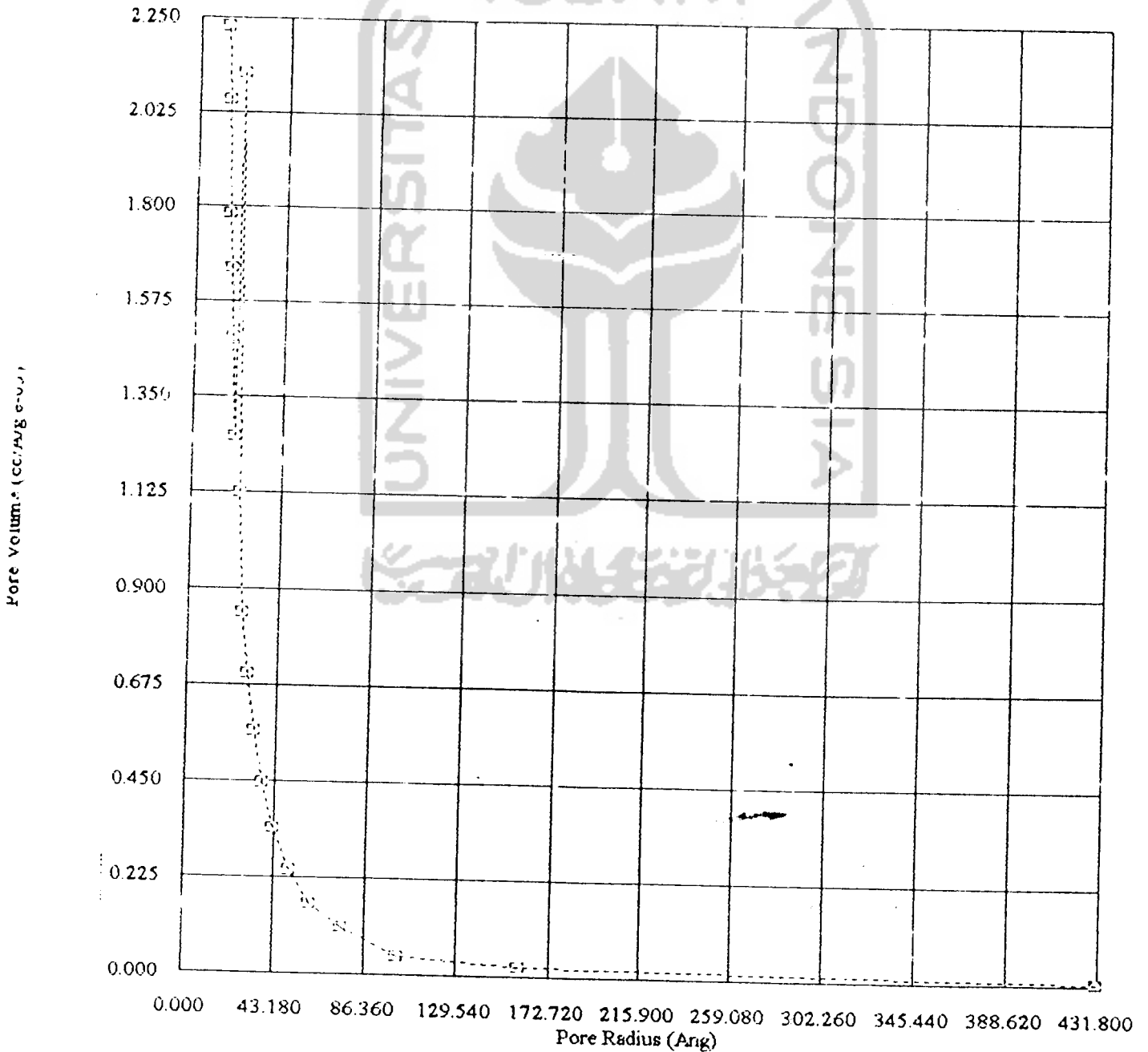
Pore Radius (Ang)	Pore Area (sq m/Å/g e-03)	Pore Volume (cc/Å/g e-03)
431.754444	0.192947	0.004165
158.729934	2.773403	0.022011
101.553970	8.501495	0.043168
75.238304	29.208214	0.109879
60.290545	54.814047	0.165238
50.090780	97.564955	0.244355
42.572434	153.478432	0.339469
36.802985	243.745107	0.448527
32.407697	350.492990	0.567934
28.891929	485.332600	0.702554
25.994500	650.211922	0.845097
23.665843	949.435694	1.123460
21.761361	1948.368934	2.119558
20.110527	1245.227247	1.253977
18.596391	1602.550729	1.490083
17.213838	1921.330396	1.653674
15.965378	2232.223646	1.781915
14.818623	2772.146785	2.053970
13.767406	3238.102124	2.229013

Total Pore Volume is 64.325609 e-03 cc/g for all pores less than 640.292076 Angstrom.

Average pore radius is 16.263499 Angstrom.

ser ID	= laili	User Setup	= 5
sample ID	= ZrO2 Mont Laili 6	Sample Cell Number	= 2
sample Weight	= 0.2276 g	Sample Volume	= 0.2276 cc
sample Density	= 1.0000 g/cc		
Mo Type	= User	Po	= 746.49 mm Hg
adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
analysis Start Time	= Wed Mar 30 10:36:32 2005	Analysis End Time	= Wed Mar 30 12:02:57 2005

DVR (Adsorption)



Lampiran 9 Hasil *gas sorption analysis* ZrO<sub>2</sub>-montmorillonit dengan waktu oksidasi 9 jam

Quantachrome Corporation  
 NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00  
 File Name = laili9.dat

ID	= Laili	User Setup	= 5
le ID	= Laili 9	Sample Cell Number	= 4
le Weight	= 0.1636 g	Sample Volume	= 0.1636 cc
le Density	= 1.0000 g/cc		
zpe	= User	Po	= 748.01 mm Hg
rbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
sorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
sorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
sorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
ysis Start Time	= Tue Apr 05 11:54:39 2005	Analysis End Time	= Tue Apr 05 13:14:15 2005

Multi BET (Adsorption)	
P/Po	BET Transform (1/(W(Po/P - 1)))
0.042169	2.060367
0.075254	3.528880
0.149770	6.859550
0.198447	9.194924
0.248807	11.768037
Slope	= 46.722034
Intercept	= 0.006255
Correlation Coefficient	= 0.999576
BET C	= 7470.427390
Surface Area	= 12.192608 sqm
Specific Surface Area	= 74.526945 sqm/g



Sample ID	= Laili 9	User Setup	= 5
Sample Weight	= 0.1636 g	Sample Cell Number	= 4
Sample Density	= 1.0000 g/cc	Sample Volume	= 0.1636 cc
Gas	= User	Po	= 748.01 mm Hg
Moisture	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Tue Apr 05 11:54:39 2005	Analysis End Time	= Tue Apr 05 13:14:15 2005

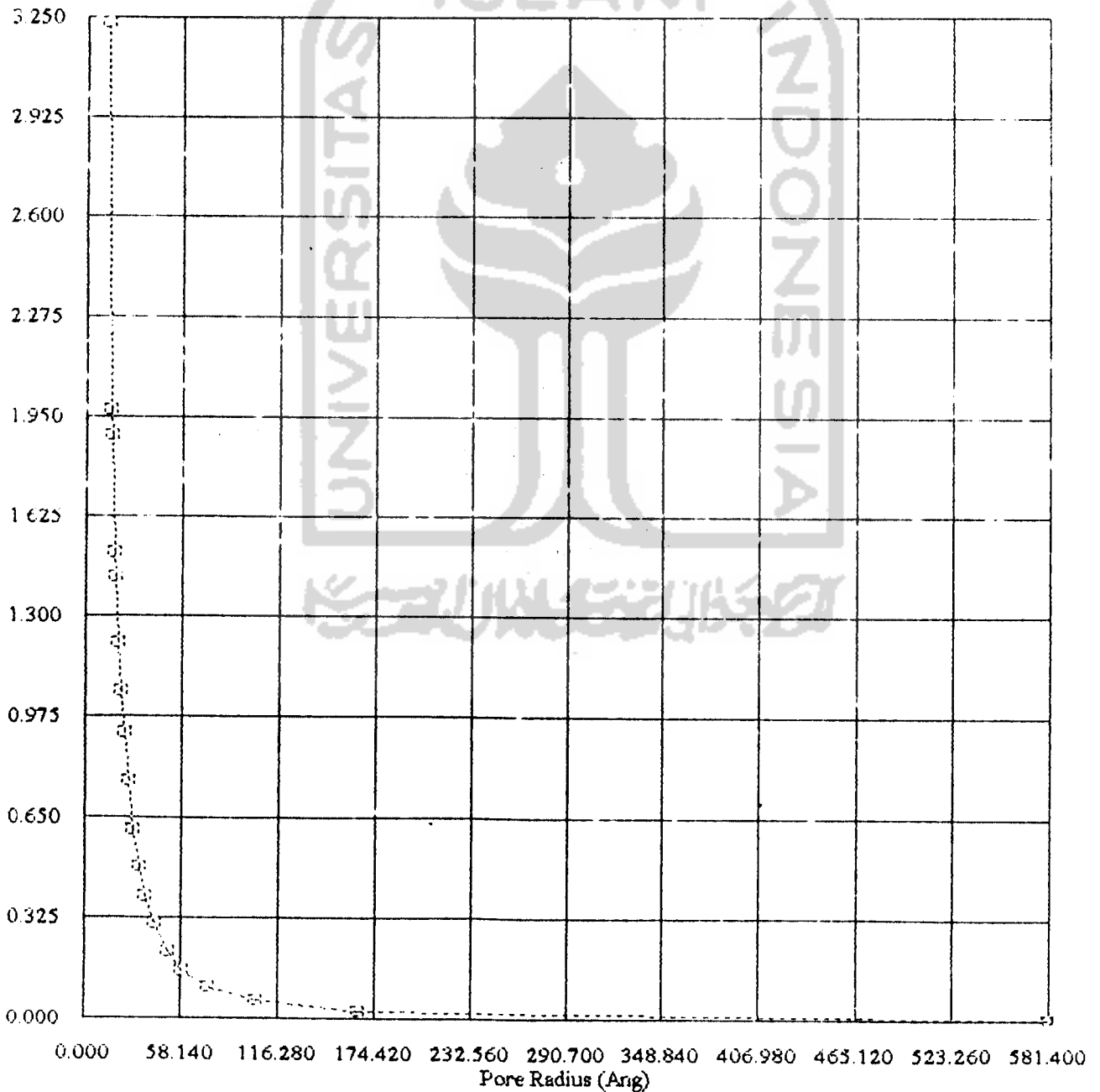
DVR (Adsorption)		
Pore Radius (Ang)	Pore Area (sq m/Å/g e-03)	Pore Volume (cc/Å/g e-03)
581.371573	0.097726	0.002841
164.297494	2.862692	0.023517
103.033816	11.454761	0.059011
74.201505	28.160513	0.104478
59.025460	52.814233	0.155869
50.188333	86.071102	0.217279
42.186666	145.997704	0.307053
36.540694	215.134616	0.393058
32.951522	298.124740	0.491183
29.440091	413.942745	0.609328
26.456647	577.800035	0.764333
24.104874	763.377833	0.920056
22.053464	958.099211	1.057046
20.278227	1195.300107	1.212942
18.724941	1520.151403	1.423237
17.316014	1735.445750	1.502550
16.048127	2356.407259	1.890796
14.880366	2653.804970	1.974479
13.815759	4675.102224	2.229507

Total Pore Volume is 60.995866 e-03 cc/g for all pores less than 927.131602 Angstrom.

Average pore radius is 16.368809 Angstrom.

Sample Name	= Laili	User Setup	= 5
ID	= Laili 9	Sample Cell Number	= 4
Weight	= 0.1636 g	Sample Volume	= 0.1636 cc
Density	= 1.0000 g/cc		
Operator	= User	Po	= 748.01 mm Hg
Gas	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Tue Apr 05 11:54:39 2005	Analysis End Time	= Tue Apr 05 13:14:15 2005

DVR (Adsorption)



**Lampiran 10**

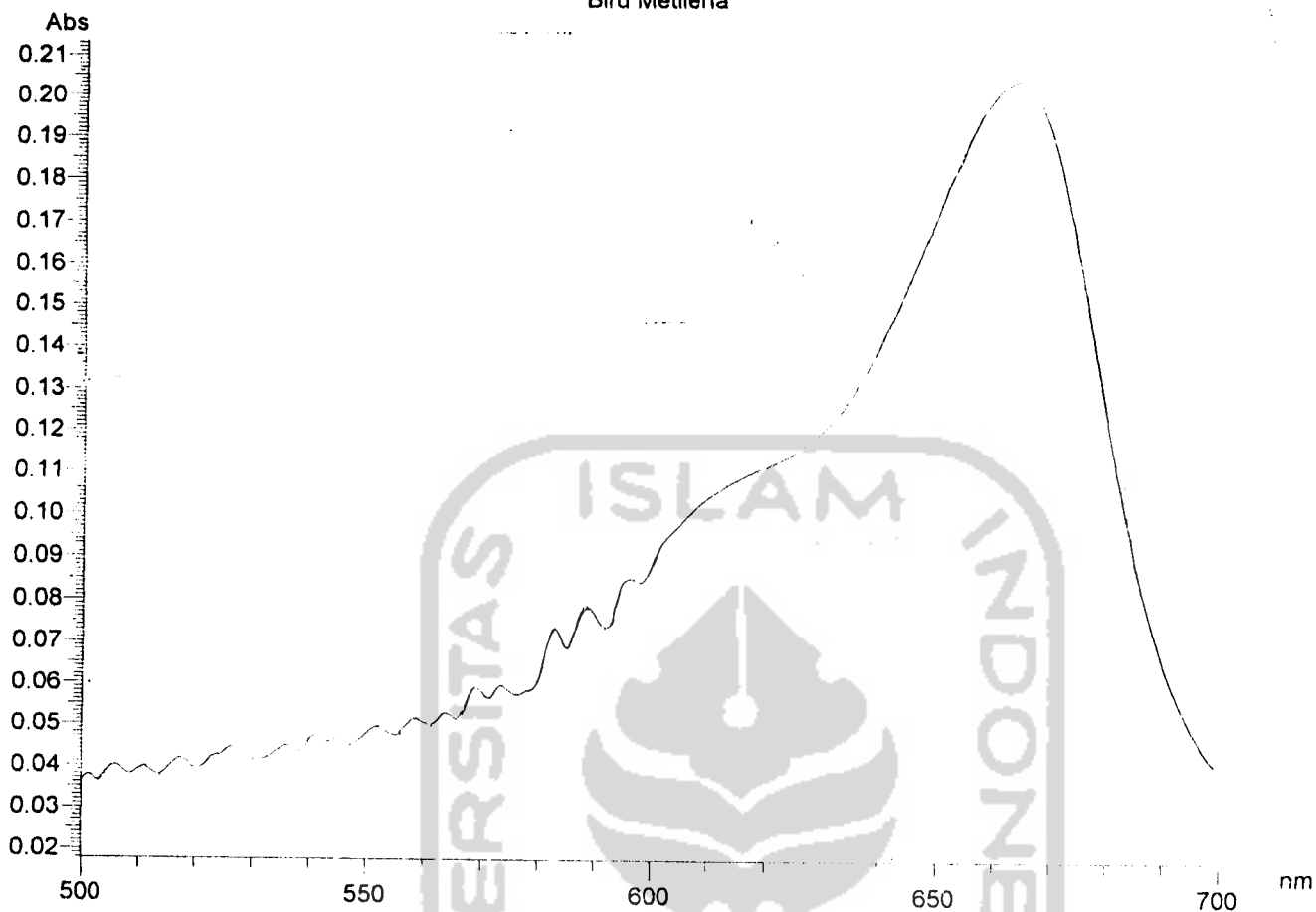
Data distribusi ukuran pori Na-montmorillonit dan  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi

Sampel	Mikropori	Mesopori	Makropori
Na-montmorillonit	8,27009	5,384422	0,275069
$ZrO_2$ -PILC 3	7,51891	3,380996	0,160377
$ZrO_2$ -PILC 6	9,20866	7,400976	0,588816
$ZrO_2$ -PILC 9	10,01757	5,447944	0,562995

Lampiran 11 Grafik penentuan panjang gelombang maksimum biru metilena dengan spektrofotometer UV-Visible

Report Date: 12:18:46, 03/24/2005

Biru Metilena



Sample: Biru Metilena  
 Run Date: 15:24:03, 03/23/2005  
 Operator: isfe  
 Comment: lamda maks

Peak Integration  
 Method: Rectangular  
 Sensitivity: 1  
 Threshold: 0.0100

Peak #	Start (nm)	Apex (nm)	End (nm)	Height (Abs)	Area (Abs*nm)	Valley (nm)	Valley (Abs)
1	700.0	664.0	500.0	0.204	18.254	500.0	0.036



## Lampiran 12

Data dan grafik kurva baku metilen biru pH = 6-7 dengan spektrofotometer UV-Visible

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
0,2	0,074
0,4	0,147
0,6	0,204
0,8	0,296

Nilai : Slope = 0,361

Intersep = -0,0002

Koefisien korelasi (r) = 0,997893

Persamaan : Abs = 0,361 C - 0,0002

Nilai -0,0002 tidak bermakna, jadi persamaan di atas menjadi :

Abs = 0,361 C

Dengan, Abs adalah absorbansi larutan

C adalah konsentrasi larutan (mg/L)

### Lampiran 13

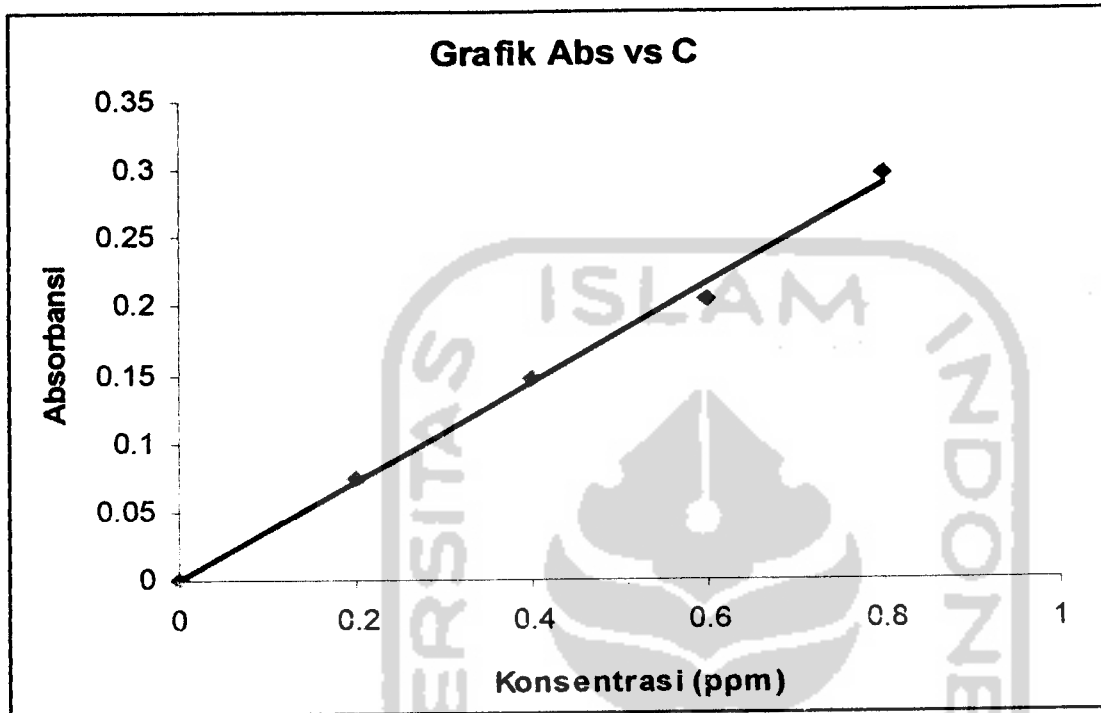
Data absorbansi dan konsentrasi metilen biru setelah fotodegradasi dengan sinar UV dan dikatalis  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi

$$\text{Persamaan : Abs} = 0,361 C$$

Dengan, Abs adalah absorbansi larutan

C adalah konsentrasi larutan (mg/L)

Sampel	Absorbansi	Rata-rata Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Rata-rata konsentrasi (mg/L)
$ZrO_2$ -PILC 3	0,072	0,074	0,1994	0,21
	0,073		0,2022	
	0,077		0,2133	
$ZrO_2$ -PILC 6	0,175	0,176	0,4848	0,49
	0,177		0,4903	
	0,175		0,4848	
$ZrO_2$ -PILC 9	0,002	0,002	0,0055	0,01
	0,002		0,0055	
	0,002		0,0055	



#### Lampiran 14

Data persentase penurunan metilen biru setelah fotodegradasi dengan sinar UV dan dikatalis  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi

Perhitungan persentase dengan rumus :

$$\% \text{ penurunan} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

Dengan,  $C_t$  adalah konsentrasi metilen biru setelah fotodegradasi dengan sinar UV dan dikatalis  $ZrO_2$ -montmorillonit dengan variasi waktu oksidasi

$C_0$  adalah konsentrasi awal metilen biru (1 mg/L)

Sampel	Konsentrasi (mg/L)	Penurunan (%)
$ZrO_2$ -PILC 3	0,21	79
$ZrO_2$ -PILC 6	0,49	51
$ZrO_2$ -PILC 9	0,01	99