

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Zeolit

Secara umum pengertian zeolit adalah salah satu pembenah tanah alami, tetapi belum banyak dikenal dan digunakan oleh petani. Sementara itu pengertian ilmiah zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas. (Breck, 1974; Chetam, 1992; Scot et al., 2003).

Umumnya struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit  $\text{TO}_4$ , dimana T adalah ion  $\text{Si}^{4+}$  atau  $\text{Al}^{3+}$  dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1 berikut.



Gambar 2.1 Struktur Kimia Zeolit

Sumber : (Haag, 1984)

Struktur zeolit memiliki rumus umum  $M_{x/n} [(AlO_2)_x(SiO_2)_y] \cdot wH_2O$ , dimana M adalah kation alkali atau alkali tanah, n adalah jumlah valensi kation, w adalah banyaknya molekul air per satuan unit sel, x dan y adalah angka total tetrahedral per satuan unit sel, dan nilai  $y/x$  biasanya bernilai 1 sampai 5, meskipun ditemukan juga zeolit dengan nilai  $y/x$  antara 10 sampai 100 (Bekkum *et al.*, 1991). Zeolit terbagi menjadi dua jenis yaitu :

www.itk.ac.id

### 2.1.1. Zeolit Alam

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batubatuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam. Para ahli geokimia dan mineralogi memperkirakan bahwa zeolit merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin sehingga akhirnya terbentuk mineral-mineral zeolit. Anggapan lain menyatakan proses terjadinya zeolit berawal dari debu-debu gunung berapi yang beterbangan kemudian mengendap di dasar danau dan dasar lautan. Debu-debu vulkanik tersebut selanjutnya mengalami berbagai macam perubahan oleh air danau atau air laut sehingga terbentuk sedimen-sedimen yang mengandung zeolit di dasar danau atau laut tersebut (Setyawan, 2002).

Tabel 2.1 Contoh Zeolit ALam yang Umum Ditemukan

No.	Zeolit Alam	Komposisi
1	Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
2	Kabasit	$(\text{Na}_2, \text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40\text{H}_2\text{O}$
3	Klinoptilotit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
4	Erionit	$(\text{Na}, \text{Ca}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27\text{H}_2\text{O}$
5	Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18\text{H}_2\text{O}$
6	Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
7	Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
8	Mordenit	$\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
9	Filipsit	$(\text{Na}, \text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}) \cdot 20\text{H}_2\text{O}$
10	Natrolit	$\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
11	Wairakit	$\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

(Subagio, 1993)

Pada setiap zeolit terdapat kandungan air yang berada di dalam mineral zeolit dapat dibagi menjadi 2 bagian, yaitu air yang berada di luar sistem kristal dan air yang menyatu dalam sistem kristal. Air yang berada di luar sistem kristal dapat menguap jika dipanaskan sampai  $105^\circ\text{C}$  selama 24 jam dan dapat masuk kembali jika zeolit didinginkan dan ada uap air di sekitarnya. Zeolit mempunyai kemampuan melepas dan menyerap kembali air dan mempertukarkan kation tanpa perubahan struktur kristalnya. Air kristal tidak dapat menguap dengan pemanasan hingga  $105^\circ\text{C}$ . Air kristal berada dalam rongga-rongga zeolit baru lepas dengan pemanasan sekitar  $300\text{-}400^\circ\text{C}$  dalam waktu beberapa jam. Zeolit yang telah

kehilangan air kristal dinamakan zeolit yang telah teraktivasi dan dapat berfungsi sebagai pengabsorpsi kation yang efektif. Untuk menghilangkan air kristal ini, para penambang zeolit tradisional umumnya membakar zeolit sebelum digiling menjadi bubuk zeolit. Kation yang ada di dalam zeolit umumnya berasal dari kation monovalen dan divalen dari golongan alkali dan alkali tanah.

### 2.1.2. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa yang sedemikian rupa sehingga didapatkan karakter yang lebih baik dari zeolit alam. Prinsip dasar produksi zeolit sintetik adalah komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua komponen di atas. Komponen minor dalam zeolit juga dapat ditambahkan dengan mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintetik memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Beberapa diantaranya disajikan pada Tabel 2.2 sebagai berikut

Tabel 2.2 Rumus Oksida Beberapa Jenis Zeolit Sintetik

Zeolit	Rumus Oksida
Zeolit A	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4,5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit N-A	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ TMA – $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit H	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Zeolit L	$(\text{K}_2\text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit X	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,5\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Zeolit Y	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 8,9\text{H}_2\text{O}$
Zeolit P	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2-5\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit O	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$ TMA – $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit $\Omega$	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ TMA – $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit ZK-4	$0,85\text{Na}_2\text{O} \cdot 0,15(\text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3,3\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Zeolit ZK-5	$(\text{R}, \text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4-6\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

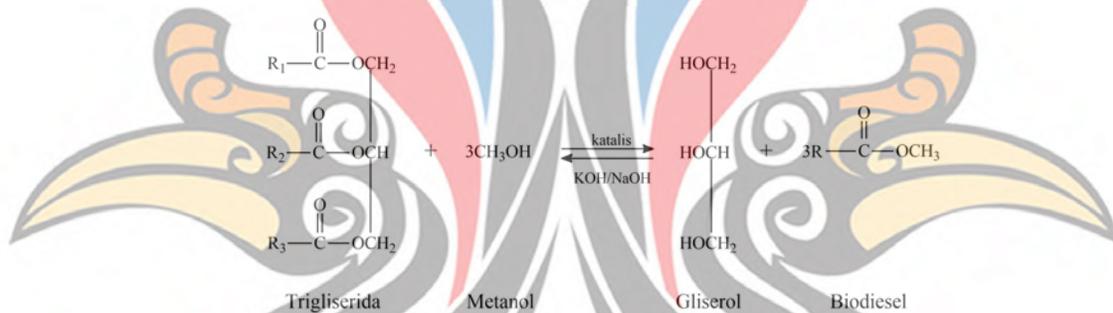
(Georgiev *et al.*, 2009)

Perkembangan teknologi memacu juga perkembangan zeolit sintetik terus dikembangkan, dengan dua fokus utama yaitu bahan baku dan metode. Dari segi bahan baku utama, digunakan 2 jenis bahan baku yakni bahan baku sintetik dan bahan baku limbah.

## 2.2. Biodiesel

Biodiesel merupakan Bahan bakar yang dikembangkan sesuai *blue print* pengelolaan energi nasional. Bahan bakar biodiesel adalah alternatif untuk mengurangi konsumsi terhadap bahan bakar minyak (Hambali, 2007). Bahan baku pembuatan biodiesel dapat diperoleh dari minyak Kelapa Sawit, minyak biji Jarak Pagar, minyak Kelapa dan nabati lainnya (Nurcholis, 2007). Biodiesel secara umum dapat diperbaharui dan merupakan bahan bakar yang terdiri dari campuran monoalkil ester dari rantai panjang asam lemak (Said, 2009).

Biodiesel dapat terbentuk dengan adanya reaksi transesterifikasi, yaitu proses reaksi antara trigliserida dengan alkohol membentuk alkyl ester (biodiesel) dan gliserol. Proses transesterifikasi adalah pengeluaran gliserin dari minyak dan mereaksikan asam lemak bebasnya dengan alkohol menjadi metil ester atau biodiesel (Nur dkk, 2014).



Gambar 2.2 Reaksi Transesterifikasi

Sumber : (Nur dkk, 2014)

Reaksi transesterifikasi dipengaruhi beberapa faktor, antara lain adalah waktu reaksi, pengadukan, katalis dan suhu reaksi. Secara umum, untuk reaksi kimia diketahui bahwa semakin lama waktu reaksi maka interaksi antar molekul semakin intensif dan menghasilkan produk yang lebih banyak. Prinsip dasar reaksi ini juga berlaku untuk reaksi transesterifikasi, sehingga faktor ini telah dikaji dalam banyak penelitian.

Biodiesel sendiri memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan bahan bakar fosil, beberapa kelebihan yaitu meliputi biodiesel bahan bakar yang tidak beracun dan mudah untuk terurai, memiliki angka stana yang tinggi, dan ramah terhadap lingkungan. (Nurhayati, 2014). Biodiesel memiliki sifat ramah lingkungan karena dapat menghasilkan emisi gas buang yang lebih baik

dibandingkan dengan bahan bakar mesin diesel. Beberapa kelemahan minyak nabati adalah ketidakstabilannya terhadap oksidasi, sifat pada temperatur rendahnya buruk (Sudradjat, 2007).

Standar mutu biodiesel ditentukan untuk menjamin bahwa biodiesel yang di produksi aman dan layak untuk di jadikan bahan bakar. Berdasarkan Badan Standarisasi Nasional (BSN) melalui Standar Nasional Indonesia (SNI) syarat mutu biodiesel di Indonesia yaitu SNI 7182-2015 seperti yang dapat dilihat pada tabel 2.1

Tabel 2.3 Standar Mutu Biodiesel SNI 7182-2015 (BSBN, 2015)

No	Parameter Uji	Satuan, min / maks	Persyaratan
1.	Massa jenis pada 40 °C	kg/m <sup>3</sup>	850 – 890
2.	Viskositas kinematik pada 40 °C	mm <sup>2</sup> /s (cSt)	2,3 – 6,0
3	Angka setana	Min	51
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C, min	100
5	Angka asam	mg-KOH/g, maks	0,5
6	Gliserol bebas	%-massa, maks	0,02
7	Gliserol total	%-massa, maks	0,24
8	Kadar ester metil	%-massa, min	96,15

### 2.3. Metanol

Proses pembuatan biodiesel dibutuhkan alkohol sebagai salah satu reaktannya. Alkohol dibutuhkan dalam jumlah yang berlebih untuk menggeser keseimbangan reaksi ke arah produk. Oleh karena itu, keberadaan alkohol sangat perlu dalam reaksi esterifikasi maupun transesterifikasi. Metanol adalah jenis alkohol yang paling diminati, karena mempunyai reaktivitas yang paling tinggi di antara jenis yang lainnya. Sifat reaktif metanol terkait dengan rantai atom C yang dimilikinya. Rantai atom C alkohol yang pendek akan memperkecil hambatan sterik pada saat penyerangan gugus karbonil trigliserida berlangsung (Budiman dkk, 2017).

Metanol (CH<sub>3</sub>OH) memiliki tingkat toksisitas yang tinggi, mempunyai densitas sebesar 0,792 g/ml. Titik leleh metanol ialah -104°C dan titik didihnya yaitu 64,7°C Metanol sedikit larut dalam air, eter dan etanol dengan kelarutan kurang dari 10%. Metanol murni sangat mudah terbakar dan pada suhu 330°C tekanan 1 atm metanol berada dalam fase cair (Budiman dkk, 2017).

#### 2.4. Katalis

Katalis adalah zat yang memiliki fungsi untuk mempercepat laju suatu reaksi dan dapat menurunkan kondisi operasi. Katalis menyediakan suatu jalur pilihan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi. Katalis efektif dalam menaikkan laju reaksi, sebab memuat kemungkinan mekanisme, dimana masing-masing mempunyai energi aktivasi yang lebih rendah dibanding proses tanpa katalis. Karena reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi merupakan reaksi yang lambat, Maka diperlukan katalis untuk mempercepat laju reaksi tersebut. Berdasarkan fasanya, katalis dapat dikelompokkan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen yaitu katalis yang berbeda fasa dengan reaktan dan produk reaksinya, dan katalis homogen fasanya sama dengan pereaksinya. Pada katalis homogen, residu katalis sukar untuk dipisahkan dari produk sehingga penggunaan kembali katalis yang sudah dipakai sukar untuk dilakukan. Hal ini menyebabkan kenaikan biaya produksi.

Katalis heterogen biasanya berupa padatan, memiliki pusat aktif yang tidak seragam (Satterfield, 1980). Tidak semua permukaan padatan dapat berfungsi sebagai pusat aktif dan tidak semua pusat aktif memiliki keaktifan yang sama. Bahkan pada keadaan yang terburuk, bagian permukaan yang satu dapat meracuni bagian yang lainnya. Heterogenitas permukaan ini menyebabkan katalis heterogen kurang efektif dibandingkan dengan katalis homogen. Namun katalis heterogen lebih stabil terhadap perlakuan panas, dapat diregenerasi sehingga mengurangi biaya pembelian katalis, proses pemisahannya mudah sehingga mengurangi biaya produksi, mengurangi terbentuknya limbah, sehingga lebih ramah lingkungan (Arita, 2009), menghasilkan ester dan gliserol berkualitas tinggi (Furuta dkk, 2006). Karakteristik katalis heterogen yang dibutuhkan adalah katalis yang mempunyai luas permukaan yang besar (Knozinger, 2008).

Katalis Heterogen tersusun dari tiga komponen yaitu pertama senyawa aktif kedua penyangga dan ketiga promotor. senyawa aktif adalah senyawa yang mengatur terjadinya reaksi kimia pada katalis. Untuk bagian penyangga sendiri memiliki fungsi untuk mendistribusikan senyawa aktif ke pori-pori bahan

penyangga secara merata sehingga terjadi dispersi senyawa aktif yang merata (Nurjanah dkk, 2010). Bagian ketiga yaitu promotor berfungsi untuk meningkatkan aktivitas katalis dan meningkatkan stabilitas termal dan digunakan untuk membantu penyangga dan inti aktif seperti mengontrol stabilitas katalis (Bambang, 2010)

## 2.5. Impregnasi

Impregnasi memiliki pengertian proses penjenjuran zat tertentu secara total. Metode ini sering digunakan untuk mensintesis katalis. Tujuan dari metode ini adalah mengisi pori-pori penyangga dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi logam, yaitu dengan merendam penyangga dalam larutan yang mengandung logam aktif (Dirwan, 2006). Dalam hal ini, penyangga memiliki fungsi sebagai penyedia permukaan yang luas agar lebih mudah menebarkan situs aktif, sehingga permukaan kontakannya lebih luas dan efisien. Bahan penyangga yang sering digunakan sebagai pengemban katalis adalah alumina ( $Al_2O_3$ ), silika-alumina, silika, zeolit dan magnesia (Topsoe et al., 1996 dalam Subagjo, 2005). Prinsip impregnasi adalah memasukkan katalis logam secara paksa ke dalam rongga-rongga pengemban. Impregnasi juga merupakan prosedur yang umum untuk membuat katalis dengan dua logam. Impregnasi dua logam dapat dibuat dengan koimpregnasi yaitu kedua garam logam dimasukkan dalam waktu yang sama 14 atau dengan impregnasi terpisah yaitu garam logam pertama dimasukkan kemudian diikuti garam logam yang kedua. Dalam koimpregnasi, letak dan sifat logam dalam pengemban tergantung pada jenis garam prekursor dan juga kecenderungan untuk membentuk paduan dua komponen (Yusnani, 2008).

Secara umum, impregnasi dibagi menjadi dua, yaitu impregnasi langsung (co-impregnation) dan impregnasi bertahap (sequential). Impregnasi secara langsung memiliki pengertian memasukkan larutan garam logam komponen aktif dan promotor secara bersama-sama dalam pori penyangga. Sedangkan, impregnasi bertahap dilakukan dengan memasukkan larutan garam logam komponen aktif dan promotor secara terpisah. Impregnasi bertahap akan menghasilkan katalis yang memiliki aktivitas lebih tinggi karena tidak dibatasi oleh konsentrasi (Lestari et al., 2006)

www.itk.ac.id

Terdapat tiga macam metode yaitu metode impregnasi kering (*dry impregnation*), metode impregnasi basah (*wet impregnation*) dan metode *incipient wetness impregnation*. Pada impregnasi basah, penambahan jumlah larutan prekursor fasa aktif lebih besar dari 1,5 kali volume pori penyangga. Metode ini dapat menghasilkan deposisi prekursor fasa aktif yang sangat banyak pada bagian luar penyangga setelah dilakukan proses pengeringan dan juga menghasilkan distribusi fasa aktif pada bagian luar penyangga. Pada metode impregnasi kering, penambahan larutan prekursor fasa aktif kurang dari 1,2 kali volume pori penyangga. (Dirwan, 2006 dalam Lestari et al., 2006 ). Pada metode *incipient wetness impregnation* (impregnasi tetes menggantung) sering digunakan untuk katalis heterogen metode sering digunakan karena kesederhanaan teknisnya, biaya yang rendah, dan jumlah limbah yang sedikit dan jumlah larutan prekursor yang digunakan fasa aktif ditambahkan sama dengan jumlah dari volume penyangga. (Kanade dkk, 2005)

## 2.6. Titanium Oksida

TiO<sub>2</sub> adalah salah satu material yang banyak diteliti karena sifatnya yang menarik. Meskipun telah ditemukan lebih dari 200 tahun yang lalu dan telah diteliti sejak 85 tahun yang lalu namun hingga kini penelitian tentang TiO<sub>2</sub> masih aktif dan tetap dikembangkan (Hoffmann et al., 1995). Secara kimia titanium dioksida dituliskan dengan lambang TiO<sub>2</sub>. Senyawa ini biasa digunakan sebagai pigmen pada cat tembok (Braun et al., 1992), tabir surya (Zallen and Moret, 2006) pasta gigi (Yuan and Chen, 2005) solar sel, sensor, perangkat memori serta sebagai fotokatalis.

Titanium oksida memiliki banyak keunggulan dibandingkan bahan semikonduktor yang lainnya, sehingga menjadi perhatian dalam penelitian sebagai fotokatalis. Sifat-sifat tersebut diantaranya, pertama mempunyai pita terlarang (band gap) yang sesuai untuk proses fotokatalis sehingga memudahkan terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan pembentukan hole pada pita valensi saat diinduksikan cahaya ultraviolet. Kedua memiliki aktifitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis lain, seperti: ZnO, CdS, WO<sub>2</sub>, dan SnO<sub>2</sub>. Ketiga mampu menyerap sinar ultraviolet dengan baik. Keempat memiliki

www.itk.ac.id

kestabilan kimia dalam interval pH yang besar (0 sampai 14). Kelima tahan terhadap photodegradasi, Keenam bersifat inert dan tidak larut dalam reaksi baik secara biologis maupun kimia. Dan terakhir tidak beracun. (Tarr, 2003).

## 2.7. Seng Oksida

Seng oksida merupakan senyawa anorganik dengan rumus ZnO, berbentuk bubuk putih jika dingin, kuning jika panas, pahit dan tidak bau. ZnO sulit atau hampir tidak larut dalam air atau alkohol, tetapi larut dalam garam-garam ammonium, asam atau basa dan tidak beracun (Adi dkk, 2007). Pada struktur kristal, ZnO mempunyai sifat piezoelectric dan thermocromic. ZnO merupakan salah satu bahan kandidat yang telah menarik perhatian karena memiliki lebar celah pita energi sebesar 3.37 eV dan energi ikat eksitasi 60 meV pada suhu kamar (Shakti dan Gupta, 2010 dan Khan dkk, 2011).

Keuntungan penggunaan ZnO adalah harganya yang relatif murah, memiliki jumlah yang melimpah, struktur kimia stabil, mudah untuk persiapannya, dan tidak beracun, untuk penggunaan *doping* sendiri banyak digunakan menggunakan bahan ZnO. Senyawa hamper tidak larut dalam air dan alkohol, tetapi dapat larut dalam asam contohnya adalah asam klorida (HCl).

## 2.8. X-ray Diffraction

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu metode karakteristik material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Bahan yang dianalisa adalah tanah halus, homogenized, dan rata-rata komposisi massal ditentukan (Ratnasari, 2009).

Pada saat material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut

sebagai berkas difraksi (Ratnasari, 2009).

Hasil dari penembakan logam dengan elektron energi tertinggi dengan karakterisasi tersebut sinar-X mampu menembus zat padat sehingga dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal. Hamburan sinar ini dihasilkan bila suatu elektron logam ditembak dengan elektron-elektron berkecepatan tinggi dalam tabung hampa udara (Beiser, 1992).

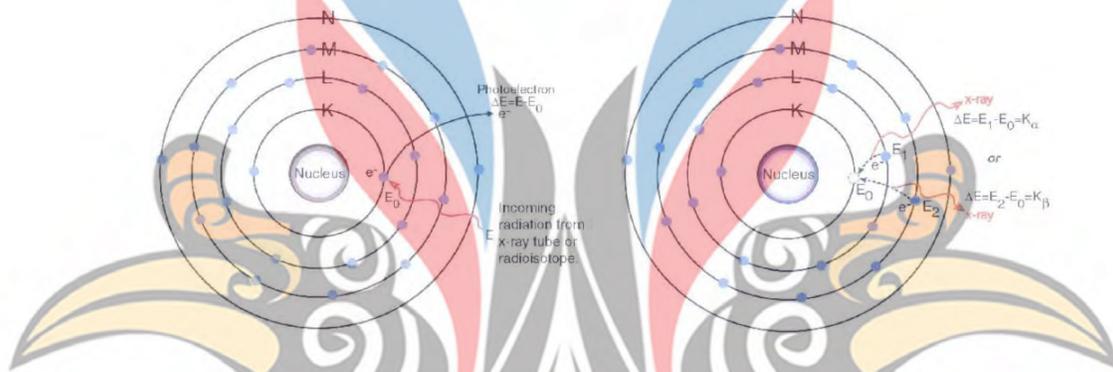
XRD sendiri memiliki prinsip kerja yang dimana seberkas sinar X ditembakkan pada sampel padatan kristalin, maka bidang kristal ini akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak kisi dalam kristal. Kemudian sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, detektor kemudian akan mencatat puncak intensitas yang bersesuaian dengan orde pembiasan (orde-n) yang digunakan, yang kemudian akan ditampilkan dalam bentuk grafik yaitu grafik difraktogram yang merupakan grafik hubungan antara intensitas (cps) dengan  $2\theta$ .

Prinsip kerja XRD secara umum adalah XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan di tabung sinar-X yang berisi katoda memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki objek. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek sehingga dihasilkan pancaran sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik (Ratnasari, 2009).

## 2.9. X-ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan teknik analisis unsur yang membentuk suatu material tersebut dengan dasar interaksi sinar-X dengan material. Teknik ini digunakan untuk mengukur unsur-unsur, terutama yang terdapat dalam batuan atau mineral. Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-x karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-x). Bila energi

sinar tersebut lebih tinggi daripada energi ikat elektron dalam orbit K, L atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-x. Sinar-x yang dihasilkan merupakan suatu gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (discreet) yang berasal dari bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum discreet yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan. Spektrum ini dikenal sebagai spektrum sinar-x karakteristik. Peristiwa tersebut dapat dilihat pada gambar dibawah ini (Rosika K., 2007).



Gambar 2.3 Proses Terjadinya Sinar-X

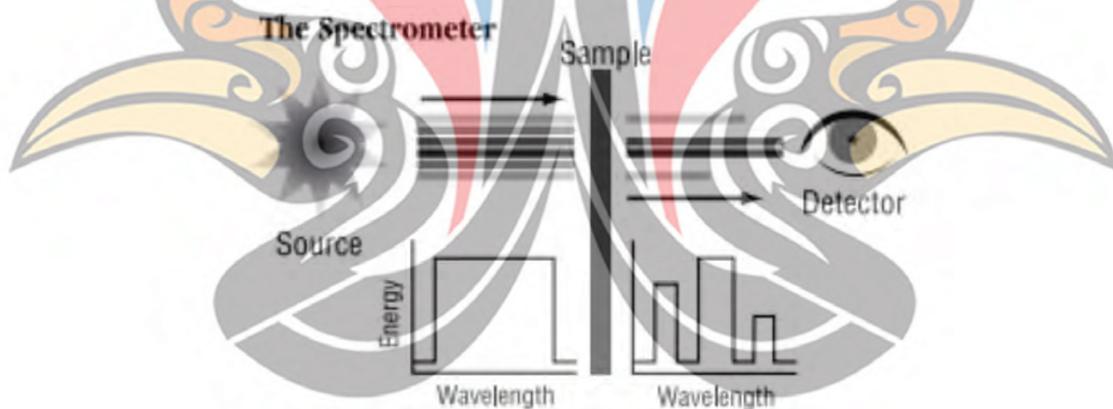
Prinsip kerja alat XRF adalah sebagai berikut : Sinar-X fluoresensi yang dipancarkan oleh sampel dihasilkan dari penyinaran sampel dengan sinar-x primer dari tabung sinar-x (*X-Ray Tube*), yang dibangkitkan dengan energi listrik dari sumber tegangan sebesar 1200 volt. Bila radiasi dari tabung sinar-x mengenai suatu bahan maka elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkat energy yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar-x karakteristik. Sinar-x karakteristik ini ditangkap oleh detektor diubah ke dalam sinyal tegangan (*voltage*), diperkuat oleh Preamp dan dimasukkan ke analizer untuk diolah datanya.

### 2.10. Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FTIR)

FTIR merupakan singkatan dari Forier Transform Infra Red. Dimana FTIR ini adalah teknik yang digunakan untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas atau Raman Scattering dari sampel padat,

cair, dan gas. Karakterisasi dengan menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis-jenis vibrasi antar atom. FTIR juga digunakan untuk menganalisa senyawa organik dan anorganik serta analisa kualitatif dan analisa kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu (Hindrayawati, 2010; Mujiyanti dkk, 2010).

Spectroscopy FTIR menggunakan sistem optik dengan laser yang berfungsi sebagai sumber radiasi yang kemudian diinterferensikan oleh radiasi inframerah agar sinyal radiasi yang diterima oleh detektor memiliki kualitas yang baik dan bersifat utuh (Giwangkara, 2006). Prinsip kerja FTIR berupa infrared yang melewati celah kesampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel. Kemudian beberapa infrared diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar infrared lolos ke detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim kekomputer seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3 dibawah ini (Thermo, 2001)



Gambar 2.4 Skema Prinsip Kerja FTIR

Sumber : (Thermo, 2011)

Analisis menggunakan spektrometer FTIR memiliki beberapa kelebihan utama dibandingkan dengan metode konvensional yaitu: Dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan, sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat dari pada menggunakan cara scanning. Selain FTIR memiliki Sensitivitas sebesar 80-200 kali lebih tinggi dari instrumentasi dispersi standar karena resolusinya lebih tinggi (Razi, 2012). Sensitivitas dari metoda Spektrofotometri FTIR lebih besar dari pada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistem detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (slitless)

(Giwangkara S, 2012).

[www.itk.ac.id](http://www.itk.ac.id)

### **2.11. Penelitian Terdahulu**

Berikut ini merupakan beberapa rangkuman dari penelitian terdahulu yang berkaitan dengan penelitian ini. Pada Tabel 2.4 dan Tabel 2.5 ditampilkan penelitian terdahulu terkait penelitian yang saat ini dilakukan yaitu :



[www.itk.ac.id](http://www.itk.ac.id)

Tabel 2.4 Penelitian Terdahulu Mengenai Aktivasi Zeolit

No	Metode	Hasil	Referensi
1	Aktivasi Secara Kimia	Penambahan HCl dengan konsentrasi 0,1 N; 0,25 N; 0,5 N; 0,75 N; dan 1 N menunjukkan aktivasi dengan HCl 1 N memberikan serpan terbaik.	Aidha, 2013
2	Aktivasi Secara Kimia	Aktivasi dengan perlakuan asam akan meningkatkan karakter rasio Si/Al Zeolit Alam Ponorogo (ZAP) sebesar 21,01% dan Zeolit Alam Wonosobo (ZAW) sebesar 11,42%, meningkatkan luas permukaan ZAP sebesar 1,99% dan ZAW sebesar 2,19%	Heraldly, dkk, 2003
3	Aktivasi Secara Fisik	Pada percobaan ini dihasilkan suhu aktivasi terbaik adalah 300 °C	Kurniasari, dkk, 2011

Tabel 2.5 Penelitian Terdahulu Mengenai Zeolit dan Logam Oksida Sebagai Katalis

No	Metode	Hasil	Referensi
1	Sintesis Ni/Zeolit alam teraktivasi asam sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel	Penambahan logam Ni semakin meningkatkan nilai keasaman katalis hal ini disebabkan logam Ni di dalam katalis meningkatkan daya absorpsi dari katalis tersebut. Ni/Zeolit pada proses trans esterifikasi menghasilkan yield/rendamen yang lebih banyak dari pada tidak menggunakan Ni pada katalis Indeks sentana hasil sintesis biodiesel adalah 59.34 sedangkan batas indek sentana biodiesel yang ditetapkan pemerintah adalah 51 pada penambahan Ni 5%	Gilang, Ramadhani, 2017
2	TiO <sub>2</sub> / Zeolit Sebagai katalis untuk Pembuatan biodiesel	Berdasarkan hasil reaksi transesterifikasi dengan variasi penambahan katalis TiO <sub>2</sub> -K <sub>2</sub> O/Zeolit 10,15,20% di dapatkan yield sebesar 59,602, 66,749, dan 63, 708% dan jumlah penambahan katalis yang optimum adalah 15% dari berat minyak.	Luthfi, 2017