

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Zeolit Alam dan Penyebarannya

Zeolit alam didapatkan sebagai batuan tufa, yang pertama kali ditemukan oleh Baron Axel Cronsted pada tahun 1756 bersama mineral lainnya seperti felspar dan kuarsa, felspar dan kuarsa dalam hal ini merupakan pengotor mineral zeolit<sup>[5]</sup>. Pertama-tama dengan ditemukannya stilbite, kemudian dikembangkan untuk penemuan-penemuan berikutnya. Tahun 1891 ditemukan philipsite didasar pasifik. Sampai sekarang diyakini bahwa zeolit tersedia dalam jumlah yang melimpah. Eksplorasi pada awal 1956 menemukan zeolit hampir terdapat disemua daratan<sup>[11]</sup>.

Enam lingkungan tempat pembentukan zeolit:

1. Danau garam alkali
2. Tanah garam alkali
3. Sedimen dasar laut
4. Endapan pada perairan terbuka
5. Lingkungan akibat perubahan hidrotermal
6. Endapan diagenesis

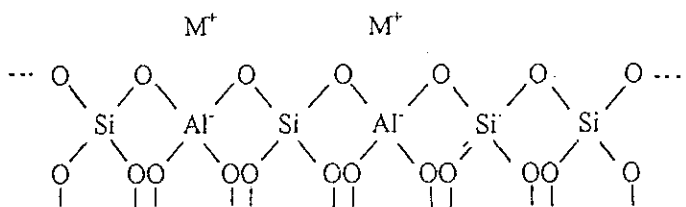
Jenis-jenis atau spesi zeolit yang terdapat dialam ditentukan oleh perbandingan Si dan Al yang bervariasi. Beberapa jenis zeolit yang terdapat di alam diantaranya klinoptilolit, mordenit, heulandit, analime, khabasit dan lain-lain<sup>[3,8,12]</sup>.

Yang diketahui banyak tambang zeolit diantaranya Amerika Serikat (USA), Jepang, Italia, Kuba, Bulgaria, Yugoslavia, Korea, Meksiko, Jerman dan Indonesia.

## 2.2 Struktur Kimia Zeolit

Zeolit memiliki struktur rangka tiga dimensi yang terdiri dari tetrahedra  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$ . Trivalen  $\text{Al}^{3+}$  dalam posisi tetrahedronya membutuhkan adanya penambahan muatan positif logam alkali atau alkali tanah agar terjadi keseimbangan muatan listriknya<sup>[11]</sup>. Kation-kation logam alkali atau alkali tanah untuk keseimbangan muatan listrik tersebut biasanya  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  atau  $\text{Ca}^{2+}$ . Kation-kation tersebut dalam struktur rangka zeolit tidak terikat pada posisi yang tetap, tetapi dapat bergerak bebas dalam rongga-rongga zeolit dan bertindak sebagai “*counter ion*” yang dapat dipertukarkan dengan kation-kation lainnya<sup>[8,12]</sup>. Hal tersebut memungkinkan zeolit berlaku sebagai penukar kation. Pada awalnya zeolit dipandang sebagai molekul yang memiliki struktur terbuka dengan kerangka yang tersusun dari tetrahedra  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{AlO}_4$ , lebih lanjut zeolit ditandai karena kemampuannya melepas dan menyerap air secara reversibel tanpa mengalami perubahan struktur yang berarti<sup>[11]</sup>.

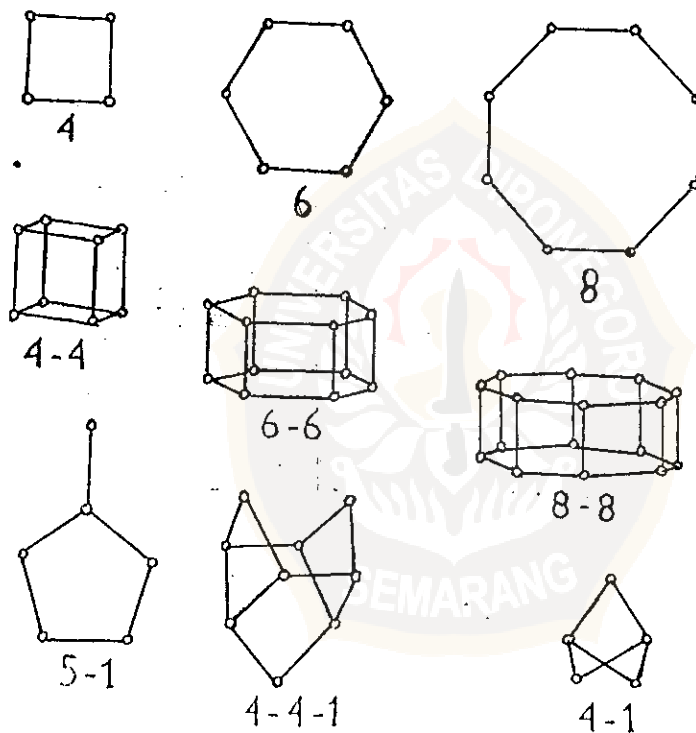
Struktur zeolit dapat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 1. Struktur Zeolit<sup>[11]</sup>

Berdasarkan kombinasi topologi kerangka dan juga satuan bangun sekunder, Bregg membagi struktur zeolit menjadi 3 kelompok besar<sup>[12]</sup>, yaitu:

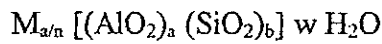
1. Satuan bangun utama / primer / tetrahedra  $TO_4$
2. Satuan bangun sekunder
  - a. Tetrahedra cincin tunggal (S-4, S-5, S-6, S-8, S-10, S-12)
  - b. Tetrahedra cincin ganda (D-4, D-6, D-8)
3. Polihedra simetri / kompleks



Gambar 3. Unit bangunan sekunder dari struktur zeolit.<sup>(4)</sup>

Keterangan : gambar 4,5,8 adalah struktur unit bercincin tunggal, 4-4, 6-6, 8-8 adalah bercincin ganda dan 4-1, 5-1, 4-4-1 adalah kompleks.

Rumus empiris zeolit adalah:



Dimana:

M adalah molekul alkali atau alkali tanah

n adalah valensi dari kation

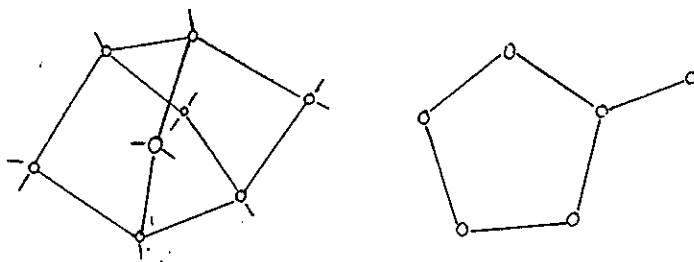
a dan b adalah bilangan struktur

w adalah jumlah molekul air

Jumlah total (a + b) menunjukkan total tetrahedra dalam sel satuan, sedangkan nilai perbandingan b/a biasanya berkisar 1 sampai 5<sup>[3,5,12]</sup>.

Rumus kimia dari klinoptilolit adalah  $(Na_4K_4)(Al_8Si_{40}O_{96}) 24 H_2O$  dengan sistem kristal monoklin, volume total 39,6 %; berat jenis 2,16; diameter saluran  $3,9 \times 5,4 \text{ \AA}$ ; daya pertukaran kation 254 meq/100gram ; sumbu simetri C. Struktur bagian dalam terdiri dari jaringan saluran dan pori yang berukuran maksimal pada ujung membentuk rongga dibagian pusatnya<sup>[4]</sup>.

Rumus kimia dari mordenit adalah  $Na_8(Al_8Si_{40}O_{96}) 24 H_2O$  dengan sistem kristal orthorombik, volume total 28 %, diameter saluran  $2,9 \times 5,7 \text{ \AA}$ . Berdasarkan pengelompokkan Bregg, mordenit termasuk pada kelompok 6 yaitu kompleks S-1 , tetrahedra  $T_8O_{16}$  dan memiliki cincin 6 seperti gambar 3<sup>[4]</sup>,



Gambar 3. Bentuk konfigurasi tetrahedra  $T_8O_{16}$

### 2.3 Sifat Dasar Zeolit

Zeolit banyak digunakan karena beberapa sifat dasar yang dimilikinya sebagai penukar ion. Mineral zeolit mempunyai pori-pori (berupa rongga-rongga yang berhubungan satu dengan yang lain) dengan saluran dalam membentuk kerangka kristal yang ditempati oleh molekul molekul air dan ion-ion logam alkali atau alkali tanah yang ada pada strukturnya. Struktur dan sifat muatan listrik yang dimiliki kristal mineral zeolit menyebabkan mineral ini mempunyai sifat khusus sebagai penyimpan / pengisi molekul air, penukar kation yang mengisi kenegatifan muatan dalam kisi kristal, mudah bereaksi dengan asam dan mengembang bila dipanaskan<sup>[4]</sup>.

Molekul-molekul air yang menyelubungi kation-kation yang berada pada rongga tersebut bersifat labil, mudah terlepas dan akan kembali pada posisi semula dengan perlakuan dehidrasi. Air ini bersifat reversibel, sementara kation-kation yang berada dalam rongga tersebut dapat dipertukarkan dengan kation lain tanpa mengganggu kerangka utama kristalnya<sup>[11]</sup>.

Polaritas yang sangat besar dari mineral zeolit menyebabkan kemampuannya untuk menyerap molekul-molekul gas yang bersifat polar, selain itu mineral ini dapat dipisahkan dari mineral lain yang bersifat nonpolar<sup>[8]</sup>.

Selektifitas pertukaran ion dari mineral zeolit dipengaruhi oleh beberapa faktor :

- pH, disini  $H^+$  bersaing dengan kation
- temperatur

- normalitas larutan
- jenis dan konsentrasi anion
- kation yang bersaing dengan bahan pelarut dan pengompleksi, dalam hal ini kekompleks-an kation  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$  lebih tinggi dari  $\text{Ag}^{+4}$

Zeolit mempunyai struktur yang kuat dan stabil terhadap pengaruh suhu tinggi, oksidasi-reduksi, dan pengaruh hidrasi.

Sifat fisik dan kimia lain dari zeolit adalah ringan, kemampuan menukar ionnya besar, ukuran saluran yang seragam, menghantarkan listrik, mengadsorpsi gas dan uap serta bersifat katalitik<sup>[8]</sup>.

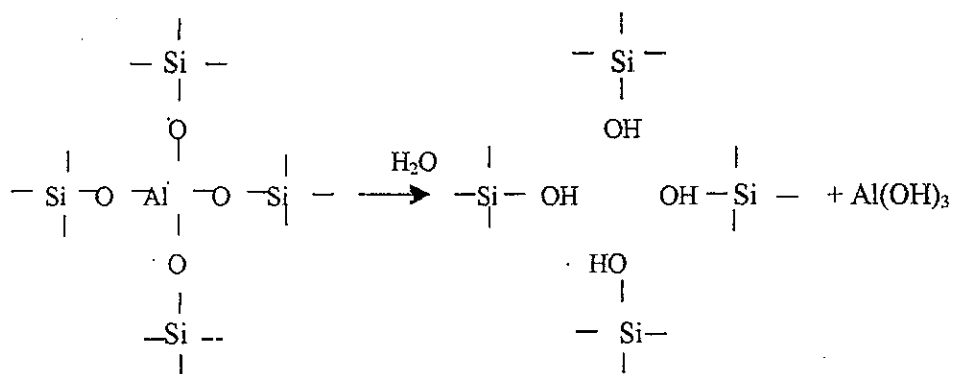
## 2.4. Modifikasi Zeolit

### 2.4.1. Dealuminasi

Dealuminasi merupakan salah satu metode modifikasi zeolit melalui pengurangan aluminium dari kerangka zeolit. Berdasarkan perlakuannya, ada tiga cara dealuminasi yaitu,

#### 1. Metode uap air

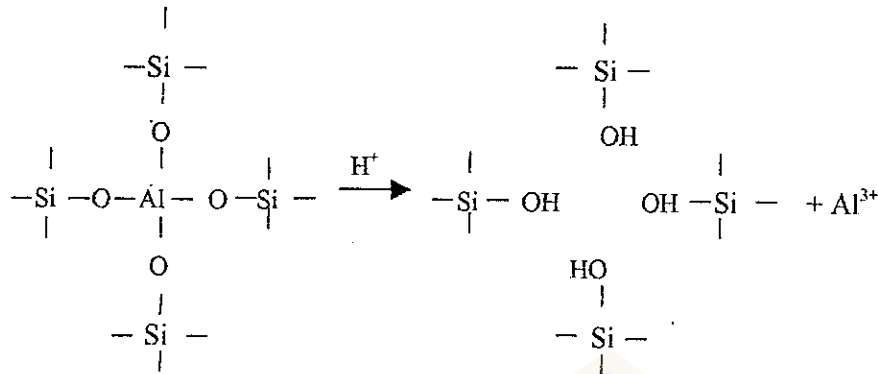
Metode ini disebut juga kalsinasi. Proses ini terdiri dari hidrolisa ikatan Si – O – Al pada suhu tinggi.



## 2. Perlakuan dengan asam

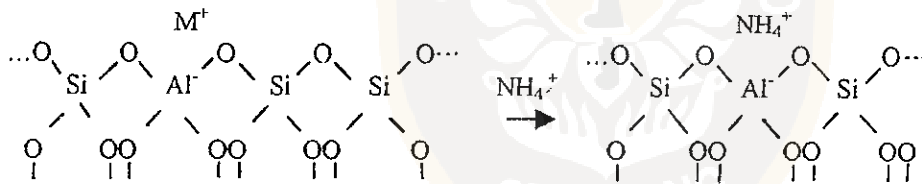
Pada cara ini dealuminasi dapat dilakukan dengan :

- Reaksi zeolit dengan reagen yang cocok pada fasa cair
- Reaksi zeolit dengan reagen pada fasa uap dan suhu tinggi

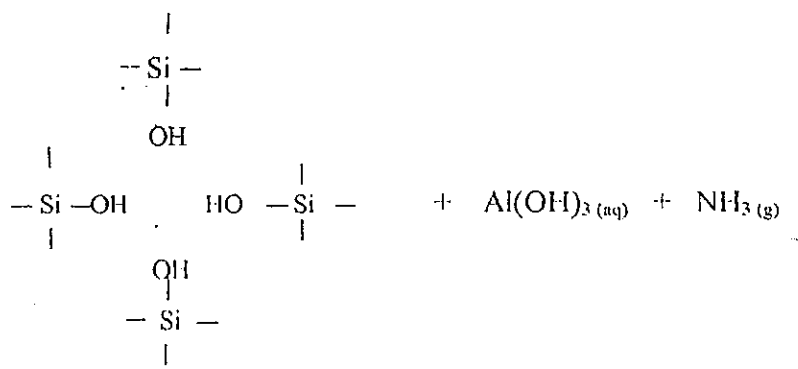


## 3. Perlakuan dengan garam

Misalnya dengan ammonium nitrat, mekanismenya sebagai berikut:



Dilanjutkan dengan pemanasan dibawah suhu 500°C



#### 4. Kombinasi dengan garam

Mekanisme yang terjadi adalah gabungan dari nomor 2 dan 3. Pertama kali atom aluminium lepas dari kerangka dan masuk ke dalam rongga zeolit. Selanjutnya aluminium akan larut dalam pencucian.

Zeolit dapat digolongkan kedalam 4 golongan ditinjau dari rasio Si/Al<sup>[5]</sup>, yaitu

##### a. Zeolit silika rendah

Zeolit ini hampir jenuh oleh aluminium dalam kerangkanya dengan perbandingan Si/Al yang mendekati satu. Bentuk kerangka molekul merupakan tetrahedra aluminosilikat, banyak mengandung penukar kation. Kedua sifat ini menimbulkan permukaan yang sangat heterogen, sangat selektif untuk air, senyawa polar dan berguna untuk pengeringan dan pemurnian. Volume pori-pori dapat mencapai 0,5 cm<sup>3</sup>/ volume zeolit(cm<sup>3</sup>).

##### b. Zeolit silika sedang

Zeolit jenis ini lebih stabil terhadap panas dan asam daripada zeolit silika rendah dan mempunyai rasio Si/Al = 5. Permukaannya masih heterogen dan sangat selektif terhadap air dan molekul polar lainnya.

##### c. Zeolit silika tinggi

Zeolit ini mempunyai rasio Si/Al antara 10-100 bahkan lebih. Permukaannya mempunyai karakteristik lebih homogen dan selektif terhadap molekul organofilik. Zeolit ini sangat kuat untuk menyerap molekul-molekul organik yang rendah kepolarannya dan hanya sedikit bereaksi dengan air dan molekul yang kepolarannya tinggi.

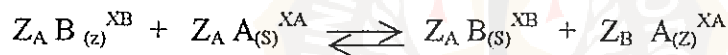


d. Zeolit Si

Zeolit silika tidak mengandung aluminium atau kation yang bersifat organofilik dan hidrofobik yang mampu memisahkan molekul-molekul organik dari air.

#### 2.4.2. Pertukaran Kation

Untuk mordenit umumnya terdapat dalam bentuk Na/Ca-mordenit, melalui proses pertukaran kation yaitu dengan memperlakukan Na/Ca-mordenit dengan ammonium nitrat ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) dan dilanjutkan dengan kalsinasi akan diperoleh H-mordenit. Proses pertukaran ion pada zeolit pada prinsipnya adalah menukar ion yang terdapat di luar kerangka dengan kation yang terdapat pada larutan. Larutan dan zeolit akan mengalami kesetimbangan<sup>[8]</sup>.



dimana:

XA, XB adalah muatan kation A, B yang dipertukarkan

(Z),(S) adalah zeolit dan larutan

pertukaran ini tidak sempurna, kecuali digunakan larutan yang sangat berlebih atau temperatur sistem dinaikkan untuk menggerakkan kesetimbangan kearah kanan untuk temperatur konstan.

## 2.5. Karakterisasi Zeolit

### 2.5.1. Difraksi Sinar X

Sinar X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang antara  $0,5 - 2,5 \text{ \AA}$ , karena harga panjang gelombang ini sama dengan jarak antar bidang dalam kristal, maka sinar X ini banyak digunakan untuk mempelajari struktur kristal bahan yaitu dengan teknik difraksi sinar X<sup>[10]</sup>. Difraksi Sinar X Serbuk (powder XRD) merupakan metode yang penting dalam karakterisasi kualitatif dan kuantitatif untuk zeolit. Teknik ini sering digunakan sebagai cara untuk identifikasi kualitatif zeolit karena pola XRD dari zeolit khusus dapat dianggap sebagai “sidik jari” yang dapat memberikan informasi lebih lanjut, fasa kemurnian, perubahan kisi dengan merubah komposisi dan memungkinkan untuk memperkirakan pengaruh orientasi molekul yang lebih disukai, indeks pola difraksi serta untuk mengevaluasi latar belakang dan pengaruh perluasan garis<sup>[3]</sup>.

Pola difraksi adalah plot dari intensitas sinar terdifraksi yang mewakili indeks Miller sebagai fungsi dari  $2\theta$ , dimana  $\theta$  adalah sudut difraksi yang memenuhi persamaan Bragg<sup>[10]</sup>,

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

dimana:

$\lambda$  adalah panjang gelombang sinar X

$d$  adalah jarak antar atom pada kisi kristal

$\theta$  adalah sudut antara berkas sinar X dengan bidang kristal

$n$  adalah orde reaksi

Ketika sampel serbuk dianalisa, teknik difraksi hanya akan dapat membaca struktur. Perubahan jarak pada rangka akan mempengaruhi posisi puncak difraktogram, misalnya penggantian ikatan Al – O (1,69 Å) dengan ikatan Si – O (1,61Å) yang lebih pendek akan menyebabkan pengkerutan dari satuan sel. Pengkerutan ini akan memperkecil harga d dan merubah puncak difraksi ke arah harga 2θ yang lebih besar. Dalam zeolit intensitas puncak sudut rendah bergantung pada kandungan air dalam intra kristal. Puncak sudut rendah biasanya akan menurun intensitasnya dengan hidrasi. Zeolit alam dan kristalin mempunyai difraktogram dengan puncak yang sempit, rata dan garis dasarnya rendah<sup>[3]</sup>.

Analisa sampel zeolit dengan Difraksi Sinar X dimaksudkan untuk mengetahui jenis mineral komponen penyusun dan kristalinitas sampel sebelum dan sesudah perlakuan. Pada difraktogram terlihat adanya puncak-puncak pada berbagai sudut difraksi (2θ), dari puncak-puncak difraktogram tersebut dikonversikan ke harga d yang selanjutnya dicocokkan dengan ASTM masing-masing dari kristal penyusun zeolit<sup>[3]</sup>.

Pengukuran kristalinitas dilakukan melalui perbandingan antara jumlah beberapa tinggi puncak sampel terhadap jumlah beberapa tinggi puncak standar. Dinyatakan sebagai berikut<sup>[8]</sup>:

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{\sum P_{is}}{\sum P_{ist}}$$

dimana:

i adalah bilangan bulat

P adalah tinggi puncak yang dipilih

S dan  $s_t$  masing-masing adalah sampel dan standar

### a. Faktor Struktur

Resultan panjang gelombang yang dihamburkan oleh semua atom dalam satuan sel disebut dengan faktor struktur (F), F diperoleh dengan memasukkan semua harga panjang gelombang terhambur dari atom tunggal. Bila satuan sel disusun oleh atom-atom 1, 2, 3, ..., n dengan fraksi koordinasi  $u_1v_1w_1, u_2v_2w_2, u_3v_3w_3, \dots, u_nv_nw_n$  dan faktor hamburan atom  $f_1, f_2, f_3, \dots, f_n$  maka faktor struktur untuk pantulan/refleksi h k l adalah<sup>[2]</sup>:

$$F = f_1 e^{2\pi i(hu_1 + kv_1 + lw_1)} + f_2 e^{2\pi i(hu_2 + kv_2 + lw_2)} + f_3 e^{2\pi i(hu_3 + kv_3 + lw_3)} + \dots$$

atau

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)}$$

F, pada umumnya merupakan bilangan kompleks yang mengungkapkan amplitudo dan fasa resultan panjang gelombang. Persamaan diatas bisa diterapkan dengan menyelesaikan beberapa contoh fakta seperti berikut ini,

- a. Contoh sederhana untuk satuan sel yang hanya berasal dari 1 atom, yang mempunyai fraksi koordinasi 0 0 0, maka

$$F = f e^{2\pi i(0)} = f$$

$$F^2 = f^2$$

$F^2$  tidak tergantung pada h, k, dan l dalam setiap refleksi yang sama

- b. Sel pusat dasar ( based centered cel ), yang mempunyai 2 atom dalam kedudukan yang sama tiap unit sel pada  $0\ 0\ 0$  dan  $\frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ 0$ , maka

$$F = f e^{2\pi i(0)} + f e^{2\pi i(h/2 + k/2)}$$

$$F = f [1 + e^{2\pi i(h+k)}]$$

Bila  $(h+k)$  selalu berbentuk integral dan  $F$  adalah riil(bukan kompleks), maka persamaan diatas bisa dihitung tanpa perkalian dengan kompleks konjugasi. Bila  $h$  dan  $k$  keduanya ganjil atau keduanya genap menghasilkan jumlah genap dan  $e^{2\pi i(h+k)}$  bernilai 1, maka

$$F = 2 f$$

$$F^2 = 4f^2$$

Bila  $h$  dan  $k$  salah satunya genap dan yang lain ganjil, menghasilkan jumlah ganjil,  $e^{2\pi i(h+k)}$  bernilai  $-1$ , maka

$$F = 0$$

$$F^2 = 0$$

Dalam hal ini, untuk setiap keadaan harga  $1$  tidak berpengaruh dalam struktur faktor, misal dalam refleksi  $111$ ,  $112$ ,  $113$  atau  $021$ ,  $022$ ,  $023$  semua mempunyai harga  $F$  yang sama yaitu  $2f$ , sama halnya dengan refleksi  $011$ ,  $012$ ,  $013$  dan  $101$ ,  $102$ ,  $103$  semua mempunyai harga  $F = 0$

- c. Untuk sel pusat badan ( Body Center Cel), mempunyai 2 atom yang sama pada kedudukan  $000$  dan  $\frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}$ , maka

$$F = f e^{2\pi i(0)} + f e^{2\pi i(h/2 + k/2 + l/2)}$$

$$F = f [ 1 + e^{2\pi i(h+k+l)} ]$$

bila ( h + k + l ) adalah genap

$$F = 2f$$

$$F^2 = 4f^2$$

Bila ( h + k + l ) adalah ganjil

$$F = 0$$

$$F^2 = 0$$

Berdasarkan hasil persamaan ini dan dari geometrinya dapat diketahui bahwa sel pusat dasar menghasilkan refleksi 001 tetapi sel pusat badan tidak dapat menghasilkan refleksi 001

- e. Sel pusat muka ( Face Centered Cel ), dianggap FCC disusun oleh 4 atom dalam kedudukan yang sam pada 000,  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$ ,  $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}$  dan  $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ , maka

$$F = f e^{2\pi i(0)} + f e^{2\pi i(h/2 + k/2)} + f e^{2\pi i(h/2 + l/2)} + f e^{2\pi i(k/2 + l/2)}$$

$$= f [ 1 + e^{\pi i(h+k)} + e^{\pi i(h+l)} + e^{\pi i(k+l)} ]$$

jika h, k dan l tidak bervariasi, kemudian jumlah ketiga eksponensial adalah bilangan bulat genap dan masing-masing faktor mempunyai harga 1, maka

$$F = 4 f$$

$$F^2 = 16 f^2$$

Jika  $h$ ,  $k$  dan  $l$  bervariasi, kemudian ketiga eksponensial berharga – 1, baik 2 ganjil dan salah satu genap atau 2 genap dan salah satu ganjil. Bila diambil untuk  $h$  dan  $l$  genap dan  $k$  ganjil

$$F = f(1 - 1 + 1 - 1)$$

$$= 0 \text{ (tidak menghasilkan refleksi)}$$

$F = 0$  untuk harga yang bervariasi

$$F^2 = 0$$

Dalam hal ini refleksi terjadi pada bidang seperti 111, 200, dan 220 tetapi tidak terjadi pada bidang 100, 210 dan 112.

Berdasarkan penjabaran diatas, diketahui bahwa faktor struktur bergantung pada bentuk dan ukuran sel, sebagai contoh beberapa sel pusat badan akan kehilangan refleksi bidang apabila indeks  $(h + k + l)$  berharga ganjil, baik kubik, tetragonal maupun orthorombik (tabel 1)<sup>[2]</sup>

Tabel 1.

Pola-pola geometri Bravais	Ada refleksi	Tidak ada ferleksi
Sederhana	semua	-
Pusat dasar	$h$ dan $k$ tdk bervariasi	$h$ dan $k$ bervariasi
Pusat badan	$(h + k + l)$ genap	$(h + k + l)$ ganjil
Pusat muka	$h$ , $k$ dan $l$ tdk bervariasi	$h$ , $k$ dan $l$ bervariasi

## b. Karakteristik Spektrum

Pada saat tegangan (voltage) dalam tabung sinar X diatas titik kritis logam sasaran, maka intensitas maksimum yang tajam muncul pada  $\lambda$  tertentu, melapis

keatas pada spektrum kontinu. Ketika spektrum sempit dan  $\lambda$  spesifik untuk logam sasaran, keadaan itu disebut “ garis karakteristik/ characteristic lines”. Garis-garis ini turun dalam beberapa keadaan, berkaitan dengan keadaan K, L, M, ..., dst. Dengan kenaikan panjang gelombang, seluruh garis bersamaan menyusun “spektrum karakteristik” dari logam yang digunakan sebagai sasaran. Untuk molybdenum, garis K muncul pada  $\lambda \pm 0,7 \text{ \AA}$ , garis L pada  $\pm 5 \text{ \AA}$ , sedangkan M akan muncul pada daerah yang lebih tinggi lagi. Secara umum, hanya garis K yang berfungsi dalam difraksi sinar X. Garis dengan panjang gelombang yang lebih besar akan dengan mudah diserap. Terdapat beberapa keadaan untuk garis K, tetapi hanya 3 keadaan yang paling kuat yang teramati pada kondisi difraksi normal. Berikut ini harga  $\lambda$  pada keadaan  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ , dan  $K\beta_1$  untuk molybdenum<sup>[2]</sup>:

$$K\alpha_1 = 0,70926 \text{ \AA}$$

$$K\alpha_2 = 0,71354 \text{ \AA}$$

$$K\beta_1 = 0,63225 \text{ \AA}$$

$\alpha_1$  dan  $\alpha_2$  mempunyai panjang gelombang yang hampir sama sehingga hampir tidak dapat dipisahkan menjadi garis terpisah, bila terpisah keadaan itu disebut dengan  $K_\alpha$  doublet, jika tidak terpisah cukup dikatakan dengan  $K_\alpha$  ( panjang gelombang  $K_\alpha$  doublet tak terpisah disusun dari harga rata-rata dari panjang gelombang komponen penyusunnya, dimana  $K_{\alpha_1}$  2x lebih besar dari  $K_{\alpha_2}$  bila kekuatannya 2x lebih besar, jadi panjang gelombang molybdenum untuk garis  $K_\alpha$  tak terpisah adalah  $1/3 ( 2 \times 0,70926 + 0,71354 ) = 0,71069 \text{ \AA}$ . Demikian juga dengan  $K\beta_1$



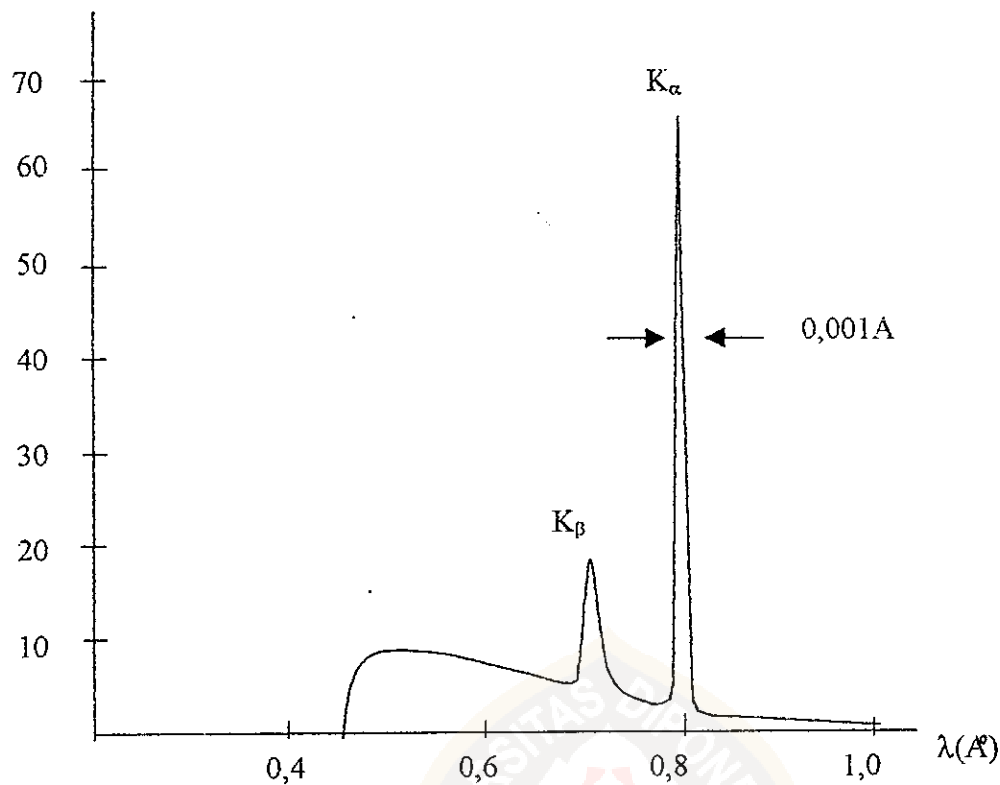
hanya disebut dengan  $K_{\beta}$ . Walaupun rasio intensitas  $K_{\alpha 1}$  dengan  $K_{\beta}$  tergantung pada nomor atom tetapi harga rata-rata berkisar  $5/1$ <sup>[2]</sup>.

Intensitas dari beberapa garis karakteristik terukur dalam spektrum kontinu, tergantung pada arus tabung ( $i$ ) dan jumlah total dari tegangan yang dipakai ( $V$ ) yang melebihi tegangan kritis eksitasi untuk garis itu. Untuk garis K, intensitas diberikan oleh persamaan:

$$I_K = B i (V - V_K)^n$$

Dimana B adalah konstanta kesetimbangan,  $V_K$  adalah tegangan eksitasi garis K dan n adalah konstanta yang besarnya  $\pm 1,5$ .

Intensitas garis karakteristik bisa menjadi sangat kuat, sebagai contoh, radiasi dari tembaga (Cu) yang dioperasikan pada 30 KV, garis  $K_{\alpha}$  mempunyai intensitas sekitar 90 x dari pada dalam panjang gelombang yang berdekatan dalam spektrum kontinu. Disamping menjadi sangat kuat, juga menjadi sangat sempit, kebanyakan kurang dari  $0,001 \text{ \AA}$  diukur pada setengah intensitas maksimalnya (gambar 4), keberadaan garis  $K_{\alpha}$  yang kuat dan tajam ini menyebabkan difraksi sinar X banyak ketepatannya, sehingga banyak percobaan difraksi menggunakan radiasi monokromatik atau radiasi monokromatik perkiraan<sup>[2]</sup>.



Gambar 4. Spektrum Molybdenum pada 35 KV

### 2.5.2. Luas Permukaan

Metode yang paling umum untuk menentukan luas permukaan zat padat adalah dengan adsorpsi isoteremis. Adsorpsi ini terjadi karena adanya gaya interaksi molekul. Branauer, Emmet dan Teller telah menurunkan persamaan yang sangat berguna untuk mendapat luas permukaan, yaitu<sup>[8]</sup>.

$$\frac{P/P_0}{V_a(1-P/P_0)} = \frac{1}{V_m C} + \left\{ \frac{C-1}{C} \times \frac{(P/P_0)}{V_m} \right\}$$

dimana:

$V_a$  adalah volume yang terserap

T adalah suhu

$P_0$  adalah tekanan gas pada suhu T

$V_m$  adalah volume monolayer gas yang terserap

C adalah konstanta

Selanjutnya luas permukaan diperoleh melalui persamaan<sup>[81]</sup>:

$$S = \frac{V_m}{22,4} \times N \times t \times 10^{-28}$$

dimana:

N adalah bilangan avogadro

t adalah luas permukaan molekul terserap

(0,162 m<sup>2</sup> untuk nitrogen cair pada 77 K)

### 2.5.3. Spektroskopi Serapan Atom (AAS)

Spektroskopi Serapan Atom merupakan salah satu teknik analisa penentuan unsur dengan ketelitian dan kecepatan yang cukup baik. Analisa AAS menjadi teknik yang sangat canggih disebabkan diantaranya oleh kecepatan analisisnya, ketelitiannya sampai tingkat runtu (sampai pada konsentrasi ppb( $\mu$  g/L)) dan tidak memerlukan pemisahan pendahuluan. AAS dapat digunakan sampai 61 logam.

Beberapa keuntungan AAS dibanding emisi nyala:

1. Karena absorpsi tergantung pada populasi keadaan dasar, maka kepekaan mungkin lebih tinggi untuk unsur yang sukar tereksitasi.

2. Populasi keadaan dasar jauh kurang peka terhadap suhu nyala daripada populasi tereksitasi.
3. Interferensi dari garis-garis spektrum dan unsur-unsur lain dan emisi latar belakang nyala diperkecil dengan teknik pemantul sinar cahaya<sup>[15]</sup>.

Metode AAS berdasarkan pada adsorpsi cahaya oleh atom, atom-atom mengalami transisi bila menyerap energi. Jumlah energi yang diserap untuk transisi diantara dua tingkat energi, misalnya  $E_0$  ke  $E_1$  ditentukan dengan persamaan Bohr<sup>[9]</sup>:

$$E_1 - E_0 = \Delta E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

dimana:

$h$  adalah tetapan Planc

$\nu$  adalah frekuensi radiasi

$c$  adalah kecepatan cahaya

$\lambda$  adalah panjang gelombang

Hubungan jumlah atom diantara tingkat energi dasar dengan tingkat energi tereksitasi dinyatakan dengan persamaan Maxwell-Boltzmann,

$$\frac{N_j}{N_0} = \frac{P_j}{P_0} \exp\left[-\frac{E_j}{kT}\right]$$

dimana:

$N_j$  adalah jumlah atom tereksitasi

$N_0$  adalah jumlah atom pada keadaan dasar

$k$  adalah tetapan Boltzmann

T adalah temperatur absolut

$E_j$  adalah perbedaan energi tingkat eksitasi dengan tingkat dasar

$P_j$  dan  $P_0$  masing-masing adalah faktor statistik yang ditentukan oleh banyaknya tingkat yang mempunyai energi setara pada masing-masing tingkat kuantum

Intensitas dinyatakan dalam absorbansi (A) yang dirumuskan ,

$$A = \log \frac{P_0}{P}$$

dimana:

A adalah absorbansi

$P_0$  adalah intensitas cahaya yang masuk

P adalah intensitas cahaya yang diteruskan

Absorbansi berhubungan linier dengan konsentrasi analit dalam sampel, yang dinyatakan dalam hukum Beer sebagai berikut:

$$C = \frac{A}{k}$$

Dimana:

C adalah konsentrasi

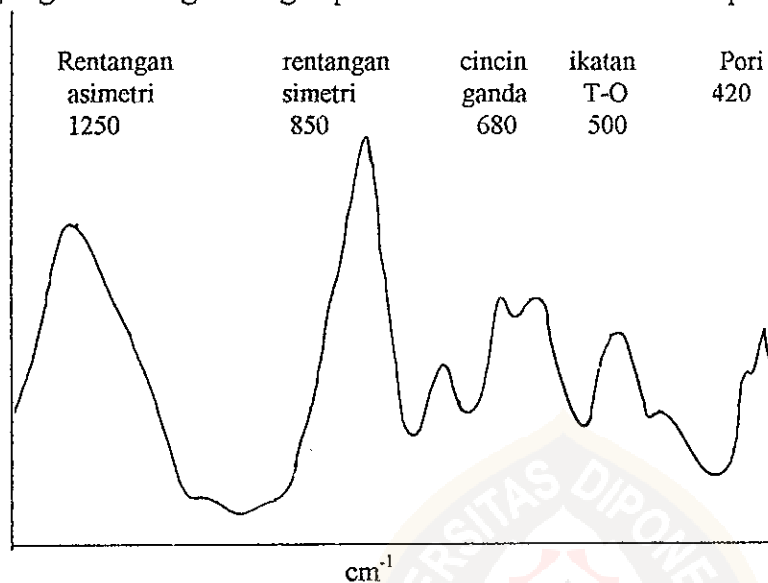
A adalah absorbansi

k adalah suatu tetapan khas dari bahan larutan<sup>[9]</sup>

#### 2.5.4. Spektra Infra Merah (IR)

Spektra infra merah khususnya tipe transformasi (FTIR) merupakan salah satu metode yang cukup penting untuk mengkarakterisasi struktur rangka zeolit.

Spektra khusus terdapat pada daerah infra merah sedang yaitu pada bilangan 400-800  $\text{cm}^{-1}$ . Spektrum vibrasi infra merah sedang diklasifikasikan menjadi dua yaitu vibrasi internal yang berhubungan dengan komposisi dari rangka dan vibrasi internal yang berhubungan dengan posisi simetri tetrahedra dalam polihedra.



Gambar 5. Spektra IR Zeolit<sup>[3]</sup>

Karena zeolit memiliki spektra yang spesifik, maka hal ini dapat dijadikan untuk mengidentifikasi sifat-sifat zeolit. Secara umum zeolit memiliki model spektrum yang spesifik seperti terlihat dalam gambar 5.

Dari beberapa pita serapan yang terdapat dalam gambar 5, terdapat dua pita spektra yang berlaku untuk semua kelompok zeolit, yaitu pada daerah 950 – 1250  $\text{cm}^{-1}$  dan 420 – 500  $\text{cm}^{-1}$ . Kedua daerah tersebut menunjukkan adanya rentangan simetri ikatan T-O. Semua daerah yang dipengaruhi vibrasi internal akan sensitif terhadap struktur dan kerangka, dengan bertambahnya kandungan Si, maka intensitas pada frekuensi 585  $\text{cm}^{-1}$  akan menurun dan bergeser ke arah frekuensi yang lebih tinggi<sup>[4]</sup>.