BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1. KATALIS

Katalis adalah zat yang dapat meningkatkan laju reaksi dan didapatkan kembali tanpa mengalami perubahan pada akhir reaksi. Fungsi umum katalis adalah memberikan mekanisme alternatif pada reaksi reaktan menjadi produk. Mekanisme alternatif ini memiliki energi aktivitas lebih rendah sehingga reaksi dengan kehadiran katalis lebih cepat[12]. Umtuk menggambarkan keadaan ini maka dapat dimisalkan suatu reaksi sederhana.

$$A \longrightarrow B$$

Persamaan laju reaksi tersebut:

$$r = k\,[A]^n \qquad (2.1)$$

dimana: r adalah laju reaksi, k adalah tetapan laju reaksi, A adalah konsentrasi reaktan, dan n adalah orde reaksi.

Umumnya konstanta laju meningkat dengan meningkatnya temperatur. Hubungan kuantitatif tetapan laju reaksi (k) dan suhu dinyatakan oleh persamaan Arhenius sebagai berikut:

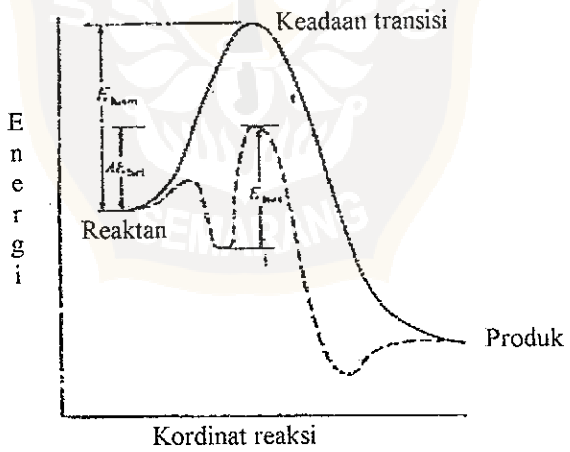
$$k = A \text{ eksp } (-Ea/RT) \qquad (2.2)$$

Dimana: A adalah faktor frekuensi, Ea adalah energi aktivasi, R adalah tetapan gas umum, dan T adalah suhu (K).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Berdasarkan fasa dari reaktan dengan katalis maka katalis digolongkan menjadi dua macam yaitu katalis homogen dan heterogen. **Katalis homogen** adalah katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan fasa reaktannya sedangkan **katalis heterogen** adalah katalis yang mempunyai fasa yang berbeda dengan fasa reaktannya[13].

Pada katalis homogen, katalis bergabung secara kimia dengan salah satu reaktan untuk membentuk senyawa yang bereaksi cepat sehingga membentuk produk. Pada katalis heterogen peningkatan laju reaksi adalah hasil dari reaksi permukaan yang memiliki energi aktivasi lebih rendah dibanding reaksi homogen. Tahapan mekanisme reaksi permukaan pada katalis heterogen[11] adalah: difusi rektan pada permukaan, adsorpsi reaktan pada permukaan, reaksi pada permukaan, adsorpsi produk, difusi produk pada permukaan.



Gambar 2.1. Skema reaksi katalis homogen dan heterogen[8]

Kebanyakan katalis yang digunakan tersusun atas spesies katalitik aktif terdispersi pada material pengemban innert. Sifat dari pengemban mempengaruhi stabilitas dan aktivitas dari katalis[14].

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Sistem katalis heterogen yang merupakan katalis logam dengan pengemban telah banyak digunakan dalam reksi kimia seperti reaksi reforming, hidrogenasi dan oksidasi. Logam aktif sebagai komponen utama yang banyak digunakan umumnya merupakan unsur golongan transisi/peralihan. Unsur-unsur dalam kelompok ini mempunyai kemiripan satu dengan yang lain, baik secara kimia ataupun fisika. Bilangan oksidasi unsur-unsur peralihan bervariasi dan senyawaanya berwarna-warni cerah[14]. Salah satu golongan peralihan adalah logam platina yang memiliki konfigurasi: $_{78}Pt = (Xe)\ 4f^{14}\ 5d^{9}\ 6s^{1}$.

Sifat-sifat kimia dan fisika dari unsur golongan transisi ditentukan oleh tidak penuhnya elektron pada orbital d. Di dalam reaksi katalitik fungsi penting dari logam transisi adalah mengatomisasi molekul-molekul diatomik dan kemudian memberikan atom tersebut ke reaktan lain atau intermediet-intermediet reaksi[15].

Sisi aktif dari katalis heterogen terdapat pada permukaannya, kebanyakan katalis memiliki luas permukaan aktif katalitik terbuka dan besar pada suatu reaksi. Salah satu cara memaksimalkan permukaan aktif katalis adalah membentuknya ke dalam bubuk halus. Meskipun demikian pada pemanasan lanjut menghasilkan sintering/anglomerasi dari partikulat kecil menjadi besar yang menyebabkan katalis menjadi kurang efisien dan tidak menguntungkan.

Penambahan promotor pada sistem katalis logam pengemban merupakan upaya untuk meningkatkan kemampuan katalis[16]. Promotor adalah substansi yang apabila berdiri sendiri tidak mempunyai fungsi katalitik, tetapi bila

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

ditambahkan pada katalis tertentu dapat meningkatkan aktivitas katalitiknya. Jenis promotor dibedakan menjadi dua yaitu:

1. **Promotor elektronik**, promotor ini berperan memberikan suplai elektron ke logam aktif sehingg katalis menjadi lebih reaktif.
2. **Promotor struktural**, promotor ini membantu mendorong terbentuknya struktur katalis yang diharapkan[16].

Promotor yang dapat berpengaruh pada umur katalis biasanya merupakan oksida dari logam transisi (V, Nb, Ta, Th, dan Ce). Penggunaan promotor pada katalis palladium, platina, rhodium atau tembaga terbukti sangat menguntungkan[17].

II.2. ZEOLIT

Zeolit pertama kali ditemukan pada tahun 1756 oleh Cronsted, seorang ahli mineralogi Swedia. Nama zeolit berasal dari dua kata dalam bahasa Yunani yaitu "zein" berarti mendidih dan "lithos" berarti batuan. Disebut demikian karena mineral ini mempunyai sifat mendidih atau mengembang apabila dipanaskan[5].

Zeolit mempunyai struktur berongga dan biasanya rongga ini diisi oleh air atau kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori tertentu. Oleh sebab itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molekuler, penukar ion, penyerap bahan dan katalisator.

Secara umum zeolit dapat dibedakan menjadi dua yaitu **zeolit alam** dan **zeolit sintesis**. Zeolit alam terbentuk dari reaksi antara batuan tufa asam berbutir halus bersifat riolitis dengan air pori atau air meteorik, sedangkan zeolit sintesis

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

dibuat dengan bahan utama silika dan alumina yang terdapat dalam bentuk aktif[5,9,19]. Kandungan air yang terperangkap dalam rongga zeolit biasanya berkisar antara 10 - 35 %. Sifat umum daari zeoli antara lain mempunyai susunan kristal yang agak lunak, berat jenis antara 2 – 2,4, berwarna kebiruan, putih, dan coklat[5]. Ukuran pori zeolit menentukan ukuran logam yang diadsorpsi. Proses reduksi mempengaruhi lokasi logam pada zeolit[19,20].

II.2.1. Struktur Zeolit

Zeolit merupakan mineral alumina silika terhidrat dengan struktur tiga dimensi tetrahedral tersusun atas unit–unit tetrahedral SiO_4 dan AlO_4^- yang saling berhubungan melalui oksigen[19]. Untuk menggambarkan hubungan antara komposisi kimia dan strukturnya, zeolit alam dirumuskan secara empiris sebagai berikut:

$$M_{x/n}[(AlO_4)_x.(SiO_4)_y]\ zH_2O \qquad (2.3)$$

$M_{x/n}$ = kation bermuatan n yang dapat dipertukarkan

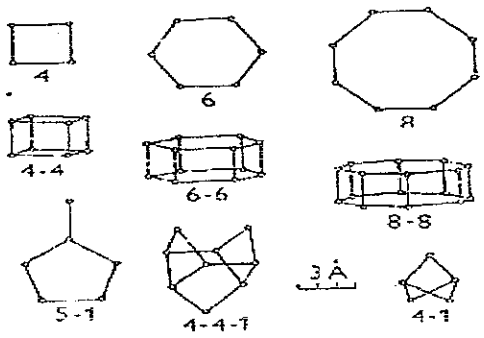
[ ] = kerangka aluminasilikat

x = jumlah AlO_4^-

y = jumlah SiO_4, y>x

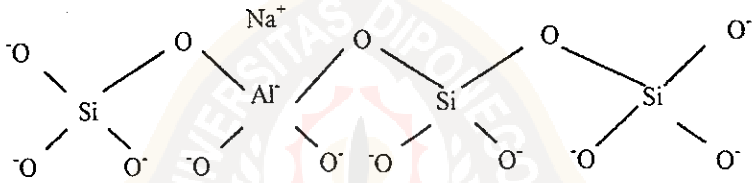
Unit bangun primer dari zeolit yaitu SiO_4 dan AlO_4^- membentuk konfigurasi tetrahedral sederhana yang menghasilkan unit pembangunan sekunder (SBU). Dari beberapa SBU ini kerangka zeolit terbentuk dengan struktur tertentu[5].

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Gambar 2.2. Unit Bangun Sekunder (SBU) zeolit

Kerangka zeolit berupa rongga yang berisi kation alkali atau alkali tanah, biasanya Na^+ sebagai penyeimbang muatan AlO_4^-.yang dapat diganti oleh kation lain tanpa merusak struktur zeolit dan dapat menyerap air secara reversibel.



Gambar 2.3. Struktur umum kerangka zeolit

Zeolit yang digunakan pada penelitian ini berasal dari Wonosari, D.I. Yogyakarta. Analisis kimia zeolit wonosari disajikan pada tabel dibawah ini:

Tabel 2.1. Analisis kimia zeolit Wonosari

Jenis Mineral	Komposisi (%)
SiO_2	62,18
Al_2O_3	11,97
Fe_2O_3	1,05
CaO	0,96
MgO	1,80
K_2O	1,60
Na_2O	0,29

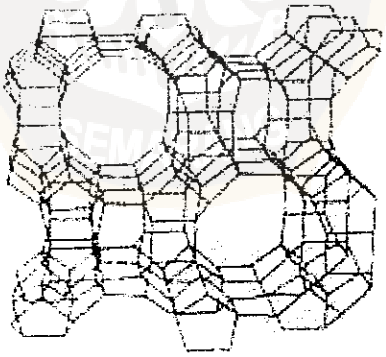
This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

II. 2.2. Karakteristik beberapa mineral penting dalam zeolit

Pada umumnya mineral yang ditemukan dalam zeolit adalah analsim, khabasit, klinoptilolit, erionit, mordenit, ferierit, heulandit, laumonit dan filipsit[19]. Dibawah ini sedikit akan dijelaskan mineral dengan komposisi terbesar pada zeolit Wonosari.

Mordenit (MOR)

Mordenit merupakan salah satu mineral zeolit yang paling banyak terdistribusi pada zeolit alam. Struktur mordenit terdiri atas kerangka tetrahedral yang saling berikatan dengan atom O secara bersama-sama. Setiap tetrahedron menyusun satu atau lima cincin dalam kerangka[5]. Kristal mordenit berbentuk ortorombik dengan SBU 5 – 1 dan konstanta unit sel a, b, c berturut adalah 1,811 Å, 2,046 Å dan 0,752 Å[5,19].



Gambar 2.4. Struktur Mordenit[21]

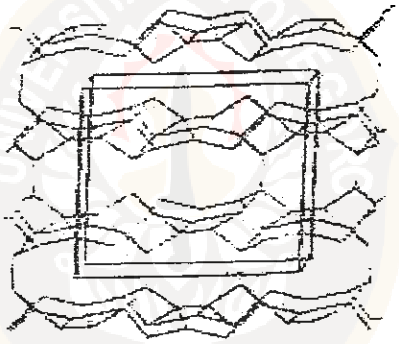
Stabilitas termal yang tinggi dari mordenit disebabkan terdapatnya sejumlah besar energetika yang disumbangkan lima anggota cincin. Struktur mordenit dapat bertahan sampai suhu diatas 1000 °C. Bentuk sintetik memiliki

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

rasio molar Si/Al antara 9 – 10[5,20]. Mordenit memiliki stabilitas asam yang tinggi dan kandungan aluminium dapat dikurangi dengan asam mineral tanpa merusak strukturnya[5,20].

Klinoptilolit (HEU)

Klinoptilolit juga salah satu mieral yang banyak terkandung dalam zeolit khususnya di Indonesia. Rasio Si/Al berkisar 4 – 4,5, bentuk kristalnya monoklin dengan SBU 4 –4 – 1 dan konstanta unit sel a, b, c, β adalah 1,733 Å, 1,792 Å, 0,743 Å, 116,3°. Lain halnya dengan mordenit stabilitas termal dari klinoptilolit tidak terlalu tinggi[5]. Struktur dari Klinoptilolit disajikan pada gambar berikut[21]:



Gambar 2.5. Struktur Klinoptilolit

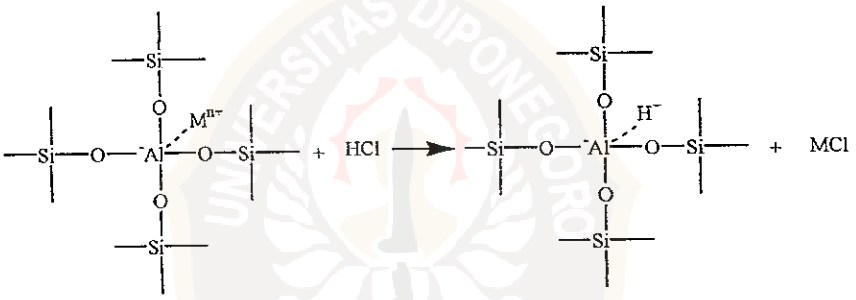
Beberapa faktor tinjauan umum pemakaian zeolit sebagai pengemban adalah dispersi logam terhadap pengemban, kestabilan partikel logam terhadap pengemban, aktivitas[22].

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

II.3. MODIFIKASI ZEOLIT

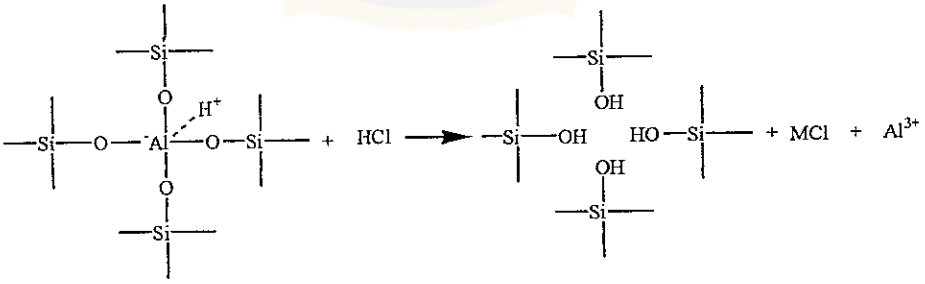
Secara umum preparasi zeolit bertujuan meningkatkan sifat-sifat khusus zeolit khususnya stabilitas termal. Pada penelitian ini preparasi zeolit dilakukan melalui tiga tahap yaitu: perlakuan kimia, perlakuan hidrotermal (dealuminasi termal) dan kalsinasi. Perlakuan kimia dengan HCl 2 M bertujuan membersihkan permukaan pori dan pengotor, reaksi lebih lanjut menyebabkan terjadinya dealuminasi. Reaksi yang mungkin terjadi pada saat perlakuan kimia adalah sebagai berikut:

1. Substitusi kation pada kerangka zeolit



Gambar 2.6. Reaksi substitusi kation pada kerangka zeolit

2. Dealuminasi



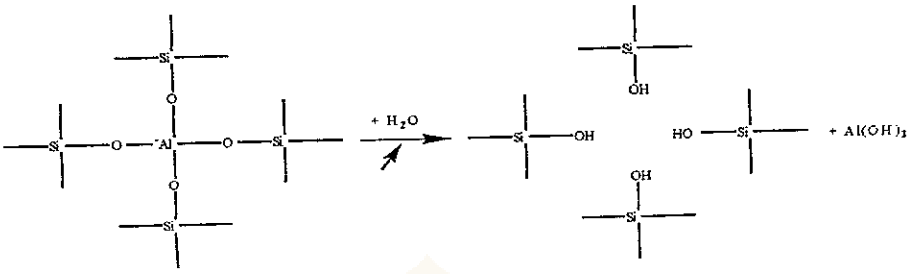
Gambar 2.7. Reaksi dealuminasi dengan HCl

Proses hidrotermal/ dealuminasi termal dilakukan dengan menggunakan senyawa pengarah (*template*) untuk mengarahkan ke bentuk struktur yang lebih

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

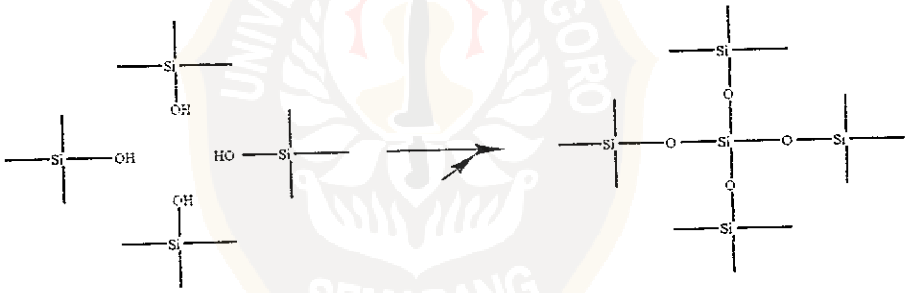
seragam. Prinsip dari proses ini adalah pemutusan ikatan Al-O pada kerangka oleh uap air menghasilkan terminal silanol (Si-OH) yang dapat bereaksi membentuk kerangka kembali yang lebih stabil dengan bantuan pengarah. Tahapan mekanisme reaksi yang terjadi[23]:

1. Dealuminasi kerangka



Gambar 2.8. Reaksi dealuminasi termal kerangka

2. Stabilisasi kerangka/siklisasi kembali



Gambar 2.9. Reaksi stabilisasi kerangka

Aluminium pada zeolit terdiri atas dua jenis yaitu aluminium pada kerangka dan aluminium di luar kerangka. Mekanisme pemindahan aluminium dari mordenit dengan asam mineral pertama kali diusulkan oleh Barrer dan Makki yang mengekstrak aluminium di luar kerangka dan pengaturan kembali 4 gugus hidroksil[23].

Beberapa mekanisme reaksi telah diusulkan untuk menjelaskan stabilisasi kerangka zeolit yaitu :

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

1. Pembentukan Si-O-Si melalui eliminasi air. Mekanisme ini diusulkan oleh Barrer.
2. Transport silika dan insersi ke ruang kosong melalui delauminasi. Mekanisme ini diusulkan oleh Maler, et al. Berdasarkan mekanisme ini silika bebas dari kerangka berpindah dengan adanya uap ke kerangka yang mengalami kekosongan dan mengisinya (membentuk ikatan) sehingga meningkatkan stabilitas kerangka.
3. Mekanisme T-Jump (uap suhu tinggi). Mekanisme ini diusulkan oleh Balmos dkk. Mekanisme ini menerangkan stabilisasi pada uap atau larutan asam[23].

II.4. PREPARASI KATALIS Pt/Ce/ ZEOLIT

Tujuan preparasi katalis Pt/Ce/zeolit adalah mendistribusikan logam prekursor pada zeolit dengan cara yang paling efisien untuk mendapatkan luas permukaan spesifik yang besar sehingga diperoleh aktivitas yang maksimum persatuan berat katalis[24].

Metode preparasi katalis Pt/Ce/zeolit meliputi:

1. Distribusi logam prekursor platina (Pt) dan serium (Ce) pada permukaan Zeolit

Distribusi logam Ce dan logam Pt pada zeolit dilakukan dengan impregnasi yang secara umum didefinisikan sebagai adsorpsi larutan garam prekursor ke dalam zeolit. Proses impregnasi ini mempunyai keuntungan yang secara teknis sederhana [24].

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

2. Pengeringan

Pengeringan adalah perlakuan termal pada suhu kisaran 77 – 227 °C (dalam penelitian ini digunakan temperatur 120 °C) yang bertujuan untuk menghilangkan pelarut yang digunakan pada tahap distribusi logam[24].

3. Kalsinasi

Kalsinasi adalah perlakuan termal pada suhu tinggi (diatas 300 °C) yang bertujuan untuk mendekomposisi garam prekursor dan membentuk spesi oksida logam[24]. Pada penelitian ini kalsinasi dilakukan pada suhu 500 °C dengan mengalirkan gas N_2 selama 4 jam dan pada suhu 300 °C dalam gas O_2 selama 1 jam.

4. Aktivasi

Aktivasi disebut juga tahap reduksi yang merupakan transformasi senyawa PtO menjadi logam Pt dan senyawa Ce^{4+} menjadi Ce^{3+}. Untuk reduksi, gas yang umum digunakan adalah hidrogen[24]. Reaksi reduksi yang terjadi pada logam adalah sebagai berikut :

$$MO\,(s) + H_2\,(g) \longrightarrow M\,(s) + H_2O\,(l) \qquad (2.4)$$

II.5. ADSORBSI GAS

Proses katalitik selalu disertai dengan adsorpsi. Setidaknya salah satu dari reaktan pada proses dengan katalis heterogen harus bersentuhan dengan permukaan katalis pada untuk waktu yang cukup lama.

Adsorpsi didefinisikan sebagai terakumulasinya material yang disebut adsorbat pada permukaan. Pada tekanan dan suhu tertentu banyaknya gas yang

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

terikat pada suatu padatan akan sebanding dengan luas permukaan padatan tersebut[8].

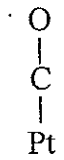
Molekul dan atom gas dapat menempel pada permukaan dengan dua cara tergantung pada kekuatan interaksinya yaitu secara **fisisorpsi (adsorpsi fisika)** dan **kimisorpsi (adsorpsi kimia)**.

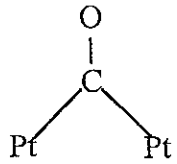
Fisisorpsi merupakan penempelan adsorbat pada permukaan adsorben, maka gaya yang timbul hanya gaya van der walls yang tidak begitu besar. Sedangkan kemisorpsi menyangkut pengaturan kembali elektron meliputi pembentukan dan pemutisan ikatan kimia sebagai akibat interaksi antara gas dan padatan[25]. Karena kemisorpsi terjadi melalui ikatan kimia, maka kemisorpsi terjadi pada temperatur diatas suhu kritis adsorbat[8]. Perubahan entalpi kemisorpsi jauh lebih besar daripada untuk fisisorpsi dan nilai khasnya adalah sekitar –200 kJ/mol[8].

Sebagai tambahan, kemisorpsi terbatas pada lapisan tunggal adsorbat yang terikat secara kimiawi pada permukaan. Karena pembentukan ikatan kimia antara molekul adsorbat dan situs tertentu pada permukaan, adsorbat kurang bebas untuk bermigrasi pada permukaan. Kenyataan ini seringkali memungkinkan penentuan jummlah situs aktif yang ada pada katalis secara sederhana dengan mengukur kuantitas gas yang terkemisorpsi.

Suatu katalis memiliki permukaan padatan yang mampu mengadsorpsi molekul pereaksi dalam hal ini CO dan O_2. Tipe adsorpsi yang terjadi menentukan energi adsorpsi yang dibutuhkan[8]. Tipe ikatan molekul atom Pt khususnya dengan CO ada dua macam yaitu :

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)





Gambar 2.10. (a). Ikatan tunggal (b). Ikatan jembatan

Mekanisme adsorpsi pada permukaan adsorben dipengaruhi oleh jenis dan sifat gas yang diadsorpsi (adsorbat) yang diketahui ada 3 jenis mekanisme yaitu Langmuir, Langmuir-Hinselwood (L-H), Langmuir Rideal[26].

Mekanisme oksidasi CO dan O_2 pada logam Pt diterangkan oleh Huinink[27] berlangsung melalui mekanisme L-H yang meliputi adsorpsi reversibel CO, adsorpsi molekuler oksigen yang diikuti dissosiasi dan reaksi antara spesies adsorbed CO dan O, menghasilkan CO_2 yang berlangsung sebagai berikut:

$$CO + * \underset{k_{CO}^{b}}{\overset{k_{CO}}{\rightleftharpoons}} CO^* \quad (4.19)$$

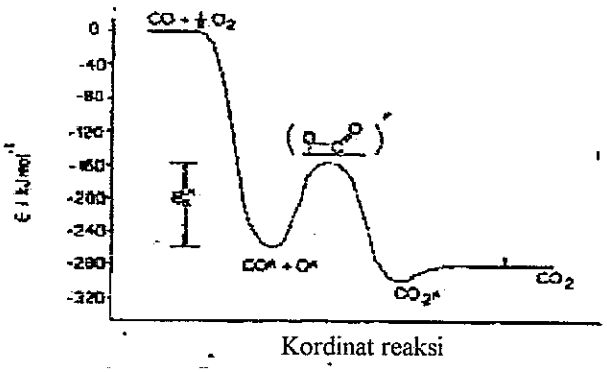
$$O_2 + * \xrightarrow{k_{O2}} O_2^* \quad (4.20)$$

$$O_2^* + * \xrightarrow{k_O} 2\,O^* \quad (4.21)$$

$$CO^* + O^* \xrightarrow{k_{LH}} CO_2 + 2^* \quad (4.22)$$

Dengan asumsi semua sisi aktif adalah sama maka tidak ada reaksi samping antara spesies adsorbed selain reaksi tersebut diatas, spesies adsorbed terdistribusi acak pada sisi aktif, CO dan O_2 berkompetisi pada sisi adsorpsi yang sama, tiap adsorpsi CO dan O menempati satu sisi, CO_2 teradsorpsi lemah[27]. Skema energi potensial untuk oksidasi CO dapat digambarkan sebagai berikut:

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Gambar 2.11. Diagram energi potensial oksidasi katalitik pada Pt[27]

II.6. DIFRAKSI SINAR X

Sinar x merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tinggi. Elektron mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menghasilkan radiasi dengan panjang gelombang kontinyu yang disebut Bremmstrahlung. Pada kontinum itu, tertumpuk beberapa puncak tajam berintesitas tinggi yang berasal dari interaksi antara elektron datang dengan elektron pada kulit dalam atom. Tumbukan ini mengeluarkan elektron dan elektron dengan energi lebih tinggi masuk ke tempat kosong, dengan memancarkan kelebihannya sebagai foton sinar x[25]. Metode analisis dengan difraksi sinar x didasarkan pada persamaan Bragg[25].

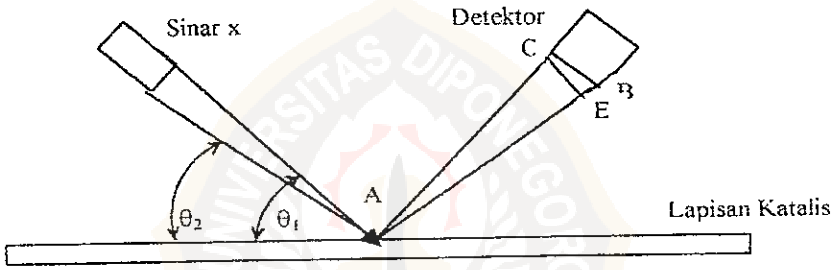
$$n.\lambda = 2.d.\sin\theta \qquad (2.9)$$

Informasi yang didapatkan dari difraksi sinar x antara lain identifikasi mineral dan logam, struktur kristal, kemurnian fasa, kristalinitas, ukuran partikel (grain size)[26]. Pola difraksi adalah hubungan atau plot intensitas yang memiliki

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

hubungan parameter kisi atau indeks (hkl) sebagai fungsi 2θ, dimana θ adalah sudut difraksi pada kondisi Bragg[25].

Dengan menggunakan pendekatan persamaan Scherrer dari data difraksi sinar x, ukuran partikel dapat dihitung. Sudut Bragg terletak antara $2\theta_1$ dan $2\theta_2$ dengan nilai maksimum pada $2\theta_B$. Sinar jatuh pada lapisan zeolit atau katalis menghasilkan spektrum pada detektor. Detektor yang menerima sinar x dari sampel berputar pada radius konstan. Permukaan detektor tegak lurus terhadap arah sinar x yang tepat dengan sudut Bragg.



Gambar 2.12. Mekanisme difraksi sinar x

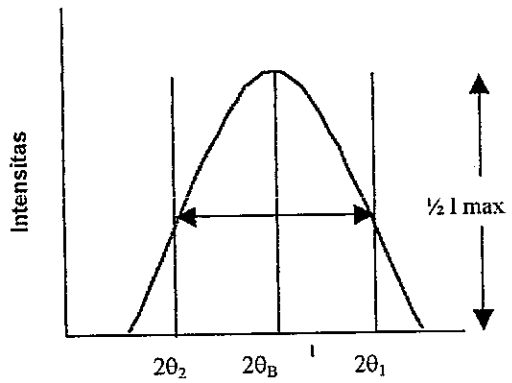
Karena sinar yang jatuh pada detektor memenuhi hukum Bragg tegak lurus terhadap BC= B_B seperti pada gambar, maka EB tegak lurus terhadap EC. Dengan melakukan aproksimasi bahwa EB=Bx dan sinar x yang terdistribusi merata sepanjang BC sebagai lebar difraksi yang disebabkan oleh kristal disebut B. Hubungan antara B terhadap B_b dan B_x ditulis sebagai berikut[25]:

$$B^2 = B_B^2 - B_x^2 \qquad (2.10)$$

Penentuan ukuran partikel (t) pertama kali diperkenalkan oleh Scherrer dengan menggunakan data sinar x seperti pada gambar 2.13., dengan lebar spektrum oleh diraksi (B_x) ditulis:

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

$$B_x = \tfrac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2) \qquad (2.11)$$



Gambar 2.13. Kurva penentuan akuran partikel.

Dengan melakukan pendekatan dari persamaan sebagai berikut[25]:

$$2t\left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2}\right)\cos\theta_B = \lambda \qquad (2.12)$$

maka diperoleh:

$$t = \frac{K\lambda}{B\cos\theta_B} \qquad (2.13)$$

Dimana: t = ukuran partikel

K= konstanta kekasaran permukaan sampel = 0,92

λ = panjang gelombang sinar x yang digunakan = 1,54051 Å

θ_B = sudut Bragg

B = lebar difraksi yang sebenarnya ($\tfrac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2)$) dalam radian

Zeolit murni dalam kristal padat memiliki bentuk atau pola karakteristik difraksi sinar x yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi zeolit serta kemurniannya. Puncak intensitas dibandingkan dengan standar dan cara ini relatif atau tidak mutlak. Sampel standar 100 % murni secara fisik dan kimia[20].

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)