

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ZnO/ZEOLIT SERTA
PENGUNAANNYA SEBAGAI KATALIS PADA
REAKSI DEHIDRASI 1-PENTANOL**

Skripsi

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan
gelar Sarjana (S.Si) Kimia pada Jurusan Ilmu Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta**



disusun oleh :

DWI RENDY MAMIK

No Mhs : 10612010

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

2012

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ZnO/ZEOLIT SERTA
PENGUNAANNYA SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI DEHIDRASI
1-PENTANOL**

Disusun oleh :

Dwi Rendy Mamik
No Mhs : 10612010

Telah diujikan dihadapan Tim Penguji
Skripsi Jurusan Ilmu Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Jogjakarta, Januari 2012

Dewan Penguji

1. Dr. Is Fatimah
2. Riyanto Ph,D
3. Drs. Allwar, M. Sc., Ph.D
4. Dwiarso Rubiyanto, M. Si

Tanda Tangan



Mengetahui

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



Yandi Syukri, M.Si, Apt.

LEMBAR PERSEMBAHAN

Terimakasih yang sebesar-besarnya dan selalu bersyukur kepada Allah SWT yang telah banyak memberikan karunia kesehatan dan ilmu sehingga SKRIPSI ini dapat diselesaikan,

SKRIPSI ini kupersembahkan untuk Ibu dan Bapakku serta Kakak dan Adikku yang selalu memberikan Do'a dan nasehat-nasehat,

Terimakasih buat seseorang yang selalu memberikan semangat, cinta dan kasih sayangnya.

**Terimakasih buat Nur Rismawati, S. Si, terimakasih sudah diajarin banyak tentang teori instrument yang saya gunakan buat skripsi ini, | maaf Ma banyak nanya ya, hehee,
Ayo semangat Ma, kejar beasiswanya buat S2, Keep Spirit, Hardwork!**

Teman-teman D3 Analis Kimia dan S1 Ilmu Kimia ayo segera diselesaikan kuliahnya dan bangun mimpi masa depan kalian dan lakukan sesuai dengan yang apa kalian sudah impikan.

Terima kasih Bu Is yang dengan sabar dan telah meluangkan waktunya meskipun sangat sibuk untuk membimbing saya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan,

TERIMA KASIH BU IS

**Temen-temen Yogyakarta Android Community yang selalu memberikan canda tawanya jadi saya gak terlalu stress mikirin skripsi,
Semangat buat kita semua, waaahhhhh bakal kangen kumpul-kumpul sama kalian ini**

Tetap semangat ya Keep Rock YAC

KATA PENGANTAR

Assalamu 'alaikum wr.wb.

Segala puji bagi Allah SWT Tuhan Semesta Alam yang telah memberikan rahmat serta hidayah kepada hamba-Nya yang dikehendaki, berkat rahmat serta hidayah-Nya kami dapat memperoleh kekuatan dan kemudahan baik tenaga maupun fikiran sehingga kami mampu menyelesaikan proposal skripsi. Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menunjukkan manusia dari jalan kegelapan menuju jalan yang terang melalui ajaran sucinya yakni addul islam.

Proposal ini dibuat penulis dengan judul “Preparasi dan Karakterisasi ZnO/Zeolit serta Penggunaannya Sebagai Katalis Pendehidrasi Pentanol” sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu, membimbing dan memberikan arahan serta informasi yang berguna, kepada:

1. Bapak Yandi Syukri, S.Si., M.Si., Apt. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
2. Bapak Riyanto, M.Si., Ph.D., selaku Ketua Jurusan Ilmu Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Dr. Is Fatimah selaku pembimbing I yang telah memberikan

bimbingan dan saran selama penulis melaksanakan penulisan proposal ini.

4. Seluruh dosen dan karyawan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia yang telah membantu kelancaran penulisan proposal ini.
5. Orangtua dan seluruh keluarga yang selalu mendoakan, mendukung dan memeberikan semangat kepada penulis.
6. Seluruh teman-teman DIII Kimia Analis dan S1 Ilmu Kimia yang telah membantu, mendoakan dan memberikan semangat kepada penulis.
7. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah membantu dalam penyelesaian penulisan proposal ini.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dan kesalahan dalam penyusunan skripsi ini. Oleh karena itu, saran dan kritik dari para pembaca akan penulis terima. Demikian proposal ini kami buat denga sebaik-baiknya semoga dapat dijadikan wacana dan pengetahuan baru bagi para pembaca saat ini dan akan datang.

Jogjakarta. Januari 2012

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	i
LEMBAR PERSEMBAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
GLOSARIUM	xi
INTISARI	xii
ABSTRACT	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Zeolit Alam	5
2.2 Struktur permukaan Zeolit	5
2.3 Aktivasi Zeolit	6
BAB III DASAR TEORI	9
3.1 Zeolit	9
3.1.1 Macam-macam karakteristik pada zeolit	10
a. Rasio Si/Al	10

b. Kation penyeimbang	11
c. Zeolit sebagai agen pendehidrasi	11
d. Zeolit sebagai penukar ion	12
e. Zeolit sebagai adsorben	12
f. Zeolit sebagai katalis	13
3.2 Katalis heterogen	16
3.3 Aktivasi pada zeolit	18
3.4 Seng Oksida	18
3.5 Pentanol	20
3.6 Karakteristik terhadap seng oksida	21
3.6.1 Metode difraksi sinar-X	21
3.6.2 Metode spektroskopi inframerah	23
3.6.3 Metode kromatografi gas dan spektra massa	25
3.6.4 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)	29
3.6.4.1 Prinsip spektroskopi serapan atom	29
3.6.4.2 Instrumentasi	30
3.6.4.2.1 Lampu katoda	31
3.6.4.2.2 Sumber nyala	33
3.6.4.2.3 Monokromator	35
3.6.4.2.4 Detektor	36
3.6.4.2.5 Amplifier	36
3.6.4.2.6 Pencatat	36
3.7 Cara kerja suatu metode analisis spektrofotometer serapan atom	37
3.8 Hipotesis	37

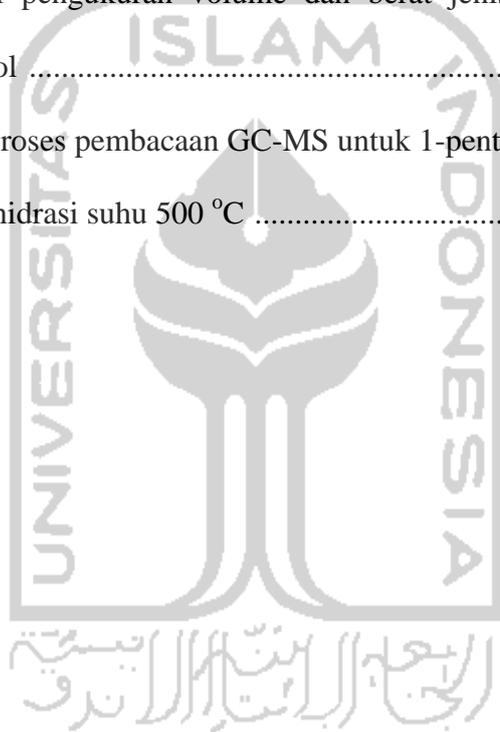
BAB IV METODELOGI PENELITIAN	38
4.1 Alat & Bahan	38
4.1.1 Alat	38
4.1.2 Bahan	39
4.2 Cara Kerja	39
4.2.1 Pembuatan prekursor Zn untuk ZnO/Zeolit	39
4.2.2 Uji Keasaman Katalis ZnO/Zeolit	40
4.2.3 Dehidrasi 1-pentanol	40
BAB V HASIL & PEMBAHASAN	41
5.1 Karakterisasi Zn/Zeolit dan ZnO/Zeolit	41
5.1.1 Karakterisasi Dengan XRD	41
5.1.2 Karakterisasi dengan uji keasaman	46
5.1.3 Karakterisasi dengan uji AAS	49
5.2 Analisis GC dan GC-MS unuk menentukan hasil produk pada dehidrasi 1-pentanol dengan katalis heterogen	53
BAB VI KESIMPULAN	62
6.1 Kesimpulan	62
6.2 Saran	62
DAFTAR PUSTAKA	63

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 : Struktur permukaan zeolit	6
Gambar 2 : Struktur ZnO	19
Gambar 3 : Difraksi pada sinar-X	22
Gambar 4 : Bagan alat Spektrofotometer Serapan Atom	31
Gambar 5 : Difraktogram Zn/Zeolit dan ZnO/Zeolit	43
Gambar 6 : Difraktogram Zeolit mordenit (MOR) sebagai standar	44
Gambar 7 : Difraktogram Zeolit Clinoptilolite sebagai standar	45
Gambar 8 : Difraktogram Zeolit Quarsa sebagai standar	45
Gambar 9 : Spektra Inframerah Zeolit alam dan ZnO/Zeolit	47
Gambar 10 : Rangkaian alat dehidrasi 1-pentanol	54
Gambar 11 : Kromatogram pembandingan antara pentanol awal dan hasil dehidrasi 1-pentanol	56
Gambar 12 : Kromatogram 1-pentanol awal, dehidrasi suhu 400 °C dan 500 °C	57
Gambar 13 : Pemecahan spektra GC-MS 2-propanon	61

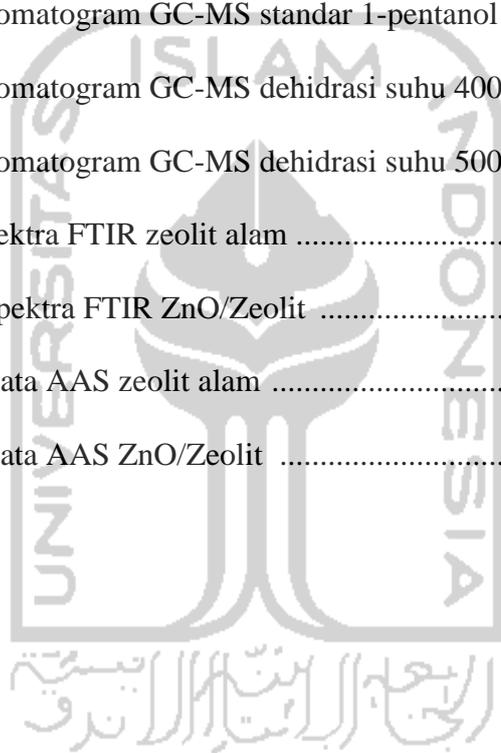
DAFTAR TABEL

Tabel 1 : Daerah resapan pada inframerah	25
Tabel 2 : Hasil uji keasaman pada zeolit alam & ZnO/zeolit	46
Tabel 3 : Jenis ikatan yang terdapat pada zeolit	49
Tabel 4 : Data pengukuran absorbansi larutan standar Zn sebelum pengenceran	51
Tabel 5 : Data pengukuran absorbansi larutan standar Zn setelah pengenceran	52
Tabel 6 : Hasil pengukuran volume dan berat jenis dari proses dehidrasi 1- pentanol	55
Tabel 7 : Hasil proses pembacaan GC-MS untuk 1-pentanol, dehidrasi suhu 400 °C dan dehidrasi suhu 500 °C	60



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 : Perhitungan kadar Zn dalam zeolit alam dan ZnO/Zeolit	65
Lampiran 2 : Data XRD Zn/Zeolit	66
Lampiran 3 : Data XRD ZnO/Zeolit	72
Lampiran 4 : Kromatogram GC 1-pentanol	79
Lampiran 5 : Kromatogram GC hasil dehidrasi 1-pentanol	80
Lampiran 6 : Kromatogram GC-MS standar 1-pentanol	81
Lampiran 7 : Kromatogram GC-MS dehidrasi suhu 400 °C.....	92
Lampiran 8 : Kromatogram GC-MS dehidrasi suhu 500 °C.....	98
Lampiran 9 : Spektra FTIR zeolit alam	111
Lampiran 10 : Spektra FTIR ZnO/Zeolit	113
Lampiran 11 : Data AAS zeolit alam	115
Lampiran 12 : Data AAS ZnO/Zeolit	116



GLOSARIUM

E_1	Reaksi eliminasi pertama, yaitu sebuah proton disumbangkan ke suatu basa
ZnO	Oksida logam yang diembankan dalam zeolite
ZnO/Zeolit	Zeolit yang telah dimprednasi dengan oksida logam (ZnO)
CHA	Chabazite (jenis mineral zeolit yang pertama kali mengadsorb dan menahan molekul kecil seperti asam formiat dan methanol tetapi tidak menyerap benzene dan molekul yang lebih besar)
R	Gugus alkil pada reaksi kimia organik
Å	Satuan panjang gelombang
λ	Panjang gelombang
θ	Theta, sudut difraksi
FTIR	Fluore Transformation Infra Red
AAS	Atomic Absorption Spectroscopy
XRD	X-Ray Diffraction
GC-MS	Gas Chromatoghrapy-Mass Spectra
GC	Gas Chromatoghrapy
Hz	Frekuensi
nm	Nanometer, satuan panjang untuk partikel yang lebih kecil
ppm	Part per million, satuan konsentrasi suatu senyawa didalam larutan
cm^{-1}	Satuan bilangan gelombang atau daerah resapan pada instrumen infra merah
mL	Satuan banyaknya suatu cairan
g	Satuan berat

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ZnO/ZEOLIT SERTA
PENGUNAANNYA SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI DEHIDRASI
1-PENTANOL**

disusun oleh :
DWI RENDY MAMIK
No Mhs : 10612010

Intisari

Dalam dunia industri kebutuhan zeolit semakin lama semakin meningkat, selain itu untuk mendapatkan produk zeolit yang memiliki sifat-sifat menguntungkan dan kestabilan yang tinggi perlu dilakukan modifikasi. Salah satu bentuk modifikasi zeolit yaitu dengan mengembangkan oksida logam ke dalam pori zeolit, di mana zeolit akan teraktivasi oleh oksida logam.

Proses aktivasi dilakukan dengan proses impregnasi zeolit alam dengan garam Zn dari larutan $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ dengan konsentrasi dalam zeolit adalah 5 %. Uji karakterisasi yang dilakukan yaitu identifikasi kristal dengan difraksi sinar-X, uji keasaman dengan spektrofotometer infra merah, penentuan kandungan Zn dalam zeolit dengan spektroskopi serapan atom dan dehidrasi pentanol dengan variasi suhu reaktor 300 °C, 400 °C dan 500 °C. Produk yang dihasilkan dianalisis menggunakan kromatografi gas-spektra massa.

Variasi suhu reaktor berpengaruh terhadap hasil dari dehidrasi pentanol, dengan nilai tertinggi dimiliki pada suhu 500 °C yang menghasilkan senyawa eter yaitu 1-pentiloksi-2-pentena.

Kata kunci : *Zeolit dehidrasi, difraksi sinar-X, spektrofotometer infra merah, spektroskopi serapan atom, eter*

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF ZnO/ZEOLITE AS WELL AS A CATALYTIC IN DEHYDRATION REACTION OF 1-PENTANOL

Prepared by :
DWI RENDY MAMIK
Student number : 10612010

Abstract

In the industrialized world needs progressively improve of zeolite, additional to zeolite products that have beneficial properties and high stability needs to be modified. One form of zeolite is modified with metal oxide elicits into the zeolite pores, in which the zeolite will be activated by metal oxides.

The activation process is done by a natural zeolite impregnated with salt of Zn from a solution $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ with a concentration is 5%. Characterization test by performed to identification of crystal by X-ray Diffraction, acidity test and Infrared Spectrophotometer, determinate the content of Zn in zeolite using Atomic Absorption Spectroscopy and the dehydration of 1-pentanol with variations of temperature reactor 300 °C, 400 °C and 500 °C. The result of products were analyzed using Gas Chromathography-Mass Spectra.

Variations in temperature of the reactor temperature effect on the outcome of 1-pentanol dehydration, with the highest result at a temperature of 500 °C is a ether compounds is 1-pentiloksi-2-pentene.

Keywords : *Zeolite,, dehydration, X-ray diffraction, infrared spectrophotometers, atomic absorption spectroscopy, ether*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Mineral alam zeolit biasanya masih tercampur dengan mineral lainnya seperti kalsit, gypsum, feldspar dan kuarsa dan dapat ditemukan di daerah sekitar gunung berapi atau mengendap pada daerah sumber air panas (*hot spring*). Zeolit juga ditemukan sebagai batuan endapan pada bagian tanah jenis basal dan komposisi kimia tergantung pada kondisi hidrotermal lingkungan lokal, seperti suhu, tekanan, uap air dan lokasi tanah tempat kejadian. Hal itu menjadikan zeolit dengan warna dan tekstur yang sama mungkin berbeda komposisi kimianya bila diambil dari lokasi yang berbeda, disebabkan karena kombinasi mineral yang berupa partikel halus dengan pengotor lainnya. Deposit mineral alam zeolit yang cukup besar ditemukan di beberapa Negara seperti Amerika Serikat, Jepang, Austria, Kuba dan beberapa Negara Eropa bagian timur seperti Ceko dan Hungaria.

Di Indonesia, zeolit ditemukan dalam jumlah besar, diantaranya tersebar di beberapa daerah pulau Sumatra dan Jawa. Namun dari 46 lokasi zeolit, baru beberapa lokasi yang ditambang secara intensif antara lain di Bayah, Banten, Cikalong, Wonosari, Tasikmalaya, Cikembar, Sukabumi, Nanggung, Bogor dan Lampung. Pemanfaatan zeolit masih belum banyak diketahui secara luas, yang pada saat ini zeolit di Indonesia dipasarkan masih dalam bentuk zeolit alam terutama pada pemupukan bidang pertanian.

Dalam dunia industri kebutuhan zeolit semakin lama semakin meningkat, selain itu untuk mendapatkan produk zeolit yang memiliki sifat-sifat menguntungkan dan kestabilan yang tinggi perlu dilakukan modifikasi, kemampuan kerja zeolit umumnya tidak begitu tinggi. Salah satu bentuk modifikasi zeolit yaitu dengan pengasaman, di mana zeolit akan teraktivasi oleh asam.

Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan secara fisika dan kimia. Secara fisika pengaktifan dilakukan pada suhu sekitar 300 °C-400 °C. Sedangkan pengaktifan secara kimia dilakukan dengan pencucian zeolit dengan asam-asam kuat untuk menghilangkan senyawa pengotor yang menutupi pori.

Seorang ahli mineralogi Swedia A. F. Constreet, pada tahun 1756 mengamati bahwa mineral Stilbite dapat membuih jika dipanaskan. Hasil pengamatan ini menumbuhkan inspirasi untuk memberi nama zeolit pada mineral tersebut. Sifat penting dari zeolit adalah sebagai katalis heterogen. Dalam katalis heterogen, penurunan energi pengaktifan terjadi sebagai akibat penurunan energi dari reaktan melalui interaksi permukaan dengan katalis. Dengan memanfaatkan sifat dari zeolit tersebut diharapkan lempung zeolit dapat dimodifikasi sehingga memiliki sifat yang lebih baik.

Pada dasarnya banyak cara untuk melakukan proses modifikasi dengan penambahan beberapa bahan, seperti senyawa organik, senyawa kompleks, dan oksida logam yang di sisipkan ke dalam pori material zeolit. Melalui proses impregnasi diperoleh oksida logam yang akan mengisi ruang pori pada zeolit. Hasil yang diperoleh dari metode ini adalah terembannya pori-pori zeolit yang

terisi oleh oksida logam yang ditambahkan dan stabilitasnya terhadap pengaruh asam maupun panas menjadi lebih tinggi.

Dalam penelitian ini dilakukan preparasi zeolit alam terimpregnasi oleh oksida seng sebagai katalis heterogen. Dalam hal ini peranan keasaman zeolit teremban akan diujikan pada reaksi dehidrasi pentanol. Prinsip dari reaksi dehidrasi mengikuti jalur E_1 yaitu gugus hidroksi dipotong, sebuah karbokation terbentuk dengan lepasnya sebuah molekul air dan kemudian menghasilkan suatu eter.

Reaksi dehidrasi alkohol biasanya dilakukan menggunakan katalis asam yang biasa digunakan adalah asam-asam pekat. Meskipun banyak digunakan adalah asam sulfat pekat sebagai katalis dehidrasi, namun asam kuat apa saja dapat menyebabkan dehidrasi suatu alkohol (Fessenden & Fessenden, 1982). Hal ini disebut sebagai proses katalis homogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa sama dengan reaktan yang dikatalisisnya. Misalnya contoh pada reaksi esterifikasi etil asetat, digunakan HCl sebagai katalis. Oleh karena reaktan (asam asetat) dan etanol memiliki fasa cair dan sama dengan fasa larutan HCl, maka HCl disebut sebagai katalis homogen (Fatimah, 2011). Tetapi katalis homogen ini memiliki kekurangan yaitu tidak dapat diregenerasi sehingga katalis yang digunakan bercampur dengan produk yang dihasilkan. Biasanya untuk menghilangkan katalis ini digunakan proses distilasi. Karena itu perlu dilakukan penelitian menggunakan katalis yang telah dimodifikasi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pengganti asam pada halnya katalis homogen yang lebih efisien dari segi harga, berumur panjang, mudah diregenerasi dan memiliki ketahanan fisik yang besar.

Zeolit alam terimpregnasi oksida logam, seperti ZnO telah banyak dikembangkan dan diaplikasikan sebagai katalis. ZnO dipilih sebagai agen pengimpreg karena adanya sifat hidrofobik pada zeolit sehingga dapat mempercepat reaksi pada pelarut polar. Selain itu seng oksida dapat meningkatkan sifat keasaman terhadap zeolit. Oksida seng (ZnO) memiliki sifat aktivasi dan selektivitas yang baik dan stabil terhadap panas.

1.2 Perumusan masalah

1. Apakah zeolit yang telah terimban oleh ZnO dapat berfungsi sebagai katalis heterogen pada reaksi dehidrasi alkohol ?
2. Bagaimana aktivitas ZnO/Zeolit sebagai katalis pada reaksi dehidrasi alkohol ?

1.3 Tujuan penelitian

1. Mempelajari pengaruh zeolit yang telah terimban oleh oksida seng dapat berfungsi sebagai katalis heterogen pada reaksi dehidrasi alkohol.
2. Mengetahui aktivitas ZnO/Zeolit sebagai katalis reaksi dehidrasi alkohol.

1.4 Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi dalam bidang riset sains bahan serta bisa memanfaatkan lempung zeolit terimpregnasi ZnO sebagai katalis pada reaksi dehidrasi alkohol.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit Alam

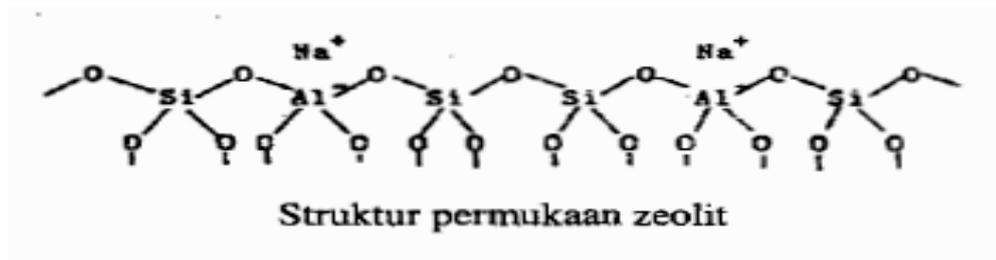
Zeolit pertama kali ditemukan oleh Freiherr Axel Fredick Crostedt, seorang ahli mineralogi dari swedia pada tahun 1756. Nama zeolit berasal dari bahasa Yunani “Zein” dan “Lithos” yang berarti batu mendidih, karena apabila dipanaskan membuih dan mengeluarkan air (Nugroho, 1999).

Menurut proses pembentukannya zeolit dapat dibagi dua kelompok, yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis.

1. Zeolit alam, ditemukan di alam dalam bentuk sedimen, terbentuk oleh proses alterasi dari debu vulkanis oleh air seperti kalsit, kwarsa dan renit.
2. Zeolit sintesis, dibuat oleh manusia dengan bahan utama adalah silika dan alumina yang terdapat dalam bentuk aktif.

2.2 Struktur permukaan Zeolit

Zeolit merupakan kerangka aluminasilikat terhidrat yang berbentuk kristal tiga dimensi yang tersusun atas unit-unit tetrahedral $(\text{SiO}_4)^{4-}$ dan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ yang saling berikatan melalui atom oksigen dalam bentuk ikatan Al-O-Si. Seperti diilustrasikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur permukaan zeolit.

2.3 Aktivasi Zeolit

Aktivasi zeolit alam telah dilakukan secara fisika dan kimia. Aktivasi fisika dilakukan dengan cara pemanasan untuk menghilangkan molekul air yang menutupi pori zeolit (Tanabe, 1970). Dengan penghilangan molekul air diharapkan kapasitas adsorpsi meningkat. Suyartono dan Husaini (1991) telah melakukan proses aktivasi secara pemanasan dan melaporkan bahwa daya serap zeolit alam terhadap ion-ion logam berat Co, Cr(III), Mn, Fe, Cu dan Pb meningkat nyata setelah mengalami proses aktivasi. Rahmanto (2002) telah membuktikan bahwa pemanasan zeolit alam sekitar 250 °C telah meningkatkan kapasitas zeolit terhadap ion Cd dari 17,92 mg/g menjadi 47,39 mg/g.

Aktivasi zeolit alam secara kimia salah satunya yaitu dengan proses dealuminasi untuk mengoptimalkan kandungan Al dan zeolit alam, sehingga zeolit alam dapat stabil pada temperatur tinggi. Dealuminasi pada zeolit dapat dilakukan dengan cara:

1. Mereaksikan dengan larutan asam seperti HF, HCl, dan H₂SO₄
2. Mereaksikan dengan larutan EDTA, SiCl₄, (NH₄)₂ SiF₆ atau gas F₂
3. Mengalirkan uap air pada temperatur kalsinasi

Perlakuan asam pada dasarnya bertujuan untuk meningkatkan rasio Si/Al. larutan HCl dapat mengusir Al keluar dalam kerangka zeolit, namun di bawah kondisi yang sesuai, pemulihan struktur akan membentuk zeolit yang lebih bersilika dibanding keadaan awalnya, karena HCl dapat bereaksi dengan Al (Hamdan, 1992).

Silikon atau aluminum terletak di sudut polihedral dan oksigen yang digunakan bersama di tengah sisi itu. Kation logam alkali atau alkali tanah berada dalam lubangnya, dan jumlah kation ini meningkat dengan meningkatnya aluminum untuk mengkompensasi kekurangan muatan. Struktur zeolit memiliki banyak lubang tempat kation dan air bermukim. Kation ini dapat dipertukarkan. Dengan menggunakan sifat pertukaran kation ini, zeolit digunakan dalam jumlah besar sebagai pelunak air sadah. Zeolit terdehidrasi (didapat dengan pemanasan) akan mengabsorpsi air dengan efisien, zeolit juga digunakan sebagai pengering pelarut atau gas. Zeolit kadang juga disebut dengan penyaring molekular, karena ukuran lubang dan terowongannya berubah untuk zeolit yang berbeda dan dimungkinkan untuk memisahkan molekul organik dengan zeolit berdasarkan ukurannya. Zeolit dapat digunakan untuk mereaksikan dua molekul dalam lubangnya asal ukurannya memadai dan dapat digunakan sebagai katalis untuk reaksi selektif.

Misalnya, sintesis zeolit ZSM-5 sangat bermanfaat sebagai katalis untuk mengubah metanol menjadi gasolin. Zeolit ini dapat dipreparasi secara hidrotermal dalam autoklaf (wadah bertekanan tinggi) pada suhu sekitar 100 °C dengan menggunakan meta-natrium aluminat, NaAlO_2 , sebagai sumber aluminum dan sol silika sebagai sumber silika oksida dengan tetrapropilamonium bromida,

Pr_4NBr , dalam reaksi. Bila garam amoniumnya dihilangkan dengan kalsinasi pada $500\text{ }^\circ\text{C}$, struktur zeolitnya akan tinggal.

Sari (2011) telah melakukan penelitian tentang aktivasi Zn/Zeolit sebagai katalis pada konversi metanol menjadi hidrokarbon, dalam penelitiannya menyebutkan bahwa katalis Zn/Zeolit dapat digunakan sebagai katalis untuk konversi metanol menjadi hidrokarbon. Hasil yang didapatkan maksimal sesuai dengan variasi suhu kalsinasi.



BAB III

DASAR TEORI

3.1 Zeolit

Zeolit alam di Indonesia, pertama kali ditemukan di daerah Bayan, Jawa Barat pada akhir tahun 1970-an. Zeolit dapat digunakan sebagai katalis homogen maupun heterogen karena sifat-sifatnya yang khas. Pertama, adanya kation yang mudah dipertukarkan pada sistem kerangka tetrahedral silika-alumina yang memberikan pengaruh kepada sifat keasaman zeolit. Keasaman total tergantung pada jumlah, kekuatan dan posisi situs asam. Kedua, zeolit memiliki pori-pori dengan diameter yang bervariasi dan berdimensi molekuler ini menyebabkan zeolit memiliki selektivitas bentuk reaktan dan produk atau keadaan transisi. Ketiga, stabilitas termal dan kimiawi yang tinggi serta memiliki luas permukaan yang tinggi.

Zeolit merupakan mineral alumina silikat terhidrat yang tersusun atas tetrahedral-tetrahedral alumina $(AlO_4)^{5-}$ dan silika $(SiO_4)^{4-}$ yang membentuk struktur bermuatan negatif dan berongga terbuka/berpori. Muatan negatif pada kerangka zeolit dinetralkan oleh kation yang terikat lemah. Selain kation, rongga zeolit juga terisi oleh molekul air yang berkoordinasi dengan kation. Rumus umum zeolit adalah $M_{x/n}[(AlO_2)_x(SiO_2)_y].mH_2O$, dimana M adalah kation bervalensi n, $(AlO_2)_x(SiO_2)_y$ adalah kerangka zeolit yang bermuatan negatif, H_2O adalah molekul air yang terhidrat dalam kerangka zeolit.

Zeolit pada umumnya dapat dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam biasanya mengandung kation-kation K^+ , Na^+ , Ca^{2+} atau

Mg^{2+} sedangkan zeolit sintetik biasanya hanya mengandung kation-kation K^+ atau Na^+ . Pada zeolit alam, adanya molekul air dalam pori dan oksida bebas di permukaan seperti Al_2O_3 , SiO_2 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O dapat menutupi pori-pori dari zeolit sehingga dapat menurunkan kapasitas adsorpsi maupun sifat katalisis dari zeolit tersebut. Inilah alasan mengapa zeolit alam perlu diaktivasi terlebih dahulu sebelum digunakan. Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan secara fisika maupun kimia. Secara fisika, aktivasi dapat dilakukan dengan pemanasan pada suhu $300-400^\circ C$ dengan udara panas atau dengan sistem vakum untuk melepaskan molekul air. Sedangkan aktivasi secara kimia dilakukan melalui pencucian zeolit dengan larutan Na_2EDTA atau asam-asam anorganik seperti HF , HCl dan H_2SO_4 untuk menghilangkan oksida-oksida pengotor yang menutupi permukaan pori.

3.1.1 Macam-macam karakteristik pada zeolit :

a. Rasio Si/Al

Rasio Si/Al merupakan perbandingan jumlah atom Si terhadap jumlah atom Al di dalam kerangka zeolit. Zeolit-A merupakan zeolit sintetik yang mempunyai rasio Si/Al sama dengan satu. Beberapa zeolit mempunyai rasio Si/Al yang tinggi seperti zeolit ZK-4 (LTA), yang mempunyai struktur kerangka seperti zeolit-A, mempunyai rasio 2,5. Banyak zeolit sintetik yang dikembangkan untuk katalis mempunyai kadar Si yang tinggi seperti ZMS-5 (MFI) (*Zeolit Socony-Mobil*) dengan rasio Si/Al antara 20 sampai tak terhingga (murni SiO_2). Ini jauh melebihi mordenit (rasio Si/Al = 5,5) yang merupakan zeolit alam yang dikenal paling banyak mengandung Si.

Perubahan rasio Si/Al dari zeolit akan mengubah muatan zeolit sehingga pada akhirnya akan mengubah jumlah kation penyeimbang. Lebih sedikit atom Al artinya lebih sedikit muatan negatif pada zeolit sehingga lebih sedikit pula kation penyeimbang yang ada. Zeolit berkadar Si tinggi bersifat hidrofobik dan mempunyai affinitas terhadap hidrokarbon.

b. Kation Penyeimbang

Kerangka Si/Al-O pada zeolit bersifat rigid, akan tetapi kation bukan merupakan bagian dari kerangka ini. Kation yang berada di dalam rongga zeolit disebut *exchangeable cations* karena bersifat bergerak (*mobile*) dan dapat digantikan oleh kation lainnya.

Keberadaan dan posisi kation pada zeolit sangat penting untuk berbagai alasan. Lingkar silang dari cincin dan terowongan pada strukturnya dapat diubah dengan mengubah ukuran atau muatan kation. Secara signifikan hal ini akan mempengaruhi ukuran molekul yang dapat teradsorpsi. Perubahan pada pengisian kationik juga akan mengubah distribusi muatan di dalam rongga yang akan mempengaruhi sifat adsorptif dan aktivitas katalitik dari zeolit tersebut. Dengan alasan ini maka sangat penting untuk mengatur posisi kation di dalam kerangka dan banyak penelitian telah dilakukan untuk maksud tersebut.

c. Zeolit sebagai agen pendehidrasi

Kristal zeolit normal mengandung molekul air yang berkoordinasi dengan kation penyeimbang. Zeolit dapat didehidrasi dengan memanaskannya. Pada keadaan ini kation akan berpindah posisi, sering kali menuju tempat dengan bilangan koordinasi lebih rendah. Zeolit terdehidrasi merupakan bahan pengering

(*drying agents*) yang sangat baik. Penyerapan air akan membuat kation kembali menuju keadaan koordinasi tinggi.

d. Zeolit sebagai penukar ion

Kation M^{n+} pada zeolit dapat ditukarkan oleh ion lain yang terdapat pada larutan yang mengelilinginya. Dengan sifat ini zeolit-A dengan ion Na^+ dapat digunakan sebagai pelunak air (*water softener*) dimana ion Na^+ akan digantikan oleh ion Ca^{2+} dari air sadah. Zeolit yang telah jenuh Ca^{2+} dapat diperbarui dengan melarutkannya ke dalam larutan garam Na^+ atau K^+ murni. Zeolit-A sekarang ditambahkan ke dalam deterjen sebagai pelunak air menggantikan polipospat yang dapat menimbulkan kerusakan ekologi. Produksi air minum dari air laut menggunakan campuran Ag dan Ba zeolit merupakan proses desalinasi yang baik walaupun proses ini tergolong mahal.

Beberapa zeolit mempunyai affinitas besar terhadap kation tertentu. Clinoptilolite (HFU) merupakan zeolit alam yang digunakan untuk *recovery* ^{137}Cs dari sampah radioaktif. Zeolit-A juga dapat digunakan untuk mengisolasi strontium. Zeolit telah digunakan secara besar-besaran untuk membersihkan zat radioaktif pada kecelakaan Chernobyl dan Three-Mile Island.

Zeolit juga digunakan untuk mengurangi tingkat pencemaran logam berat seperti Pb, Cd, Zn, Cu^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} pada lingkungan. Modifikasi zeolit sebagai adsorben anion seperti NO_3^- , Cl^- , dan SO_4^- telah dikembangkan melalui proses kalsinasi zeolit-H pada suhu 550 °C.

e. Zeolit sebagai adsorben

Zeolit yang terdehidrasi akan mempunyai struktur pori terbuka dengan *internal surface area* besar sehingga kemampuan mengadsorb molekul

selain air semakin tinggi. Ukuran cincin dari jendela yang menuju rongga menentukan ukuran molekul yang dapat teradsorb. Sifat ini yang menjadikan zeolit mempunyai kemampuan penyaringan yang sangat spesifik yang dapat digunakan untuk pemurnian dan pemisahan. Chabazite (CHA) merupakan zeolit pertama yang diketahui dapat mengadsorb dan menahan molekul kecil seperti asam formiat dan metanol tetapi tidak dapat menyerap benzena dan molekul yang lebih besar. Chabazite telah digunakan secara komersial untuk mengadsorb gas polutan SO_2 yang merupakan emisi dari cerobong asap. Hal yang sama terdapat pada zeolit-A dimana diameter jendela berukuran $410 \mu\text{m}$ yang sangat kecil dibandingkan diameter rongga dalam yang mencapai $1140 \mu\text{m}$ sehingga molekul metana dapat masuk rongga dan molekul benzena yang lebih besar tertahan diluar.

Selain itu zeolit juga dapat digunakan sebagai adsorben zat warna brom dan untuk pemucatan minyak sawit mentah. Zeolit yang digunakan sebagai penyaring molekular tidak menunjukkan perubahan cukup besar pada struktur kerangka dasar pada dehidrasi walaupun kation berpindah menuju posisi dengan koordinasi lebih rendah. Setelah dehidrasi, zeolit-A dan zeolit lainnya sangat stabil terhadap pemanasan dan tidak terdekomposisi dibawah $700 \text{ }^\circ\text{C}$. Volume rongga pada zeolit-A terdehidrasi adalah sekitar 50% dari volume zeolit.

f. Zeolit sebagai katalis

Zeolit merupakan katalis yang sangat berguna yang menunjukkan beberapa sifat penting yang tidak ditemukan pada katalis amorf tradisional. Katalis amorf hampir selalu dibuat dalam bentuk serbuk untuk memberikan luas permukaan yang besar sehingga jumlah sisi katalitik semakin besar. Keberadaan rongga pada zeolit memberikan luas permukaan internal yang sangat luas sehingga dapat

menampung 100 kali molekul lebih banyak daripada katalis amorf dengan jumlah yang sama. Zeolit merupakan kristal yang mudah dibuat dalam jumlah besar mengingat zeolit tidak menunjukkan aktivitas katalitik yang bervariasi seperti pada katalis amorf. Sifat penyaring molekul dari zeolit dapat mengontrol molekul yang masuk atau keluar dari situs aktif. Karena adanya pengontrolan seperti ini maka zeolit disebut sebagai katalis selektif bentuk.

Aktivitas katalitik dari zeolit terdeionisasi dihubungkan dengan keberadaan situs asam yang muncul dari unit tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ pada kerangka. Situs asam ini bisa berkarakter asam Bronsted maupun asam Lewis. Zeolit sintetik biasanya mempunyai ion Na^+ yang dapat dipertukarkan dengan proton secara langsung dengan asam, memberikan permukaan gugus hidroksil (situs Bronsted). Jika zeolit tidak stabil pada larutan asam, situs Bronsted dapat dibuat dengan mengubah zeolit menjadi garam NH_4^+ kemudian memanaskannya sehingga terjadi penguapan NH_3 dengan meninggalkan proton. Pemanasan lebih lanjut akan menguapkan air dari situs Bronsted menghasilkan ion Al terkoordinasi 3 yang mempunyai sifat akseptor pasangan elektron (situs Lewis). Permukaan zeolit dapat menunjukkan situs Brønsted, situs Lewis ataupun keduanya tergantung bagaimana zeolit tersebut dipreparasi.

Tidak semua katalis zeolit menggunakan prinsip deionisasi atau bentuk asam. Sifat katalisis juga dapat diperoleh dengan mengganti ion Na^+ dengan ion lantanida seperti La^{3+} atau Ce^{3+} . Ion-ion ini kemudian memposisikan dirinya sehingga dapat mencapai kondisi paling baik yang dapat menetralkan muatan negatif yang terpisah dari tetrahedral Al pada kerangka. Pemisahan muatan menghasilkan gradien medan elektrostatis yang tinggi di dalam rongga yang

cukup besar untuk mempolarisasi ikatan C-H atau mengionisasi ikatan tersebut sehingga reaksi selanjutnya dapat terjadi. Efek ini dapat diperkuat dengan mereduksi Al pada zeolit sehingga unit $[AlO_4]^{5-}$ terpisah lebih jauh. Tanah jarang sebagai bentuk tersubstitusi dari zeolit-X menjadi katalis zeolit komersial pertama untuk proses *cracking* petroleum pada tahun 1960-an. Akan tetapi katalis ini telah digantikan oleh Zeolit-Y yang lebih stabil pada suhu tinggi. Katalis ini menghasilkan 20% lebih banyak petrol (gasolin) daripada zeolit-X.

Cara ketiga penggunaan zeolit sebagai katalis adalah dengan menggantikan ion Na^+ dengan ion logam lain seperti Ni^{2+} , Pd^{2+} atau Pt^{2+} dan kemudian mereduksinya secara *in situ* sehingga atom logam terdeposit di dalam kerangka zeolit. Material yang dihasilkan menunjukkan sifat gabungan antara sifat katalisis logam dengan pendukung katalis logam (zeolit) dan penyebaran logam ke dalam pori dapat dicapai dengan baik.

Teknik lain untuk preparasi katalis dengan pengemban zeolit melibatkan adsorpsi fisika dari senyawa anorganik volatil diikuti dengan dekomposisi termal. $Ni(CO)_4$ dapat teradsorpsi pada zeolit-X dan dengan pemanasan hati-hati akan terdekomposisi meninggalkan atom nikel pada rongga. Katalis ini merupakan katalis yang baik untuk konversi karbon monoksida menjadi metana.

Zeolit mempunyai tiga tipe katalis selektif bentuk, sebagai berikut :

a. Katalis selektif reaktan

Dimana hanya molekul (reaktan) dengan ukuran tertentu yang dapat masuk ke dalam pori dan akan bereaksi di dalam pori.

b. Katalis selektif produk

Hanya produk yang berukuran tertentu yang dapat meninggalkan situs aktif dan berdifusi melewati saluran (*channel*) dan keluar sebagai produk.

c. Katalis selektif keadaan transisi

Reaksi yang terjadi melibatkan keadaan transisi dengan dimensi yang terbatas oleh ukuran pori.

Pada penelitian ini digunakan zeolit alam aktif yang telah dikemas. Zeolit alam dapat berfungsi sebagai katalis perengkahan minyak bumi dengan adanya peningkatan produk dalam bentuk cairan yang bernilai ekonomi tinggi. Karakter penting dari zeolit yang menjadikannya sebagai katalis perengkahan yang mempunyai aktivitas tinggi antara lain : seperti keasaman, selektivitas dan stabilitas termalnya yang tinggi.

Aplikasi zeolit adalah sebagai katalis heterogen. Katalis zeolit berbeda dengan jenis katalis padatan lainnya, karena situs aktif katalitik zeolit terdistribusi secara beragam pada sebagian besar padatannya dan pada strukturnya terdapat ruang-ruang kosong dan kanal-kanal yang mudah dicapai oleh molekul-molekul rektan tertentu.

3.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang fasenya berbeda dengan fase zat yang bereaksi maupun zat hasil reaksi. Contoh sederhana katalisis heterogen adalah katalis menyediakan suatu permukaan dimana pereaksi-pereaksi (atau substrat) untuk sementara terjerap. Ikatan dalam substrat-substrat menjadi lemah

sehingga memadai terbentuknya produk baru. Ikatan antara produk baru dan katalis lebih lemah sehingga akhirnya terlepas.

Mekanisme yang tepat dari katalis heterogen belum dimengerti secara sempurna. Walaupun demikian tersedianya elektron orbital d dan orbital p pada atom-atom yang terdapat pada permukaan katalis memegang peranan penting. Oleh karena itu aktivasi katalis heterogen banyak dilakukan pada sejumlah pada sejumlah besar unsure peralihan (transisi) dan senyawa-senyawanya. Persyaratan kunci dalam katalis heterogen ialah bahwa pereaksi fase gas atau larutan diadsorpsi kepermukaan katalis (Fessenden & Fessenden, 1986).

Mekanisme dari katalis padat dengan reaktan fasa gas, dimana terjadi pembentukan kompleks reaktan dengan katalis setelah pembentukan produk adalah sebagai berikut :

1. Reaktan terbawa oleh aliran gas pembawa sampai kepermukaan luar katalis.
2. Difusi reaktan dari permukaan luar, masuk melalui pori dalam partikel katalis.
3. Reaktan diadsorpsi pada sisi aktif katalis sehingga menimbulkan energi adsorpsi.
4. Reaksi pembentukan produk antara permukaan sampai terjadinya produk.
5. Produk didesorpsi dari katalis keluar melalui pori bagian partikel katalis.
6. Difusi produk menuju permukaan luar katalis.
7. Produk mengikuti aliran gas pembawa.

Syarat utama pada katalis heterogen ialah bahwa pereaksi fase gas atau larutan diadsorpsi kepermukaan katalis. Tidak semua atom-atom yang terdapat

pada permukaan sama efektifnya sebagai katalis, bagian yang efektif tersebut disebut sebagai sisi aktif katalis.

3.3 Aktivasi pada Zeolit

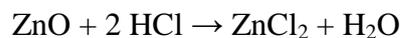
Proses aktivasi terhadap zeolit bertujuan untuk membersihkan permukaan zeolit, membauang senyawa pengotornya, mengatur kembali atom yang dapat dipertukarkan, memperbesar luas permukaan dan meningkatkan keasaman zeolit sehingga kemampuan adsorpsi, penukar kation dan katalis meningkat.

Zeolit yang akan digunakan terlebih dahulu diimpregnasi menggunakan ZnO hal ini akan mengakibatkan pori-pori zeolit akan terisi oleh ZnO ini. Zeolit setelah mengalami proses aktivasi asam akan mempunyai diameter pori yang lebar dan permukaan yang lebih luas. Ion H^+ yang berada pada ruang pori merupakan sumber asam Bronsted. Untuk tujuan pembuatan katalis asam dengan sifat keasaman yang kuat, maka diperlukan situs asam Bronsted yang banyak. Dengan demikian, diperlukan konsentrasi asam yang tinggi pada proses aktivasi asam.

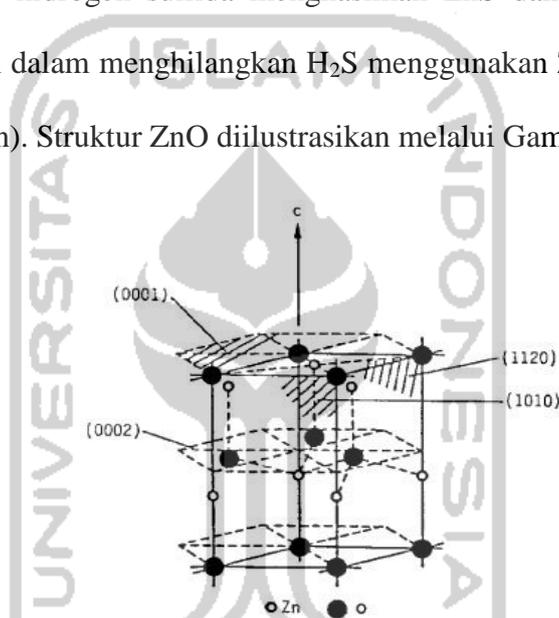
3.4 Seng Oksida (ZnO)

Seng oksida adalah sebuah senyawa anorganik dengan formula ZnO dan massa molar 81,408 g/mol. Seng oksida yang dikenal sebagai seng putih atau sebagai mineral *zincite*. Seng oksida akan berubah dari putih menjadi kuning ketika dipanaskan dan akan kembali ke putih apabila didinginkan. Perubahan warna ini disebabkan oleh kehilangannya oksigen pada suhu tinggi untuk membentuk non-stoikiometrik $Zn^{1+x}O$, dimana pada suhu 800 °C, $x=0,00007$. Seng oksida merupakan oksida amfoter. Seng oksida hampir tidak larut dalam air

dan alkohol, tetapi larut dalam asam, misalnya asam klorida, menurut reaksi berikut :



Seng oksida akan terurai menjadi uap seng dan oksigen pada suhu sekitar 1975 °C, yang mencerminkan stabilitas yang cukup besar. Seng oksida dapat bereaksi hebat dengan bubuk aluminium dan magnesium. Seng oksida juga dapat bereaksi dengan hidrogen sulfida menghasilkan ZnS dan reaksi ini digunakan secara komersial dalam menghilangkan H₂S menggunakan ZnO bubuk (misalnya, sebagai deodoran). Struktur ZnO diilustrasikan melalui Gambar 2.



Gambar 2. Struktur ZnO (Anonim, 2011)

Seng oksida mengkristal dalam tiga bentuk: heksagonal wursit, kubik *zinblende* dan kubik *rocksalt* (jarang diamati). Struktur wursit merupakan struktur yang paling stabil pada kondisi ambien dan yang paling umum. Bentuk *zinblende* dapat distabilkan dengan menumbuhkan ZnO pada substrat dengan struktur kisi kubik. Struktur *rocksalt* (NaCl-tipe) hanya dapat diamati pada tekanan yang relatif tinggi sekitar 10 GPa. ZnO adalah bahan yang relatif lembut dengan perkiraan kekerasan 4,5 skala Mohs, kapasitas panas dan konduktivitas panas yang tinggi, ekspansi termal rendah dan suhu lebur tinggi. ZnO memiliki

band gap yang relatif besar yaitu $\sim 3,3$ eV pada suhu kamar. Oleh karena itu, ZnO murni adalah tidak berwarna dan transparan. Keuntungan yang terkait dengan band gap yang besar adalah memiliki tegangan breakdown yang lebih tinggi, kemampuan untuk mempertahankan medan listrik yang besar, lebih rendah, suhu tinggi dan operasi daya tinggi.

Seng oksida digunakan secara luas sebagai aditif ke berbagai bahan dan produk termasuk plastik, keramik, kaca, semen, karet, pelumas, cat, salep, lem, pigmen, makanan (sumber gizi Zn) dan baterai. ZnO juga merupakan aditif penting pada karet ban mobil. ZnO aditif juga melindungi karet dari jamur dan sinar UV. Seng oksida digunakan untuk beton manufaktur. Penambahan ZnO dapat meningkatkan waktu pemrosesan dan resistansi beton terhadap air. ZnO juga digunakan sebagai agen antibakteri dan karena alasan itu ZnO ditambahkan ke dalam berbagai bahan termasuk bahan katun, karet, makanan kemasan, dan lain sebagainya. Seng oksida secara luas digunakan juga untuk bahan antiseptik, anti ketombe pada sampo dan produk-produk bayi lainnya.

3.5 1-Pentanol

Amil alkohol adalah nama lain dari 1-pentanol rumus $C_5H_{12}OH$. Sebuah campuran amil alkohol (juga disebut amil alkohol) dapat diperoleh dari alkohol Fusel. Amil alkohol digunakan sebagai pelarut dan pada esterifikasi misalnya dalam produksi asetat amil.

Dalam kimia, reaksi dehidrasi biasanya didefinisikan sebagai reaksi yang melibatkan pelepasan air dari molekul yang bereaksi. Reaksi dehidrasi merupakan subset dari reaksi eliminasi. Karena gugus hidroksil (-OH) adalah gugus lepas yang buruk, pemberian katalis asam Bronsted sering kali membantu protonasi

gugus hidroksil, menjadikannya gugus lepas yang baik, -OH. Agen dehidrasi yang umum meliputi asam sulfat pekat, asam fosfat pekat, aluminium oksida panas, keramik panas (Fessenden & Fessenden, 1990).

Dalam kimia organik, terdapat berbagai contoh reaksi dehidrasi, yaitu :

Konversi alkohol menjadi eter:



Reaksi dehidrasi alkohol primer menjadi eter dan air terjadi jika alkohol primer dipanaskan pada suhu 140°C dengan katalis berupa asam sulfat (H_2SO_4) (Fessenden & Fessenden, 1990).

3.6 Karakterisasi Terhadap Seng Oksida

Karakterisasi pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui beberapa sifat fisik dari seng oksida. Banyak instrumentasi yang digunakan untuk mengetahui beberapa sifat fisik ini, diantaranya adalah:

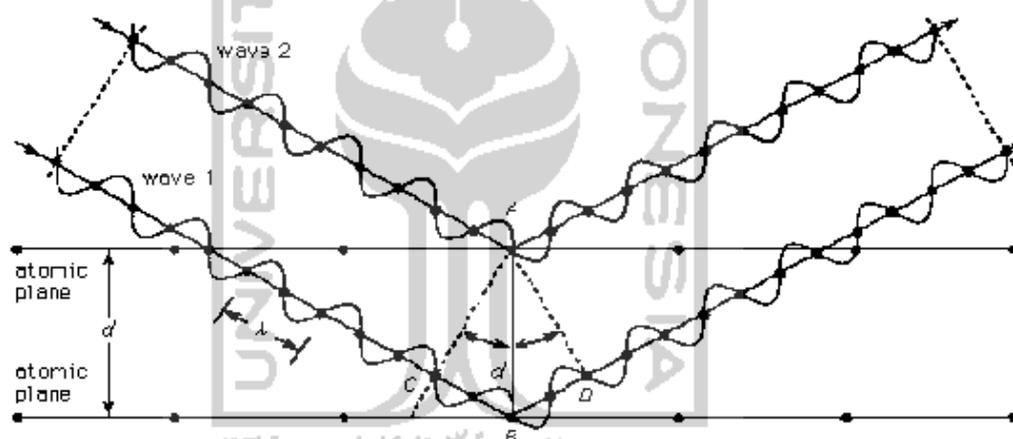
3.6.1 Metode Difraksi Sinar-X (XRD)

Prinsip dari metode difraksi sinar-X adalah adanya interaksi radiasi gelombang elektromagnetik dengan materi. Interaksi yang terjadi dapat berupa refleksi atau difraksi. Radiasi yang digunakan adalah sinar-X. Jika radiasi sinar-X ini mengenai bidang kisi kristal maka akan memberikan refleksi yang hasilnya ditampilkan dalam bentuk difraktogram. Sifat yang dapat diamati meliputi perubahan dari puncak difraktogram dan kristalinitas zeolit.

Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan λ $0,50 \text{ \AA} - 2,5 \text{ \AA}$ dan besar energi $\pm 10^7 \text{ eV}$. Metode ini hanya digunakan untuk menganalisis kristalin. Jika seberkas elektron ditembakkan pada materi dengan energy 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 sambil memancarkan energi yang disebut sinar-X.

Metode difraksi sinar-X digunakan dalam analisis kimia untuk mengidentifikasi Kristal, penentuan kemurnian hasil sintesis, dan deteksi senyawa baru. Dimana dasar analisis kimianya yaitu bahwa setiap Kristal mempunyai jarak antar bidang (d) Kristal yang karakteristik. Hukum Bragg menyatakan bahwa jika dua berkas sinar-X yang paralel mengenai bidang-bidang Kristal yang sama dengan jarak antar bidang (d), maka perbedaan jarak yang ditempuh oleh kedua sinar tersebut berbanding langsung dengan panjang gelombangnya.



Gambar 3. Difraksi pada sinar-X

Pola-pola difraksi ini sebenarnya menyerupai pola gelap dan terang. Pola gelap terbentuk ketika terjadi interferensi destruktif, sedangkan pola terang terbentuk ketika terjadi interferensi konstruktif dari pantulan gelombang-gelombang sinar-X yang saling bertemu. Interferensi konstruktif tersebut terjadi sesuai dengan Hukum Bragg berikut ini :

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

dimana, n = urutan difraksi

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar bidang kristal

θ = sudut difraksi.

Setiap spesies mineral dicirikan oleh susunan atom yang khusus, sehingga dihasilkan bidang-bidang atom (*atomic planes*) berciri khas yang mampu mendifraksi (merefleksikan) sinar-X. Hasil analisis biasanya ditunjukkan dalam bentuk nilai 2θ ke satuan jarak d_{hkl} . Umumnya mineral zeolit menunjukkan jarak d_{hkl} pada kisaran antara 30 \AA dan 3 \AA , yang bersesuaian dengan sudut 2θ antara 2° dan 30° .

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 zeolit (Tan, 1982).

3.6.2 Metode Spektroskopi Inframerah

Metode spektroskopi inframerah atau sering disingkat FTIR merupakan metode yang umum digunakan untuk mengidentifikasi secara kualitatif adanya gugus fungsional di dalam suatu senyawa yang akan dianalisis. Cara kerja dari spektrometri ini adalah bila radiasi sinar infra merah dilewatkan melalui cuplikan senyawa organik, maka radiasi elektromagnetik dari sinar infra merah akan dipancarkan menembus ruang dalam bentuk gelombang-gelombang. Tiap tipe radiasi elektromagnet dicirikan oleh panjang gelombang (*wavelength*, λ) yakni jarak antara puncak panjang gelombang yang satu ke puncak yang lainnya

Inti-inti atom yang terikat oleh ikatan kovalen, mengalami vibrasi (getaran) atau osilasi (*oscillation*), dengan cara serupa dengan dua bola yang terikat oleh suatu pegas. Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang

diserap menyebabkan kenaikan amplitudo getaran atom-atom yang terikat itu. Jadi molekul ini berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi (*excited vibration state*; energi yang terserap ini akan dibuang dalam bentuk panas bila molekul itu kembali ke keadaan dasar). Aneka ragam ikatan membutuhkan energi untuk eksitasi vibrasi dalam kuantitas yang berbeda-beda.

Prinsip dasar metode ini adalah interaksi antara energi berupa radiasi sinar inframerah dengan ikatan kovalen dalam suatu senyawa. Selain panjang gelombang, juga dipengaruhi oleh frekuensi yang didefinisikan sebagai banyak daur (lingkar) lengkap tiap detik disebut Hertz (Hz). Panjang gelombang dan frekuensi berbanding terbalik.

Lempung amorf maupun kristalin dapat menyerap radiasi inframerah, sehingga metode spektroskopi inframerah berguna untuk yang tidak dapat dianalisis oleh difraksi sinar-X. Adanya pergerakan antar atom akibat adanya getaran, menyebabkan terjadinya pergantian berkala satu sama lain.

Dua kelompok daerah yang biasanya mencirikan spektra inframerah dari kebanyakan mineral lempung adalah (Tan, 1982):

1. Daerah antara 4000 cm^{-1} dan 3000 cm^{-1} , yang diakibatkan oleh getaran rentangan air yang terjadi dan atau gugus OH oktahedral yang disebut gugus fungsional.
2. Daerah antara 1400 cm^{-1} dan 800 cm^{-1} , yang disebabkan oleh getaran Al-OH dan atau Si-O yang disebut daerah sidik jari.

Ada berbagai macam daerah-daerah resapan pada infra merah tergantung pada jenis senyawa yang dianalisis,

Tabel 1. Daerah resapan pada Infra Merah

Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)
O-H, N-H	3750-3000
C-H; C≡C-H, C=C-H, Ar-H	3300-3000
C-H; CH ₃ -, -CH ₂ -, ≡C-H, -CHO	3000-2700
C≡C, C≡N	2400-2100
C=O	1900-1650
C=C, C=N	1675-1500
C-H Alkil	1475-1300
C-O-C	1200-1000
C-H; C=C-H, Ar-H	1000-650
Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)
Anorganik; C-Cl, SO ₄ ²⁻ , PO ₄ ²⁻ , CO ₃ ²⁻ , NO ₃ ⁻	<1000

3.6.3 Metode Kromatografi Gas dan Spektrometri Massa

Prinsip kerja kromatografi gas adalah perbedaan pada kelarutan komponen-komponen sampel pada fase gerak dan fase diam. Fase gerak adalah larutan pembawa sampel yang inert terhadap sampel. Fase diam berwujud padatan atau cairan. Komponen-komponen yang dibawa oleh fase gerak memiliki kecepatan yang berbeda karena tertahan oleh fase diam yang kebanyakan berwujud padat. Perbedaan ini menyebabkan setiap komponen memiliki waktu retensi tertentu.

Beberapa faktor yang mempengaruhi waktu retensi adalah laju alir gas, temperatur, ukuran molekul, fase diam, volume sampel, tekanan dalam kolom yang merupakan faktor utama dalam pencatatan waktu retensi.

Dalam penelitian ini metode kromatografi gas digunakan untuk menentukan karakterisasi hasil dari reaksi dehidrasi 1-pentanol secara kualitatif sehingga data yang diterima akan memberikan adanya perbedaan puncak dari larutan standar dan larutan sampel, sehingga dapat dilanjutkan oleh kromatografi gas spektrometri massa. Prinsip kerja dari kromatografi gas spektrometri massa atau lebih sering dikenal dengan GC-MS adalah suatu unit mass spect yang berfungsi untuk

memecah fragmen massa dari setiap senyawa sehingga dapat diketahui identitas senyawa tersebut. GC-MS menggunakan detektor khusus, yang banyak digunakan adalah *Electron Impact* (EI) detektor.

Pada alat GC-MS ini, dihubungkan antara GC dengan MS dengan suatu interface. Kromatografi gas di sini berfungsi sebagai alat pemisah berbagai komponen campuran dalam sampel, sedangkan spektra massa berfungsi untuk mendeteksi masing-masing molekul komponen yang telah dipisahkan pada sistem kromatografi gas. Analisis dengan GC-MS merupakan metode yang cepat dan akurat untuk memisahkan campuran yang rumit, maupun menganalisis cuplikan yang sangat kecil dan menghasilkan data yang berguna mengenai struktur serta identitas senyawa organik. Unsur-unsur penting yang terdapat dalam GC-MS adalah sebagai berikut:

1. Gas pembawa

Gas pembawa akan menyebabkan suatu senyawa bergerak melalui kolom kromatografi gas, aliran gas melalui kolom yang diukur dalam satuan mL/menit, serta tekanan antara pangkal dan ujung kolom. Gas pembawa yang paling sering digunakan adalah helium (He), argon (Ar), nitrogen (N_2), hidrogen (H_2) dan karbon dioksida (CO_2). Keuntungannya adalah kesemua gas tersebut tidak reaktif (inert) dan dapat dibeli dalam keadaan murni dan kering dikemas dalam tangki bertekanan tinggi. Pemilihan gas pembawa tergantung pada detektor yang dipakai. Gas pembawa harus memenuhi sejumlah persyaratan, harus inert (tidak bereaksi dengan sampel, pelarut sampel, material dalam kolom), dan mudah diperoleh serta harga yang murah.

2. Kolom

Keberhasilan suatu proses pemisahan terutama ditentukan oleh pemilihan kolom. Kolom dapat terbuat dari tembaga, baja tahan karat, aluminium, atau gelas. Kolom dapat berbentuk lurus, spiral, ataupun melengkung. Ada dua macam kolom yaitu kolom kemas dan kolom kapiler.

Berdasarkan sifat pada sampel yang polar, untuk keperluan analisis sebaiknya digunakan kolom dengan fase diam yang non polar, misalnya CBP-5, CBJ-5, SE-52 dan SE-54. Jika dalam analisis digunakan kolom yang polar. Sejumlah puncak yang dihasilkan menjadi lebar (tidak tajam) dan sebagian puncak tersebut juga membentuk ekor. Begitu juga dengan garis dasarnya tidak rata dan terlihat bergelombang. Bahkan kemungkinan besar komponen yang bersifat non polar tidak akan terdeteksi sama sekali.

3. Suhu

Suhu merupakan salah satu faktor utama yang menentukan hasil analisis kromatografi gas dan spektrometri massa. Umumnya yang sangat menentukan adalah pengaturan suhu injektor.

4. Sistem Injeksi

GC-MS memiliki dua sistem masukan sampel (*injection*), yaitu secara langsung (*direct inlet*) dan melalui sistem kromatografi gas (*indirect inlet*). Untuk sampel campuran pemasukan sampel harus melalui sistem GC, sedangkan untuk sampel murni dapat langsung dimasukkan ke dalam ruang pengion (*direct inlet*).

5. Detektor

Detektor yang digunakan pada sistem GC-MS harus stabil dan tidak merusak senyawa yang dideteksi. Pada sistem GC-MS ini, yang berfungsi sebagai

detektor adalah spektrometer massa itu sendiri yang terdiri atas sistem ionisasi dan sistem analisis.

6. Sistem pengolahan data dan Identifikasi senyawa

Komputerisasi untuk pengolahan data akan sangat membantu penafsiran hasil analisis. Dari analisis GC-MS akan diperoleh dua informasi dasar, yaitu hasil analisis kromatografi gas yang ditampilkan dalam bentuk kromatogram dan hasil analisis dari spektrometer massa yang dihasilkan dalam bentuk spektrum massa. Dari kromatogram dapat diperoleh informasi mengenai jumlah komponen kimia yang terdapat dalam campuran yang dianalisis (jika sampel berbentuk cair) yang ditunjukkan oleh jumlah puncak yang terbentuk pada kromatogram berikut kuantitas masing-masing. Pembentukan kromatogram ini didasarkan pada jumlah total ion yang terbentuk dari masing-masing komponen kimia tersebut. Artinya, jika suatu komponen berada dalam presentase tinggi dalam campuran yang dianalisis, maka jumlah ion yang terbentuk dari molekul komponen tersebut akan tinggi juga, sehingga puncak yang tampil pada kromatogram juga memiliki luas area yang besar.

Sebaliknya, jika suatu komponen kimia dalam campuran tersebut terdapat dalam presentase yang kecil, maka puncak yang tampil pada kromatogramnya otomatis akan kecil. Kromatogram yang didasarkan pada perhitungan ini sering juga disebut dengan *total ion chromatogram* (TIC).

Selanjutnya, spektrum massa komponen kimia yang diperoleh dari hasil analisis diidentifikasi dengan cara dibandingkan dengan spektrum massa yang terdapat dalam satu bank data. Ada beberapa produk bank data yang dapat

digunakan untuk tujuan ini, misalnya National Institute Standard of Technology (NIST), NB75K dan Wiley Library.

3.6.4 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Peristiwa serapan atom pertama kali diamati oleh Fraunhofer, ketika menelaah garis-garis hitam pada spektrum matahari. Sedangkan yang memanfaatkan prinsip serapan atom pada bidang analisis adalah seorang Australia bernama Alan Walsh di tahun 1955. Sebelumnya ahli kimia banyak tergantung pada cara-cara spektrofotometrik atau metode analisis spektrografik. Beberapa cara ini yang sulit dan memakan waktu, kemudian segera digantikan dengan spektroskopi serapan atom atau *atomic absorption spectroscopy* (AAS) (Harris D.C, 1982).

3.6.4.1 Prinsip spektroskopi serapan atom (SSA)

Jika suatu larutan yang mengandung suatu garam logam (atau senyawa logam) dihembuskan kedalam suatu nyala (misalnya setilena yang terbakar di udara), dapat terbentuk uap yang mengandung atom-atom logam itu. Beberapa atom logam dalam gas ini dapat dieksitasi ke tingkat energy yang lebih tinggi yang cukup tinggi untuk memungkinkan pemancaran radiasi yang karakteristik dari logam tersebut. Tetapi jumlah lebih besar dari atom logam bentuk gas itu normalnya tetap berada dalam keadaan tak tereksitasi, atau dengan perkataan lain, dalam keadaan dasar (Miller, 1991).

Atom-atom keadaan dasar ini mampu menyerap energi cahaya yang panjang gelombang resonansinya khas untuknya, yang pada umumnya adalah panjang gelombang radiasi yang akan dipancarkan atom-atom itu bila tereksitasi dari keadaan dasar. Jadi jika cahaya dengan panjang gelombang resonansi itu

dilewatkan nyala yang mengandung atom-atom yang bersangkutan, maka sebagian cahaya itu akan diserap, dan jauhnya penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada dalam keadaan nyala. Inilah asas yang mendasari spektroskopi serapan atom (SSA).

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya.

Spektroskopi serapan atom adalah metode yang baik dalam penentuan senyawa karena merupakan salah satu metode analisis instrumental yang digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dan semi logam, di dalam suatu sampel. Analisis kuantitatif ditunjukkan oleh perhitungan-perhitungan dari hasil analisis. Keuntungan menggunakan spektroskopi serapan atom dibanding cara analisis kimia lainnya diantaranya :

1. Kecepatan analisis
2. Ketelitian sampai ke tingkat runtu
3. Tidak memerlukan pemisahan pendahuluan

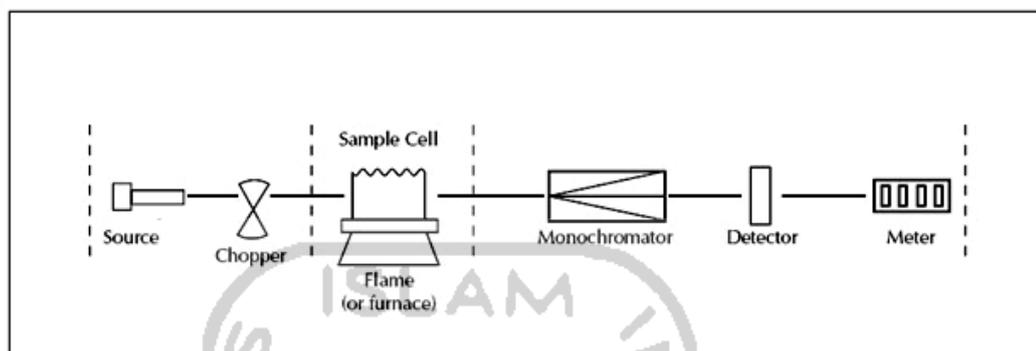
3.6.4.2 Instrumentasi

Pada spektrofotometer serapan atom terdapat enam bagian pokok dalam setiap pengamatan eksternal, yaitu :

1. Lampu katoda berongga
2. Sumber nyala
3. Monokromator
4. Detektor
5. Amplifier

6. Pencatat (*recorder*)

Keenam bagian ini dirangkakan menjadi suatu peralatan spektrofotometer serapan atom yang terlihat pada Gambar 4,



Gambar 4. Bagan alat Spektrofotometer Serapan Atom (Anonim, 2011)

3.6.4.2.1 Lampu katoda

Sumber cahaya diperlukan untuk menghasilkan sinar yang dapat diserap oleh atom-atom dari unsur yang diperiksa. Sumber cahaya digunakan yaitu sumber cahaya yang menghasilkan sinar dengan spektrum diskret. Sinar yang dihasilkan dari sumber cahaya diskret ini mempunyai garis spektra yang kecil tetapi mempunyai intensitas sinar yang besar. Sumber cahaya yang digunakan ada 2 macam, yaitu *hollow cathode lamps* dan *electrodeless discharge lamps*.

Hollow cathode lamps (lampu katoda berongga) merupakan sumber cahaya yang paling banyak digunakan. Katoda terbuat dari logam berbentuk rongga yang didapat dengan unsur tertentu. Anoda terbuat dari kawat wolfram. Kedua elektroda ini berada didalam suatu bejana kaca tertutup yang berbentuk silinder yang berisi gas mulia (Ne, He, Ar) dan bertekanan rendah sekitar 2-3 mmHg. Jendela kaca terbuat dari kaca kuarsa. Untuk sinar-sinar ultraviolet digunakan kaca kuarsa. Kedua elektroda ini dikenai arus listrik sekitar 1-50 mA dengan tegangan yang cukup tinggi, yaitu 350-500 V. Perbedaan tegangan maka molekul

gas mulia disekitar anoda akan terionisasi dan bermuatan positif. Dengan kecepatan tinggi ion-ion ini akan tertarik ke katoda. Benturan ion-ion gas pada katoda akan menyebabkan terpentalnya atom-atom logam dari katoda tersebut. Benturan lebih lanjut antara ion-ion gas mulia dan atom-atom metal terpental tersebut akan mengakibatkan ion-ion atom-atom akan tereksitasi.

Suatu sumber cahaya dalam spektrofotometer absorpsi atom, yang dipilih karena garis pancaran unsur katoda lebih sempit dari pada garis absorpsi atom padanannya dalam nyala dan tanur. Lampu katoda yang digunakan harus terbuat dari unsur yang sama ketika akan dianalisis, misalnya akan dianalisis Zn, maka lampu yang akan digunakan adalah lampu berkatoda Zn (Khopkar, 2003).

Hollows cathode lamps dapat dibuat dengan suatu jenis logam biasa saja (*single cathode lamps*) maupun lebih dari satu jenis logam yang diletakan secara terpisah (*multy cathode lamps*). Keuntungan multi cathode lamps diantaranya untuk analisis unsure yang berbeda tidak perlu mengganti lampu asalkan terdapat katoda yang berasal dari logam yang sama dengan unsure yang dianalisis.

Kualitas *Hollow-cathode lamps* diukur dengan intensitas sinar yang dihasilkan. Intensitas sinar ditentukan oleh beberapa faktor, diantaranya :

1. Efisiensi benturan ion-ion katoda

Faktor ini merupakan faktor yang paling utama. Agar pembenturan ini efisien maka tenaga kinetik gas harus lebih besar dibandingkan tenaga kisi (*lattice energy*) logam yang ditumbuk.

2. Arus dan potensial listrik antara kedua elektroda

Semakin besar arus potensial listrik kinetiknya sehingga atom yang tereksitasi semakin banyak dan sinar yang dihasilkan semakin terang.

Naming bila terlalau banyak atom yang terpental keluar dan berkumpul di depan katoda justru akan mengurangi intensitasnya.

3.6.4.2.2 Sumber nyala

Nyala yang digunakan pada SSA harus mampu memberikan suhu 1700 °C. Untuk mencapai suhu yang setinggi ini biasanya digunakan gas pembakar dalam suatu gas pengoksida (oksidan) seperti misalnya udara dan nitrogen (N₂O).

Campuran gas yang paling umum digunakan adalah

1. Udara : C₂H₂ (suhu nyala 1900-2000 °C)
2. N₂O : C₂H₂ (suhu nyala 2700-3000 °C)
3. Udara : CH₃CH₂CH₃ (suhu nyala 1700-1900 °C)

Sistem absorb diperlukan untuk menyediakan media atom-atom netral yang nantinya dapat melakukan penyerapan sinar. Sistem yang dipakai ada 2 macam yaitu sistem dengan nyala api dan tanpa nyala (elektrotermal)

Atomisasi dengan nyala api merupakan cara pengatom dalam spektrofotometri serapan atom yang hingga saat ini masih banyak digunakan. System ini sama halnya dengan flamefotometri, yaitu dengan menggunakan penyemprotan dan pengkabutan ke dalam suatu alat yang kemudian dibakar dengan bahan bakar gas. Bahan bakar gas yang digunakan umumnya adalah propana, butana, hidrogen dan asitilen. Sedangkan oksidatornya adalah udara, oksigen, N₂O dan asitilen.

Efisiensi pengatom ini tergantung pada sifat-sifat larutan sampel, cara penyemprotan dan pengkabutannya serta jenis bahan bakar yang digunakan.

Proses atomisasi dengan nyala api berlangsung melalui 5 tahap, yaitu:

- a. Penyemprotan dan pengkabutan larutan

- b. Pengendapan butir cairan
- c. Pencampuran butir cairan dengan gas pembakar
- d. Disulvasi butiran cairan
- e. Penguraian atau pemecahan senyawa

Penyemprotan dan pengkabutan dapat dilakukan dengan menggunakan peralatan pengkabut atau nebulator. Pada saat melewati *ventury* akan memberikan penurunan tekanan menyebabkan larutan mengalir melalui pipa kapiler dengan kecepatan yang bias diatur antara 1-4 mL/menit. Karena bercampur dengan aliran udara yang bergerak sangat cepat, maka larutan ini akan berubah ke bentuk kabut dengan butiran aliran sebesar 1-100 mikron. Butir-butir cairan ini akan dibawa seterusnya ke dalam *spray chamber*. Pada saat menumbuk bola gelas maka kecepatan polaritasnya akan sangat berkurang dan terjadi pemecahan butir-butir yang lebih kecil. Butir-butir cairan yang lebih besar mengendap melalui saluran pengeluaran. Sedang butir-butir cairan yang halus dan seragam akan masuk ke dalam nyala api. Jumlah cairan yang masuk ke dalam nyala api hanyalah 10 % dari cairan yang mula-mula. Gas pembakar juga dimasukkan ke dalam *spray chamber* bersama-sama dengan O₂ dan butir-butir cairan tadi dibakar pada burner heatnya sehingga butir cairan mengalir menjadi butir zat atau disulvasi dan keluar menjadi atom-atomnya.

Penentuan dengan nyala api adalah adanya nebulizer di dalam alat SSA yang berfungsi mengubah larutan seng menjadi uap atau aerosol halus dimasukkan ke dalam nyala untuk atomisasi. Atomisasi dengan nyala memberikan hasil pengukuran yang lebih sensitif daripada sistem atomisasi elektrotermal karena

atomisasi nyala dikerjakan pada temperatur yang relatif rendah (700-900 °C), sedangkan atomisasi elektrotermal dikerjakan dengan temperatur yang tinggi.

3.6.4.2.3 Monokromator

Dalam spektroskopi absorpsi atom fungsi monokromator adalah untuk memencilkan garis resonansi dari semua garis yang tak diserap yang dipancarkan oleh sumber radiasi. Dalam kebanyakan instrument komersial digunakan kridisifikasi karena sebaran yang dilakukan oleh kisi lebih seragam dari pada yang dilakukan prisma, dan akibatnya instrument kisi dapat memelihara daya pisah yang lebih tinggi sepanjang jangka panjang gelombang yang lebih lebar (Bassett, 1994).

Monokromator berfungsi untuk mengisolir salah satu garis resonansi dari sekian banyak spektrum yang dihasilkan oleh *hollow-cathode lamps*. Monokromator harus dapat mengisolir hanya satu garis resonansi. Kesanggupan untuk memisahkan spektrum sinar (resolusi) merupakan faktor yang paling penting dari suatu monokromator. Dalam absorpsi atom, monokromator yang dibutuhkan umumnya mempunyai resolusi 0,2 nm bahkan sampai dengan 0,03 nm. Resolusi yang bagus umumnya dicapai dengan menggunakan grating, yang terbuat dari bahan kenyal, biasanya epostiresin berbentuk persegi yang dilapisi dengan lapisan tipis Al. pada lapisan Al dibuat garis lurus sebanyak 500-3000 garis per nm. Garis-garis ini sangat lurus, sejajar, berjarak dan bentuknya sama. Sinar yang mengenai garis-garis ini akan terpental (difraksi) dan didispersikan dengan sudut yang berbeda sesuai dengan panjang gelombangnya.

3.6.4.2.4 Detektor

Dalam spektrofotometer absorpsi atom, mengingat kepekaan spectral yang lebih baik diperlakukan, digunakan penggadaan foton. Keluaran dari detektor diumpankan ke dalam suatu sistem peragaan yang sesuai, dan dalam hubungan ini hendaknya diingat bahwa radiasi yang diterima oleh detektor berasal tidak hanya dari garis resonansi yang telah diseleksi tetapi dapat juga timbul dari emisi dalam nyala. Emisi ini dapat disebabkan oleh emisi atom yang timbul dari atom-atom yang sedang diselidiki, dan dapat juga dari emisi pita molekul (Khopkar, S.M)

Williard (1974), mengemukakan bahwa detektor berfungsi untuk mendeteksi sinyal-sinyal yang diterima dan diterjemahkan menjadi informasi-informasi analitis berupa pembacaan (bagian yang menampilkan suatu angka atau gambar yang dibaca). Detektor yang digunakan tergantung pada jenis monokromatornya. Detektor yang paling banyak digunakan adalah fotomultiplikator (*photomultiplier*) yang gunanya untuk merubah energi radiasi menjadi energi listrik.

3.6.4.2.5 Amplifier

Amplifier berfungsi untuk memperkuat sinyal. Sinyal-sinyal listrik yang berasal dari detektor sebelum masuk pencatat (*recorder*) dikuatkan terlebih dahulu dengan amplifier sehingga keluar angka digital yang mudah dibaca.

3.6.4.2.6 Pencatat (*recorder*)

Rekorder pada instrumen SSA berfungsi untuk mengubah sinyal yang diterima menjadi bentuk digital, yaitu dengan satuan absorbansi. Isyarat dari detektor dalam bentuk tenaga listrik akan diubah oleh rekorder dalam bentuk nilai bacaan serapan atom.

3.7 Cara kerja suatu metode analisis spektrofotometer serapan atom

Cara kerja suatu metode analisis spektrofotometri serapan atom biasanya diukur dengan limit deteksi, ketelitian dan ketepatan metode tersebut.

Limit deteksi yaitu daerah terkecil yang dapat di deteksi oleh instrument SSA. Sensitivitas dan limit deteksi dipengaruhi oleh variabel-variabel pengukuran seperti temperatur atomisasi, lebar celah monokromator, sensitivitas detektor dan cara pemrosesan signal. Oleh karena optimasi variabel-variabel ini sangat diperlukan dalam spektrofotometer serapan atom.

Ketelitian suatu metode analisis yaitu dengan cara suatu larutan yang memiliki konsentrasi missal ppm diukur sebanyak 5 kali dengan larutan yang sama maka didapatkan konsentrasi yang sama yaitu 1 ppm.

Ketepatan suatu metode analisis merupakan suatu ukuran yang menggambarkan kesesuaian antara hasil analisis suatu unsure dengan metode itu, dengan kandungan sesungguhnya unsur itu dalam sampel yang dianalisis. Ketepatan suatu analisis sangat ditentukan oleh ada atau tidaknya kesalahan sistematik (misalnya interferensi) selama berlangsungnya analisis tersebut.

3.8 Hipotesis

Zeolit yang diaktifkan dengan menggunakan seng oksida (ZnO) akan menghasilkan zeolit aktif yang terimpregnasi sehingga dapat dibuat hipotesis sebagai berikut zeolit yang telah diaktifkan menggunakan seng oksida (ZnO) dapat digunakan sebagai katalis untuk dehidrasi alkohol.

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Alat dan bahan

4.1.1 Alat

1. Cawan Porselin
2. FTIR, Thermo Nicolet Avatar 360
3. AAS, Perkin Elmer PC 5100
4. GC-MS, Shimadzu GC-2010 Plus
5. XRD Shimadzu XRD 6000
6. Ayakan 200 Mesh
7. Neraca Analitik, Sartorius BP 410
8. Kaca Arloji
9. Stirer
10. Oven, Memmert
11. Gelas Beker
12. pH meter, Hanyoung
13. Reaktor
14. Pendingin spiral
15. Lumpang porselin dan penggerus
16. Termometer
17. Kertas saring Whatman 42
18. Pengaduk magnet berikut *stirrer plate*
19. Timbangan analit, Mettler-AT 200

4.1.2 Bahan – bahan :

1. Zeolit alam aktif
2. Glass wol
3. $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ buatan Merck
4. Aquadest buatan Lab. Kimia Lanjut FMIPA UII
5. 1-Pentanol buatan Merck
6. Piridin buatan Merck

4.2 Cara Kerja :

4.2.1 Pembuatan prekursor Zn untuk ZnO/Zeolit

Zeolit ditumbuk sampai halus, kemudian diayak menggunakan ayakan yang memiliki diameter pori 200 Mesh. Hasil ayakan zeolit tersebut ditimbang sebanyak 5 gram. Kemudian, ditimbang padatan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 2,39 gram yang telah melalui perhitungan (lampiran 1). Dilarutkan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ke dalam 50 mL aquades dan distirer selama 2 jam. Larutan ini didiamkan selama 12 jam. Zeolit yang telah diayak tadi kemudian ditambahkan ke dalam larutan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan distirer kembali selama 1 jam sehingga tercampur sempurna. Setelah 1 jam kemudian campuran tersebut dipanaskan dan diaduk hingga mengental. Hasil yang diperoleh kemudian dimasukan ke dalam oven untuk mengurangi air yang tersisa. Selanjutnya bahan yang diperoleh diberi nama Zn/Zeolit dan dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD.

Zn/Zeolit kemudian dikalsinasi pada temperatur 400 °C. Kalsinasi ini dilakukan selama 24 jam, kemudian dikarakterisasi kembali menggunakan instrumen XRD.

4.2.2 Uji keasaman katalis ZnO/Zeolit

Zn/Zeolit sebelum dikalsinasi dan setelah dikalsinasi selanjutnya dimasukkan ke dalam kurs porselin dan ditimbang. Ambil larutan piridin sebanyak 3 mL dan dimasukkan bersamaan dengan kurs porselin yang telah berisi bahan ke dalam desikator, diamkan selama 24 jam. Setelah 24 jam dikeluarkan kemudian ditimbang kembali kurs porselin selanjutnya dianalisis menggunakan FTIR.

4.2.3 Dehidrasi 1-Pentanol

Zn/Zeolit ditimbang sebanyak 2,5 gram kemudian ditempatkan pada glass wool dan dimasukkan ke dalam reaktor atur suhu reaktor mencapai suhu 300 °C agar katalis yang akan digunakan menjadi reaktif. Sampel 1-pentanol diambil sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Setelah semua alat terpasang, alirkan gas ke dalam labu alas bulat. Dilakukan juga terhadap variasi suhu 400 °C dan 500 °C. Setelah suhu reaktor mencapai 300 °C panaskan *heating mantel* hingga suhu mencapai 170 °C. Setelah temperatur mencapai 170 °C maka sampel 1- pentanol akan menguap dan melewati reaktor selanjutnya berinteraksi dengan katalis dan akan melewati pendingin, setelah uap tadi melewati pendingin maka akan menjadi cair dan ditampung menggunakan penampung. Hasil yang didapat kemudian diukur volumenya lalu ditimbang untuk mengetahui berat jenisnya. Setelah itu lakukan analisis dengan menggunakan kromatografi gas untuk menentukan puncak-puncak yang dihasilkan dan spektra massa untuk mengetahui senyawa apa saja yang dihasilkan.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Telah dilakukan penelitian dengan judul “Preparasi Dan Karakterisasi ZnO/Zeolit Serta Penggunaannya Sebagai Katalis Pada Reaksi Dehidrasi 1-Pentanol” dengan cara mengembankan oksida logam yaitu seng oksida (ZnO) ke silikat zeolit yang hasilnya disebut ZnO-Zeolit. Zeolit yang telah dimodifikasi ini kemudian dikarakterisasi dengan metode X-Ray Diffraction (XRD), FTIR dan Atomic Absorption Spectrofotometry (AAS).

Pada bab ini akan dibahas mengenai jalannya penelitian dan hasil yang didapatkan, yaitu (1) Karakterisasi Zn/Zeolit dan ZnO/Zeolit. (2) aplikasi ZnO-Zeolit sebagai katalis pada reaksi dehidrasi pentanol dan hasilnya dianalisis menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectra* (GC-MS) untuk mengetahui senyawa apa yang dihasilkan.

5.1 Karakterisasi Zn/Zeolit dan ZnO/Zeolit

Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui apakah ZnO telah terembankan pada zeolit. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan instrument *X-Ray Diffraction* merk Shimadzu XRD 6000, *Fourier Transformation Infrared Spectra* (FTIR) merk Thermo Nicolet Avatar 360 dan *Atomic Absorbtion Spectroscopy* (AAS) merk Perkin Elmer PC 5100.

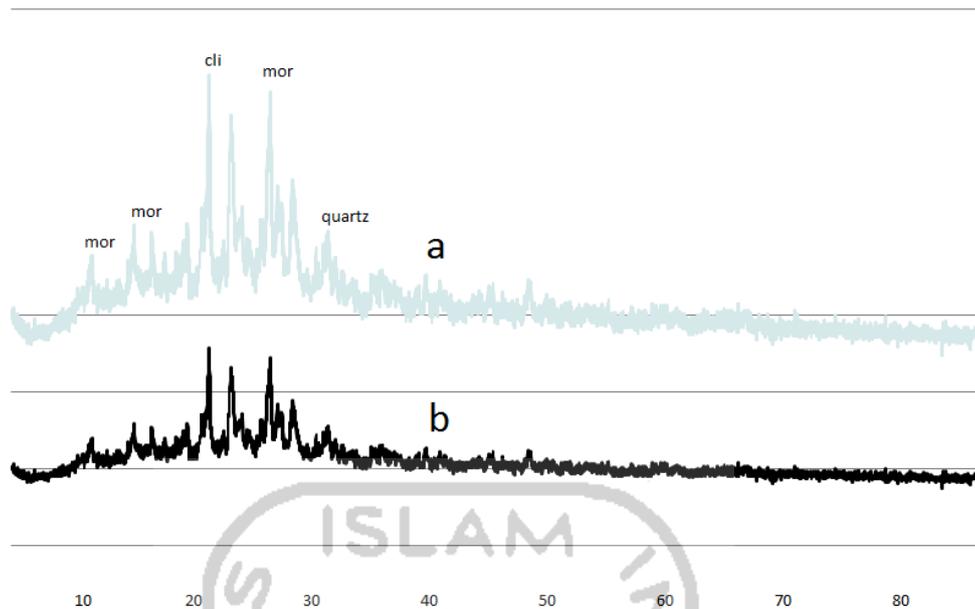
5.1.1 Karakterisasi dengan XRD

Karakterisasi awal pada zeolit alam dan ZnO/Zeolit dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Terembannya ZnO pada zeolit dapat diamati dengan ada atau tidaknya pergeseran pada puncak 2 θ .

Zeolit yang berasal dari alam sangat kecil tingkat keaktifitasannya, pengaktifan zeolit dimaksudkan untuk memperoleh sifat yang diinginkan. Pada zeolit alam, pengaktifan memberikan efek pencucian atau penghilangan komponen pengotor (*impurities*) dari mineral zeolit. Pengaktifan ini mempengaruhi sifat-sifat dari zeolit tersebut, pengaktifan ini dapat memberikan hasil seperti, dapat memurnikan zeolit dari komponen pengotor, menghilangkan jenis kation logam tertentu dan molekul air yang terdapat pada rongga atau memperbesar volume pori sehingga memiliki kapasitas yang lebih tinggi.

Penelitian ini dilakukan pengaktifan zeolit dengan cara pemanasan dan penambahan prekursor zn. Pemanasan bertujuan untuk mengeluarkan molekul air atau pengotor dari dalam rongga pori zeolit sehingga menyebabkan pembentukan gugus siloksan (Si-O-Si) dan aluminium yang miskin akan gugus hidroksil.

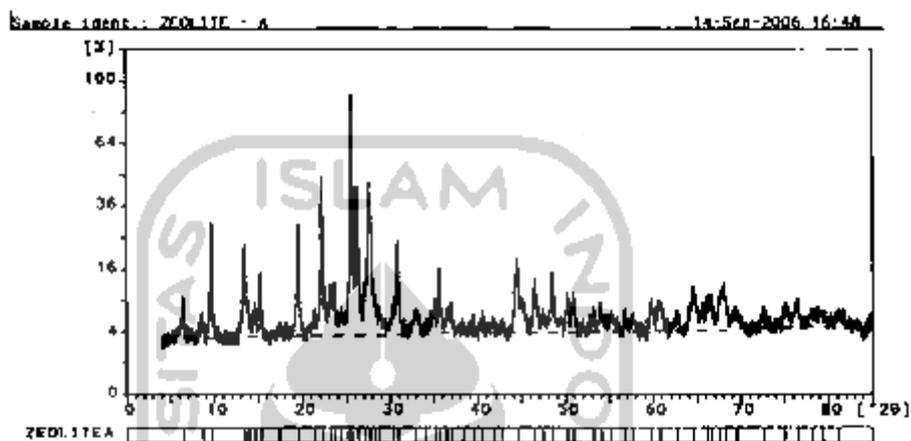
Proses pengaktifan pada pemanasan dilakukan pada suhu 400 °C hal ini menyebabkan hilangnya pengotor dan kandungan air yang terdapat pada mineral zeolit dan suhu yang tinggi ini juga berpengaruh terhadap pembentukan ZnO. Proses kalsinasi yang dilakukan pada temperatur 400 °C cukup efektif, hasil ini menandakan bahwa zeolit mempunyai kestabilan struktur kerangka cukup tinggi. Kemudian dari proses kalsinasi ini dianalisis dengan menggunakan instrument *X-Ray Diffraction* (XRD) yang disajikan pada Gambar 5,



Gambar 5. (a) Difraktogram Zn/Zeolit dan (b) ZnO/Zeolit

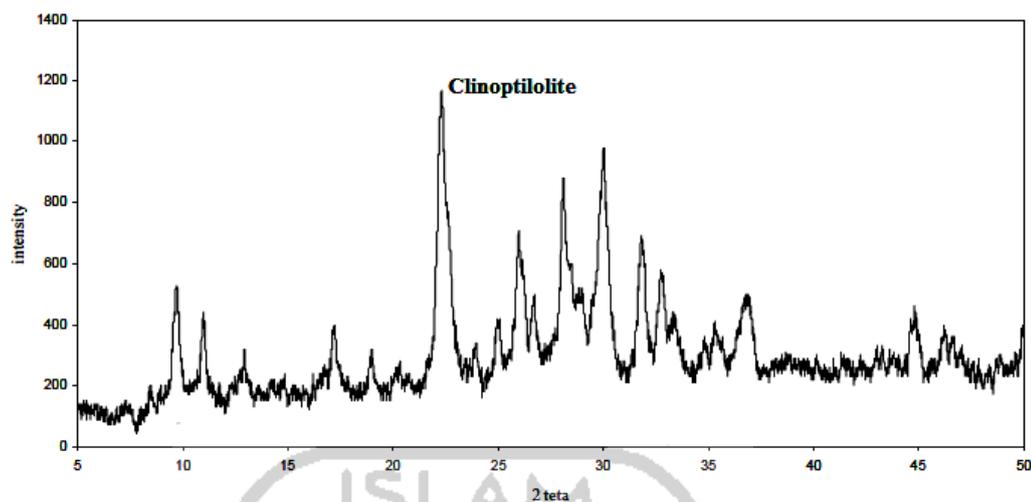
Gambar 5 (a) adalah Zn-zeolit yang belum dikalsinasi dan setelah dikalsinasi. Zn/Zeolit adalah zeolit yang telah ditambahkan dengan prekursor Zn. Selanjutnya Zn/Zeolit ini dikalsinasi dengan suhu 400 °C. Kalsinasi ini bertujuan untuk memperbesar derajat kekristalan dan menghilangkan senyawa organik yang tidak diinginkan. Kalsinasi juga dapat membuka pori-pori zeolit karena molekul air yang terdapat pada pori zeolit tersebut telah teruapkan sehingga logam pengimpreg dapat menempatkan posisi sebagai pengemban yang baik. Setelah dikalsinasi maka akan terbentuk oksida logam, yaitu ZnO/Zeolit. Sedangkan pada difraktogram pada Gambar 5 (b) terjadi perubahan puncak area yang kemungkinan disebabkan adanya pembentukan fasa baru selama preparasi maupun modifikasi katalis dengan impregnasi penambahan Zn. Secara jelas dapat diketahui berbagai posisi puncak-puncaknya berada pada rentang sudut difraksi (2θ) antara 20-45°.

Puncak-puncak pada difraktogram yang disajikan pada Gambar 5 disesuaikan dengan puncak-puncak pada jenis mineral mordenit sebagai standar. Hal ini dilakukan untuk melihat apakah mineral mordenit terdapat pada zeolit yang digunakan pada penelitian ini. Puncak mordenit dapat dilihat pada Gambar 6,



Gambar 6. Difraktogram Zeolit Mordenit (MOR) sebagai standar (Setiadi, 2007)

Hasil sebelum dan sesudah kalsinasi juga dibandingkan dengan spektrum difraksi sinar-X Zeolit Clinoptilolite yang digunakan sebagai dasar pembandingan. Namun terlihat adanya perbedaan puncak-puncak (*peak*) dengan intensitas *peak intensity* (counts) yang cukup tinggi muncul pada spektrum XRD dari Clinoptilolite yang digunakan sebagai dasar yang tidak dimiliki oleh zeolit, seperti pada sudut 22° (2θ) dengan *peak int* sebesar 1200, menunjukkan bahwa kristalinitas yang terbentuk pada zeolit alam ini berstruktur MOR dengan intensitas kandungan yang sedikit dan kandungan jenis Klinoptilolit yang besar serta beberapa senyawa pengotor (*impurities*).

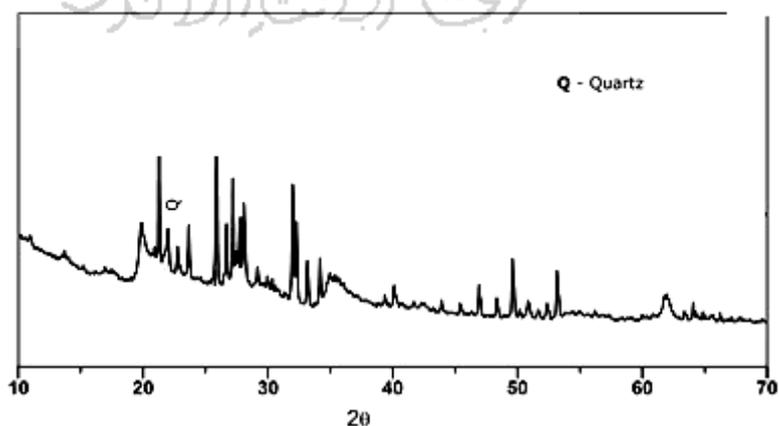


Gambar 7. Difraktogram Zeolit Clinoptilolite sebagai standar

(Güvenir, 2005)

West menyatakan bahwa refleksi sinar-X mengindikasikan tentang kesempurnaan kristal dan kerapatan susunan atom dalam kristal. Semakin ramping refleksi intensitas suatu material maka sifat kekristalannya akan semakin baik dengan susunan atom yang semakin teratur dan begitu pula sebaliknya.

Perbandingan puncak juga dilakukan terhadap spektrum difraksi sinar-X Zeolit quarsa yang disajikan pada Gambar 8,



Gambar 8. Difraktogram Zeolit Quarsa sebagai standar (Anonim, 2012)

Gambar 8 menyajikan data hasil spektrum difraksi sinar-X zeolit kuarsa sebagai pembanding. Data kuarsa ditunjukkan pada puncak 2θ sebesar 20,8 dan intensitas sebesar 4,26. Hasil pembacaan data ini kemudian dibandingkan dengan difraktogram hasil pembacaan pada zeolit, terlihat bahwa di dalam zeolitalam terkandung mineral kuarsa tetapi dalam jumlah yang sedikit.

Hasil analisa dari perbandingan terhadap beberapa spektrum XRD standar yang digunakan yaitu mordenit, clinoptilolit, dan kuarsa dapat disimpulkan bahwa zeolit yang digunakan adalah termasuk golongan clinoptilolite.

5.2.2 Karakterisasi dengan uji keasaman

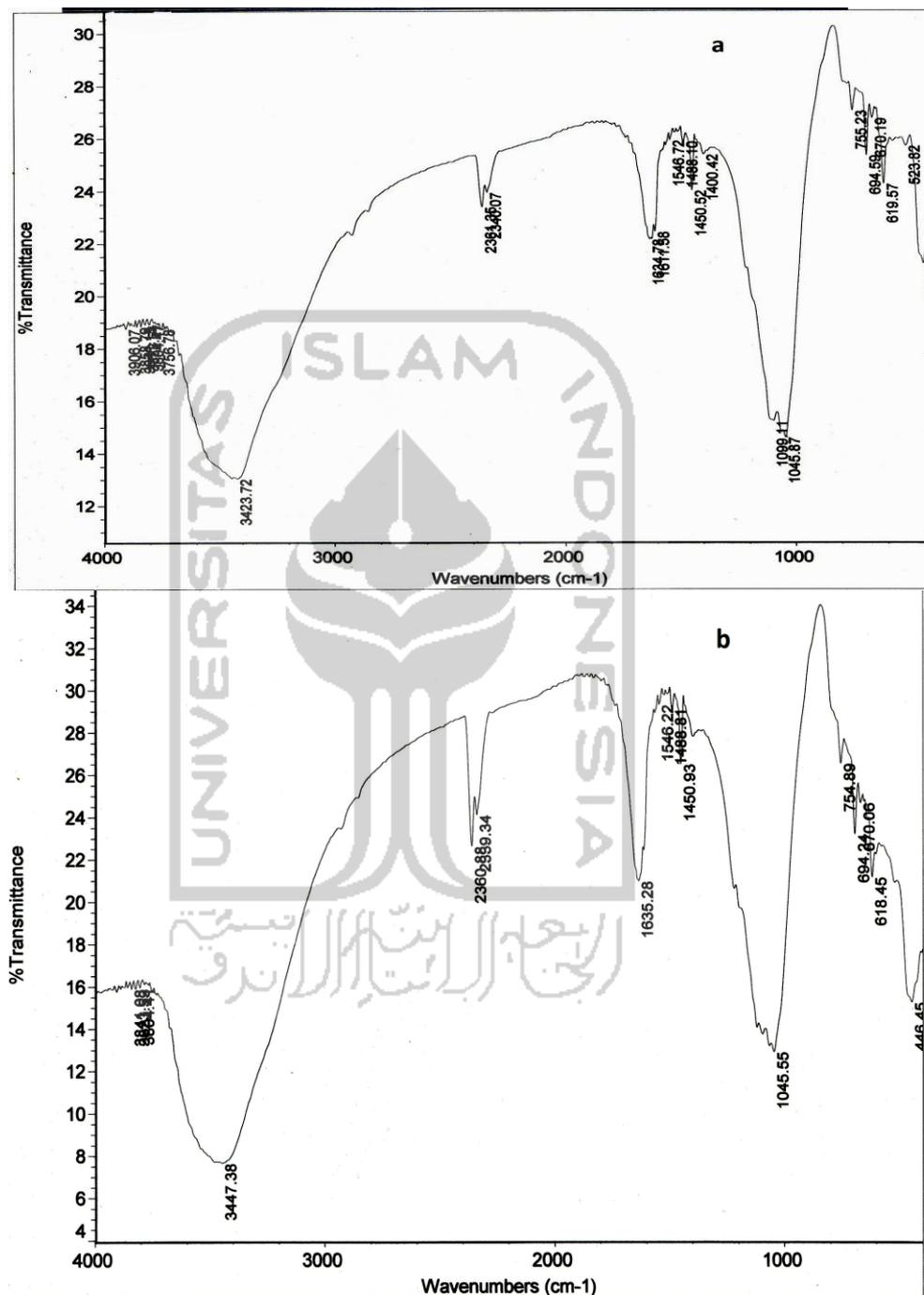
Setelah dilakukan impregnasi Zn terhadap zeolit maka dilakukan uji keasaman menggunakan metode piridin. Metode piridin ini memberikan hasil yaitu berat sampel awal yang belum diuapkan dengan larutan piridin dan berat sampel yang sudah diuapkan dengan larutan piridin 1 kali 24 jam. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 2,

Tabel 2 : Hasil uji keasaman pada zeolit alam dan ZnO/Zeolit

Nama sampel	Keasaman piridin
	Dihitung selama 24 jam (g/g)
Zeolit alam	0,046
ZnO/Zeolit	0,076

Dari data ini menunjukkan adanya peningkatan berat sampel dari proses penguapan dengan larutan piridin menggunakan desikator yaitu 1 kali 24 jam sebesar 0,046 g/g untuk sampel zeolit alam sedangkan untuk ZnO/Zeolit sebesar 0,076 g/g. Pada uji keasaman menggunakan metode piridin data diperoleh juga

dengan menggunakan spektra inframerah atau lebih dikenal dengan FTIR, data yang diperoleh disajikan pada Gambar 9,



Gambar 9. (a) Spektra inframerah pada zeolit alam dan (b) ZnO/Zeolit

Hasil analisis dengan spektroskopi inframerah hanya memberikan informasi mengenai serapan gugus fungsional sehingga secara umum spektra

zeolit dan ZnO/Zeolit hampir sama. Karakteristik serapan gugus fungsional dari zeolit dan ZnO/Zeolit dapat dilihat pada Gambar 9. Secara spektroskopis, zeolit dapat diamati pada rentang daerah bilangan gelombang 300-1300 cm^{-1} . Panjang gelombang tersebut merupakan daerah utama serapan ikatan tetrahedral dari komponen utama penyusun zeolit yaitu SiO_4 dan AlO_4 (Hamdan, 1992).

Rentangan simetri O-AL-O atau O-Si-O pada internal tetrahedral akan muncul pada 650-720 cm^{-1} sedang untuk *external linkage* akan muncul pada 750-820 cm^{-1} . Tekukan Si-O atau Al-O akan muncul pada daerah 420-500 cm^{-1} . Adsorban pada daerah 950-1250 cm^{-1} menunjukkan rentangan asimetri (Wietkamp dan Puppe, 1999). Dari Gambar 9 (a) diatas memperlihatkan spektra FT-IR dari zeolit alam dan ZnO/Zeolit. Pada spektra diatas terlihat pita-pita serapan zeolit alam yang muncul pada bilangan panjang gelombang 1450,52 cm^{-1} dan 1546,72 cm^{-1} , spektra ini menunjukan adanya ikatan antara atom N pada piridin dengan atom H yang terdapat pada keasam zeolit. Puncak yang memiliki intensitas paling tinggi yaitu puncak pada bilangan panjang gelombang 1045,87 cm^{-1} yang merupakan daerah vibrasi ulur gugus Si-O yang ada pada zeolit.

Dari puncak tersebut diketahui bahwa kandungan Si-O pada zeolit yang digunakan sangat tinggi.

Gambar 9 (b) memperlihatkan spektra FT-IR zeolit yang telah dimodifikasi menggunakan logam Zn. Pada dasarnya spektra ZnO/Zeolit ini sama halnya dengan spektra zeolit alam, hanya terdapat pergeseran panjang gelombang puncak yaitu pada 1450,93 cm^{-1} . Pergeseran panjang gelombang ini menunjukkan adanya perubahan tingkat energi. Dari hasil analisis FTIR terlihat bahwa ada penurunan serapan O-H regang pada ZnO/Zeolit yang menunjukkan terjadinya dehidrasi

akibat proses kalsinasi. Pada serapan vibrasi Al-O dan Si-O tidak ada perubahan bilangan gelombang yang signifikan. Hal ini mengindikasikan bahwa proses kalsinasi tidak merusak ikatan Al-O dan Si-O.

Hal ini berhubungan dengan energi dan panjang gelombang, $E=hc/\lambda$, dimana semakin besar bilangan panjang gelombang mengindikasikan bahwa energi ikat semakin kuat. Dari spektra diduga bahwa ikatan hidrogen antara molekul-molekul H₂O dengan zeolit alam lebih lemah dibandingkan ikatan hidrogen yang terjadi pada ZnO/Zeolit.

Metode inframerah ini digunakan untuk memperkuat asumsi terbuktinya zeolit telah terimpregnasi dengan ZnO. Namun demikian metode ini belum cukup kuat untuk memberikan informasi yang dibutuhkan, oleh karena itu dibutuhkan metode lain untuk memperkuat argumennya.

Tabel 3. Jenis ikatan yang terdapat pada zeolit

Jenis ikatan	Daerah resapan cm ⁻¹	Keterangan
O-Al-O/O-Si-O	650-720	Vibrasi simetri tetrahedral
Si-O / Al-O	420-500	Vibrasi tekuk
N-H Piridin	1450,52-1546,72	Ikatan atom N pada atom H katalis
Si-O	1045,87	Vibrasi ulur

5.2.3 Karakterisasi dengan uji AAS

Uji karakterisasi dengan uji AAS dilakukan secara kuantitatif untuk mengetahui seberapa besar kandungan logam Zn yang terdapat pada katalis.

Analisis dengan AAS memerlukan sampel yang berbentuk cairan. Oleh karena itu, sampel padatan yang akan dianalisis harus didestruksi terlebih dahulu.

Cara yang biasa dilakukan adalah dengan pengeringan (*dry ashing*) dan pengabuan basah (*wet digestion*). Pemilihan tersebut tergantung pada sifat zat organik dalam bahan., sifat zat antara yang ada dalam bahan, mineral yang akan dianalisa serta sensitivitas yang digunakan.

Pengabuan kering dapat diterapkan pada hampir semua analisa kecuali merkuri dan arsen. Cara ini membutuhkan sedikit ketelitian mampu menganalisa bahan lebih banyak dari pada pengabuan basah.

Pengabuan basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur daripada menggunakan cara pengabuan kering. Pengabuan basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari mineral akibat penguapan (Apriyanto dkk, 1989)

Pemilihan cara tersebut tergantung pada sifat zat organik dan anorganik yang ada dalam bahan mineral yang akan dianalisis. Prinsip pengabuan basah adalah penggunaan HNO_3 pekat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah agar kehilangan mineral akibat penguapan dapat dihindari. Pada tahap selanjutnya proses berlangsung cepat akibat pengaruh HCl pekat yang digunakan. Pada umumnya metode ini digunakan untuk menganalisis As, Cu, Pb, Sn dan Zn. Keuntungan pengabuan basah adalah suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur.

Pada penelitian ini material zeolit yang telah mengandung Zn didestruksi menggunakan HNO_3 pekat dan HCl . Destruksi dilakukan dengan menimbang sekitar 0,1 gram sampel kemudian ditambahkan larutan asam pekat tersebut

dengan perbandingan HCl dan HNO₃ (1 : 3). Proses destruksi dihentikan pada saat material zeolit yang mengandung Zn telah terlarut ke dalam asam. Selanjutnya hasil dai destruksi ditambahkan dengan aquades dengan pengenceran 50 mL.

Hasil dari destruksi yang telah diencerkan tersebut kemudian dianalisis dengan spektroskopi serapan atom dengan menggunakan larutan standar Zn sebagai acuan. Dari larutan standar ini kemudian dibuat persamaan garis yang linier, dari persamaan garis tersebut kemudian dapat dicari konsentrasi Zn dalam sampel.

Data hasil pengukuran absorbansi larutan seri standar Zn dan absorbansi Zn dalam katalis dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom, data pada Tabel 4 menerangkan hasil pengukuran absorbansi larutan seri standar Zn.

Tabel 4. Data hasil pengukuran absorbansi larutan seri standar Zn sebelum pengenceran

No.	Larutan Standar mg/L	Absorbansi
1.	0	0,0008
2.	0,5	0,0549
3.	1	0,1933
4.	2	0,2892
5.	3	0,3858
6.	5	0,5754

Data pada Tabel 4 memberikan hasil persamaan garis $y = 0.0316 x + 0.1166$. Kadar Zn pada zeolit alam murni adalah sebesar 1,8641 mg/L. Kemudian hasil juga ditentukan dalam bentuk persen (lampiran 1). Kadar Zn dalam zeolit alam murni adalah 0,93205 % (b/b)

Dari data diatas dapat ditentukan kadar logam Zn alam murni dengan kandungan Zn yang telah diimbangkan pada katalis. Perhitungan dilakukan untuk zeolit alam murni yang belum diimpregnasi dengan Zn. Kandungan Zn yang terdapat zeolit alam tersebut sebesar 0,93205 % (b/b). sedangkan, kadar logam Zn yang terkandung dalam katalis zeolit dengan metode destruksi basah dengan AAS adalah 1.3242 mg/L.

Setelah dilakukan perhitungan kadar Zn (lampiran 1) yang didapatkan sekitar 13,242 % (b/b). Kadar ini sangat besar dari kadar yang diinginkan yaitu 5%. Hal ini disebabkan karena kandungan Zn yang terdapat zeolit alam murni sudah sangat tinggi, yaitu sekitar 0,93205 %.

Tabel 5. Data hasil pengukuran absorbansi larutan seri standar Zn setelah pengenceran 100x

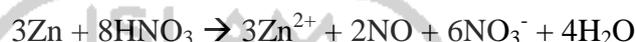
No.	Larutan standar (mg/L)	Absorbansi
1.	0	0,0013
2.	0,5	0,0569
3.	1	0,1376
4.	2	0,2037
5.	3	0,3049
6.	5	0,4589

Tabel 5 adalah data hasil dari pengenceran larutan zeolit yang absorbansinya terlalu tinggi dari ring kurva standar, pengenceran ini dilakukan agar absorbansi tersebut terbaca pada rentang kurva standar.

Pada saat destruksi suhu yang digunakan tidak melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur. Pemilihan HCl dilakukan berguna untuk melarutkan logam Zn, yang dapat dilihat pada reaksi



Dengan asam nitrat pekat akan terbentuk dinitrogen oksida (N_2O) dan nitrogen oksida (NO), menurut reaksi berikut :



Asam nitrat pekat mempunyai pengaruh yang kecil terhadap zink, karena rendahnya kelarutan zink nitrat dalam suasana demikian (Vogel, 1990).

5.3 Analisis GC dan GC-MS untuk menentukan hasil produk pada dehidrasi 1-pentanol dengan katalis heterogen

Dalam penelitian ini dilakukan tentang dehidrasi 1-pentanol menggunakan katalis heterogen yaitu ZnO/Zeolit. Pada reaksi dehidrasi alkohol biasanya digunakan katalis homogen (larutan asam) sehingga hanya dapat digunakan dalam satu kali penggunaan saja, pada dehidrasi alkohol menggunakan katalis heterogen dapat digunakan berkali-kali sehingga memberikan dampak ekonomis terhadap dunia industri, katalis heterogen dibuat dari zeolit dengan bantuan agen pengimprek sehingga menjadi ZnO/Zeolit.

Proses dehidrasi alkohol diawali dengan menimbang 0,5 gram katalis ZnO/Zeolit ditempatkan pada tempat katalis didalam reaktor, kemudian diambil 10 mL 1-pentanol masukan kedalam labu alas bulat leher tiga. Pasang alat pada Gambar 10 berikut:



Gambar 10. Rangkaian alat dehidrasi 1-pentanol

- Ket : 1. Tempat sampel
 2. Pendingin spiral
 3. Reaktor
 4. pH meter
 5. Gas Nitrogen

Setelah alat terpasang dengan benar kemudian dipanaskan reaktor sampai mencapai suhu $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ini dimaksudkan agar katalis dalam reaktor lebih reaktif terhadap reaksi dehidrasi alkohol. Setelah temperatur reaktor mencapai suhu $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ maka dipanaskan 1-pentanol pada temperatur $\pm 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ sehingga pentanol teruapkan dan melewati katalis dan menghasilkan produk. Produk yang dihasilkan disini jernih yang diperkirakan adalah eter yang sesuai dengan sifat fisiknya. Sebelum dianalisis dengan kromatografi gas dilakukan pengukuran berat hasil produk sehingga dapat diketahui berat jenis (BJ) dari produk yang didapat,

Tabel 6 menerangkan hasil pengukuran volume dan berat jenis dari hasil proses dehidrasi 1-pentanol,

Tabel 6. Hasil pengukuran volume hasil, berat hasil dan berat jenis dari proses dehidrasi 1-pentanol

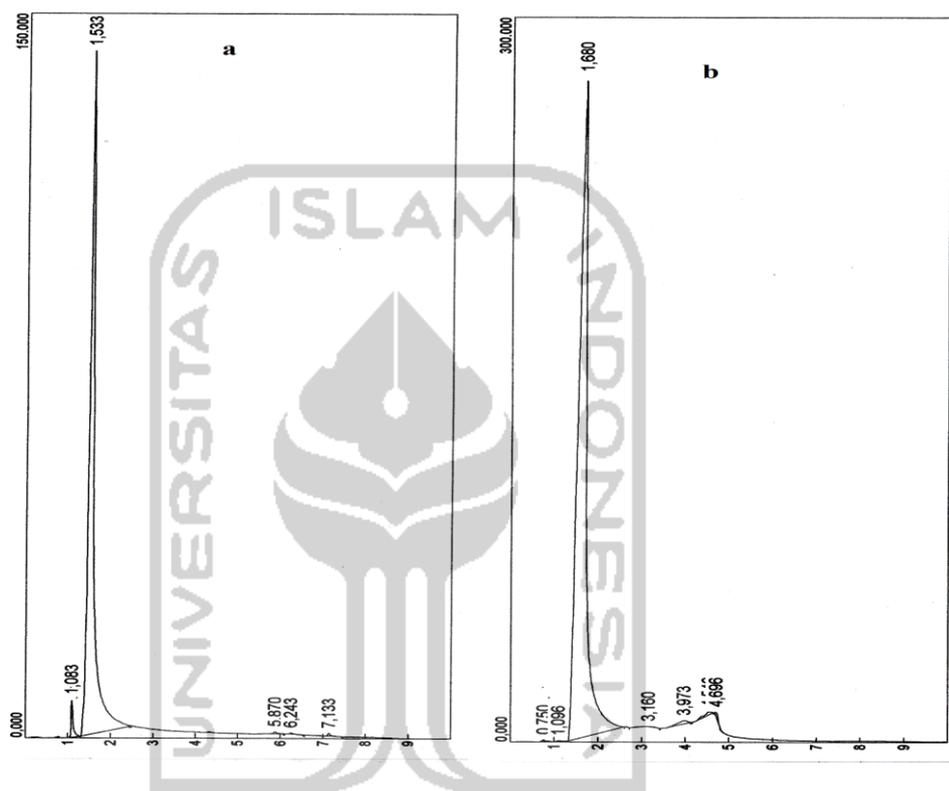
Katalis	Volume hasil (mL)	Berat hasil (g)	Berat jenis (g/mL)
Zn/Zeolit tanpa kalsinasi	4,1	1,9464	2,106
ZnO/Zeolit dengan kalsinasi	-	-	-

Ket : (-) tidak terdapat hasil pada proses dehidrasi

Data pada Tabel 6 menunjukkan volume hasil, berat hasil dan berat jenis dari proses dehidrasi 1-pentanol antara zeolit alam dan ZnO/Zeolit. Terlihat bahwa Zn/Zeolit sebelum dikalsinasi memiliki hasil yang lebih besar yaitu 4,1 mL dibandingkan dengan ZnO/Zeolit yang telah dikalsinasi. Berat jenis yang berbeda pula inilah yang menyebabkan perbedaan tingkat selektivitas dari masing-masing katalis. Berarti pada Zn/Zeolit yang belum dikalsinasi memiliki berat jenis yang relatif besar hal ini menjelaskan bahwa semakin besar massa jenis suatu benda maka semakin besar pula massa setiap volumenya, kandungan zink yang di impregnasikan ke dalam zeolit alam memiliki volume yang besar.

Sedangkan pada ZnO/Zeolit yang telah dikalsinasi tidak menghasilkan senyawa baru. Hal ini mungkin disebabkan oleh karena suhu kalsinasi yang digunakan tidak cukup untuk membentuk Oksida pada Zn/Zeolit, sehingga mengurangi tingkat keaktifan katalis yang digunakan. Suhu kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini adalah 400 °C.

Hasil dari dehidrasi 1-pentanol tersebut kemudian di analisis menggunakan instrument kromatografi gas (GC) dengan membandingkan puncak yang dihasilkan dari proses dehidrasi dengan puncak pentanol awal. Kromatogram ini disajikan melalui Gambar 11,

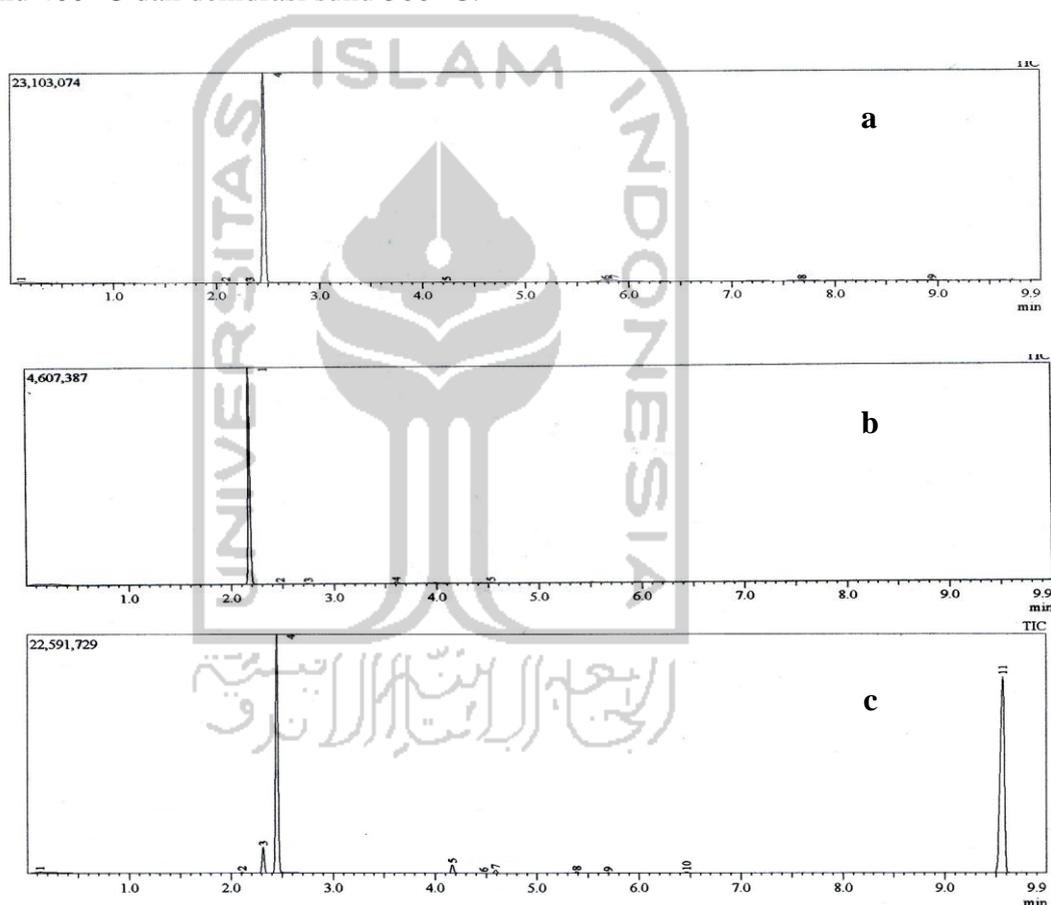


Gambar 11. (a) Kromatogram 1-pentanol dan (b) hasil dehidrasi 1-pentanol

Kromatogram pada Gambar 11 memberikan informasi bahwa terdapat perbedaan puncak antara 1-pentanol sebagai larutan standar dengan sampel hasil dehidrasi. Pada kromatogram (a) menunjukkan bahwa puncak larutan 1-pentanol awal yang memiliki waktu retensi sekitar 1,533 menit kemudian pada kromatogram (b) menunjukkan hasil dari dehidrasi dengan menggunakan katalis ZnO/Zeolit menunjukkan bahwa puncak menunjukkan waktu retensi sebesar 3,160 menit, puncak kedua memiliki waktu retensi sebesar 3,973 menit dan puncak ketiga ditunjukkan pada waktu sekitar 4,969 menit. Hal ini menunjukkan bahwa

terdapat produk baru yang dihasilkan pada dehidrasi 1-pentanol. Akan tetapi masih mengandung 1-pentanol karena pada waktu retensi 1,533 menit mendekati waktu retensi standar yaitu 1,680 menit.

Selanjutnya hasil ini di analisis menggunakan GC-MS untuk mengetahui senyawa apakah yang dihasilkan dari proses dehidrasi pentanol tersebut. Gambar 12 menjelaskan kromatogram hasil pembacaan GC-MS 1-pentanol awal, dehidrasi suhu 400 °C dan dehidrasi suhu 500 °C.



Gambar 12. (a) Kromatogram 1-pentanol awal, (b) dehidrasi suhu 400 °C dan (c) dehidrasi suhu 500 °C

Gambar 12 memperlihatkan perbedaan puncak yang dihasilkan dari pembacaan GC-MS dari 1-pentanol awal pada dehidrasi suhu 400 °C dan dehidrasi 500 °C. Perbedaan variasi temperatur ini dilakukan untuk mengetahui

seberapa besar keaktifan pada zeolit yang telah dimodifikasi yaitu pada suhu 300 °C, 400 °C dan 500 °C. Dehidrasi pada suhu 300 °C tidak didapatkan hasil, tetapi pada suhu kalsinasi 400 °C hasil yang diperoleh relatif kecil yaitu sekitar 1,3 mL. Proses dehidrasi yang dilakukan pada suhu 500 °C memberikan hasil yang relatif lebih banyak yaitu sekitar 4,1 mL.

Hasil ini dapat dijelaskan dengan munculnya perbedaan puncak-puncak yang dihasilkan pada kromatogram 1-pentanol, dehidrasi pada suhu 400 °C dan pada suhu 500 °C. 1-Pentanol awal memberikan sembilan puncak yang dihasilkan dari pembacaan dengan GC-MS. Terlihat pada waktu retensi 2,462 menit dengan % area sebesar 94,58 masih terbentuk banyaknya 1-pentanol karena proses dehidrasi tidak berjalan sempurna, sedangkan puncak-puncak lainnya adalah sebagai impurities didalam 1-pentanol (Tabel 7)

Dehidrasi pada suhu 400 °C memberikan puncak-puncak baru dan 1-pentanol sudah tidak terdeteksi lagi, karena tidak muncul adanya peak area pada waktu retensi sekitar 2,4 menit yang menandakan waktu retensi dari 1-pentanol. Tetapi muncul senyawa baru yaitu 2-propanon, kandungan 2-propanon yang tinggi ditunjukkan pada % area sekitar 98,75 dengan waktu retensi 2,176 menit, rumus molekul Me-O-Me. Senyawa keton sebenarnya tidak diharapkan dalam proses dehidrasi alkohol ini, karena biasanya senyawa keton adalah hasil samping dari proses dehidrasi alkohol. Hasil yang tidak diharapkan ini kemungkinan karena pengaruh suhu yang belum maksimal. Hal ini dimungkinkan bahwa eter yang dihasilkan masih berupa gas/uap.

Dilakukan juga pada suhu 500 °C untuk proses dehidrasi agar diketahui hasil yang maksimal dari proses dehidrasi. Pada proses dehidrasi yang dilakukan

pada suhu 500 °C ini memberikan hasil yang relatif besar yaitu sekitar 4,1 mL. Beberapa penelitian menjelaskan bahwa dehidrasi etanol yang pernah dilakukan oleh Zaki (2005) menggunakan katalis logam oksida yang mengandung besi oksida, mangan oksida, dan campuran dari besi dan mangan oksida dengan alumina dan/tanpa silika dengan rentang temperatur 200 – 500 °C, menunjukkan adanya kesamaan pengaruh temperatur reaksi pada konversi etanol. Semakin besar suhu maka total konversi dari etanol pun semakin meningkat. Kesimpulan ini juga diperkuat oleh penelitian Golay dkk (1999) dengan menggunakan katalis alumina yang dimodifikasi dengan Mg. Proses dehidrasi etanol dengan menggunakan katalis asam sulfat (proses barbet), dilakukan pada suhu 150 °C agar tidak dihasilkan etilen. Pada proses ini dihasilkan dietil eter dengan konversi 94-95% (Ullman,1987)

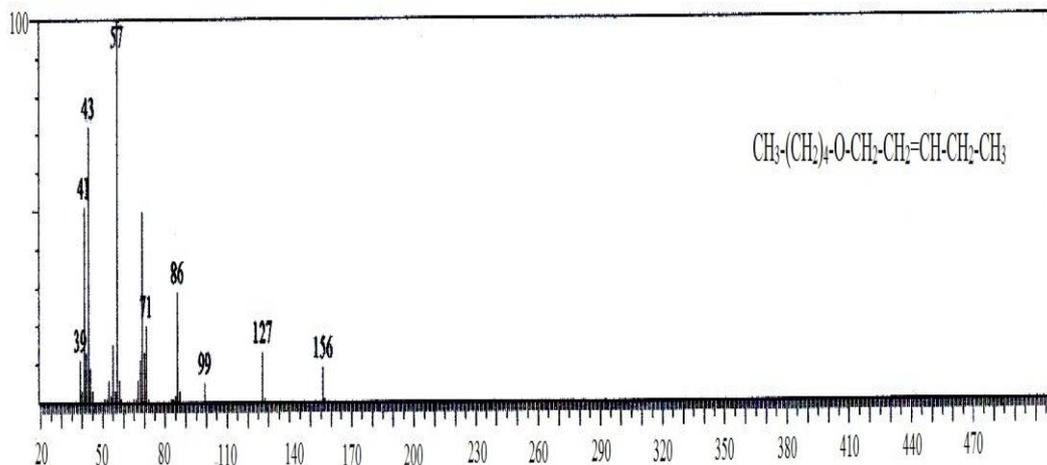
Semakin besar suhu maka total konversi dari 1-pentanol pun semakin meningkat. Tetapi hasil pembacaan dari MS adalah terbentuknya kembali 1-pentanol dan adanya puncak baru yang tidak terdeteksi oleh data pada MS. Mungkin saja puncak tersebut adalah senyawa eter yang dihasilkan.

Hasil dari proses pembacaan GC-MS untuk pentanol awal, dehidrasi pada suhu 400 °C dan dehidrasi pada suhu 500 °C disajikan pada Tabel 7.

Tabel 7. Hasil dari proses pembacaan GC-MS untuk 1-pentanol, dehidrasi pada suhu 400 °C dan dehidrasi pada suhu 500 °C

Perlakuan	Waktu retensi	Nama senyawa	% Area
1-Pentanol	0,0103	Decanal	1,34
	2,086	Etanol	0,09
	2,327	Pentanal	0,05
	2,462	1-Pentanol	94,58
	4,231	Pentan	0,07
	5,775	Penol	1,85
	5,856	Penol	1,29
	7,682	Alpa-guanin	0,31
	8,942	Delta guanine	0,42
Dehidrasi 400 °C	2,176	2-propanon	98,75
	2,473	Heksana	0,22
	2,747	Propana	0,24
	3,606	1-pentanol	0,64
	4,525	2-pentanon	0,15
Dehidrasi 500 °C	0,125	1,3,5-triazin-2,4-diamin	0,63
	2,106	Siklopropan	0,12
	2,315	Pentanal	3,55
	2,448	1-pentanol	42,26
	4,169	1-pentiloksi-2-pentena	1,46
	4,475	-	0,04
	4,593	Heptana	0,58
	5,388	Asam pentanoad	0,28
	5,695	-	0,07
6,467	Pentana	0,20	
9,570	-	50,81	

Tabel 7 dapat disimpulkan bahwa waktu retensi yang diperoleh berbeda dan prosentase luas area yang berbeda. terlihat bahwa sampel 1-pentanol murni yang digunakan terdapat banyak senyawa pengotor (*impurities*). Temperatur yang digunakan dinaikan menjadi 500 °C pada proses dehidrasi pentanol dan dihasilkan senyawa yang diinginkan yaitu golongan eter. Terlihat pada waktu retensi 4,169 menit dengan prosentase luas area 1,46, kemudian dilakukan pemecahan spektra untuk mengetahui nama senyawa produk yang dihasilkan. Pemecahan spektra ini dapat dilihat pada Gambar 13.



Gambar 13. Pemecahan spektra GC-MS 1-pentiloksi-2-pentena

Dari spektrogram Gambar 13 menunjukkan beberapa puncak fragmentasi salah satunya adalah puncak pada 156 m/e, puncak ini diidentifikasi dengan menggunakan pemecahan spektra standar maka ditemukan senyawa yang didapat adalah 1-pentiloksi-2-pentena dengan rumus molekul $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_4-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_3$, memiliki berat molekul sebesar 158 g/mol ini mendekati fragmentasi puncak 156 m/e dengan tingkat kesalahan 1 %, hal lain juga yang menguatkan bahwa senyawa ini adalah dilihat dari sifat fisik yang dihasilkan yaitu bau hampir menyerupai eter, bewarna bening dan tidak larut dalam air.

BAB VI

KESIMPULAN

6.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Katalis ZnO/Zeolit dapat digunakan sebagai katalis dehidrasi pentanol. Hanya saja hasil yang dihasilkan relatif kecil, karena mungkin katalis yang digunakan masih belum terlalu asam dan ada pori yang belum sempurna terisi oleh ZnO.
2. Zn-katalis yang digunakan memiliki aktivitas yang tinggi sehingga dapat digunakan sebagai katalis pada reaksi dehidrasi 1-pentanol dengan adanya hasil dari dehidrasi berupa suatu eter yaitu 1-pentiloksi-2-pentena.

6.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya pada saat persiapan untuk proses dehidrasi, sebaiknya alat di sempurnakan kembali karena terdapat kebocoran pada alat sehingga hasil yang didapatkan tidak maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, <http://www.google.co.id/imgres?q=xrd+pattern+of+quartz>, 4 Januari 2012.
- Anonim, Reaksi Dehidrasi, <http://en.wikipedia.org/> 13 November, 2011.
- Apriyanto A, dkk., 1989. *Analisis Pangan*. Departemen pendidikan dan Kebudayaan Direktorat jendral Pendidikan Tinggi Pusat antar Universitas, IPB.
- Barrer, R. M., 1978, *Zeolit and Clay Minerals as Asorbent and Molecular Sieves* Academic Press, London.
- Basset, J.et.al., 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Terjemahan Hadyana Pujatmaka. Edisi Ke-4. Jakarta : EGC Kedokteran.
- Fatimah, Is., 2011, *Modul Kuliah Kimia Katalis*, Jurusan Ilmu Kimia FMIPA UII, Jogjakarta.
- Fessenden & Fessenden., 1982, *Kimia Organik*. Edisi Ketiga. Terjemahan Aloysius Hadyana Pudjaatmaka. Erlangga, Jakarta.
- Güvenir, Ö., 2005, *Synthesis And Characterization Of Clinoptilolite*, Thesis, The Department Of Chemical Engineering, The Middle East Technical University.
- Golay, Serge., L Kiwi-Minsker., R Doepper., A Renken, 1999. "Influence of of The Catalyst Acid/Base Properties on the Catalytic Ethanol Dehydration under Steady State and Dynamic Conditions. In situ Surface and Gas Phase Analysis". *Chemical Engineering Science* 54, p 3593-3598.
- Hamdan, H., 1992, *Introduction to Zeolyte Synthetic Characterization and Modification*, University Technology, Malaysia.
- Harris. D.C., 1982. *Quantytative Chemical Analysis*. W.H. Freeman and Company, New York.
- Khopkar, S.M. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan A. Saptorahardjo. UI Press, Jakarta.
- Miller, J.C dan Miller, J.N. 1991. *Statistika untuk Kimia Analitik*. Edisi kedua. Terjemahan Suroso. Bandung : Penerbit ITB.
- Nugroho, K.F, dkk, 1999., *Pembuatan Panel Cu/Zeolit sebagai Kolektor Energi Surya*, Laporan Penelitian Lomba Inovasi Teknologi Mahasiswa 1998/1999.

- Rahman, A., Siswanto, E.B., Supardi, I.F., Nurcahyono., dan Yuliani, T., 2002, *Preparasi Zeolit Alam Aktif Untuk Proses Perengkahan Katalitik Pengolahan Sampah Plastik Menjadi Fraksi Bensin Dengan ariasi Suhu dan Waktu Perengkahan*, Buletin Penalaran Mahasiswa UGM, Vol 9 No 2, 2-6.
- Rahmanto, D., 2002, *Penggunaan Zeolit Alam Teraktivasi sebagai Adsorben Ion Cd(III) Dalam Air dan Kemungkinan Pemanfaatan Cd-Zeolit Sebagai Bahan Semikonduktor Fotokatalis*, Skripsi FMIPA, UGM, Yogyakarta.
- Sari, D, N., 2011, *Pengaruh Suhu Kalsinasi dan massa Zeolit-Zn di Reaktor Terhadap Aktivitas Zeolit-Zn Sbagai Katalis Pada konversi Metanol Menjadi Hidrokarbon*, Skripsi, Fakultas MIPA, UNM, Malang.
- Setiadi & Astri, P., 2007, *Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa ABE Menjadi Hidrokarbon*, Prosiding Kongres dan Simposium Nasional Kedua MKKS, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik UI, Depok.
- Suryanto & Husaini., 1991, *Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit Indonesia*, Buletin Pusat Pengembangan Teknologi Mineral (PPTM), Bandung.
- Tanabe, K., 1970, *Solid Acid and Bases their Catalityc Properties*, Kodoska Sceince Books,Ltd, Tokyo.
- Tan, K., 1982, *Dasar-Dasar Kimia Tanah, Edisi Pertama*, UGM Press, Yogyakarta.
- Trambetta, M., Busca, G., Lenarda, M., Storaro, L., Ganzela, R., Diovesan, L., Lopez, A.J., Redriguez, M.A., dan Cactellon, E.R., 2000, *Solid Acid Catalyst from Clays : Evaluation of Surface Acidity of Mono-, and Bi-Pillared Smectite by FTIR Spectroscopy Measurement, NH₃-TPD, and Catalyst Test*, *Applied Ctalyst A : General*, 193, 55-69.
- Vogel. 1990., *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*. PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- Williard, H.H., Merit, L., Dean, J.A., 1974, *Instrumental Methode of Analysis 5th ed*, Van Norsted, New York.
- Weitkamp, J. dan Puppe. L., 1999, *Catalysis and Zeolites: Fundamental and Applications*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg:Germany.
- Zaki, T, 2005. *Catalytic Dehydration of Ethanol using Transition Metal Oxide Catalysts*. *Journal of Colloid and Interface Science* 284, p 606-61