

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Aluminosilikat

#### 1. Bahan Baku Aluminosilikat

Kaleng minuman merupakan suatu wadah logam yang didesain untuk menahan sejumlah porsi larutan seperti minuman ringan berkarbonasi, minuman beralkohol, teh, kopi, dan lain sebagainya. Sebanyak 75% produksi kaleng minuman di dunia terbuat dari logam aluminium, sedangkan sisanya sebesar 25% terbuat dari timah berlapis baja (*tin-plated steel*). Kaleng minuman yang diproduksi di Asia sebagian besar terbuat dari Aluminium, sedangkan di sejumlah bagian benua Eropa dan Amerika Serikat terbuat dari 55% baja dan 45% campuran Aluminium. Bahan dasar kaleng minuman yang digunakan di Asia terdiri dari campuran Aluminium sebanyak 92,5-97,5%, Magnesium 1%, Mangan 1%, Besi 0,4%, Silikon 0,2% dan Tembaga 0,15% (Robertson, 2006).

Mariam (2013) melakukan analisis kadar logam pada beberapa sampel kaleng bekas minuman sebagai langkah awal untuk membuat koagulan tawas berbahan baku aluminium dari kaleng bekas. Adapun kadar logam yang dianalisis meliputi kadar Aluminium, Magnesium, Mangan, Besi, Silikon dan Tembaga. Logam-logam tersebut dianalisa pada panjang gelombang masing-masing dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

**Tabel 1.** Hasil analisis kadar logam-logam dalam kaleng bekas minuman dengan menggunakan AAS

Parameter	Jenis Kaleng			
	Pocari Sweat	Larutan Cap Kaki Tiga	Greendsands	Cocacola
Aluminium (Al)	96,38	89,74	90,87	93,28
Magnesium (Mg)	1,14	3,28	2,25	1,17
Mangan (Mn)	0,75	1,93	1,21	1,04
Besi (Fe)	0,51	1,79	1,52	1,72
Silikon (Si)	0,19	0,88	1,33	0,68
Tembaga (Cu)	0,19	2,36	1,92	1,26

## 2. Metode Pembuatan Aluminosilikat

Metode pembuatan aluminosilikat berdasarkan bahan baku yang digunakan digolongkan ke dalam dua cara, yakni metode sol-gel dan metode hidrotermal.

Metode sol-gel merupakan metode yang menggunakan bahan baku dalam bentuk larutan atau sol, sedangkan metode hidrotermal adalah metode yang menggunakan bahan baku padatan.

### a) Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal merupakan metode pembuatan aluminosilikat dengan bahan baku berupa padatan. Metode ini dilakukan dengan menggunakan pelarut air dan karbondioksida pada temperatur dan tekanan di atas titik didihnya sehingga menghasilkan keadaan superkritis. Hal ini dilakukan untuk meningkatkan daya larut dan meningkatkan kecepatan reaksi antar padatan (Fernandez, 2011).

Proses hidrotermal dapat diartikan sebagai perubahan yang jelas sesuai dengan mekanisme yang terjadi, diantaranya: terlarutnya sedikit padatan dalam air, difusi zat terlarut, dan timbulnya senyawa yang berbeda dari padatan terlarut. Proses ini

terjadi pada suhu yang cukup rendah (100-300 °C) pada *autoclave* di atas 100 °C. Proses hidrotermal meliputi modifikasi tekstur atau struktur pada suatu padatan yang mengikuti hukum termodinamika dan proses ini mengurangi energi bebas pada sistem. Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, terdapat berbagai cara yang dapat dilakukan untuk melakukan sintesis katalis dengan metode hidrotermal (Fansuri dkk., 2010), yaitu:

1. Metode hidrotermal langsung, yaitu dengan cara mencampur bahan dasar dengan larutan alkali.
2. Metode peleburan hidrotemal. Pada metode reaksi peleburan, bahan dasar dicampurkan dengan NaOH dan dilebur pada temperatur 550 °C untuk mengubah abu dasar menjadi natrium silikat dan natrium aluminat. Kemudian setelah itu baru dilakukan proses hidrotermal.
3. Ekstraksi peleburan hidrotermal. Pada metode ini dilakukan ekstraksi terhadap kandungan Si yang ada pada bahan dan diikuti dengan metode hidrotermal dengan menambahkan kandungan aluminat.

#### **b) Metode Sol Gel**

Metode sol gel merupakan metode yang paling sering digunakan untuk mensintesis aluminosilikat karena dapat dilakukan pada suhu rendah. Kelebihan metode sol gel dalam mensintesis aluminosilikat selain menggunakan suhu yang relatif rendah adalah waktu proses yang singkat dan komposit yang dihasilkan memiliki kemurnian dan kekuatan yang lebih tinggi dibandingkan dengan metode lainnya (Petrovic, 2001). Preparasi pada metode ini melalui proses yang meliputi preparasi sol, gelasi gel, dan penghilangan fasa cair. Sol merupakan sistem koloid

dengan fasa terdispersi padat dalam cair, sedangkan gel adalah jaringan material padat yang mengandung komponen cair di mana keduanya berada dalam fasa terdispersi (Brinker, 1990).

Metode sol-gel diterapkan untuk menghasilkan aluminosilikat dari bahan baku berupa larutan atau sol. Dalam praktiknya, bahan baku berupa padatan terlebih dahulu dilarutkan dalam air dimana substrat akan mengalami hidrolisis. Setelah itu, akan terjadi kondensasi yang membuat sol berubah menjadi fasa gel. Gel yang terbentuk dituangkan lalu dikeringkan untuk mendapatkan produk dalam bentuk padatan (bubuk) (Liani, 2014).

## **B. Silika Sekam Padi**

Silika adalah senyawa hasil polimerisasi asam silikat yang tersusun dari rantai  $\text{SiO}_4$  tetrahedral dengan rumus umum  $\text{SiO}_2$ . Di alam, senyawa silika ditemukan dalam beberapa bahan alam, seperti pasir kuarsa, gelas, dan sebagainya. Silika sebagai senyawa yang terdapat di alam berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintesis adalah amorf (Sulastri, 2010). Silika amorf terbentuk ketika silikon mengalami oksidasi secara termal. Silika amorf terdapat dalam beberapa bentuk yang tersusun dari partikel-partikel kecil yang kemungkinan ikut bergabung dan memiliki kerapatan  $2,21 \text{ gr/cm}^3$  (Harsono, 2002).

Kandungan sekam padi mencapai 20% dari bobot padi yang ada setiap penggilingan (Widowati, 2011). Unsur lain yang terdapat dalam sekam seperti  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SO}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_4$ , dan  $\text{Na}_2\text{O}$ . Sedangkan menurut Sharma

(1984), kandungan silika dalam sekam padi berkisar 22% di samping komponen lain seperti ditunjukkan Tabel 2.

**Tabel 2.** Komposisi (%) sekam padi

<b>Komposisi</b>	<b>Kandungan (% Berat)</b>
Senyawa-senyawa Organik	73,87
SiO <sub>2</sub>	22,12
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,23
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,28
CaO	1,24
MgO	0,21
MnO <sub>2</sub>	0,074

Suka dkk (2008) berhasil melakukan karakterisasi silika dari sekam padi Provinsi Lampung dengan menggunakan metode ekstraksi. Preparasi yang dilakukan adalah dengan merendam sekam padi selama 2 jam dan dicuci berulang kali dengan air panas untuk menghilangkan pengotor organik. Sekam padi yang telah bersih direndam dengan KOH 5% selama 60 menit dan filtrat yang dihasilkan diasamkan dengan HCl hingga pH mencapai 7,0. Dari hasil karakterisasi yang dilakukan dengan FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan yang ditandai dengan adanya puncak Si-OH dan Si-O-Si. Hal ini didukung dengan hasil karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) yang menunjukkan bahwa silika adalah amorf dengan fase kristobalit. Komponen lain yang terkandung dalam sekam padi berdasarkan karakterisasi dengan EDX meliputi O, Na, Mg, Al, Si, K, dan Ca. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa kadar silika dari sekam padi yang diekstraksi mencapai 40,8% dengan kemurnian 95,53%.

## **C. Pembuatan Aluminosilikat dengan Metode Elektrokimia**

### **1. Elektrolisis**

Metode elektrokimia menurut Chang (2010) merupakan metode yang berkenaan dengan interkonversi energi listrik dan energi kimia. Proses elektrokimia adalah reaksi redoks di mana dalam reaksi ini energi yang dilepas oleh reaksi spontan diubah menjadi listrik atau di mana energi listrik digunakan agar reaksi yang nonspontan bisa terjadi. Metode elektrokimia ini terdiri atas dua sel yaitu sel volta (galvanik) dan sel elektrolisis.

Sel elektrolisis ialah proses yang menggunakan energi listrik agar reaksi kimia dapat berlangsung. Rangkaian sel elektrolisis menyerupai sel volta.

Perbedaannya adalah pada komponen voltmeter pada sel volta diganti dengan sumber arus pada sel elektrolisis. Larutan atau lelehan yang ingin dielektrolisis ditempatkan dalam suatu wadah dan elektoda yang digunakan dicelupkan ke dalam larutan atau lelehan tersebut. Umumnya, elektoda yang digunakan adalah elektoda inert (tidak ikut bereaksi) seperti Grafit (C), Platina (Pt), dan Emas (Au). Elektoda ini nantinya akan menjadi tempat berlangsungnya reaksi, reduksi berlangsung di katoda (-) dan oksidasi berlangsung di anoda (+). Katoda yang bermuatan negatif akan menarik kation-kation yang akan tereduksi menjadi endapan logam, sedangkan anoda yang bermuatan positif akan menarik anion-anion yang akan teroksidasi menjadi gas (Silberberg, 2007).

Metode elektrolisis merupakan metode untuk mendapatkan serbuk logam dengan bantuan energi listrik. Berdasarkan Hukum Faraday, jumlah arus listrik yang mengalir berbanding lurus dengan massa yang terbentuk atau tereduksi.

Keberhasilan proses elektrolisis meliputi besarnya tegangan listrik, keasaman larutan, luas, jarak dan jenis elektroda, kerapatan arus listrik, dan waktu proses (Basuki dkk., 2009).

## **2. Reaksi pada Elektroda**

Reaksi elektrolisis dalam larutan elektrolit berlangsung lebih kompleks. Reaksi yang terjadi bergantung pada potensial spesi-spesi yang terdapat dalam larutan. Kation direduksi di katoda, sedangkan anion dioksidasi di anoda. Pada proses elektrolisis air dengan elektroda aluminium, pada anoda terjadi oksidasi Al menjadi  $\text{Al}^{3+}$  dan pada katoda air mengalami reduksi menghasilkan gas hidrogen ( $\text{H}_2$ ) (Holt *et al.*, 2002).

## **D. Biodiesel**

Biodiesel didefinisikan sebagai bahan bakar mesin diesel yang berasal dari sumber lipid alami terbarukan yang dapat digunakan secara langsung ataupun dicampur dengan solar. Biodiesel diolah dari sumber trigliserida alami melalui proses transesterifikasi untuk memperoleh alkil ester dari asam lemak yang telah diproses. Secara kimiawi, biodiesel merupakan turunan lipid dari golongan monoalkil ester dengan panjang rantai karbon 12–20 (Darnoko *et al.*, 2001). Biodiesel dapat berupa minyak kasar atau monoalkil ester asam lemaknya, umumnya merupakan metil ester. Metil ester atau etil ester adalah senyawa yang relatif stabil, cair pada suhu ruang (titik leleh antara 4-18 °C), nonkorosif, dan titik didihnya rendah (Allen *et al.*, 1999).

Keuntungan penggunaan biodiesel diantaranya adalah bahan bakunya dapat diperbarui (*renewable*), penggunaan energi lebih efisien, dapat menggantikan bahan bakar diesel, dan turunannya dari petroleum dapat digunakan pada peralatan diesel tanpa perlu modifikasi, dapat mengurangi emisi atau pancaran gas yang menyebabkan pemanasan global, dapat mengurangi emisi udara beracun karena kandungan sulfurnya kecil atau bahkan tidak ada, memiliki titik nyala yang cukup tinggi sehingga aman dalam penyimpanannya, *biodegradable*, cocok untuk lingkungan sensitif, dan mudah digunakan (Knothe, 2006).

Selain dapat diperbaharui, biodiesel juga memiliki kelebihan-kelebihan dibandingkan dengan petrodiesel, antara lain: (1) Biodiesel berasal dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui; (2) Biodiesel memiliki kandungan aromatik dan sulfur yang rendah (Ma and Hanna, 1999); dan (3) Biodiesel memiliki *cetane number* yang tinggi (Zhang *et al.*, 2003).

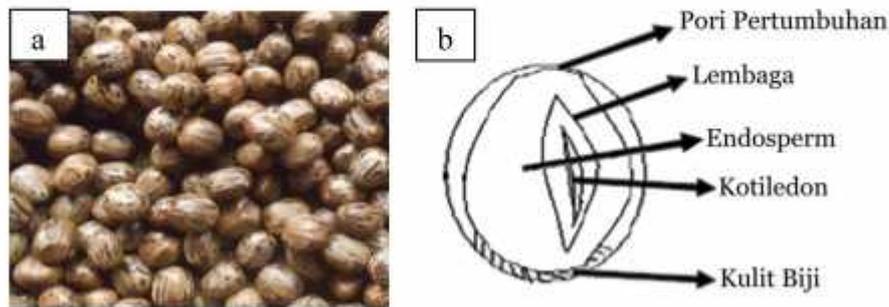
Tingkat kesempurnaan pembakaran biodiesel ditentukan oleh variabel angka setana dan *carbon residu*. Nilai angka setana yang rendah menyebabkan terjadinya keterlambatan proses pembakaran biodiesel pada ruang pembakaran. Nilai *carbon residu* menyatakan kecenderungan pembentukan deposit karbon pada biodiesel setelah proses pembakaran. Deposit karbon dapat menyebabkan kerak pada ruang pembakaran. Parameter lainnya yang menentukan kualitas biodiesel adalah viskositas. Viskositas yang tinggi merupakan alasan utama mengapa minyak nabati tidak dapat digunakan langsung sebagai bahan bakar mesin diesel. Viskositas yang tinggi dapat menyebabkan terganggunya alat

injeksi mesin kendaraan dan cenderung menghasilkan deposit pada tangki pembakaran (Knothe, 2006).

Biodiesel merupakan alkil ester asam lemak yang dapat dihasilkan dari rangkaian reaksi esterifikasi dan transesterifikasi asam lemak yang terkandung dalam minyak nabati maupun minyak hewani. Meskipun kedua jenis bahan baku tersebut dapat digunakan, namun hingga saat ini bahan baku yang paling umum digunakan adalah minyak nabati. Salah satu sumber minyak nabati yang dapat diolah menjadi biodiesel adalah minyak biji karet (Susila, 2009; Yusuf, 2010; Kusumaningtyas dan Bachtiar, 2012; Santoso dkk., 2013).

### **1. Biodiesel dari Minyak Biji Karet**

Menurut Silam (1998), karet merupakan tanaman berbuah polong (diselaputi kulit yang keras) yang sewaktu masih muda buahnya berpaut erat dengan rantingnya. Buah karet dilapisi oleh kulit tipis berwarna hijau dan di dalamnya terdapat kulit yang keras dan berkotak. Tiap kotak berisi sebuah biji yang dilapisi tempurung, setelah tua warna kulit buah berubah menjadi keabu-abuan dan kemudian mengering. Pada waktunya pecah dan jatuh, bijinya tercampak lepas dari kotaknya. Tiap buah tersusun atas dua sampai empat kotak biji dimana setiap kotak terdapat satu biji. Tanaman karet mulai menghasilkan buah pada umur lima tahun dan akan semakin banyak setiap penambahan umur tanaman.



**Gambar 1.** (a) Biji Karet dan (b) Bagian-bagian dalam biji karet

Kandungan minyak pada biji karet yaitu sebesar 45–50%, dengan komposisi 17–22% asam lemak jenuh yang terdiri atas asam palmitat, stearat, arakhidat, serta asam lemak tidak jenuh sebesar 77–82% yang terdiri atas asam oleat, linoleat, dan linolenat (Lotero, 2005). Selain itu, biji karet mengandung 27% protein, 40–45% lemak, 2,4% abu, dan 3,6% air (Lauw *et al.*, 1967).

**Tabel 3.** Komposisi asam lemak biji karet.

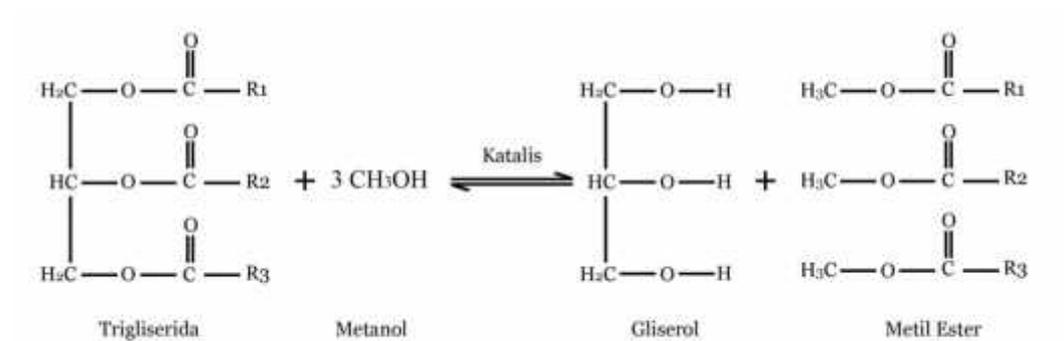
<b>Komposisi Asam lemak Biji Karet</b>	<b>Persentase (Eckey, 1954)</b>	<b>Persentase (Ramadhas <i>et al.</i>, 2005)</b>	<b>Persentase (Gimbut <i>et al.</i>, 2012)</b>
Asam palmitat	11	10.2	10.29
Asam stearat	12	9.7	8.68
Asam oleat	24	24.6	20.07
Asam linoleat	35	39.6	58.5
Asam linolenat	17	16.3	0.8

Minyak biji karet banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel (Ramadhas, 2005). Salimon and Bashar (2009) melakukan pengujian kandungan minyak pada biji karet di Malaysia dan diketahui bahwa kandungan asam lemak paling banyak adalah asam linoleat (C18:2) dengan 37,28%, diikuti asam oleat 22,95%, dan asam linolenat 19,22%. Sedangkan jumlah total asam lemak jenuh mencapai 19,12% yang terdiri dari asam palmitat dan asam stearat.

## 2. Reaksi Pembuatan Biodiesel

Biodiesel merupakan sumber energi alternatif pengganti solar yang terbuat dari minyak tumbuhan atau lemak hewan. Biodiesel diperoleh dari reaksi minyak tanaman (trigliserida) dengan alkohol yang menggunakan katalis pada suhu dan komposisi tertentu, sehingga dihasilkan dua zat yang disebut alkil ester (umumnya metil ester atau sering disebut biodiesel) dan gliserol. Proses reaksi ini disebut transesterifikasi (Zhang *et al.*, 2003).

Tujuan dari reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel adalah menghilangkan seutuhnya kandungan trigliserida, menurunkan titik didih, titik nyala, titik beku, dan juga viskositas dari minyak nabati yang direaksikan. Hal ini dilakukan agar dihasilkan biodiesel yang dapat digunakan pada mesin diesel tanpa merubah atau merusak mesin (Jannah, 2008).



**Gambar 2.** Mekanisme reaksi transesterifikasi trigliserida

Seperti ditunjukkan Gambar 2, reaksi transesterifikasi merupakan perubahan gliserida (monogliserida, digliserida, dan trigliserida) menjadi ester yang lebih sederhana dengan mereaksikannya bersama alkohol seperti metanol atau etanol. Dalam reaksi ini, gugus gliserida digantikan oleh gugus metil atau etil dari

alkohol dan gliserol sebagai hasil samping. Transesterifikasi mengakibatkan pemutusan ikatan rangkap pada gliserida menghasilkan metil ester asam lemak.

Reaksi transesterifikasi diketahui sangat lambat sehingga membutuhkan waktu reaksi yang cukup lama. Oleh karena itu, dalam reaksi ini diperlukan adanya katalis. Transesterifikasi berkatalis asam diketahui membutuhkan waktu reaksi yang cukup lama, pemisahan katalis dan produk sangat sulit, dan reaksi harus dilangsungkan tanpa air karena adanya air akan meningkatkan pembentukan asam karboksilat sehingga mengurangi rendemen reaksi. Transesterifikasi berkatalis basa umumnya digunakan pada proses produksi biodiesel secara komersil. Metode ini dapat mencapai 98% konversi dengan waktu reaksi yang minimum dibandingkan dengan transesterifikasi berkatalis asam (Wang *et al.*, 2001).

Namun, penggunaan katalis ini akan menghasilkan air dari reaksi antara hidroksida dan alkohol yang akan mengakibatkan terjadinya reaksi hidrolisis ester yang sudah terbentuk, menghasilkan sabun yang dapat mengurangi rendemen reaksi dan menyulitkan pemisahan gliserol akibat pembentukan emulsi (Freedman *et al.*, 1986).

Jannah (2008) melakukan reaksi transesterifikasi trigliserida minyak jarak pagar menggunakan katalis basa  $K_2CO_3/ -Al_2O_3$  dan mendapatkan persen konversi optimum yang relatif kecil yaitu sebesar 36,29%. Kelemahan katalis asam dan basa mengakibatkan banyak peneliti menggagas katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi dari minyak nabati seperti Fe-SiO<sub>2</sub> (Pandiangan dkk., 2009) dengan persen konversi 70%, 92% dengan abu tandan kosong sawit (Imadudin dkk, 2008), 76,6% menggunakan Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ZAA (Padmaningsih dkk, 2006).

### 3. Karakterisasi Biodiesel

Analisis karakteristik biodiesel hasil reaksi transesterifikasi mencakup viskositas, densitas, angka *cetane*, titik nyala, volatilitas, angka iodium, nilai kalor pembakaran, dan indeks diesel perlu diketahui untuk menilai kinerja dari bahan bakar diesel. Selain itu, untuk mengetahui komposisi biodiesel yang diperoleh umumnya dianalisis menggunakan kromatografi gas spektrometri massa (GC-MS), dengan memanfaatkan volatilitas ester yang tinggi sehingga dapat diubah menjadi gas dengan mudah dalam perangkat GC-MS.

Kromatografi gas secara umum digunakan untuk memisahkan campuran kimia menjadi komponennya berdasarkan pendistribusian sampel di antara fasa diam dan fasa gerak. Fasa gerak dalam kromatografi gas berupa gas dan fasa diamnya berupa padatan atau cairan. Fase gerak akan membawa campuran untuk dipisahkan masing-masing komponennya. Pada kromatografi gas spektrometri massa (GC-MS), setelah masing-masing komponen dalam campuran telah terpisah dalam kolom GC, semua komponen akan memasuki detektor ionisasi elektron. Komponen-komponen tersebut akan ditumbuk dengan elektron yang menyebabkan senyawa-senyawa tersebut dipecah menjadi fragmen-fragmennya (Jannah, 2008).

#### E. Katalis Transesterifikasi

Katalis adalah zat yang meningkatkan laju reaksi dengan menurunkan energi aktivasi dengan cara menyediakan alternatif jalur reaksi. Katalis dapat bereaksi untuk membentuk intermediet dengan reaktan dan akan ditemukan kembali dalam langkah berikutnya sehingga tidak dikonsumsi dalam reaksi (Chang, 2010).

Peran katalis dalam reaksi transesterifikasi adalah memecah rantai kimia minyak nabati sehingga rantai ester minyak nabati akan terlepas dan membentuk biodiesel karena bereaksi dengan alkohol. Gliserin dan katalis yang tersisa akan mengendap setelah reaksi selesai. Penggunaan katalis yang terlampaui sedikit mengakibatkan pemisahan gliserol dan metil ester tidak sempurna, sedangkan penggunaan katalis yang terlampaui banyak akan menghasilkan emulsi pada reaksi transesterifikasi.

Katalis digolongkan menjadi dua yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fase katalis sama dengan fase reaktan dan fase produk reaksi. Beberapa katalis homogen yang dipakai pada reaksi transesterifikasi yaitu KOH (Sulaiman *et al.*, 2013), NaOH (Zeng and Jiangil, 2008), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Shuit *et al.*, 2010), dan HCl (Purbasari dan Silviana, 2008).

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fase yang berbeda dengan reaktan atau produk reaksi. Jika dibandingkan dengan katalis homogen, katalis heterogen memiliki kelebihan antara lain kestabilan termalnya relatif tinggi sehingga dapat digunakan untuk reaksi yang memerlukan suhu tinggi (Pandiangan, 2013), tidak korosif, ramah lingkungan, mudah dipisahkan dari produk (Boey, 2011), dan dapat digunakan secara berulang (Dekhoda, 2010).

Katalis heterogen terdiri dari dua komponen utama, yaitu situs aktif (dopan) dan penyangga. Situs aktif berfungsi untuk meningkatkan laju reaksi dan mengarahkan reaksi ke arah produk yang diinginkan, sedangkan penyangga yang umumnya merupakan zat padat berpori berfungsi sebagai wadah untuk distribusi situs aktif sehingga katalis mempunyai luas permukaan yang lebih besar. Untuk

mendukung efektivitas katalis heterogen dalam reaksi katalisis, beberapa bahan sering digunakan sebagai penyangga katalis tersebut seperti alumina aktif (Wang and Liu, 1998), zeolit (Hideyuki *et al.*, 2004), dan silika (Pandiangnan dkk, 2009; Syani, 2014).

## **F. Karakterisasi Katalis Transesterifikasi**

### **1. X-Ray Diffraction (XRD)**

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dimaksudkan untuk mengidentifikasi fasa dan kristalinitas dari suatu katalis. Katalis umumnya berbentuk padatan kristal seperti oksida logam, zeolit, dan logam yang berpenyangga. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengidentifikasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal (Leofanti *et al.*, 1997). Metode XRD banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi material yang digunakan sebagai katalis, karena banyak material katalis yang berwujud kristal.

Kristalinitas juga dapat ditentukan dengan XRD melalui perbandingan intensitas atau luas puncak sampel dengan intensitas atau luas puncak standar seperti pada persamaan :

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{Intensitas peak hkl sampel}}{\text{Intensitas peak hkl standar}} \times 100\% \quad (1)$$

### **2. Scanning Electron Microscopy-Energi Dispersive Spektrometer (SEM-EDS)**

SEM-EDS digunakan untuk menganalisis komposisi kimia suatu permukaan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis EDS dimaksudkan untuk mengetahui

ketidakhomogenan pada sampel dan menganalisis secara kualitatif dan kuantitatif jenis unsur atau oksida logam yang terbentuk. Pada SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, dan distribusi pori pada permukaan bahan, sedangkan komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel dapat diamati dengan EDS (Sartono, 2007).

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberikan informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan.

### **3. *Particle Size Analyzer* (PSA)**

Besar kecilnya ukuran dari suatu padatan biasanya diukur dari ukuran partikel padatan tersebut. Ukuran partikel umumnya dinyatakan dengan diameter rata-rata. Ukuran partikel mempunyai peranan penting bagi suatu padatan karena merupakan penentu bagi sifat-sifat, baik sifat fisika maupun kimia (Trisnaeni, 2012).

Karakterisasi untuk mengetahui ukuran dan distribusi partikel pada katalis yang diperoleh juga sangat penting untuk dilakukan. Analisis ini dilakukan dengan menggunakan instrumen *Particle Size Analyzer* (PSA). PSA merupakan salah satu instrumen nanoteknologi yang menggunakan metode *Laser Diffraction* (LAS) dalam aplikasinya. Alat ini menggunakan prinsip *Dynamic Light Scattering* (DLS). Metode ini juga dikenal sebagai *quasi-elastic light scattering* (QEELS). Alat ini berbasis *Photon Correlation Spectroscopy* (PCS).

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar, terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submikron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian, ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu, hasil pengukuran diperoleh dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Setiap kumpulan partikel biasanya disebut polidispersi. Karenanya perlu untuk mengetahui tidak hanya ukuran dari suatu partikel tertentu, tapi juga berapa banyak partikel-partikel dengan ukuran yang sama ada dalam sampel. Jadi perlu suatu perkiraan kisaran ukuran tertentu yang ada dan banyaknya atau berat fraksi dari tiap-tiap ukuran partikel, dari sini bisa dihitung ukuran partikel rata-rata untuk sampel tersebut.

#### 4. *X-Ray Fluorescence (XRF)*

Mengidentifikasi unsur-unsur dalam katalis yang diperoleh secara kuantitatif dan kualitatif juga diperlukan untuk mengetahui kualitas material katalis yang diperoleh. Identifikasi unsur-unsur dalam suatu material dapat dilakukan dengan melakukan analisis *X-Ray Fluorescence (XRF)*. Prinsip kerja metode XRF terjadi berdasarkan tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X. Analisis XRF juga dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur berdasarkan pada panjang gelombang dan jumlah sinar-X yang dipancarkan kembali setelah semua material ditembak dengan sinar-X berenergi tinggi.

Prinsip kerja XRF ialah dengan menggunakan sinar-x dari tabung pembangkit sinar-X untuk mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam untuk menghasilkan sinar-X baru dari sampel yang dianalisis. Analisis XRF dilakukan berdasarkan identifikasi karakteristik sinar-X yang terjadi akibat efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target pada sampel terkena sinar berenergi tinggi. Spektrometri XRF memanfaatkan elektron berenergi tinggi yang ditembakkan mengenai sampel, kemudian sinar-X yang dihamburkan ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam sampel tersebut (Kriswarini dkk., 2010).