

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Titanium Dioksida

TiO<sub>2</sub> adalah salah satu material yang banyak diteliti karena sifatnya yang menarik. Meskipun telah ditemukan lebih dari 200 tahun yang lalu dan telah diteliti sejak 85 tahun yang lalu namun hingga kini penelitian tentang TiO<sub>2</sub> masih aktif dan tetap dikembangkan (Hoffmann *et al.*, 1995). TiO<sub>2</sub> ditemukan pertama kalinya pada tahun 1821, dan tahun 1916 telah dikomersialkan sebagai zat pewarna putih.

Titanium oksida atau yang lebih sering disebut titania adalah keluarga (IV) oksida yang merupakan semikonduktor dengan celah terlarang 3,0 untuk rutil dan 3,2 eV untuk fasa anatase (Hoffmann *et al.*, 1995; Fujishima *et al.*, 1999). Secara kimia titanium dioksida dituliskan dengan lambang TiO<sub>2</sub>. Senyawa ini biasa digunakan sebagai pigmen pada cat tembok (Braun *et al.*, 1992), tabir surya (Zallen and Moret, 2006) pasta gigi (Yuan and Chen, 2005) solar sel, sensor, perangkat memori serta sebagai fotokatalis.

Ti merupakan kristal yang berwarna putih dan juga salah satu logam berlimpah nomor empat di dunia setelah aluminium, besi, dan magnesium. Selain itu, titanium juga merupakan elemen berlimpah kesembilan (mencakup 0,63% pada

kerak bumi) 0,6% mineral  $\text{TiO}_2$  yang utama adalah  $\text{FeTiO}_3$  (iliminite),  $\text{CaTiO}_3$  (perovskite). Titanium memiliki indeks bias ( $n$ ) yang sangat tinggi yaitu 2,4 dalam bentuk bubuk dan 2,7 dalam bentuk lapisan tipis (Dongsun *et al.*, 2007). Ti juga tahan terhadap degradasi warna akibat sinar matahari dengan titik lebur  $1885^\circ\text{C}$ . Ada dua bentuk alotropi dan lima isotop alami dari unsur yaitu Ti-46 sampai Ti-50 dengan Ti-48 yang paling banyak terdapat di alam (73,8%) (Merck, 2000).

Secara fisika titanium memiliki sifat seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.1. Titanium memiliki massa jenis yang rendah, tahan karat, memiliki biokompabilitas yang tinggi dengan tubuh (Supriyanto dkk., 2007) sehingga dapat digunakan sebagai produk implan dalam tubuh. Kristal  $\text{TiO}_2$  bersifat asam dan tidak larut dalam air, asam klorida, asam sulfat encer dan alkohol namun larut dalam asam sulfat pekat dan asam fluorida.

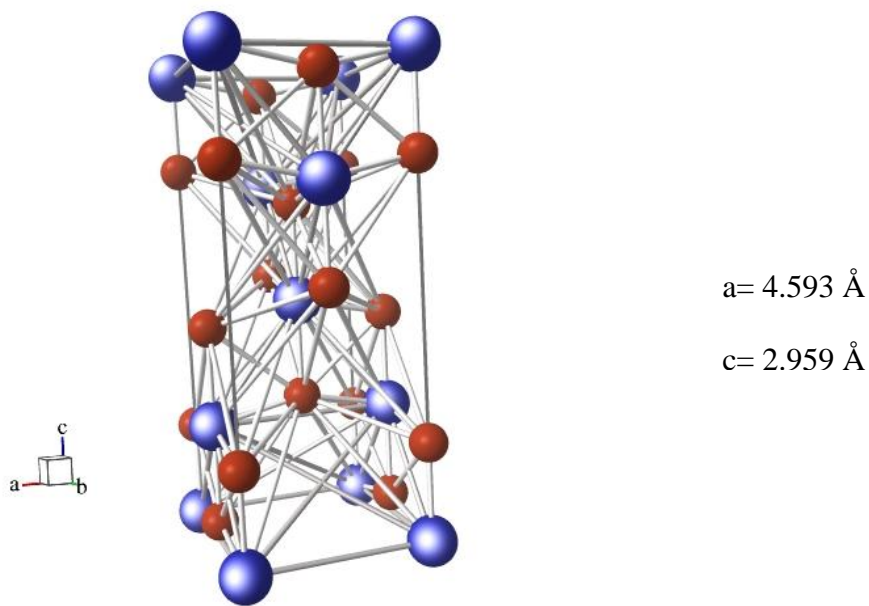
Tabel 2.1. Sifat fisika  $\text{TiO}_2$

No	Sifat	Nilai
1	Densitas	$4 \text{ g.cm}^{-3}$
2	Porositas	0%
3	Modulus shear	90 Gpa
4	Elastisitas	23 Gpa
5	Resistivitas ( $25^\circ\text{C}$ )	$10^{12} \Omega.\text{cm}$
6	Resistivitas ( $700^\circ\text{C}$ )	$2,5 \times 10^4 \Omega.\text{cm}$
7	Konstanta dielektrik 1 MHz	85 Volt/mil
8	Ekspansi termal RT- 1000 $^\circ\text{C}$	$9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
9	Konduktivitas termal $25^\circ\text{C}$	$11,7 \text{ WmK}^{-1}$

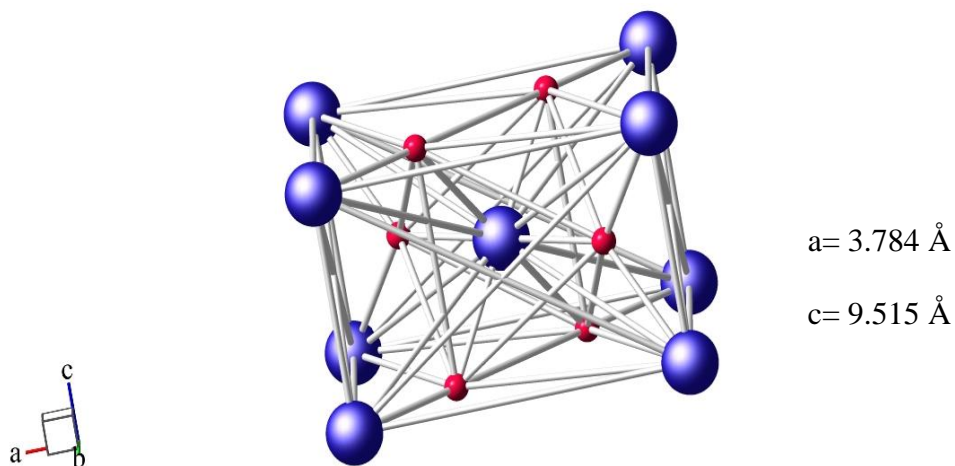
## B. Struktur Kristal TiO<sub>2</sub>

TiO<sub>2</sub> dibuat dari ilmenite dan rutil, yang menghasilkan dua bentuk alotropi atau bentuk struktur kristal yang berbeda dari unsur yang sama, yaitu anatase dan rutil. TiO<sub>2</sub> memiliki tiga fasa polymorpik yaitu rutil (tetragonal, 4,120 g/cm<sup>3</sup>), anatase (tetragonal, 3,894 g/cm<sup>3</sup>), dan brookite (4,120 g/cm<sup>3</sup> orthorombik). Fasa anatase dan rutil memiliki struktur kristal tetragonal, namun memiliki perbedaan grup ruang (*space group*). Anatase memiliki grup ruang IA<sub>1</sub>/amd dengan empat unit dalam satu unit sel dan rutil memiliki P4<sub>2</sub>/mm dengan dua unit TiO<sub>2</sub> dalam satu unit sel (Zhang *et al.*, 1999).

Pada proses fotokatalisis fasa rutil maupun anatase dapat digunakan namun dalam aplikasinya anatase memiliki potensi yang paling besar untuk digunakan sebagai fotokatalis (Tanaka *et al.*, 1991) karena memiliki struktur kisi yang sesuai dengan aktivitas fotokatalis yang tinggi. Struktur rutil lebih stabil pada suhu tinggi dan anatase pada suhu rendah. Struktur rutil dan anatase dapat digambarkan dengan TiO<sub>6</sub> oktahedra, di mana setiap ion Ti<sup>4+</sup> dikelilingi oleh enam ion O<sup>2-</sup>. Struktur anatase dan rutil digambarkan pada Gambar 2.1 dan 2.2. Perbedaan dari kedua struktur kristalin terletak pada distorsi struktur oktahedronnya. Pada rutil, struktur oktahedronnya sedikit distorsi orthorombik. Sementara anatase, distorsi jauh lebih besar, sehingga strukturnya kurang simetris dibandingkan orthorombik. Jarak antara Ti-Ti lebih besar pada anatase, yaitu 3,79 Å dan 3,4 Å, sementara pada rutil adalah 3,57 dan 2,96 Å, jarak Ti-O lebih besar di rutil.



Gambar 2.1. Struktur anatase  $\text{TiO}_2$  (Howard *et al.*, 1992). Pemodelan kristal menggunakan *Ball and Stick Beta 8.1 (BS)* (Kang and Ozawa, 2004).



Gambar 2.2. Struktur rutil  $\text{TiO}_2$  (Kennedy and Stampe, 1991). Pemodelan kristal menggunakan *Ball and Stick Beta 8.1 (BS)* (Kang and Ozawa, 2004).

Untuk beberapa aplikasi struktur rutil lebih banyak digunakan daripada anatase karena memiliki sifat fisik yang unik misalnya berkilau, keras dan tahan terhadap korosi. Sel satuan pada rutil adalah tetragonal dengan atom-atom logam terletak pada sudut-sudutnya. Struktur rutil dari  $\text{TiO}_2$  pada umumnya dapat digambarkan

sebagai suatu distorsi barisan oksida heksagonal tertutup dengan setengah dari oktahedral diduduki oleh atom Ti. Struktur brokit dari TiO<sub>2</sub> mengkristal dalam struktur orthorombik, yang memiliki simetri yang polimorf (memiliki struktur kristal yang tidak teratur) dan akan berubah menjadi fasa rutil pada temperatur sekitar 750°C (Chen., *et al* 2008).

Fasa brookite sangat jarang terjadi dalam fasa TiO<sub>2</sub>, fasa brookite terjadi pada temperatur 200°C dengan densitas sebesar 4,133 gram/cm<sup>3</sup> dan memiliki empat molekul titania dengan unsur titanium memiliki empat ion positif serta dua ion negatif dari oksigen. Fasa brookite memiliki kestabilan pada temperatur 200°C sampai 400°C, dan fasa ini tidak terbentuk sama sekali pada selang temperatur 600°C sampai 800°C (Bakardjieva *et al.*, 2006). Dalam skala nanometer, brookite dapat digunakan sebagai lapisan tipis dengan mengabsorpsi energi foton dari suatu cahaya. Dengan demikian akan mempercepat peristiwa fotolistrik dengan celah terlarang sebesar 3,5 eV untuk satu molekul titania sehingga fasa ini juga baik digunakan sebagai fotokatalis.

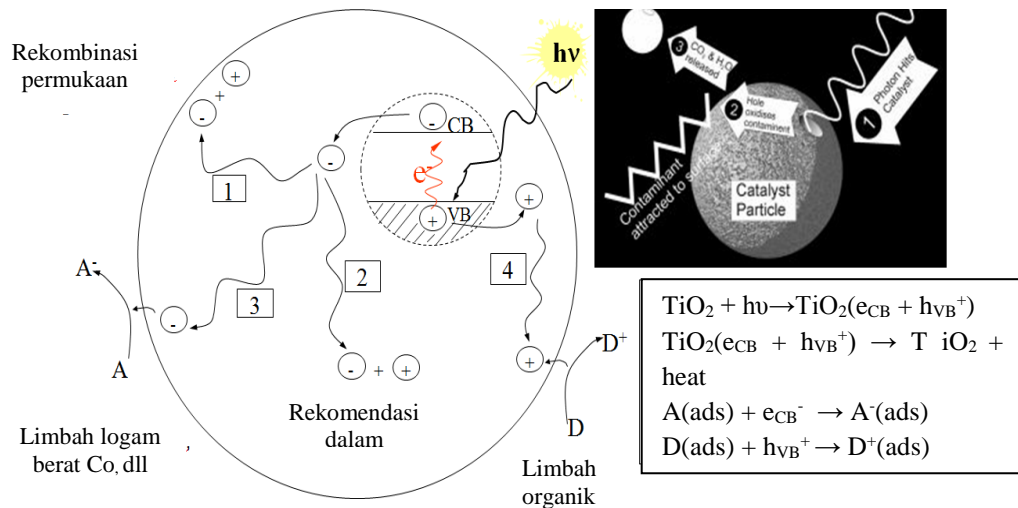
### **C. Fotokatalis TiO<sub>2</sub>**

Titanium dioksida adalah material yang dikenal luas sebagai fotokatalis didasarkan pada sifat semikonduktornya. Fotokatalisis merupakan suatu proses reaksi katalis dengan bantuan cahaya tampak (*visible light*) atau UV. Selain itu, diantara oksida logam yang lain, titanium dioksida dikenal tidak beracun (*non toxic*), memiliki stabilitas termal cukup tinggi, dan kemampuannya yang dapat dipergunakan berulang kali tanpa kehilangan sifat kataliknya, dapat menyerap

cahaya ultraviolet dengan baik, bersifat inert dalam reaksi, memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi dan termasuk zat organik yang sulit terurai dan secara umum  $\text{TiO}_2$  memiliki aktivitas fotokatalisis yang lebih tinggi dari pada fotokatalisis lain seperti  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{WO}_2$ , dan  $\text{SnO}_2$  (Okamoto *et al.*, 1985).

Sifat fotokatalitik titanium dioksida pertama kali ditemukan oleh Akira Fujishime pada tahun 1967 dan diterbitkan pada tahun 1972 (Fujishime *et al.*, 1999). Titanium dioksida memiliki potensi untuk digunakan dalam produksi energi sebagai fotokatalis, dapat melakukan hidrolisis yaitu memecah air menjadi hidrogen dan oksigen. Dalam proses fotokatalis, semikonduktor  $\text{TiO}_2$  membutuhkan serapan energi yang lebih besar dari selang energinya. Aktifitas fotokatalis ini membutuhkan penyerapan sinar *ultraviolet* (UV) untuk membentuk dua pasangan elektron dan lubang (*hole*).

Elektron yang tereksitasi pada pita konduksi dan lubang yang terdapat pada pita valensi dapat bergabung kembali dan mengubah input energi menjadi panas atau terperangkap pada permukaan menjadi stabil. Gabungan elektron yang diadsorpsi pada permukaan semikonduktor atau disekitar medan listrik muatan partikel bisa juga menjadi pengubah input energi. Pada Gambar 2.3 diberikan beberapa tahap mekanisme foto kimia (Banarjee *et al.*, 2006).



Gambar 2.3. Mekanisme fotokatalis (Banarjee *et al.*, 2006).

Absorpsi foton dan pasangan elektron-lubang serta migrasi elektron dan lubang, (1) dan (2) merupakan proses rekombinasi elektron-lubang pada permukaan, (3) reduksi akseptor elektron, (4) oksidasi donor elektron. Energi absorpsi foton akan mengakibatkan elektron tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi sehingga mengakibatkan transfer elektron ke molekul oksigen membentuk ion radikal superoksida ( $^*\text{O}_2$ ) dan transfer elektron dari molekul air ke lubang pita valensi membentuk radikal hidroksil ( $^*\text{OH}$ ).

Sebagai fotokatalis yaitu bahan yang berfungsi mempercepat reaksi yang diinduksi oleh cahaya,  $\text{TiO}_2$  mempunyai struktur semikonduktor yang memiliki struktur elektronik yang dikarakterisasi oleh adanya pita valensi terisi dan pita konduksi yang kosong. Kedua pita tersebut dipisahkan oleh celah terlarang (*band gap energy*) sebesar 3,2 eV untuk anatase dan 3,0 eV untuk fasa rutil.  $\text{TiO}_2$  dalam fasa anatase mempunyai aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan fasa rutil, fasa anatase  $\text{TiO}_2$  memiliki luas permukaan yang lebih besar dan ukuran yang lebih kecil dibanding rutil (Matthews, 1992). Bentuk kristal anatase yang

diamati pada penelitian terjadi pada pemanasan  $\text{TiO}_2$  serbuk mulai dari suhu  $120^\circ\text{C}$  hingga menjadi fasa anatase sempurna pada  $500^\circ\text{C}$ . Kemudian pemanasan pada suhu  $700^\circ\text{C}$  mulai terbentuk kristal rutil (Ollis and Elkabi, 1991) dan terjadi penurunan luas permukaan serta pelemahan aktivitas fotokatalis secara drastis.

Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat menjadi fotodegradasi yang baik untuk penetrasi limbah, seperti penumbuhan bakteri *Escherichia coli* melalui bantuan sinar fotokatalis yang telah berhasil dilakukan dan hasilnya bakteri tersebut mati (Sunada *et al.*, 2003).

$\text{TiO}_2$  mampu memacu reaksi oksidasi pada polutan dalam limbah hingga terurai.

#### **D. Silika ( $\text{SiO}_2$ )**

Silika yang memiliki rumus kimia  $\text{SiO}_2$ , sebagian silika besar yang terdapat di alam adalah pasir atau kwarsa yang merupakan komponen penyusun kerak bumi terbesar. Silika memiliki sejumlah kristal seperti yang ditampilkan pada Tabel 2.2. kecuali pada silika stishovite dan silika fiber, semua bentuk kristal adalah  $\text{SiO}_4$  tetrahedral dengan satu atom silika dikelilingi oleh empat atom oksigen, seperti di tunjukkan pada Gambar 2.4. Panjang dari tiap ikatan silikon-oksigen bervariasi tiap bentuk kristal, misalnya  $\alpha$ -quartz memiliki panjang ikatan 161 nm, dimana  $\alpha$ -tridymite berada pada rentang 154-71 nm (Holleman dan Wiberg, 2001).

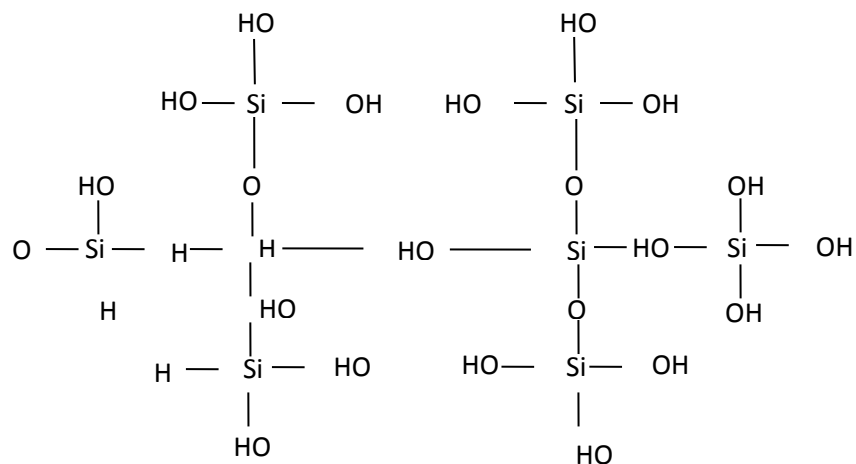


Tabel 2.2. Struktur kristalin silika

No	bentuk kristal	kelas kristal	keterangan
1	$\alpha$ -quartz	Rhomboheedral	$\alpha$ -quartz berubah menjadi $\beta$ -quartz pada 573 °C
2	$\beta$ -quartz	Hexagonal	$\beta$ -quartz berubah menjadi $\alpha$ -tridymite pada 870 °C
3	$\alpha$ -tridymite	orthorhombic	
4	$\beta$ -tridymite	hexagonal	$\beta$ -tridymite berubah menjadi $\alpha$ -cristobalite pada 1470 °C
5	$\alpha$ -cristobalite	tetragonal	
6	$\beta$ -critobalite	Kubik	melebur pada 1705°C
7	Keatite	tetragonal	tekanan tinggi
8	Coesite	monoklinik	Keatite
9	Stishovite	tetragonal	Coesite
10	melanophlogite	Kubik	
11	Fibrous	orthorhombik	
12	Faujasite	Kubik	

Sumber : Holleman dan Wiberg, 2001.

Meskipun silika memiliki rumus kimia sederhana, namun silika memiliki banyak bentuk struktur kristal seperti pada Tabel 2.2 masing-masing dengan karakteristik struktur serta sifat kimia dan fisik sendiri.  $\text{SiO}_2$  adalah  $\text{SiO}_4$  tetrahedral, dimana setiap atom silika terikat pada empat atom oksigen dan setiap atom oksigen terikat pada dua atom silika.



Gambar 2.4. Struktur ikatan tetrahedral  $\text{SiO}_2$  (Hench and West, 1990).

Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatannya dan aplikasinya sangat luas dalam berbagai bidang termasuk elektronik seperti pembuatan bahan semikonduktor, mekanik, medis, dan bahan bangunan. Silika memiliki ketahanan yang baik terhadap abrasi, memiliki stabilitas termal yang tinggi, isolator listrik yang baik tidak mudah larut dalam bahan kimia.

Silika merupakan bahan yang paling berlimpah di bumi, diantaranya dapat diperoleh dari berbagai sumber mineral seperti *olivine*, *zircon*, *andalucite* dan *phyllosiloxide* (Reigh *et al.*, 1997), Meskipun jumlahnya melimpah namun sebagian besar silika yang digunakan dalam aplikasi teknologi merupakan silika sintesis seperti yang diperoleh dari bahan nabati seperti ampas tebu (Hanafi dan Nandang, 2010), limbah jagung berupa janggol dan kelobot jagung (Christiawan dan Darmanto, 2010) dan juga dari sekam padi. Silika sintesis memiliki luas permukaan yang lebih tinggi daripada silika alam. Silika nabati memberikan sifat adsorpsi yang lebih baik dan memiliki struktur katalis yang baik sebagai pendukung untuk fotokatalis heterogen. Meskipun silika memiliki rumus kimia yang sederhana  $\text{SiO}_2$ , tapi dapat ditemukan dalam berbagai bentuk dengan karakteristik masing-masing.

#### **E. Silika Sekam Padi**

Silika adalah oksida yang memiliki jumlah paling berlimpah di bumi, namun meskipun berkelimpahan, sebagian besar silika dibuat dengan cara sintetik untuk digunakan dalam aplikasi teknologi. Silika sintesis memiliki luas permukaan lebih tinggi daripada yang terjadi secara alami. Bentuk silika sintesis menyediakan

struktur adsorpsi dan katalis sebagai pendukung terbaik untuk fotokatalis heterogen.

Sekam padi merupakan residu penggilingan padi. Komponen organik yang terkandung dalam sekam padi adalah selulosa (33-34%) lignin (19-47%) dan hemiselulosa (17-26 %) (Nuryono dkk, 2003). Sekam ini memiliki kandungan silika yang tinggi (Anggraini, 2009) dan memiliki kemurnian yang sangat tinggi yaitu sekitar 94,5% (Daifullah *et al.*, 2003). Silika sekam padi memiliki kereaktifan yang tinggi, sehingga sekam padi sangat berpotensi sebagai sumber pembuatan silika.

Aplikasi silika sebagai material, antara lain sebagai bahan elektroda (Wang *et al.*, 2003; Ganjali *et al.*, 2009), membran penukar ion untuk sel bahan bakar (Reichman *et al.*, 2006; Duvdevani *et al.*, 2006), sebagai fasa diam untuk kolom kromatografi (Chen *et al.*, 2005), sebagai bahan tambal gigi (Xu *et al.*, 2004), filler untuk polimer (Kim *et al.*, 2003), dan sebagai penyangga untuk nanokatalis (Gole and White, 2001; Kolasinki, 2008).

#### **F. Nanokomposit Titania Silika**

Nanokomposit merupakan material padat multi fasa, dimana setiap fasa memiliki satu, dua, atau tiga dimensi yang kurang dari 100 nm, atau struktur padat dengan dimensi berskala nanometer yang berulang pada jarak antar bentuk penyusun struktur yang berbeda. Material-material dengan jenis seperti itu terdiri atas padatan anorganik yang tersusun atas komponen organik. Contoh nanokomposit yang ekstrim adalah media berporos, koloid, gel, dan kopolimer.

Nanokomposit dapat ditemukan di alam, contohnya adalah kulit tiram dan tulang (Anonim, 2009). Ikatan antar partikel yang terjadi pada material nanokomposit memainkan peran penting dalam peningkatan dan pembatasan sifat material. Partikel-partikel yang berukuran nano itu mempunyai luas permukaan interaksi yang tinggi. Makin banyak partikel yang berinteraksi, semakin kuat pula material. Inilah yang membuat ikatan antarpartikel makin kuat, sehingga sifat mekanik materialnya bertambah. Namun penambahan partikel-partikel nano tidak selamanya akan meningkatkan sifat mekaniknya. Ada batas optimum yang mana saat dilakukan penambahan, kekuatan material justru makin berkurang.

Pada umumnya material nanokomposit menunjukkan perbedaan sifat mekanik, listrik, optik, elektrokimia, katalis dan struktur yang berbeda dibandingkan dengan material penyusunnya. Dengan mendesain partikel nano dalam komposit memungkinkan untuk meningkatkan sifat katalis dari fotokatalis. Partikel-partikel yang berukuran nano memiliki luas permukaan interaksi yang tinggi. Makin banyak partikel yang berinteraksi, makin tinggi kinerja dari katalis.

Komposit memiliki kekuatan yang dapat diatur (*tailorability*), tahanan lelah (*fatigue resistance*) yang baik, tahan korosi, dan memiliki kekuatan jenis (rasio kekuatan terhadap berat jenis) yang tinggi. Manfaat utama penggunaan komposit adalah dalam memperoleh kombinasi sifat kekuatan serta kekakuan tinggi dan berat jenis yang ringan. Dengan memilih kombinasi material serat dan matriks yang tepat, kita dapat membuat material komposit dengan sifat yang tepat sama dengan kebutuhan sifat untuk struktur dan tujuan tertentu.

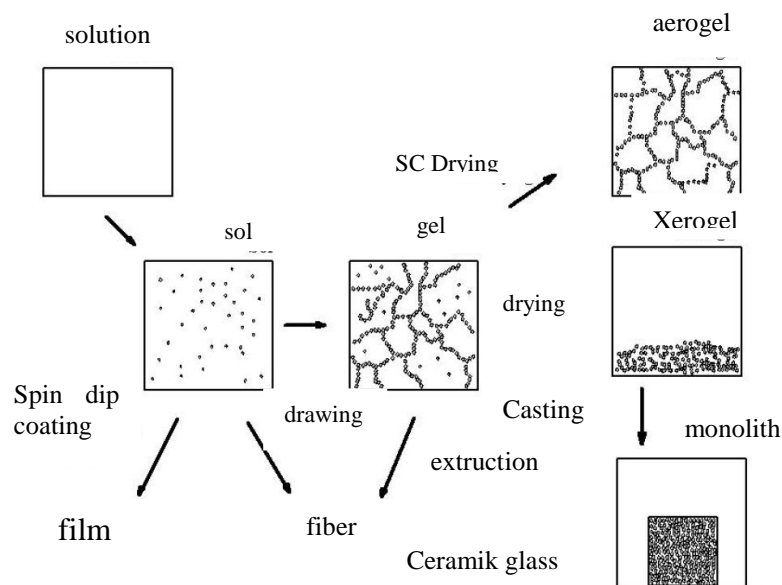
Umumnya pada penelitian tujuan pembuatan nanokomposit bukan untuk mendapat sifat katalis tapi untuk tujuan kekuatan bahan. Namun tidak sedikit juga penelitian sebelumnya dengan berbagai metode untuk membuat bahan nanokomposit untuk tujuan sifat katalis diantaranya adalah  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  yang padat. Karakteristik dari produk nanokomposit ini baik ukuran pori, muatan permukaan, kekuatan mekanik, dan adsorpsi serta kemampuan katalitiknya tergantung pada keadaan sintesis dan jenis interaksi yang terjadi antara  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{SiO}_2$  (Gao and Wachs 1999).

Titania silika merupakan oksida campuran yang memiliki banyak aplikasi terlebih dibidang katalis baik sebagai katalis sendiri atau sebagai katalis pendukung. Pada komposit titania-silika, material titania merupakan bahan dasar sebagai penguat dan silika sebagai matriks (Liu and Cheng, 1995). Di dalamnya terdapat dua bentuk interaksi yaitu interaksi gaya fisika (seperti gaya Van der Waals) dan ikatan kimia antara Ti-O-Si (Gao and Wachs, 1999). Dalam sintesis nanokomposit titania silika metode preparasi yang paling banyak digunakan adalah hidrolisis sol-gel, koopresipitasi, deposisi uap kimia (CVD), presipitasi, impregnasi.

### **G. Metode Sol-Gel**

Metode sol-gel adalah metode yang banyak digunakan dalam sintesis berbagai bahan keramik (Pierre *et al.*, 2002; Lu *et al.*, 2003 ). Dalam proses kimia, sol secara bertahap akan membentuk sistem gel dwi fasa yaitu mengandung fasa cair dan fasa padatan, memiliki morfologi dari partikel diskrit yang berkembang menjadi jaringan polimer. Dalam proses sol-gel, suspensi koloid, atau sol,

dibentuk melalui hidrolisis dan polimerisasi reaksi dari prekursor, yang biasanya logam garam anorganik atau senyawa organik logam seperti alkoksida logam (Mauritz, 2002). Proses perubahan fasa pada metode sol-gel ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Perubahan struktur setelah proses sol-gel (Hench and West,1990).

Sol merupakan koloid yang tersusun atas fasa terdispersi berupa padatan dan fasa pendispersinya berupa cairan (partikel dalam cairan) sementara gel merupakan koloid yang fasa terdispersinya berupa padatan.

Secara umum proses sol-gel didefinisikan sebagai pembentukan jaringan oksida dengan reaksi polikondensasi yang progresif dari molekul prekursor pada medium cair (Indayaningsih dkk., 1999). Dengan proses sol-gel dapat dihasilkan material yang memiliki kemurnian dan kekuatan yang lebih tinggi dibanding bahan yang dibuat dengan metode lainnya. Metode sol-gel dapat dapat digunakan

untuk preparasi bahan seperti struktur berpori, serat tipis, serbuk padat dan film tipis.

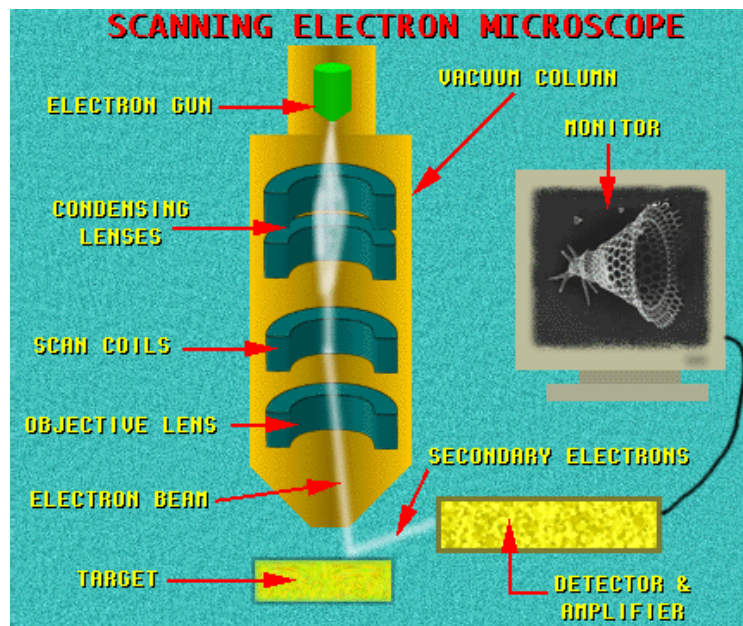
## **H. Mikroskop Elektron**

Mikroskop elektron atau lebih dikenal dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) pertama kali dipublikasikan fisikawan Jerman Max Knoll pada 1935 dengan mendeskripsikan teori SEM. Pada 1942 tiga ilmuwan Amerika yaitu Vladimir Kosma Zworykin, James Hillier, dan Snijder, benar-benar membangun sebuah mikroskop elektron metode pemindaian dengan resolusi hingga 50 nm atau magnifikasi (perbesaran) 8.000 kali.

Mikroskop elektron memiliki beberapa perangkat yaitu:

1. Senjata elektron (elektron gun), biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron.
2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
3. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang berjalan menuju target akan terpecah oleh tumbukan sebelum mengenai target.

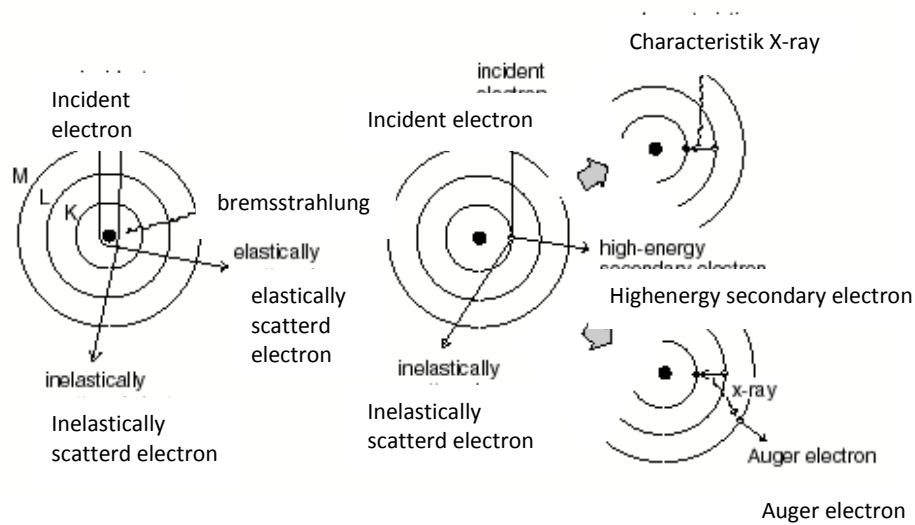
Secara detail sistem perangkat SEM terdiri dari beberapa komponen diantaranya sistem sumber elektron, sistem lensa, sistem deteksi, sistem pengulas dan sistem vakum. Pada Gambar 2.6 menunjukkan skematik salah satu alat SEM modern .



Gambar 2.6. Skema prinsip kerja SEM.

SEM modern sekarang ini mempunyai resolusi hingga 1 nm dengan perbesaran 400.000 kali. Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya. Cahaya hanya mampu mencapai 200 nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi sampai 0,1-0,2 nm sebagai akibat perbedaan panjang gelombang cahaya tampak dan elektron. Dengan menggunakan elektron juga bisa mendapatkan beberapa jenis pantulan. Jika elektron mengenai suatu benda maka akan timbul dua jenis pantulan yaitu pantulan elastis dan pantulan non elastis seperti pada Gambar 2.7.





Gambar 2.7. Pantulan elastik dan nonelastik yang dihasilkan oleh sistem SEM.

Dalam aplikasinya saat ini SEM dipadu dengan EDS yaitu suatu alat yang digunakan untuk mendeteksi unsur-unsur yang terkandung pada sampel yang diuji dan memberikan gambaran kemurnian suatu sampel. Pada prinsipnya EDS mendeteksi unsur dalam sampel melalui densitas atau berat molekulnya suatu atom. Setiap atom memiliki densitas yang berbeda yang akan dikarakterisasi EDS yang akan memberikan informasi jenis atom tersebut. Densitas yang lebih besar akan memantulkan lebih banyak elektron sehingga tampak lebih cerah dari atom berdensitas rendah.

Dari pantulan inelastis didapat sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal *backscattered electron*. Elektron sekunder menghasilkan topografi dari benda yang dianalisis, perbedaan permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah dari permukaan rendah. Sedangkan

*backscattered* elektron memberikan perbedaan berat molekul dari atom-atom yang menyusun permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah daripada atom dengan berat molekul rendah. Permukaan yang tinggi akan lebih banyak melepaskan elektron dan menghasilkan gambar yang lebih cerah dibandingkan permukaan yang rendah atau datar.

EDS dihasilkan dari karakteristik sinar-X, yaitu dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya. Kemudian akan diperoleh puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDS bisa membuat pemetaan elemen dengan memberikan warna berbeda-beda dari masing-masing elemen di permukaan bahan. EDS bisa digunakan untuk menganalisis secara kuantitatif dari persentase masing-masing elemen. Prinsip kerja dari SEM-EDS ini adalah sebagai berikut:

1. Sebuah senjata elektron memproduksi elektron dan dipercepat dengan anoda
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).

## I. Resistivitas

Resistivitas merupakan nilai tahanan jenis pada suatu material yang dapat diketahui dengan melihat hubungan antar hukum ohm dan medan listriknya, pengukuran ini bergantung pada dimensi ruang dari sampel (Soedoyo, 2004).

Pengukuran resistivitas dari sampel dapat dihitung menggunakan persamaan 1 berikut:

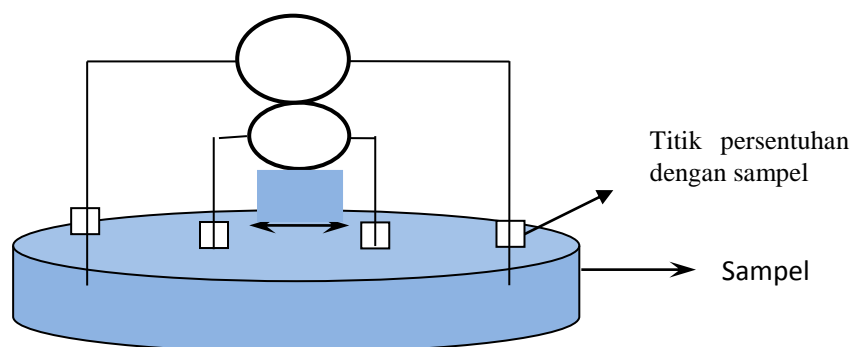
$$\rho = \frac{RA}{l} \quad (2.1)$$

Dimana  $\rho$  merupakan resistivitas bahan dengan satuan ohmmeter ( $\Omega\text{m}$ ),  $R$  adalah tahanan dengan satuan  $\Omega$ ,  $A$  adalah luas bahan ( $\text{m}^2$ ) dan  $l$  adalah panjang kawat (m).

Pengukuran resistivitas sampel nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  dilakukan menggunakan metode pengukuran 4 titik (*four probe*). Proses pengukuran dilakukan dengan mengalirkan arus  $I$  ke bahan melalui elektroda arus dan tegangan  $V$  yang muncul sebagai akibat arus yang dialirkan yang diukur melalui elektroda potensial yang letaknya diantara elektroda arus. Nilai  $\rho$  untuk pengukuran ini adalah:

$$\rho = k \cdot \frac{\Delta V}{I} (\Omega \cdot \text{cm}) \quad (2.2)$$

dengan resistivitas ( $\rho$ ) satuan ohm centimeter ( $\Omega \cdot \text{cm}$ ),  $k$  adalah faktor geometri,  $\Delta V$  adalah tegangan (volt),  $I$  = kuat arus (ampere). Diagram pengukuran resistivitas sampel ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Diagram pengukuran resistivitas sampel.

## J. XRD

Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5 sampai 2,5 Å (0,05-2,5 nm), panjang gelombang tersebut mendekati jarak antar atom kristal (Hasen dan Chan, 1992). Sinar-X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Concard Roentgen pada tahun 1895, di Universitas Wurtzburg, Jerman. Sinar-X dihasilkan oleh tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Prinsip analisis XRD didasarkan pada atom-atom dalam suatu struktur bahan yang didifraksikan pada panjang gelombang tertentu pada sudut-sudut ( $2\theta$ ) tertentu. Identifikasi struktur fasa yang ada pada sampel secara umum dilakukan dengan menggunakan standar melalui data base *Join Commite on Powder Diffraction Standar*, JCPDS (1996) *International Centre for Diffraction Data*, ICPDF (1978). Salah satu contoh perangkat sinar-x dapat dilihat pada gambar 2.9



Gambar 2.9. *Oxford Xcalibur PD X-Ray Diffractometer-Cu-source.*

Sistem kerja difraktometer sinar-X didasarkan pada hukum Bragg yang menjelaskan tentang pola, intensitas dan sudut difraksi ( $2\theta$ ) yang berbeda-beda pada tiap bahan. Interferensi berupa puncak-puncak sebagai hasil difraksi dimana terjadi interaksi antara sinar-X dengan atom-atom pada bidang kristal (Cullity, 1978). Jika seberkas sinar-X dengan panjang gelombang  $\lambda$  diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut  $\theta$ , maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang atom kristal dan akan menghasilkan puncak difraksi. Besar sudut tergantung pada panjang gelombang  $\lambda$  berkas sinar-X dan jarak  $d$  antar bidang.