

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Titania

Titania (TiO_2) atau titanium dioksida merupakan salah satu material oksida yang terdiri dari atom titanium (Ti^{4+}) dan oksigen (O^{2-}) yang terikat dengan ikatan ionik. Ikatan tersebut terjadi akibat logam titanium yang teroksidasi dengan udara. Dalam pemanfaatannya, titania juga digunakan untuk memproduksi berbagai larutan sintesis seperti, TiCl_3 , TiCl_4 , dan larutan logam alkoksida seperti titanium butoksida (TBOT). Titania dapat terbentuk dari larutan TiCl_3 melalui metode *sol-gel*. Dengan mudah dia mengalami proses rekasi hidrolisis untuk membentuk *sol* sebagai berikut.

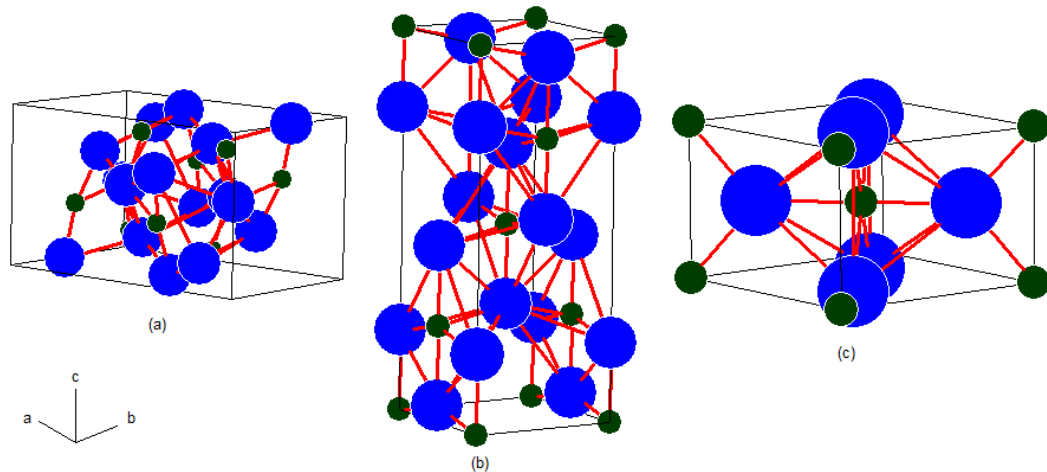


Dengan melihat hasil reaksi tersebut (titania *sol*), asam klorida 3HCl (aq) merupakan larutan yang mudah hilang ketika dipanaskan dan larutan Ti(OH)_3 (aq) (koloid) akan bereaksi menjadi endapan titania (TiO_2) yang berwarna putih dengan cara sebagai berikut.



Keuntungan dari hasil reaksi persamaan (2) adalah Ti(OH)_3 (aq) akan langsung membentuk endapan titania dengan bantuan oksigen yang sangat mudah tersedia di alam.

Setelah terbentuk titania dari persamaan (2), perlu diketahui jenis kristalnya. Jenis-jenis kristalnya tak lain adalah, rutil, anatase, dan brokit yang dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Model untuk (a) brokit adalah Meagher dan Lager (1979), (b) anatase adalah Howard, *et al* (1992), dan (c) rutil adalah Swope, *et al* (1995). Dengan ion Ti^{4+} ditunjukkan pada bulatan kecil berwarna hijau dan ion O^{2-} pada bulatan besar berwarna biru. Pemodelan kristal menggunakan *software Powder Cell for Windows* (PCW) versi 2.3.

Dari Gambar 2.1, terdapat tiga model jenis kristal titania dengan masing-masing informasinya dapat dijelaskan sebagai berikut:

a. Fasa brokit

Fasa brokit mulai terjadi pada temperatur 200°C dan menjadi stabil pada temperatur 400°C dengan densitas sebesar $4,133\text{g/cm}^3$, tetapi fasa ini tidak terbentuk sama sekali pada selang temperatur 600°C sampai 800°C (Bakardjieva, *et al*, 2006). Pada saat kristalnya stabil, brokit memiliki 4 molekul titania dengan memiliki 4 ion positif titanium dan 2 ion negatif oksigen yang tergambarkan dalam struktur kristal ortorombik (*space group* 61) pada Gambar 2.1.a (Meagher dan Lager, 1979).

b. Fasa anatase

Fasa anatase dapat terbentuk pada temperatur 500°C dengan densitas sebesar 3,9 g/cm³. Namun, pada selang temperatur 550°C sampai 1000°C, perlahan-lahan, fasa anatase berubah menjadi fasa rutil. Fasa ini memiliki 5 molekul titania dengan 4 ion positif titanium dan 2 ion negatif oksigen yang tergambar dalam struktur kristal tetragonal (*space group* 141) pada Gambar 2.1.b (Howard, *et al*, 1992).

c. Fasa rutil

Fasa rutil memiliki kesetabilan struktur pada temperatur 750 °C dan 800 °C dengan densitas sebesar 4,25 g/cm³. Fasa ini memiliki 1 atom titanium yang dikelilingi enam atom oksigen yang tergambar pada Gambar 2.1.c dalam struktur kristal tetragonal yang bernomor *space group* 136 (Swope, *et al*, 1995). Dengan melihat sedikitnya titania yang terkandung dalam kristalnya, rutil pada umumnya cenderung kurang aktif dalam bahan semikonduktor.

B. Silika Sekam Padi

Penggunaan silika pada industri pada zaman ini semakin meningkat terutama dalam penggunaannya sebagai bahan adsorben dalam semen, membran hibrid, sebagai gelas, keramik, bahan katalis, dan zat aditif yang digunakan dalam pembuatan material komposit. Penggunaannya dapat divariasikan dalam ukuran butiran yang berskala mikrometer atau nanometer. Secara umum, silika dapat didapatkan melalui bahan organik maupun anorganik. Untuk bahan inorganik atau sintesis, silika dapat diperoleh dari silika *fumed*, TEOS, dan TMOS (Charatterjee dan Naskar, 2004) yang akan dihasilkan melalui reaksi hidrolisis atau alkohollisis.

Untuk bahan organik, silika dapat diperoleh dari sekam padi dengan komposisi kimia silika sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Komposisi kimia sekam padi (% berat) pada keadaan kering.

No	Unsur	Berat(%)
1	Karbon	41,440
2	Hidrogen	4,940
3	Oksigen	37,320
4	Silikon	14,660
5	Nitrogen	0,570
6	Sulfur	0,300
7	Fosfor	0,070
8	Natrium	0,040
9	Potasium	0,590
10	Kalsium	0,060
11	Besi	0,006
12	Magnesium	0,003

Dari Tabel 2.1, kelihatan bahwa unsur utama pembentukan silika adalah unsur silikon dan oksigen. Selain itu, sekam padi memiliki polimer-polimer alam yang terbentuk melalui rantai karbon dan hidrogen seperti senyawa-senyawa *crude protein*, *crude fat*, *crude fiber*, pentosan, selulosa, dan lignin. Dengan diketahui komposisi sekam padi, maka silika dapat diperoleh dari sekam padi melalui metode *sol-gel*. Dengan metode *sol-gel*, sekam padi diekstraksi dalam bentuk *sol* dengan cara metode alkalis (Karo-Karo dan Sembiring, 2007; Daifullah, *et al*, 2003). Pada saat pembuatan silika *sol* dari sekam padi, sekam padi diberi katalis basa dan dipanaskan pada 100°C. Hal ini bertujuan untuk mendegradasi polimer alam seperti pentosan, selulosa, dan lignin. Setelah mendapatkan silika *sol* dalam keadaan basa, *sol* tersebut perlu dipadatkan dengan cara *gelasi* yang diberi larutan asam secara perlahan-lahan hingga pH mendekati 7. *Gel* yang diperoleh siap dikeringkan dengan titik didih air agar menghilangkan sebagian unsur-unsur yang

tidak diperlukan seperti kadar air, karbon, hidrogen, dan lainnya sehingga diperoleh *gel* kering yang berupa silika akibat adanya ikatan ion antara silikon dan oksigen. Silika tersebut bersifat amorf dan bertahan hingga temperatur di bawah 800°C (Karo-karo dan Sembiring, 2007; Della, *et al*, 2002). Dengan keadaan amorf ini, silika sangat baik digunakan sebagai bahan komposit karena mempunyai stabilitas yang rendah. Akibatnya, silika amorf mudah bereaksi dengan pereaksi lain (Kalapathy, *et al*, 2000). Kemampuan ini akan menurun dengan seiring naiknya temperatur di atas 800°C dengan membentuk fasa kristal sebagai berikut:

a. Fasa kuarsa

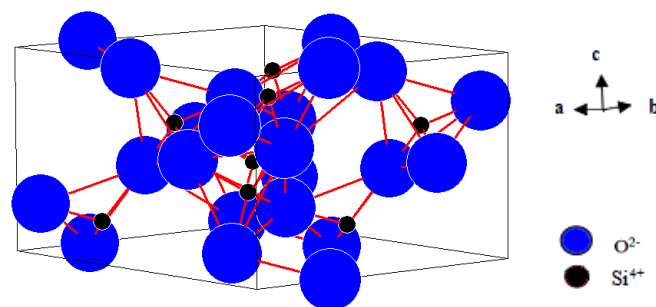
Fasa kuarsa terbagi menjadi dua bentuk akibat peningkatan suhu, yakni fasa α dan fasa β . Fasa α yang merupakan awal terbentuk kristal silika pada temperatur 500°C dengan ditunjukkan atom silikon hanya mengikat dua atom oksigen dalam sistem rombohedral yang memiliki *space group* 152 dan enam molekul silika (Arnold, 1962) dan kuarsa β terjadi pada temperatur 867°C.

b. Fasa tridimit

Fasa tridimit terbagi menjadi dua bentuk akibat peningkatan suhu, yakni fasa α dan fasa β . Fasa tridimit α mulai aktif ketika memiliki empat molekul silika dengan atom silikanya dikelilingi oleh dua atom oksigen dalam sistem ortorombik dengan *space group* 20 (Gambar 2.2), tetapi fasa ini belum stabil sebab masih terdapat empat molekul silika dengan atom silikonnya dikelilingi oleh tiga atom oksigen (Boisen, *et al*, 1994) dan akan menjadi stabil (fasa tridimit β) apabila berada pada temperatur 1470°C.

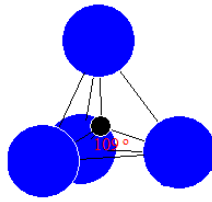
c. Fasa kristobalit

Fasa kristobalit terbagi menjadi dua bentuk akibat peningkatan suhu, yakni fasa α dan fasa β . Fasa kristobalit α terjadi pada temperatur 1730°C dengan memiliki satu molekul silika dengan atom silikon dikelilingi oleh empat atom oksigen dalam sistem tetragonal dengan *space group* 92 (Downs dan Palmer, 1994). Ketika di atas temperatur 1730°C (kristobalit β), silika telah mencapai titik leburnya yang mana silika dapat berubah menjadi cairan.



Gambar 2.2. Model untuk kristal SiO_2 (tridimit α) adalah Boisen, *et al* (1994) dengan atom Si (bulatan hitam) dikelilingi oleh 4 atom oksigen (bulatan biru) dengan sudut 109° . Pemodelan kristal menggunakan *software Powder Cell for Windows (PCW)* versi 2.3.

Pada Gambar 2.2, terdapat silika yang terbentuk melalui ikatan kovalen dengan empat atom oksigen (warna biru bulatan besar) yang terikat pada posisi sudut tetrahedral atom silikon (warna hitam bulatan kecil) dalam struktur intan (tetragonal) seperti pada Gambar 2.3. Diketahui bahwa besar sudut tetrahedral silikon sebesar 109° (Canham dan Overton, 2002) dengan jarak antar atom *Si-O* sebesar $1,6 \text{ \AA}$. Sudut tersebut dapat dicari melalui aturan *pythagoras* dan dimensi tiga.



Gambar 2.3. Silika yang dikelilingi empat atom oksigen dengan sudut tetrahedral sebesar 109° .

Sudut tetrahedral silikon sebesar 109° dapat ditunjukkan dari sistem kristal yang ada pada Gambar 2.3 dengan posisi silikon berada pada $\frac{1}{4}$ pada setiap sel satuan yakni sebesar a sehingga tinggi atom silikon terhadap segitiga sama kaki yang dibentuknya adalah $\frac{1}{4} a$ dan kedua sisi miringnya masing-masing sebesar $\frac{1}{4} a\sqrt{2}$ terhadap panjang diagonal sel satuan. Dengan diketahui tinggi atom silikon dan kedua sisi miring tersebut, maka besar sudut tersebut dapat diketahui dengan cara sebagai berikut.

$$\theta = 180^\circ - \left(2 \times \left(\arctan \frac{\frac{1}{4} a}{\frac{1}{4} a\sqrt{2}} \right) \right) \quad (3)$$

Dengan menghitung persamaan (3), maka sudut O-Si-O atau θ sebesar 109° .

C. Nanokomposit Titania-Silika dengan Metode *Sol-Gel*

Proses *sol-gel* adalah proses suspensi koloid dari bahan anorganik yang termasuk dalam logam alkosida ke bentuk padatan seperti keramik dan gelas. Proses ini dapat membentuk suatu nanopartikel/nanokomposit karena dipengaruhi oleh gerak Brown. Gerak Brown dapat terjadi pada pembentukan *gel* (suspensi koloid) dan pembentukan *sol* akibat perubahan viskositas yang semakin besar dari interaksi antar media cairan. Hal tersebut dapat terjadi karena bentuk partikel dan jarak

partikel dalam suspensi koloid dan *sol* hampir mendekati partikel gas. Pendekatan jari-jari partikel (r) tersebut, dirumuskan oleh Einstein, (1905).

$$r = \frac{R \times T \times t}{n \times A \times 3\pi \times \eta \times x^2} \quad (4)$$

Dengan r adalah jari-jari partikel (m), R adalah konstanta gas yang bernilai 8,314J/mol K, t adalah waktu pergerakan partikel (s), A merupakan bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul), T adalah suhu (K), η adalah viskositas (Pa.s), dan x adalah pergeseran partikel (m), serta n adalah mol.

Persamaan (4) dapat ditelusuri melalui fungsi energi Helmholtz (F) dengan entropi (S) sebagai berikut.

$$F = U - TS \quad (5)$$

$$S = \frac{U}{T} + k \ln(B) \quad (6)$$

Dengan mensubstitusi persamaan (6) ke dalam persamaan (5) dan $k = nR/N$ (diketahui N adalah jumlah partikel) dengan keadaan satu mol, maka fungsi energi tersebut menjadi persamaan (7).

$$F = -\frac{RT}{N} \ln(B) \quad (7)$$

Diketahui bahwa, B merupakan fungsi partisi yang menyatakan penjumlahan eksponen energi per RT (J). Melalui pengertian ini, B dapat dinyatakan dalam persamaan (8).

$$B = \sum \exp\left(-\frac{E_i}{kT}\right) \quad (8)$$

Dengan

$$E_i = \left(\frac{h^2}{2mV^{2/3}}\right) nx^2 + ny^2 + nz^2 \quad (9)$$

Jadi penjumlahan dalam persamaan (8) dilakukan terhadap tiga variabel nx , ny , nz , masing-masing dari $-\infty$ sampai ∞ . Penjumlahan ini diperlukan sedikit sub simbol qx , qy , dan qz yang digunakan untuk menggantikan $(h^2/2mV^{2/3})^{1/2}.nx$, $(h^2/2mV^{2/3})^{1/2}.ny$, dan $(h^2/2mV^{2/3})^{1/2}.nz$. Dengan menggantikan itu semua, maka penjumlahan persamaan (8) dapat diganti dalam bentuk integral pada persamaan (10) dengan A sebesar $(2mV^{2/3}/h^2)^{3/2}$.

$$B = A \int_{-\infty}^{\infty} dqx \int_{-\infty}^{\infty} dqy \int_{-\infty}^{\infty} dqz \exp\left(-\frac{qx^2 + qy^2 + qz^2}{kT}\right) \quad (10)$$

Sekarang tinggal mengintegrasikan persamaan (10) dengan teknik pengintegralan yang menghasilkan $(\pi/a)^{1/2}$ ($a = 1/kT$) karena variabel qx^n , qy^n , dan qz^n memiliki n sebesar nol (Edwin, dkk, 1996), sehingga fungsi B menjadi persamaan (11).

$$B = \left(\frac{V^{2/3} 2\pi mkT}{h^2}\right)^{3/2} \quad (11)$$

Diketahui bahwa V merupakan volume ruang gerak partikel koloid yang tersuspensi dalam cairan. Dengan melihat kenyataan ini, ternyata setiap partikel dapat memungkinkan untuk menempati ruang-ruang tertentu sehingga persamaan (11) dapat ditulis dengan $B = JV^n$ dengan $J = (2\pi m.kT/h^2)^{3/2}$. Untuk langkah selanjutnya adalah mensubstitusikan hasil tersebut (B) ke dalam persamaan (7). Jadi hasil substitusinya dapat ditampilkan pada persamaan (12).

$$F = -\frac{RT}{N}(\ln J + n \ln V) \quad (12)$$

Sekarang persamaan (5) perlu dikaitkan dengan hukum termodinamika agar mendapatkan turunan F terhadap volume dengan temperatur tetap sebesar $-P$. Dengan cara yang sama, persamaan (12) diturunkan terhadap volume dengan temperatur yang tetap sehingga hasilnya disamakan dengan $-P$ agar mendapatkan tekanan osmosis yang dapat dilihat pada persamaan (13).

$$P = \frac{RTn}{VN} \quad (13)$$

Untuk mempertimbangkan keadaan partikel-partikel yang tersuspensi dalam suatu cairan dalam keadaan equilibrium, maka keadaan tersebut akan mempermudah untuk menghitung berapa besar pergeseran partikel dengan tekanan osmosis yang membawa gaya Stokes menuju ke segala arah x yang saling tegak lurus. Dengan demikian, Fungsi Helmholtz akan menjadi persamaan (14).

$$\delta F = \delta U - T \delta S = 0 \quad (14)$$

Energi dalam U mempunyai mol partikel per volume dengan gaya Stokes Kv ($K = 6\pi\eta r$), sehingga energi dalam δU dan entropi δS dapat dicari dengan persamaan (15) dan (16).

$$\delta U = -Kv \int_0^l \delta x dx \quad (15)$$

$$\delta S = -\left(\frac{R}{N}\right) \int_0^l \frac{\partial(n/V) \delta x dx}{dx} \quad (16)$$

Dengan mengintegalkan persamaan (15) dan (16), maka persamaan (14) menjadi persamaan (17) yang mana terdapat suatu difusi dari perumusan Fick.

$$\frac{Kv}{K} - D \frac{\partial v}{\partial x} = 0 \quad (17)$$

Pada persamaan (17) ini, difusi dapat dihitung berapa nilainya, apabila $Kv = (RT/N)(\partial v / dx)$ (keadaan equilibrium). Dengan demikian, persamaan (17) dapat menjadi persamaan (18).

$$D = \frac{RT}{N6\pi\eta r} \quad (18)$$

Persamaan (18) masih belum dapat menentukan difusi sebab jari-jari partikel belum dapat diketahui. Untuk menghitung jari-jari partikel dan difusi, penurunan perumusannya dapat dicari dengan persamaan (19) dengan solusi untuk f pada persamaan (20) yang mana itu semua didapat dari bentuk deret integral karena interval waktu dan pergeseran partikel sangat amat kecil.

$$\frac{\partial f}{\partial t} = D \frac{\partial^2 f}{\partial x^2} \quad (19)$$

$$f(x, t) = n \frac{\exp\left(-\frac{x^2}{4Dt}\right)}{\sqrt{4\pi Dt}} \quad (20)$$

Dengan menurunkan persamaan (19) terhadap waktu dan jarak, maka pergeseran partikel dapat ditentukan sebagai berikut.

$$\frac{\partial f}{\partial t} = n \frac{\exp\left(-\frac{x^2}{4Dt}\right) \left(-t^{-1/2} \frac{x^2}{4Dt^2} + \frac{1}{2} t^{-3/2}\right)}{\sqrt{4\pi D}} \quad (21)$$

$$D \frac{\partial^2 f}{\partial x^2} = n \frac{\exp\left(-\frac{x^2}{4Dt}\right) \left(\frac{x^2}{4Dt^2} - \frac{1}{2} t^{-1}\right)}{\sqrt{4\pi Dt}} \quad (22)$$

Persamaan (18), (21), dan (22) dapat disubstitusikan ke dalam persamaan (19) dan hasilnya dapat dilihat pada persamaan (23) yang dikenal sebagai pergeseran partikel.

$$x = \sqrt{\frac{RTt}{N3\pi\eta r}} \quad (23)$$

Dengan kata lain, pada persamaan (23) dan (4), jari-jari partikel belum dapat ditentukan, karena pergeseran partikel x sendiri belum diketahui harganya, oleh karena itu, untuk memperolehnya bisa dilakukan dengan cara membiarkan partikel-partikel tersebut berada pada keadaan *gerak melingkar beraturan* (keadaan teraduk oleh *magnetic stirrer*) dengan gaya Stokes berlaku sebagai gaya sentrifugal. Dengan demikian diameter partikel dapat ditentukan sebagai berikut.

$$\sum F = ma_s \quad (24)$$

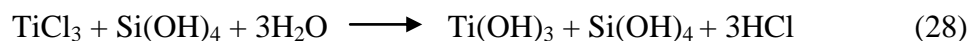
$$Kv = m \frac{v^2}{r_s} \quad (25)$$

$$x = \frac{Kt}{m_r n} r_s \quad (26)$$

Persamaan (23) dan (26) disamakan karena berguna untuk mendapatkan jari-jari partikel r yang terlihat pada persamaan (26).

$$r = \frac{1}{\pi\eta} \sqrt{\frac{m_r^2 nRT}{108Atr_s^2}} \quad (27)$$

Dengan melihat persamaan (27), jari-jari partikel (r) dapat ditentukan secara eksperimen apabila memiliki temperatur kamar, mol (n) yang sangat kecil, viskositas (η) yang besar, waktu *stirrer* (t) yang lama dan jari-jari wadah yang panjang (r_s). Diketahui juga bahwa, perubahan variabel-variabel tersebut dapat dicari nilainya di dalam eksperimen, misalnya pada pembuatan nanokomposit titania-silika dengan perbandingan mol dari bahan $TiCl_3$, $Si(OH)_4$, dan H_2O yang diketahui sebesar 0,1:0,1:0,3 yang dapat dicari melalui reaksi hidrolisis sebagai berikut.



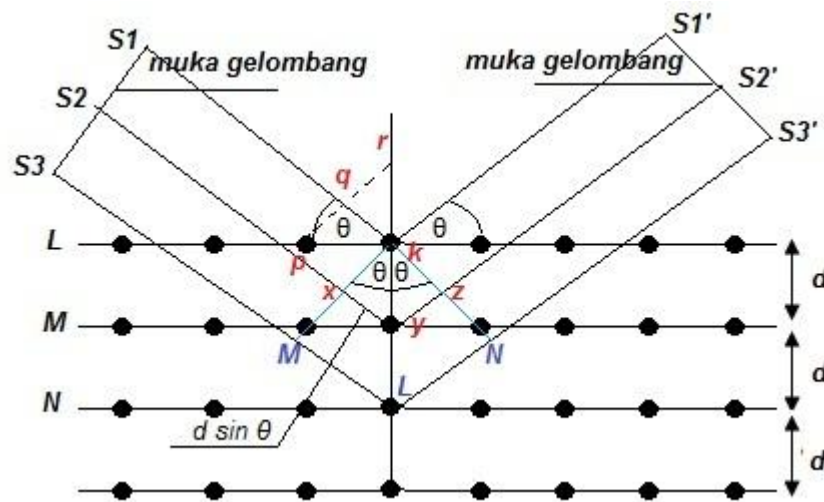
Nanokompisit titania-silika dapat terjadi apabila persamaan (28) yang disebelah kiri memiliki kriteria variabel-variabel yang telah dijelaskan pada paragraph sebelumnya. Dengan keadaan nanokomposit, titania akan cenderung lebih aktif sebagai fotokatalis sebab luas permukaannya dipecah menjadi lebih kecil sehingga fungsi kerja fotokatalis menjadi lebih banyak dan hal yang sama terjadi pada silika yang cenderung lebih aktif sebagai adsorben (Balachandaran, *et al*, 2010; Cassaignon, *et al*, 2007; Zulfikar, 2006).

D. Difraksi Sinar-X

Prinsip terjadinya difraksi sinar-X sangat berbeda dengan difraksi yang dikenal pada umumnya (difraksi cahaya). Perbedaan tersebut dapat dilihat pada teori dan kegunaannya. Pada teori dan kegunaannya, difraksi sinar-X menggunakan foton dengan rentang panjang gelombang (λ) kurang dari 0,5-2,5 Å dan digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal logam, keramik, polimer dan komposit sedangkan difraksi cahaya menggunakan cahaya tampak (monokromatik dan polikromatik) dengan kegunaannya sebagai bidang keoptikan. Sebelumnya, difraksi sinar-X telah dihipotesiskan oleh Von Loe bahwa, kristal tersusun atas atom-atom dalam ruang teratur sehingga kristal dapat berperan sebagai pusat-pusat penghamburan sinar-X. Kristal-kristal yang tersusun tersebut diketahui memiliki celah yang sebanding dengan panjang gelombang sinar-X sehingga dapat menimbulkan difraksi. Inilah yang disebut dengan syarat difraksi.

Pada umumnya, material disorot dengan sinar-X dengan sudut tertentu dan sinar-X tersebut masing-masing sebagian akan terdifraksi dan tereliminasi karena

fasanya berbeda. Material itu juga harus memiliki keseragaman butiran-butirannya agar hamburan-hamburan sinar-X tersebut menjadi terharapkan dan mengalami penguatan setelah terdifraksi. Gambar 2.4 menjelaskan hamburan-hamburan sinar-X yang terdifraksi pada atom-atom suatu material yang padat.



Gambar 2.4. Skema difraksi sinar-X oleh atom-atom kristal.

Dari Gambar 2.4 dapat dilihat bahwa, lapisan L, sinar-X (S1) datang menumbuk titik k (warna merah) pada lapisan pertama L dan terpantul (S1') dengan tidak memiliki beda lapisan (d) (keadaan yang saling menguat) sebab fasa gelombang pr (warna merah) sama dengan fasa gelombang qk (warna merah). Untuk membuktikan keadaan tersebut dapat ditunjukkan sebagai berikut.

$$\cos \theta = \frac{qk}{pk} = \frac{pr}{pk} \quad (29)$$

Dengan demikian, $qk = pk \cos \theta$ dan $pr = pk \cos \theta$, sehingga beda lintasannya menghasilkan nol. Pada lapisan kedua (M), sinar-X (S2) yang kedua datang menembus lapisan L dan menumbuk titik y (warna merah) yang terletak di tengah-tengah garis normal sehingga terpantulkan dan membentuk lintasan segitiga xky (warna merah) dan segitiga zky (warna merah) yang mempunyai sudut

yang sama. Dengan mengetahui bahwa sudut mereka sama dan memiliki beda lapisan (d), maka panjang gelombang (λ) yang melintasi xy dan yz adalah $2 d \sin \theta$. Pada lapisan ketiga (N), peristiwanya sama saja seperti pada lapisan kedua tetapi yang berbeda adalah posisinya, yaitu sinar-X (S_5) menumbuk titik L (warna biru) dan memantulkan (S_5') serta membentuk lintasan segitiga MkL (warna biru dan merah untuk k) dan segitiga NkL (warna biru dan merah untuk k) dengan memiliki beda lapisan ($2d$). Dengan cara yang sama, panjang gelombang yang melintasi ML dan LN adalah $4 d \sin \theta$. Dengan demikian seterusnya pada lapisan-lapisan yang berikutnya sehingga didapatkan persamaan (30) yang dikenal sebagai hukum Bragg.

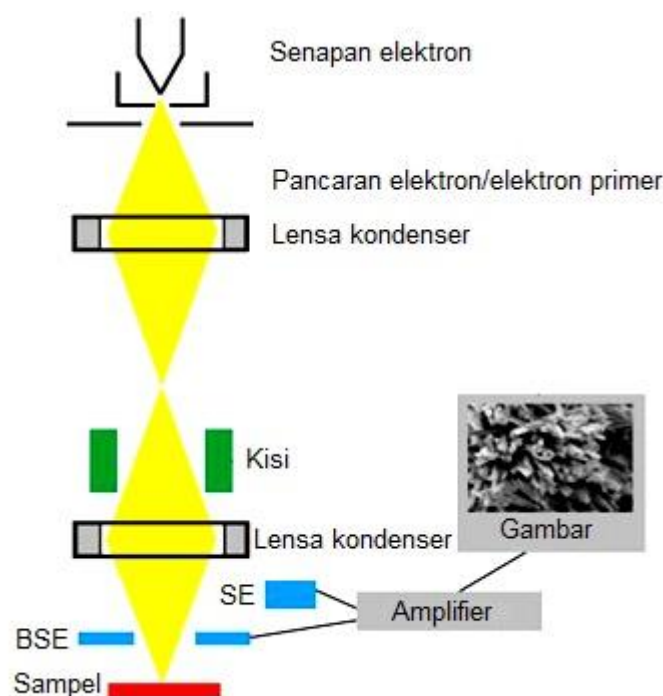
$$\lambda = 2 d \sin \theta \quad (30)$$

Dengan, λ = panjang gelombang sinar-X ($\text{nm}/\text{\AA}$), d adalah jarak antara bidang, dan θ adalah sudut difraksi (Connolly, 2007). Dari persamaan (30) diperoleh bahwa bila λ diketahui maka sudut difraksi bahan dapat ditentukan dan sebaliknya bila sudut difraksi diketahui, maka panjang gelombang sinar-X yang digunakan dapat dicari.

E. Scanning Electron Microscopy

Scanning electron microscopy (SEM) adalah suatu jenis mikroskop elektron yang dapat menggambarkan permukaan sampel dengan ukuran pori-pori mikrometer sampai nanometer. Mikroskop ini bekerja dengan mengandalkan tembakan elektron yang dihasilkan dari senapan elektron dan diberi tegangan katoda di atas 25 kV dengan kuat arus sekitar 50-500 μA . Selanjutnya elektron primer

difokuskan hingga berinteraksi dengan atom pada sampel/bahan seperti pada Gambar 2.5.

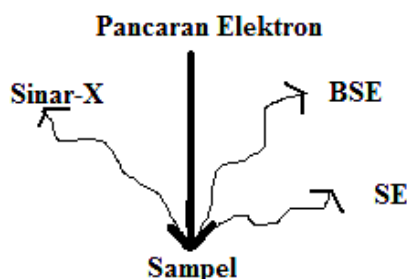


Gambar 2.5. Skema kerja alat *scanning electron microscopy* (SEM) (Reed, 1993).

Pada Gambar 2.5 terlihat bahwa elektron yang keluar dari senapan elektron/elektron primer dengan energi yang sangat besar secara langsung tepat menumbuk atom sampel yang telah ditargetkan akibat pengaruh lensa kondenser dan kisi. Pada saat terjadinya interaksi antara elektron primer dan elektron terluar dari sampel, misalnya kulit K, pada saat itu juga terjadi sebuah hamburan elektron yang mengakibatkan elektron di kulit K terpental (tereksitasi) keluar karena energinya lebih kecil daripada energi elektron primer. Dengan kenyataan ini, elektron primer dapat memberikan sisa energinya pada elektron-elektron yang ada di kulit L, M, N dan seterusnya dengan cara menjatuhkan dirinya hingga menuju kulit yang terdekat dengan inti akibat gaya inti. Untuk elektron-elektron yang berada pada kulit-kulit di atasnya akan kelebihan energi sehingga secara

beraturan, elektron-elektron tersebut masing-masing akan naik menuju ke kulit terluar (gaya Coulomb lebih besar dari sebelumnya). Pada saat elektron kelebihan energi dan pindah ke kulit atasnya itulah akan timbul sinar-X. Dengan melihat kejadian-kejadian tersebut, mikroskop elektron menggunakan panjang gelombang sinar-X yang keluar dari sampel. Sinar-X yang keluar dari sampel tersebut akan diubah ke dalam sinyal pulsa oleh *photomultiplier* selanjutnya pulsa tersebut diubah menjadi bilangan digital melalui *Analog to Digital Converter* (ADC) agar dapat dibaca oleh komputer yang telah terinstalasi dengan *Multi Channel Analyser* (MCA). Informasi dari konverter sinar-X tersebut memberikan hasil spektrum tinggi pulsa (energi) terhadap waktu. Hasil inilah yang akan disebut dengan *Energy Dispersive Spectrometry* (EDS). EDS ini dapat memberikan informasi mengenai keberadaan unsur-unsur dalam sampel dengan cara melihat tingkat energi dari K_{α} yang tertera dalam intensitas. Intensitas-intensitas dalam bentuk energi (keV) akan dicocokkan dengan data energi standar (Sharma, *et al*, 1999).

Mengenai elektron sampel yang terpental dapat memiliki dua sebutan akibat energinya yang terdeteksi pada posisi tertentu oleh detektor-detektor yang didekatnya. Dua sebutan itu dapat ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Sinyal hasil interaksi berkas elektron dengan sampel (Reed, 1993).

Data atau tampilan gambar dari topologi permukaan atau lapisan yang tebalnya sekitar 20 μm yang berupa tonjolan dapat diperoleh dari penangkapan energi elektron (hamburan inelastis) yang keluar dari kulit atom yang teluar dengan *secondary electron detector* (SE). Kemudian diolah dalam bentuk tegangan-tegangan menjadi digital dan ditampilkan pada layar CRT (TV). Hal yang berbeda pada detektor elektron terhambur balik (BE) yang mana akan menghasilkan suatu gambar berupa komposisi (gambar yang termaksimumkan) akibat penangkapan energi elektron yang keluar dari kulit atom yang terluar (hamburan elastis) (Smith, 1990).

F. Pengukuran Resistivitas Sampel

Resistivitas merupakan suatu nilai tahanan jenis yang ada pada suatu material. Untuk mengetahui nilai suatu resistivitas material dapat dilakukan dari hubungan antara hukum Ohm dan medan listrik. Dari hubungan ini kelak disebut **pengukuran resistivitas sampel (ρ)**. Pada umumnya, pengukuran ini bergantung pada kondisi dimensi ruang dari sampel. Dimensi ruang sampel yang paling sederhana terdapat pada kawat yang dapat mudah diukur resistivitasnya dengan persamaan (31) (Soedoyo, 2004).

$$\rho = \frac{RA}{l} \quad (31)$$

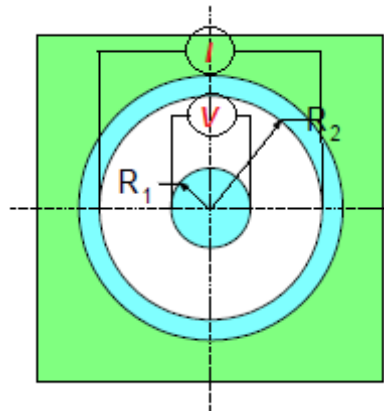
Dengan ρ adalah tahanan jenis (resistivitas) yang bersatuan $\Omega \text{ m}$, R adalah tahanan yang bersatuan Ω , A dan l adalah luasan (m^2) dan panjang kawat (m). Pengukuran ini sangat cocok dengan bahan kawat dan tidak untuk semua material lainnya. Untuk mengukur resistivitas suatu pelet yang bergeometri silinder tegak, pengukurannya dapat dilakukan melalui pendekatan analisis sebagai berikut.

Diketahui bahwa, hukum Ohm yang menjelaskan mengenai hubungan antara rapat arus (J) dan medan listrik (E), itu dapat digunakan untuk menurunkan perumusan suatu resistivitas pelet. Melalui persamaan (32), x merupakan suatu geometri keliling lingkaran dan J adalah banyaknya arus listrik yang melalui suatu geometri itu, sehingga E bisa didapatkan dengan melihat persamaan (33).

$$J = \frac{I}{x} \quad (32)$$

$$E = \frac{\rho I}{2\pi r} \quad (33)$$

Dengan melihat persamaan (33) ini, medan listrik telah berada di sekitar keliling lingkaran apabila diberi arus listrik. Melalui arus listrik inilah akan hadir beda potensial (V) yang dapat diukur di sekitar keliling lingkaran dengan jari-jarinya (R_1 dan R_2) berada di dalam lingkaran besar seperti Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Skema pengukuran resistivitas pelet (Maryniak, *et al*, 2003).

Pada Gambar 2.7 beda potensial (V) yang diukur pada jari-jari R_1 dapat ditentukan sebagai berikut.

$$\begin{aligned} V &= \int_{R_2}^{R_1} E dr \\ &= \int_{R_2}^{R_1} \frac{\rho I}{2\pi r} dr \end{aligned} \quad (34)$$

$$= \frac{\rho I}{2\pi} \ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right) \quad (35)$$

Dengan mensubstitusikan hukum Ohm, maka persamaan (35) menjadi persamaan (36) yang dikenal sebagai persamaan yang berguna untuk mengukur resistivitas pelet dengan k adalah koefisien geometri sebesar $2\pi/(\ln(R_2/R_1))$.

$$\rho = V \frac{2\pi}{I \ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right)} \quad (36)$$