

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Silika

1. Pemanfaatan Silika

SiO_2 (silika) material yang berdaya guna tinggi, aplikasinya sangat luas baik dalam kegiatan industri maupun kehidupan sehari-hari. Salah satunya sebagai silika gel yaitu untuk mengurangi kelembaban udara. Silika biasanya dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung aplikasi yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, pasta gigi, dan lain-lain. Untuk proses penghalusan atau memperkecil ukuran dari pasir silika umumnya digunakan metode *milling* dan *ball mill* untuk menghancurkan ukuran pasir silika yang besar-besar menjadi ukuran yang lebih halus (Im, 2011).

Silika juga sering digunakan sebagai adsorben (Amrulloh, 2014), media filter, dan komponen katalisator. Silika merupakan bahan baku utama pada *glass industry*, keramik, untuk produksi larutan silikat, silikon dan *alloy* (Agung, 2013). Pada dunia industri penggunaan silika gel sudah sangat luas, silika gel merupakan produk yang aman digunakan untuk menjaga kelembaban makanan, obat-obatan, bahan sensitif, elektronik dan film sekalipun. Produk anti lembab ini menyerap lembab tanpa

merubah kondisi zatnya. Dewasa ini salah satu material yang banyak diminati adalah komposit berbasis silika seperti komposit MgO-SiO₂ (Damiyanti,2012). Selain itu silika juga banyak digunakan sebagai penyangga katalis heterogen untuk berbagai reaksi katalitik seperti sintesis biodiesel (Sharma, 2007; Helwani, 2009).

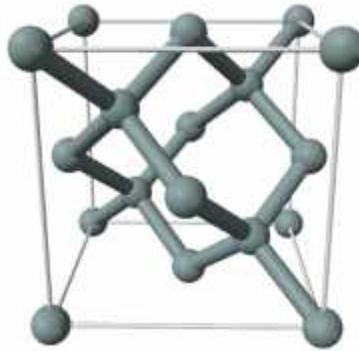
2. Sumber Silika

Silika merupakan material yang tersedia di alam dan secara kuantitatif memiliki jumlah yang melimpah. Silika berada didalam tanah berbentuk silika larut air (H₄SiO₄). Silika atau silikon dioksida (SiO₂) adalah senyawa yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen. Karena oksigen adalah unsur yang paling melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua terbanyak, maka bentuk silika merupakan bentuk yang sangat umum ditemukan di alam. Silika biasanya diperoleh melalui proses penambangan yang dimulai dari menambang pasir kuarsa sebagai bahan baku. Pasir kuarsa tersebut kemudian dipisahkan dan dilakukan proses untuk membuang pengotor, pasir inilah yang kemudian dikenal dengan pasir silika.

Silika yang terdapat pada tumbuhan sebagai diatom dan pada hewan sebagai radiolarian. Silika yang terakumulasi didalam makhluk hidup, baik hewan atau tumbuhan memiliki bentuk amorf, berbeda dengan silika yang tidak berasal dari makhluk hidup seperti batuan dan debu yang memiliki struktur kristalin (Sapei, 2012). Bahan baku pembuatan silika gel adalah silika (SiO₂). Silika terdapat dalam mineral seperti kaolin, zeolit, kristobalit dan kuarsa. Kristobalit alam yang terdapat di

Sabang dilaporkan mengandung silika yang sangat tinggi hingga mencapai 85% (Rahmi,2002) serta dapat mengadsorpsi logam berat Cd^{2+} (Lubis,2009).

Kuarsa adalah mineral utama dari silika dan dapat dikatakan sebagai sumber utama silika mineral. Struktur atomik dari kuarsa adalah tetrahedron yang satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. Selain itu kaca merupakan bahan yang mengandung kadar silika cukup tinggi yaitu sebesar 72,4%, sehingga kaca dapat digunakan sebagai salah satu alternatif bahan pembuatan silika gel (Rohman, 1996).



Gambar 1. Struktur kristalin dari sebuah kristal tunggal silika (Hurlbut, 1985)

Namun penggunaan silika dari mineral alam sangat boros energi dan menimbulkan masalah lingkungan akibat eksploitasi pasir kuarsa yang terus menerus karena tidak dapat diperbaharui. Berbagai penelitian dilakukan sehingga diketahui bahwa terdapat alternatif lain untuk menggantikan silika mineral dengan silika nabati. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa sekam padi memiliki kandungan silika yang sangat tinggi. Sehingga dapat dirujuk sebagai sumber utama alternatif untuk mendapatkan silika.

B. Silika Sekam Padi

1. Pemanfaatan Silika Sekam Padi

Dewasa ini pemanfaatan silika sekam padi telah cukup banyak ditemukan. Sebagai contoh, silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik (Sitorus,2008), katalis (Hsin,2010; Pandiangan, 2013) berbagai material komposit (Suka, 2009; Handayani, 2009) zeolit (Syani,2014) serta adsorben (Goswani,2003 ; Amrulloh,2014). Goswani, et al (2003) telah melakukan modifikasi silika gel dengan amino propil trietoksi silan dan selanjutnya dimodifikasi dengan 8-hidroksiquinolin. Modifikasi silika ini bertujuan untuk menjadikannya sebagai adsorben yang selektif terutama untuk mengadsorpsi ion-ion logam di lingkungan. Fatmasari *et al.* (2012) juga memanfaatkan silika sekam padi sebagai bahan pembuatan membran silikat untuk proses desalinasi. Pemanfaatan silika yang demikian luas ini juga didukung oleh ketersediaan bahan serta kemudahan untuk memperoleh silika dari sekam padi, yakni dengan cara ekstraksi dan pengabuan.

2. Metode Pembuatan

Silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah dan biaya yang relatif murah, yakni dengan cara ekstraksi katalis atau dengan pengabuan (Singh *et al.*, 2002; Harsono, 2002). Menurut Agung (2013), berdasarkan *proximate analysis*, kandungan abu pada sekam padi sebesar 13,16% - 29,04% berat kering, sekam padi juga salah satu sumber penghasil silika terbesar setelah dilakukan pembakaran sempurna. Abu sekam padi hasil pembakaran yang terkontrol pada suhu tinggi akan menghasilkan

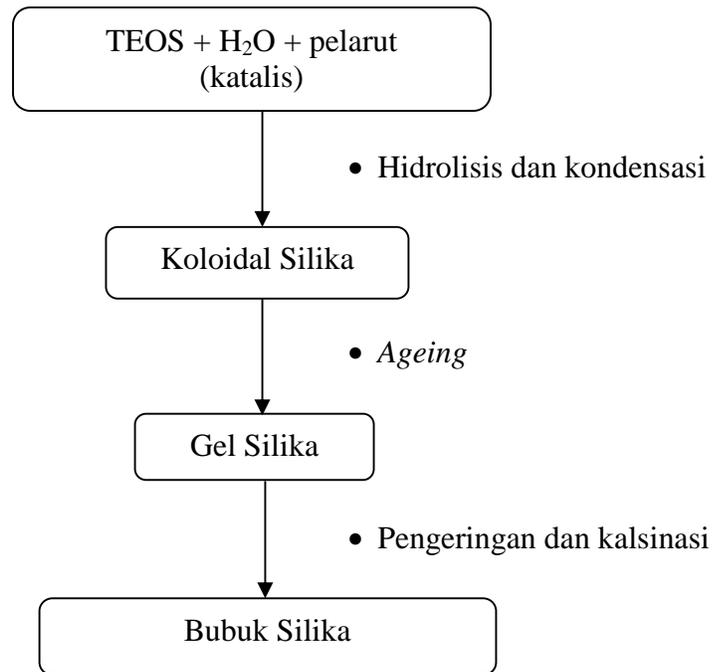
abu silika yang mengandung silika sebanyak 86% - 97% berat kering (Harsono,2002), dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia.

Penelitian tentang pembuatan silika dari sekam padi oleh Harsono (2002) menggunakan tungku sebagai media pembakaran sekam padi. Untuk mendapatkan silika yang reaktif suhu harus terkontrol. Semakin besar temperatur untuk melakukan pengarbonan sekam, maka kecenderungan karbon semakin sedikit karbon dihilangkan dengan melakukan pemanasan pada suhu tertentu selama 1 jam. Penahanan suhu ini bertujuan untuk menghasilkan silika yang optimal. Metode ekstraksi didasarkan pada kelarutan silika amorf yang besar dalam larutan alkalis seperti KOH, Na₂CO₃, NaOH, dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam, seperti asam klorida, asam sitrat, dan asam oksalat.

Salah satu metode pembuatan silika dari sekam padi adalah metode sol-gel, sol yang diperoleh merupakan hasil ekstraksi menggunakan larutan alkalis. Sol merupakan suatu sistem yang memungkinkan spesies kimia padat tersuspensi stabil dalam larutan, sedangkan gel merupakan cairan yang terjebak dalam jaringan partikel padat. Pembentukan gel terjadi ketika sol terdestabilisasi. Keadaan sol yang tidak stabil ini juga dapat membentuk endapan spesies sol sebagai partikel agregat maupun endapan sol sebagai partikel bukan agregat (Brinker,1989). Proses ini dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti konsentrasi dan tipe prekursor yang digunakan, temperatur, bentuk geometri, dan ukuran bejana serta ada atau tidaknya pengadukan.

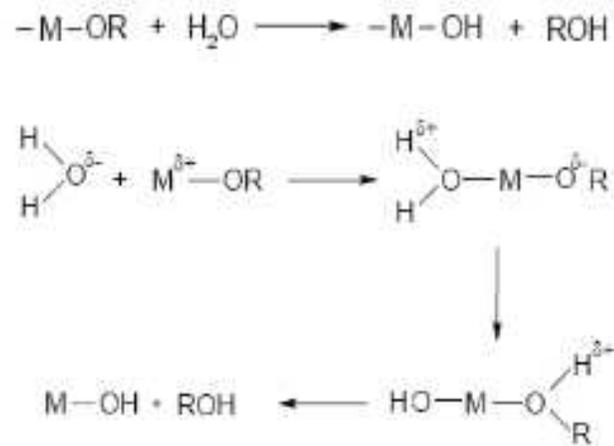
Keuntungan proses sol-gel antara lain, materi yang terbentuk memiliki homogenitas dan kemurnian tinggi, proses pembentukan struktur dapat dikontrol, kondisi sintesis

dapat bervariasi, dan juga dapat diaplikasikan untuk pembuatan katalis. Tahapan dalam metode sol-gel disajikan pada Gambar 2.



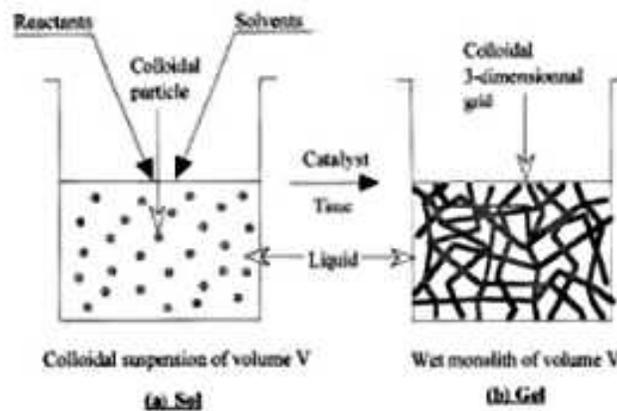
Gambar 2. Tahapan pembuatan silika dengan metode sol-gel (Rahman,2012)

Metode sol-gel meliputi dua tahap reaksi, yakni hidrolisis dan kondensasi yang berlangsung lebih dominan dari tahapan lainnya. Proses sol-gel dimulai dari melarutkan senyawa prekursor dalam pelarut organik, kemudian dihidrolisis secara perlahan. Sol yang sedang membentuk gel ini dilapiskan ke permukaan padatan sebelum terhidrolisis sempurna. Reaksi yang terjadi pada proses ini ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Reaksi yang terjadi pada prekursor di proses hidrolisis (Rahman, 2012)

Setelah pencampuran, terbentuk fasa padat (gel amorf) dan fasa larutan. Kedua fasa tersebut berada pada kesetimbangan. Gel amorf akan larut dan mengalami penataan struktur kembali untuk membentuk spesies yang merupakan bibit inti kristal dan merupakan tahap nukleasi. Bila proses sel-*ageing* ini dilakukan terlalu lama maka kemungkinan nukleat yang terbentuk akan terlarut bersama fasa cair dan akan mempengaruhi proses nukleasi.



Gambar 4. Proses perubahan dari sol ke fasa gel (Rahman,2012)

Polimerisasi sol-gel terjadi dalam tiga tahap, yakni polimerisasi monomer-monomer membentuk partikel, penumbuhan partikel, dan pengikatan partikel membentuk rantai, jaringan yang terbentuk diperpanjang dalam medium cairan, mengental menjadi suatu gel. Adapun reaksi yang terjadi pada proses kondensasi pada metode sol-gel adalah:



Menurut Mittal (1997) reaksi yang terjadi antara SiO_2 yang terkandung dalam abu sekam padi dengan larutan alkali KOH, adalah sebagai berikut:



Kemudian, dalam larutan tersebut ditambahkan asam, larutan HCl yang digunakan untuk mengikat kalium sehingga dihasilkan SiO_2 , reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Selain ekstraksi menggunakan alkali, Zulhajri dkk. (2000) mengekstrak silika dari sekam padi dengan cara perendaman di dalam larutan asam klorida dengan konsentrasi 0%, 1%, 3%, 5%, 10% selama 24 jam dilanjutkan dengan pengabuan pada suhu pemanasan $900^\circ C$ selama 2 jam. Peningkatan konsentrasi asam klorida dapat meningkatkan kadar (kemurnian) silika yang terdapat pada abu sekam padi sampai 99,68% dengan konsentrasi asam klorida 10%.

3. Karakteristik Silika Sekam Padi

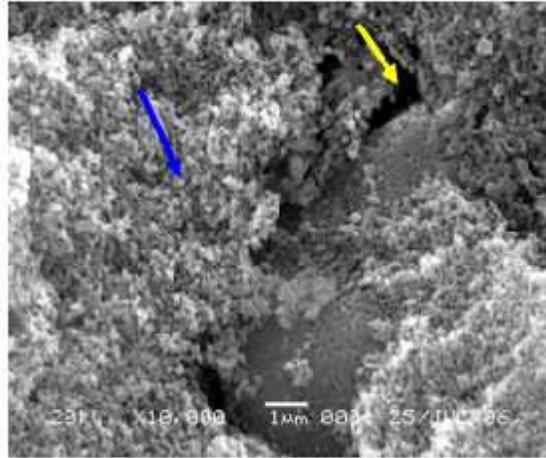
Sekam padi (*rice hulk/rice hull*) atau kulit gabah merupakan bagian terluar dari bulir padi dan memiliki kandungan silika terbanyak dibandingkan dengan hasil samping pengolahan lainnya seperti Tabel 1 yang ada dibawah.

Tabel 1. Komposisi sekam padi beserta zat organiknya *Development Technology Center – Institut Teknologi Bandung (DTC-ITB)*

Komponen	Kandungan (%)
Karbon (zat arang)	1,33
Hidrogen	1,54
Oksigen	33,64
Silika	16,98

Dengan adanya kandungan silika yang tinggi, sekam padi menjadi salah satu sumber silika nabati yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai alternatif silika mineral. Potensi ini juga terlihat pada penggunaannya yang luas dalam industri dewasa ini Suka dkk.(2009) berhasil mengkarakterisasi sekam padi di Provinsi Lampung dengan metode ekstraksi. Karakterisasi dengan FTIR, memperlihatkan munculnya puncak Si-OH, dan Si-O-Si yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan, yang mengindikasikan bahwa silika sekam padi merupakan silika reaktif. Sifat reaktif tersebut juga didukung oleh hasil karakterisasi menggunakan XRD, yang menunjukkan bahwa silika adalah amorf dengan fase kristobalit. Sedangkan Chandra dkk.(2012) mengemukakan bahwa hasil XRD yang didapat menunjukkan bahwa pengotor anorganik dalam abu sekam padi mengkatalisis terjadinya transformasi silika menjadi kristalin. Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan awal dengan asam

klorida dan asam sitrat dapat mempertahankan struktur amorf pada silika walau dibakar pada temperatur tinggi. Karakteristik struktur permukaan silika ditunjukkan oleh hasil SEM, pada Gambar 5.



Gambar 5. Morfologi Silika Sekam Padi dari Analisis SEM (Suka,2008)

Pada gambar tersebut terlihat jelas bahwa permukaan sampel tidak merata dan terdiri dari gumpalan (*cluster*), yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan. Dan pada karakterisasi EDS menunjukkan unsur-unsur yang terkandung, meliputi O,Na,Mg,Al,Si dan Ca. Hasil yang diperoleh, sekam padi yang diekstraksi memiliki kadar silika 40,8% dengan kemurnian sekitar 95,53%.

Selain itu teknologi pembuatan silika dari sekam padi mengalami perkembangan dari tahun ke tahun. Sebuah institut di India dengan nama IPSIT (*Indian Institute of Science Precipitate Silica Technology*) membuat sebuah metode dalam pengendapan silika dari abu sekam padi (Syani,2014). Penerapan metode ini menghasilkan silika dengan sifat-sifat seperti disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Karakteristik silika sekam padi yang dihasilkan dengan metode IPSIT (*Indian Institute of Science Precipitate Silica Technology*).

Sifat	Bubuk Amorf
Penampilan	Bubuk putih
Kemurnian	>98%
Luas Permukaan Area	50-300 m ² /gm
Berat Jenis Kotor	120-400 g/liter
Pengurangan Pengapian	3,0-6,0 %
pH dari 5% bubur	6,4 ± 0,5
Kehilangan Panas	4,0-7,0%

C. Asap Cair

Asap cair adalah cairan kondensat dari asap yang telah mengalami penyimpanan dan penyaringan untuk memisahkan tar dan bahan-bahan partikulat. Asap adalah suspensi partikel-partikel padat dan cair dalam medium gas (Girard,1992). Salah satu cara untuk membuat asap cair adalah dengan mengkondensasikan asap hasil pembakaran tidak sempurna dari kayu. Selama pembakaran, komponen utama kayu yang berupa selulosa, hemiselulosa, dan lignin akan mengalami pirolisis. Berikut merupakan contoh gambar asap cair.



Gambar 6. Asap cair *grade 1*, *grade 2*, dan *grade 3*

Lebih dari 400 senyawa kimia kimia dalam asap telah berhasil diidentifikasi. Komponen-komponen tersebut ditemukan dalam jumlah yang bervariasi tergantung jenis kayu, umur tanaman kayu, dan kondisi pertumbuhan kayu seperti iklim dan tanah. Komponen-komponen tersebut meliputi asam, pH dan umur simpan produk asapan, karbonil yang bereaksi dengan protein akan membentuk pewarnaan cokelat dan fenol yang merupakan pembentuk utama aroma.

Diketahui pula bahwa temperatur pembuatan asap merupakan faktor yang paling menentukan kualitas asap yang dihasilkan. Kandungan maksimum senyawa-senyawa fenol, karbonil, dan asam dicapai pada temperatur pirolisis 600°C. Tetapi produk yang diberikan asap cair yang dihasilkan pada temperatur 400°C dinilai mempunyai kualitas organoleptik yang terbaik dibandingkan dengan asap cair yang dihasilkan pada temperatur pirolisis yang lebih tinggi (Darmadji,1999).

Selama proses pirolisis akan terbentuk berbagai macam senyawa. Senyawa- senyawa yang terdapat di dalam asap dikelompokkan menjadi beberapa golongan yaitu fenol, karbonil (terutama keton dan aldehid), asam furan, alkohol dan ester, lakton, hidrokarbon poliiklis aromatis (Pranata,2008). Asap dapat digunakan sebagai pengganti asam mineral dalam proses hidrolisis karena adanya senyawa asam organik, fenolat, dan karbonil.

Menurut Girard (1992), senyawa-senyawa penyusun asap cair meliputi:

1. Senyawa-senyawa fenol merupakan senyawa yang berperan sebagai antioksidan sehingga dapat memperpanjang masa simpan produk asapan.

Kandungan senyawa fenol dalam asap sangat tergantung pada temperatur pirolisis kayu. Kuantitas fenol pada kayu sangat bervariasi yaitu antara 10-200 mg/kg. Beberapa jenis fenol yang biasanya terdapat dalam produk asapan adalah guaiakol, dan siringol.

2. Senyawa-senyawa karbonil merupakan senyawa yang berperan pada pewarnaan dan cita-rasa produk asapan. Golongan senyawa ini mempunyai aroma seperti aroma karamel yang unik dan pekat. Jenis senyawa karbonil yang terdapat dalam asap cair antara lain adalah vanillin dan siringaldehida.
3. Senyawa-senyawa asam merupakan senyawa yang berperan sebagai antibakteri. Senyawa asam yang terdapat di dalam asap cair antara lain adalah asam propionat, butirrat dan valerat.
4. Senyawa hidrokarbon polisiklis aromatis merupakan senyawa yang dapat terbentuk pada proses pirolisis. Senyawa hidrokarbon aromatik seperti benzo(a)pirena merupakan senyawa yang memiliki pengaruh buruk karena bersifat karsinogenik.

D. Katalis

1. Katalis Heterogen

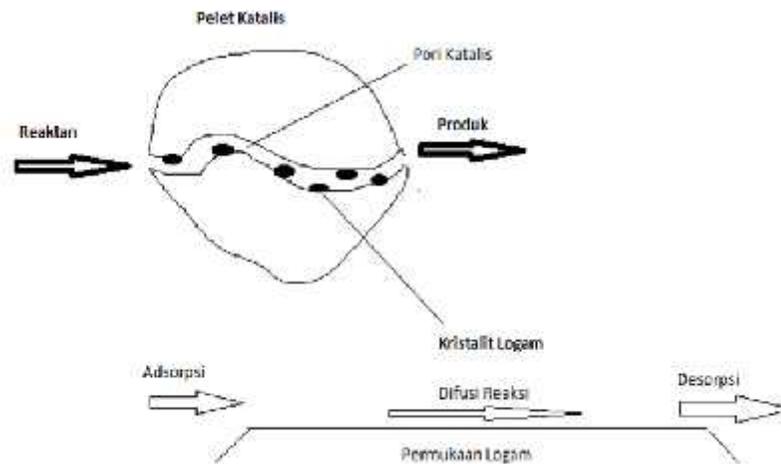
Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan suatu reaktan. Katalis heterogen berada pada fasa padat sedangkan reaktan berada pada fasa cair. Reaksi antara reaktan dengan katalis heterogen umumnya terjadi di permukaan katalis dan disebut kontak katalis (Nurhayati,2008). Katalis ini memiliki berbagai

keunggulan dibandingkan katalis homogen, antara lain biaya pembuatannya murah, tidak korosif, ramah lingkungan (Dominic,2013), efisiensinya yang tinggi, mudah digunakan dalam berbagai media, lebih mudah dipisahkan dari campuran reaksi, dan dapat digunakan ulang (Moffat,1990).

Aktivitas suatu katalis juga sangat bergantung pada komponen penyusunnya. Katalis heterogen terdiri atas penyangga dan situs aktif (dopan). Situs aktif merupakan logam-logam transisi yang memiliki orbital d kosong atau memiliki elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu. Situs aktif berfungsi untuk mempercepat dan mengarahkan reaksi. Situs aktif dari suatu katalis bisa terdeaktivasi karena beberapa sebab seperti kehadiran CO, CO₂, dan juga senyawa-senyawa sulfur, serta penggunaan suhu reaksi yang terlalu tinggi (Moffat, 1990). Sedangkan penyangga katalis merupakan tempat terikatnya situs aktif. Penyangga juga berfungsi memberikan luas permukaan yang lebih besar bagi situs aktif, memperbaiki kekuatan mekanik, serta meningkatkan stabilitas termal dan efektivitas katalis. Berbagai logam telah diaplikasikan sebagai situs aktif diantaranya Fe,Ni,Ti,Al,Co,Cu,Zn dan lain-lain.

Nurhayati (2008), mengemukakan bahwa pada proses katalisis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) tertentu. Siklus katalitik tersebut didahului dengan terjadinya transfer reaktan menuju permukaan katalis. Reaktan kemudian berinteraksi dengan katalis sehingga terjadi proses adsorpsi pada permukaan katalis. Spesies yang teradsorpsi akan bereaksi untuk menghasilkan produk. Pada tahap ini terjadi

penurunan energi aktivasi reaksi. Setelah reaksi selesai, produk yang terbentuk akan terdesorpsi dari permukaan katalis, lalu menjauhi katalis. Skema reaksi katalitik di dalam rongga katalis dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Skema reaksi katalitik pada rongga katalis

2. Metode Preparasi Katalis

Pembuatan katalis heterogen umumnya menggunakan metode penukar ion, impregnasi dan sol-gel. Pembuatan katalis heterogen dengan penukar ion umumnya memiliki kelemahan yaitu meskipun homogenitas dopan yang tinggi namun intergrasi dopan masih rendah sedangkan metode yang diketahui memiliki homogenitas intergrasi dopan yang tinggi adalah dengan metode sol-gel (Sijabat,2013). Selain itu Nurhayati (2008) mengemukakan bahwa katalis logam atau oksida logam ter-*support* biasanya dibuat dengan mereduksi prekursor garam logam pada material pendukung. Perbedaan mendasar pembuatan katalis logam atau oksida logam ter-*support* adalah

cara penggabungan prekursor garam dengan material pendukung, yaitu melalui metode kopresipitasi dan impregnasi.

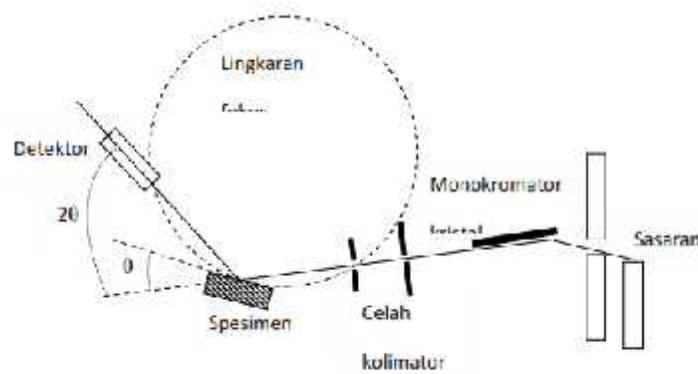
3. Karakterisasi Katalis Heterogen

1. X-Ray Diffraction (XRD)

Teknik X-Ray Diffraction (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan kristalin. XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama Kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam Kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat Kristal (Smallman,2000).

Sinar-X dihasilkan apabila elektron-elektron dengan laju tinggi menumbuk suatu bahan. Teknik difraksi sinar-X dapat digunakan untuk analisis struktur kristal, karena setiap unsur atau senyawa mempunyai pola yang sudah tertentu. Apabila dalam analisis ini pola difraksi unsur diketahui maka unsur tersebut dapat ditentukan.

Rancangan skematik spektrometer sinar-X yang didasarkan atas analisis Bragg Richardson (1989) seberkas sinar-X terarah jatuh pada kristal dengan sudut θ dan sebuah detektor diletakkan untuk mencatat sinar yang sudut hamburannya sebesar 2θ . Ketika θ diubah, detektor akan mencatat puncak intensitas yang bersesuaian dengan orde n yang divisualisasikan dalam difraktogram. Gambar 8 berikut merupakan skema dari instrumen XRD.



Gambar 8. Skema dasar XRD (Smallman,2000)

Berkas difraksi diperoleh dari berkas sinar-X yang saling menguatkan karena mempunyai fase yang sama. Untuk berkas sinar-X yang mempunyai fase berlawanan maka akan saling menghilangkan. Syarat yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi maka dapat dilakukan perhitungan secara matematis sesuai dengan hukum Bragg.

Hukum Bragg menyatakan bahwa interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang , sehingga dapat dinyatakan dengan persamaan :

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

Pemantulan Bragg dapat terjadi jika $n \lambda < 2d$, karena itu tidak dapat menggunakan cahaya kasat mata, dengan n adalah bilangan bulat = 1,2,3,..... (Beiser, 1992). Pada d menyatakan jarak antar lapisan atom atau ion yang berdekatan, λ yang menyatakan panjang gelombang radiasi sinar-X, dan n adalah urutan pantulan. Kristalinitas dapat

juga ditentukan dengan XRD melalui pembandingan intensitas atau luasan *peak* sampel dengan intensitas atau luasan *peak* standar yang ditunjukkan pada persamaan:

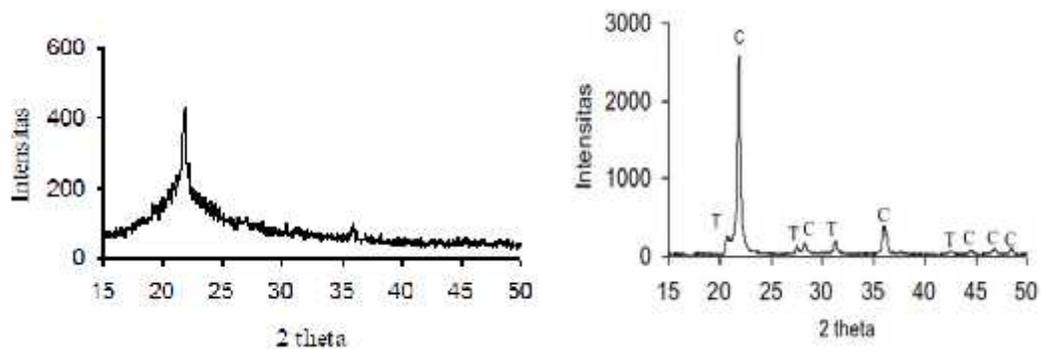
$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{Intensitas peak hkl sampel}}{\text{intensitas peak hkl standar}} \times 100\%$$

Lebar peak XRD adalah merupakan fungsi dari ukuran partikel, maka ukuran Kristal (*crystallite size*) dinyatakan dalam persamaan Sherrer berikut (Richardson, 1989):

$$\text{Crystallite size} = \frac{K \lambda}{(B^2 - b^2)^{1/2} \cos[2 \theta/2]}$$

Pada $K= 1.000$, B adalah lebar peak untuk jalur difraksi pada sudut 2θ , b adalah *instrument peak broadening* (0.1°), dan λ adalah panjang gelombang pada 0.154 nm (Wolfovich *et al*,2004). Suku $(B^2 - b^2)^{1/2}$ adalah lebar *peak* untuk *corrected instrumental broadening*.

Metode XRD banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi material yang digunakan sebagai katalis, karena banyak material katalis yang berwujud kristal. Gambar 9 dibawah merupakan contoh difraktogram dari XRD



Gambar 9. Pola difraksi sinar-x (XRD) silika sekam padi (Sembiring, 2007).

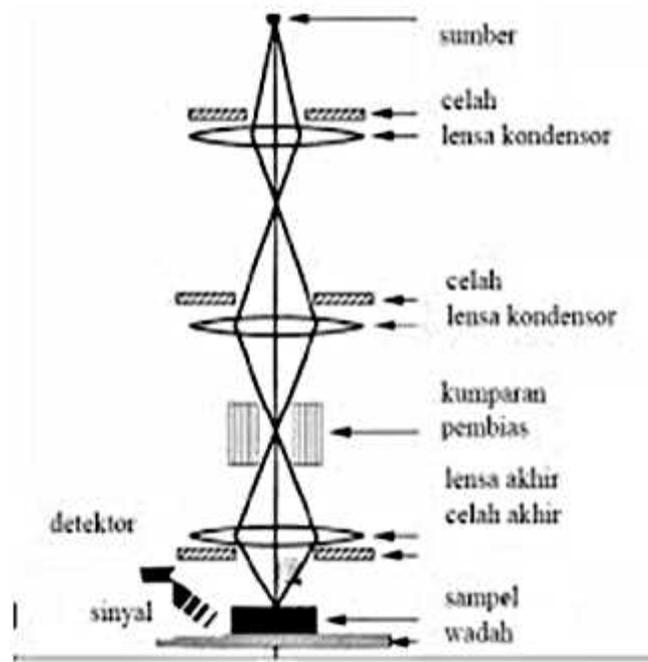
2. *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectrometer (SEM-EDS)*

Untuk melakukan karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan pada skala mikrometer atau bahan submikrometer serta menentukan komposisi unsur sampel secara kualitatif maupun kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan satu perangkat alat SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang dirangkaikan dengan EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*). Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan, sedangkan komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel dapat dianalisis dengan menggunakan EDS (Amrulloh,2014).

Komponen utama SEM terdiri dari dua unit, *electron column* dan *display console*. *Electron column* merupakan model *electron beam scanning*. Sedangkan *display console* merupakan elektron sekunder yang didalamnya terdapat CRT. Pancaran elektron energi tinggi dihasilkan oleh *electron gun* yang kedua tipenya berdasar pada pemanfaatan arus. Yang pertama pistol termionik dimana pancaran elektron tercapai dengan pemanasan tungsten atau filament pada suhu 1500K sampai 3000K.

Prinsip kerja alat ini adalah sumber elektron dari *filament* yang terbuat dari tungsten memancarkan berkas elektron. Jika elektron tersebut berinteraksi dengan bahan (*specimen*) maka akan menghasilkan elektron sekunder dan sinar-X karakteristik. *Scanning* pada permukaan bahan yang dikehendaki dapat dilakukan dengan mengatur *scanning generator* dan *scanning coils*. Elektron sekunder hasil interaksi antara elektron dengan permukaan specimen ditangkap oleh detektor SE (*Secondary*

Electron) yang kemudian diolah dan diperkuat oleh *amplifier* dan kemudian divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (CRT) (Smallman, 2000). Skema dasar SEM disajikan pada Gambar 10.

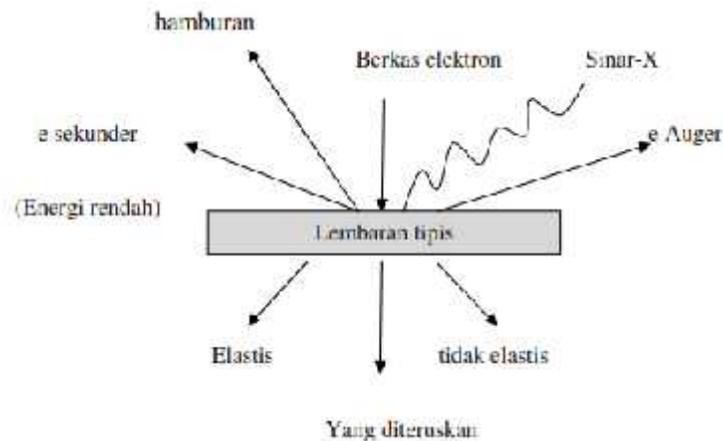


Gambar 10. Skema alat *Scanning Electron Microscope* (Smallman,2000)

Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari CRT dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, karena terjadi ionisasi atom dari cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga tercipta lebih banyak elektron bebas, dengan demikian energinya habis lalu melepaskan diri dari target. Elektron ini kemudian dialirkan ke unit demagnifikasi dan dideteksi oleh detektor dan selanjutnya dicatat sebagai suatu foto (Wagiyo, 1997).

Salah satu karakterisasi bahan semikonduktor dapat dilakukan menggunakan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS). EDS merupakan instrumen yang digunakan untuk menentukan komposisi kimia suatu bahan. Sistem analisis EDS bekerja sebagai fitur yang terintegrasi dengan SEM dan tidak dapat bekerja tanpa SEM. Prinsip kerja dari teknik ini adalah menangkap dan mengolah sinyal fluoresensi sinar-X yang keluar apabila berkas elektron mengenai daerah tertentu pada bahan (*specimen*). Sinar-X tersebut dapat dideteksi dengan detektor zat padat, yang dapat menghasilkan pulsa intensitas sebanding dengan panjang gelombang sinar-X.

Struktur suatu material dapat diketahui dengan cara melihat interaksi yang terjadi jika suatu *specimen* padat dikenai berkas elektron. Berkas elektron yang jatuh tersebut sebagian akan dihamburkan sedang sebagian lagi akan diserap dan menembus *specimen*. Bila *specimen* cukup tipis, sebagian besar ditransmisikan dan beberapa elektron dihamburkan secara tidak elastis. Interaksi dengan atom dalam *specimen* menghasilkan pelepasan elektron energi rendah, foton sinar-X dan elektron auger, yang semuanya dapat digunakan untuk mengkarakterisasi material. Berikut ini adalah gambaran mengenai hamburan elektron-elektron apabila mengenai *specimen* disajikan pada Gambar 11.

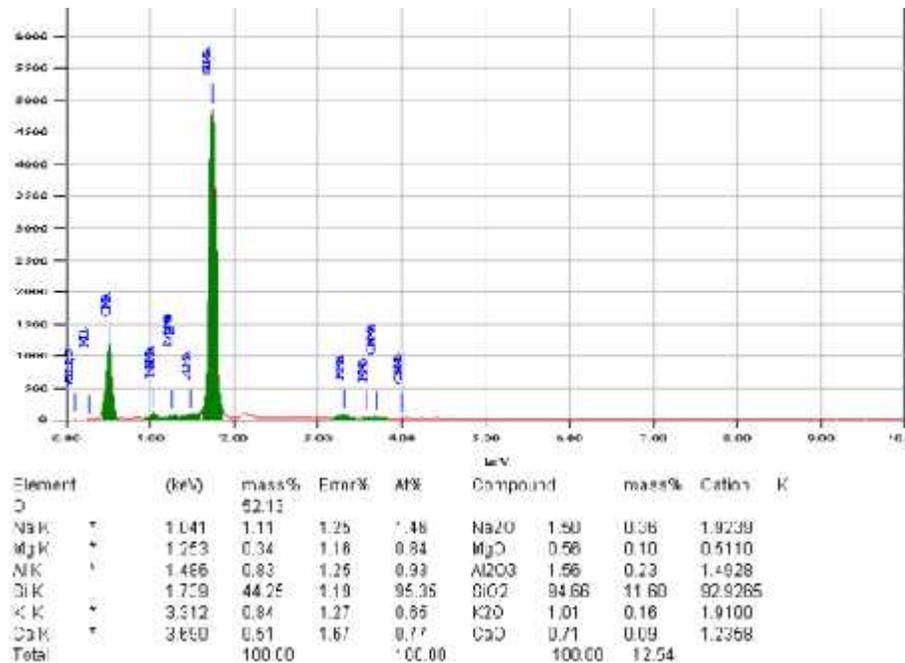


Gambar 11. Hamburan elektron yang jatuh pada lembaran tipis (Smallman,2000)

Interaksi antara elektron dengan atom pada sampel akan menghasilkan pelepasan elektron energi rendah, foton sinar-X, dan elektron auger, yang seluruhnya dapat digunakan untuk mengkarakterisasi material. Elektron sekunder adalah elektron yang dipancarkan dari permukaan kulit atom terluar yang dihasilkan dari interaksi berkas elektron jatuh dengan padatan sehingga mengakibatkan terjadinya loncatan elektron yang terikat lemah dari pita konduksi. Elektron auger adalah elektron dari kulit orbit terluar yang dikeluarkan dari atom ketika elektron tersebut menyerap energi yang dilepaskan oleh elektron lain yang jatuh ke tingkat energi yang lebih rendah (Smallman,2000).

Pada EDS analisis kuantitatif dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energi emisi sinar-X dari unsur-unsur yang sudah diketahui. Analisis kuantitatif tidak hanya menjawab unsur apa yang ada dalam sampel tetapi juga konsentrasi unsur tersebut.

Untuk melakukan analisa kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses antara lain meniadakan *background*, devonkolusi *peak* yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur (Larry, 2001). Contoh hasil EDS ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Spektrum EDS dan komposisi fase yang terdapat pada silika sekam padi (Suka, 2009)

Jika teknik SEM dan EDS digabungkan maka keduanya dapat dimanfaatkan untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang dimiliki oleh fase yang terlihat (permukaan) pada struktur makro (Wiyantoko, 2009).

3. *Particle Size Analyzer (PSA)*

Untuk mengetahui ukuran partikel suatu material dan distribusinya, dengan seiring berkembangnya ilmu pengetahuan yang lebih mengarah ke era nanoteknologi, para peneliti mulai menggunakan *Laser Ablation Spectroscopy (LAS)*. Metode ini dinilai lebih akurat bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan, terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer (Lusi,2011).

Contoh alat yang menggunakan metode LAS adalah *Particle Size Analyzer (PSA)*.

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya menggunakan PSA biasanya dipakai metode basah. Metode basah menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji. 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 *submicron* yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel yang didispersikan kedalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.