

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Penanganan CO₂

Akhir-akhir ini, kegiatan manusia dalam kehidupan modern telah mengganggu komposisi udara yang menyebabkan masalah-masalah lingkungan yang cukup serius, seperti hujan asam dan pemanasan global. Pemanasan global adalah istilah yang digunakan untuk menjelaskan terjadinya kenaikan suhu atmosfer bumi secara bertahap. Dewasa ini pemanasan global menjadi isu internasional karena selain mengakibatkan terjadinya kenaikan suhu sebagai dampak langsung, pemanasan global ternyata juga mengakibatkan terjadinya perubahan iklim di permukaan bumi.

Pemanasan global merupakan dampak dari gas rumah kaca yang terdiri dari karbon dioksida, metana, dinitrogen oksida, dan senyawa fluorin seperti hidrofluorokarbon, perfluorokarbon, serta sulfur heksafluorida, karena gas tersebutlah yang paling dianggap sebagai penyebab pemanasan global. Dari berbagai jenis gas rumah kaca tersebut, gas CO₂ mendapat perhatian paling besar (World Health Organization (WHO), 2003).

Secara garis besar, gas CO₂ di atmosfer bumi berasal dari dua sumber utama, yakni proses alami dan aktifitas manusia. Secara alami, gas CO₂ diserap dari atmosfer dan dilepaskan kembali ke atmosfer dalam suatu siklus, yang dikenal

secara umum sebagai siklus karbon. Dalam siklus ini, gas CO₂ dilepaskan ke atmosfer ketika tanaman maupun hewan melakukan proses respirasi, yakni proses oksidasi nutrien menghasilkan gas CO₂ dan energi. Gas CO₂ yang dilepaskan oleh tanaman dan hewan selanjutnya akan diserap oleh tanaman ketika tanaman melakukan proses fotosintesis. Dengan adanya siklus tersebut, jumlah gas CO₂ di atmosfer secara praktis dapat dianggap tetap.

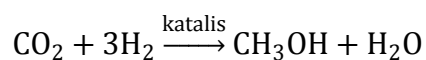
Gas CO₂ merupakan gas dengan kestabilan yang tinggi serta memiliki kapasitas panas yang cukup besar, yakni 37 J K⁻¹ mol⁻¹. Kapasitas panas ini menunjukkan bahwa molekul gas CO₂ mempunyai kemampuan untuk menyimpan panas (kalor) dalam jumlah yang cukup besar. Hal ini berarti pula bahwa jika gas CO₂ melepaskan kalor yang dikandungnya ke lingkungan sekitarnya akan mengakibatkan kenaikan suhu lingkungan yang cukup berarti. Dua sifat yang dipaparkan di atas merupakan alasan utama mengapa gas CO₂ bersifat sebagai gas rumah kaca penyebab pemanasan global (National Research Council (NRC), 2001).

Pemanasan global terjadi akibat jumlah gas CO₂ di atmosfer telah melebihi jumlah yang diperlukan oleh siklus karbon. Gas CO₂ di udara telah meningkat sekitar 30% akibat dari kegiatan manusia sejak awal revolusi industri (Ikhsan dkk., 2008). Tindakan manusia dalam mengkonversi lahan secara besar-besaran, baik untuk perluasan sektor pertanian, permukiman, dan kawasan industri telah menggusur lahan lestari sehingga jumlah tanaman yang dibutuhkan untuk menyerap gas CO₂ dari atmosfer menurun tajam. Sektor industri membutuhkan energi dalam jumlah sangat besar, yang salah satu sumbernya adalah bahan bakar fosil, terutama bahan bakar berbasis

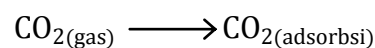
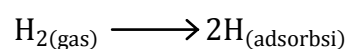
minyak bumi dan batubara. Penggunaan kedua jenis bahan bakar di atas akan menghasilkan gas CO₂ dalam jumlah yang sangat besar dan diemisikan ke atmosfer. Penggunaan bahan bakar fosil yang sangat luas, telah menyebabkan kenaikan konsentrasi gas CO₂ dan gas rumah kaca yang lain di udara.

Salah satu usaha memperkecil masalah tersebut adalah dengan penggunaan bioenergi sebagai pengganti bahan bakar fosil sehingga dapat mengurangi emisi gas CO₂. Meskipun penggunaan bioenergi telah banyak dikembangkan, namun ternyata penggunaan bahan bakar fosil belum sepenuhnya ditinggalkan. Oleh karena itu, tantangan selanjutnya adalah bagaimana menyikapi emisi gas CO₂ yang tetap dihasilkan sehingga tidak menyebabkan masalah lingkungan. Dalam usaha menjawab tantangan tersebut, salah satu gagasan yang dari dulu telah dilakukan adalah dengan mengkonversi gas CO₂ menjadi senyawa hidrokarbon contohnya metanol melalui reaksi katalitik (Kim *et al.*, 1994)

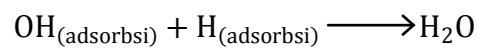
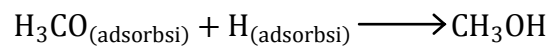
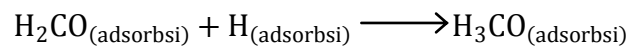
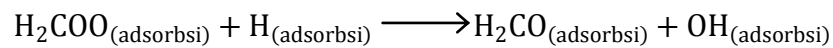
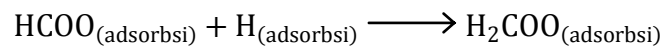
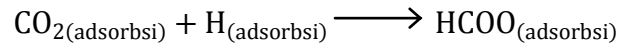
Konversi gas CO₂ yang terjadi dimungkinkan berdasarkan reaksi sebagai berikut:



Reaksi diatas sebenarnya melibatkan beberapa tahapan, yaitu difusi reaktan ke permukaan katalis yang berlangsung cepat, disusul dengan penyerapan (adsorpsi) reaktan pada permukaan katalis.



Penyerapan (adsorpsi) reaktan pada permukaan katalis diikuti dengan difusi reaktan ke situs aktif katalis. Tahap selanjutnya yaitu terjadi reaksi dari spesi yang diserap, menghasilkan produk, yang selanjutnya terjadi pelepasan (desorpsi) produk dari permukaan katalis.



(Nakatsuji and Hu, 1999)

Akibat terjadinya adsorpsi kimia, aktivitas molekul mengalami perubahan. Atom yang teradsorpsi menjadi lebih reaktif dibandingkan molekul bebasnya, karena mengalami pemutusan ikatan kovalen atau ikatan hidrogen. Proses adsorpsi menyebabkan berkurangnya energi bebas (G) sistem sehingga entropi (S) juga berkurang. Berdasarkan persamaan 1,

$$\Delta G = \Delta H - T \cdot \Delta S \dots\dots\dots 1)$$

maka dapat dikatakan bahwa proses adsorpsi tersebut adalah eksotermik (Adamson, 1990).

Dalam suatu reaksi katalitik, katalis merupakan kebutuhan utama. Oleh karena itu, pengembangan katalis masih dilakukan dewasa ini dalam upaya mendapatkan katalis yang bekerja lebih efisien.

B. Katalis

Katalis merupakan zat yang mampu meningkatkan laju suatu reaksi kimia untuk meningkatkan rendemen produk. Dalam suatu reaksi sebenarnya katalis ikut terlibat, tetapi pada akhir reaksi terbentuk kembali seperti bentuknya semula. Dengan demikian, katalis tidak memberikan tambahan energi pada sistem dan secara termodinamika tidak dapat mempengaruhi keseimbangan. Katalis mempercepat reaksi dengan cara menyediakan mekanisme alternatif yang mempunyai energi aktivasi lebih rendah. Katalis menyediakan situs-situs aktif yang berperan dalam proses reaksi. Situs-situs aktif ini dapat berasal dari logam-logam yang terdeposit pada pengemban atau dapat pula berasal dari pengemban sendiri. Logam-logam tersebut umumnya adalah logam-logam transisi yang menyediakan orbital d kosong atau elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Campbell, 1998).

Katalis dapat berwujud gas, cair, atau padat. Berdasarkan perbedaan fasa dari katalis yang digunakan dengan fasa reaktannya, maka katalis dapat dikelompokkan ke dalam dua kelompok besar, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen.

1. Katalis Homogen

Katalis homogen merupakan katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan fasa reaktan. Misalnya pada peristiwa dekomposisi ozon (O_3)

menjadi nitrogen (N_2) dan oksigen (O_2) menggunakan katalis nitrogen pentaoksida (N_2O_5) dimana O_3 dan N_2O_5 ada dalam fase yang sama (gas).

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang mempunyai fasa yang berbeda dengan fasa reaktan yaitu katalis yang digunakan dalam fasa padat yang dapat mengikat sejumlah reaktan dalam fasa cair atau gas pada permukaannya berdasarkan adsorpsi dan akhirnya menghasilkan produk. Misalnya pada reaksi dekomposisi senyawa fenol (cair), katalis yang dapat digunakan adalah Fe(III)-HY (padat) (Noorjahan *et al.*, 2005) karena fasa keduanya berbeda maka katalis Fe(III)-HY merupakan katalis heterogen.

Dari kedua kelompok katalis yang telah dipaparkan di atas, katalis heterogen merupakan sistem katalis yang luas digunakan dalam bidang industri. Hal ini dikarenakan katalis heterogen memiliki banyak keunggulan dibandingkan dengan katalis homogen, antara lain: dapat digunakan pada suhu tinggi sehingga dapat dioperasikan pada berbagai kondisi (Andriani, 2005), kemudahan pemisahan katalis dari campuran reaksi, kemudahan untuk digunakan dalam berbagai media, dan penggunaan ulang katalis (Moffat, 1990; Frenzer and Maier, 2006). Persyaratan utama suatu katalis heterogen adalah permukaan yang aktif dan mampu menyerap (adsorpsi) reaktan.

Situs-situs aktif memegang peranan utama dalam proses katalitik. Dalam pembuatan katalis, pemilihan situs yang tepat akan menghasilkan suatu katalis dengan kinerja yang optimal. Situs aktif katalis dapat berupa logam

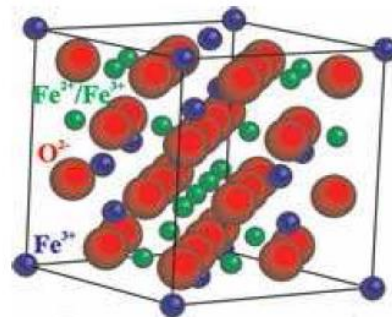
maupun bahan mineral sintetik maupun semi sintetik. Logam-logam tersebut umumnya adalah logam-logam transisi yang menyediakan orbital d kosong atau elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Campbell, 1998).

Berdasarkan fakta tersebut, maka pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan katalis heterogen dengan logam aktif Fe dalam bentuk oksidanya dengan metode sol-gel. Katalis Fe diketahui telah digunakan secara luas karena dapat lebih meningkatkan produksi metanol (Haider *et al.*, 2009). Berdasarkan mekanisme reaksi Fischer-Tropsch dengan Fe sebagai logam aktif (Blanchard *et al.*, 1982), tingkat oksidasi logam Fe mempengaruhi aktivasi logam Fe dalam reaksi tersebut. Selain itu, diketahui bahwa logam Fe dalam bentuk Fe_3O_4 lebih aktif bila dibandingkan dengan logam Fe pada keadaan tingkat oksidasinya +2.

Beberapa tahun terakhir, Fe_3O_4 menjadi bahan kajian yang menarik perhatian para ahli karena peluang aplikasinya yang luas. Dilaporkan bahwa Fe_3O_4 memiliki aplikasi pada bidang industri seperti; keramik, katalis, ferrofluida, serta biomedis (Bakar *et al.*, 2007). Bahkan kajian mutakhir yang sampai detik ini masih terus dikembangkan adalah pemanfaatan Fe_3O_4 pada sistem penyebaran obat-obatan dalam tubuh manusia atau yang biasa dikenal dengan *Drug Delivery System* (DDS) (Iida *et al.*, 2007).

Magnetite (Fe_3O_4) sering ditulis dalam bentuk $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ dimana satu bagian adalah wustite (FeO) dan bagian lainnya adalah hematit (Fe_2O_3). Selain itu

magnetit mempunyai struktur kristal spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} . Delapan ion Fe^{3+} dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral, karena berlokasi di tengah sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen. Sisanya delapan ion Fe^{3+} dan delapan ion Fe^{2+} berada pada bagian oktahedral, karena ion-ion oksigen sekitarnya menempati sudut-sudut sebuah oktahedron yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen (Perdana F.A., 2010).



Gambar 1. Unit sel Fe_3O_4 (Perdana F.A., 2010)

C. Metode Preparasi Katalis

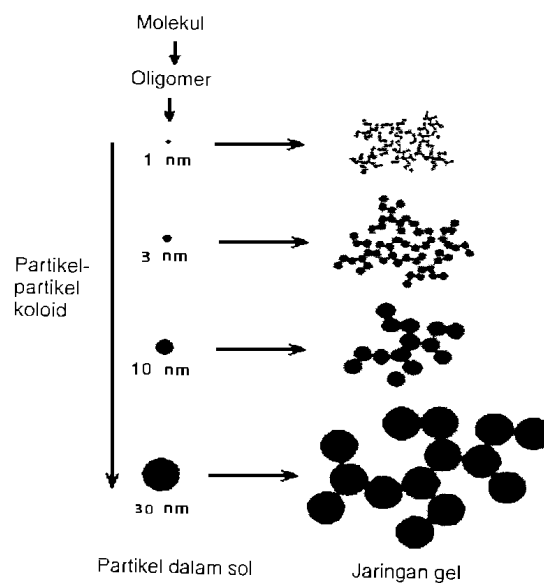
Karakteristik katalis sangat dipengaruhi metode preparasi yang digunakan. Pemilihan metode preparasi yang tepat akan memberikan karakteristik katalis yang diinginkan seperti mempunyai aktivitas, selektivitas dan stabilitas yang tinggi. Tujuan utama dari metode preparasi katalis adalah mendapatkan struktur definit, stabil, mempunyai luas permukaan yang tinggi dan situs aktif yang lebih terbuka.

Dewasa ini ada beberapa metode preparasi katalis yang dikenal, yaitu *sonochemical*, *ultrasonic spray pyrolysis*, *microwave plasma* (Grabis *et al.*, 2008), *co-precipitation* (Sun *et al.*, 2006), dan salah satunya adalah sol-gel.

1. Metode Sol-gel

Sol-gel adalah suatu suspensi koloid dari partikel yang digelkan ke bentuk padatan. Proses ini melibatkan perubahan jaringan-jaringan anorganik melalui reaksi polimerisasi kondensasi. Pada proses sol-gel, sol merupakan partikel halus dari senyawa hidroksida atau senyawa oksida logam dalam suatu larutan. Sol selanjutnya mengalami proses gelasi untuk membentuk jaringan dalam suatu fasa cair yang kontinyu, sehingga terbentuk gel (Sopyan dkk, 1997).

Proses yang mungkin terjadi pada saat sol mengalami proses gelasi membentuk suatu gel, disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Pertumbuhan ukuran partikel dalam sintesis sol gel (Ismunandar, 2006)

Pada proses sol-gel, suhu berpengaruh pada kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang dilakukan pada suhu lebih tinggi dari suhu kamar menyebabkan laju hidrolisis yang lebih cepat sehingga pembentukan gel terjadi lebih cepat (Meacanizie and Ultrych, 1984).

Metode sol-gel digunakan secara luas dalam pembuatan katalis berpendukung logam. Dalam penelitian ini, metode sol-gel dipilih karena metode ini diketahui memiliki sejumlah keunggulan dibandingkan dengan metode lain. Keuntungan dari metode ini meliputi : dispersi yang tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis, tekstur porinya memberikan kemudahan difusi dari reaktan untuk masuk ke dalam situs aktif (Lecloux and Pirard, 1998), luas permukaan yang cukup tinggi (Lambert and Gonzalez, 1998), produk yang dihasilkan memiliki kehomogenan dan kemurnian yang tinggi, tidak bereaksi dengan senyawa sisa (Lambert and Gonzalez, 1998), dan suhu pengerjaan relatif rendah sehingga kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil (Jamarun, 2000).

Metode sol-gel yang dilakukan pada penelitian ini, merujuk pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Akbar *et al* (2004), yaitu menggunakan senyawa Fe nitrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dan asam sitrat dalam pelarut air. Dari metode sol-gel tersebut, akan diperoleh Fe_2O_3 yang kemudian diberi perlakuan dengan mengalirkan gas H_2 sehingga Fe_2O_3 terkonversi menjadi Fe_3O_4 .

2. Pengeringan dan kalsinasi

Pengeringan umumnya dilakukan di dalam oven dengan temperatur rendah. Pada saat pengeringan berlangsung, volume pelarut semakin berkurang sehingga sedikit demi sedikit gel menyusut atau berkondensasi. Dalam gel yang belum dikeringkan, partikel-partikel kecil hasil kondensasi atau reaksi berikatan saling-silang membentuk struktur jaringan dimana di dalam struktur tersebut terdapat pori-pori yang dipenuhi oleh pelarut. Ketika gel dikeringkan, proses hilangnya pelarut dimulai dari ukuran pori yang besar dan selanjutnya ke pori yang kecil hingga akhirnya terbentuk gel yang bebas pelarut. Oleh karena itu pada prinsipnya, pengeringan dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan cairan sebelum dikonversi ke produk akhir melalui tahapan kalsinasi.

Kalsinasi dilakukan pada temperatur tinggi dengan tujuan untuk mendekomposisi komponen prekursor. Pada penelitian ini, kalsinasi akan dilakukan sampai temperatur 350°C dalam lingkungan oksigen untuk membentuk fase oksidanya (Pinna, 1998). Aspek lain yang terkait dengan pemanfaatan katalis adalah adanya hubungan antara unjuk kerja dan karakteristiknya.

D. Karakterisasi Katalis

Aspek lain yang terkait dengan pemanfaatan katalis adalah adanya hubungan antara unjuk kerja dan karakteristiknya, karena hubungan tersebut karakterisasi merupakan bagian yang tak terpisahkan dari ilmu katalis.

Karakterisasi katalis dilakukan untuk mendapatkan sifat-sifat katalis meliputi sifat fisik dan sifat kimia. Sifat fisik antara lain adalah luas permukaan, volum pori, diameter pori, kekerasan dan distribusi logam. Karakterisasi kimia antara lain adalah jumlah kandungan logam, keasaman, kristalinitas dan ikatan kimia. Pada penelitian ini karakterisasi kimia ditinjau yaitu kristalinitas, morfologi permukaan dan keasaman dari katalis yang dibuat.

1. Keasaman Katalis

Keasaman suatu katalis memegang peranan yang cukup penting dalam mempengaruhi aktivitas katalis. Keasaman suatu katalis dapat diukur dengan menghitung jumlah asam atau basa yang teradsorpsi secara kimia (kemisorpsi) dalam fase gas oleh katalis. Basa yang dapat digunakan sebagai adsorbat sebagai penentu keasaman katalis antara lain adalah NH_3 , piridin, piperidin, quinolin, trimetil amin dan pirol (Richardson, 1989). Pada penelitian ini basa yang digunakan adalah piridin dengan asumsi bahwa ukuran molekul piridin yang relatif besar sehingga hanya dapat teradsorpsi pada permukaan katalis (Rodiansono *et al.*, 2007). Metode yang biasa dipakai untuk mengukur keasaman atau kebasan suatu katalis adalah metode gravimetri, yaitu dengan menghitung daya adsorpsi katalis terhadap basa ataupun asam adsorbat. Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada situs asam menyatakan kekuatan asam dari katalis (Richardson, 1989).

Pada penelitian ini sifat keasaman dari katalis kemudian dievaluasi untuk mengetahui jenis asam yang dimiliki oleh Fe_3O_4 .

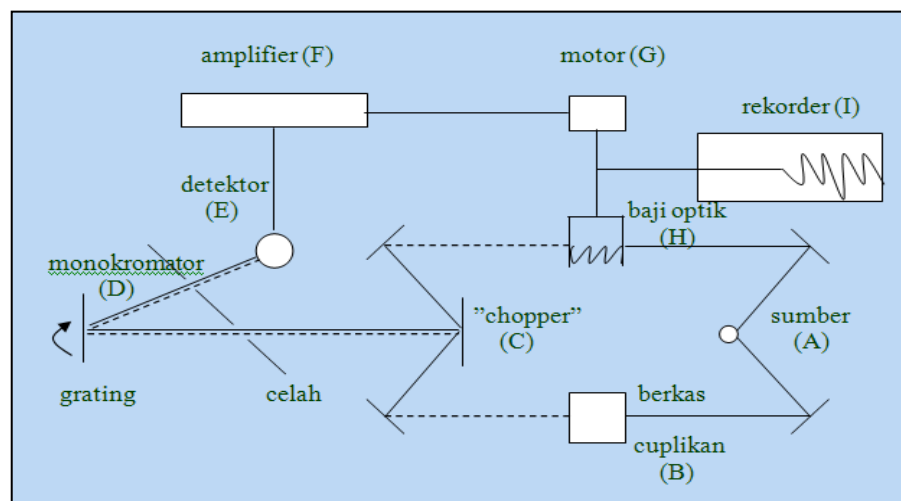
2. Spektroskopi Infra Merah

Metode yang biasa dipakai untuk mengukur keasaman katalis adalah metode gravimetri dan metode spektrofotometri inframerah. Pada metode gravimetri dapat diukur jumlah gas yang teradsorpsi pada permukaan katalis. Sedangkan pada metode spektrofotometri inframerah, dari spektra yang dihasilkan dapat diketahui jenis situs asam (Bronsted-Lowry atau Lewis) yang terdapat dalam katalis. Jenis situs asam tersebut dapat diketahui melalui puncak-puncak serapan yang dihasilkan dari interaksi basa adsorbat dengan situs-situs asam tersebut. Pada penggunaan piridin sebagai basa adsorbat, situs asam Bronsted-Lowry akan ditandai dengan puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1485-1500, ~1620, dan ~1640 cm^{-1} . Sedangkan untuk situs asam Lewis ditandai dengan puncak-puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1447-1460, 1448-1503, ~1580, dan 1600-1633 cm^{-1} (Tanabe,1981).

Berdasarkan Gambar 3, prinsip kerja spektrofotometer IR adalah sebagai berikut: sinar dari sumber (A) dibagi menjadi dua berkas, yakni satu berkas (B) melalui cuplikan (berkas cuplikan) dan satu berkas lainnya (H) sebagai baku. Kedua berkas itu dipantulkan oleh *chopper* (C) yang berupa cermin berputar (~10 x per detik). Hal ini menyebabkan berkas cuplikan dan berkas baku dipantulkan secara bergantian ke kisi difraksi (D). Kisi difraksi berputar lambat, dan setiap frekuensi dikirim ke detektor (E) yang mengubah energi panas menjadi energi listrik.

Jika pada suatu frekuensi cuplikan menyerap sinar, detektor akan menerima intensitas berkas baku yang besar dan berkas cuplikan yang lemah secara bergantian. Hal ini menimbulkan arus bolak-balik dalam detektor lalu akan diperkuat oleh *amplifier*. Arus bolak-balik yang terjadi digunakan untuk menjalankan suatu motor (G) yang dihubungkan dengan suatu alat penghalang berkas sinar yang disebut baji optik (H). Gerakan baji dihubungkan pena alat rekorder (I) sehingga gerakan baji ini merupakan pita serapan pada spektra (Sudjadi, 1983).

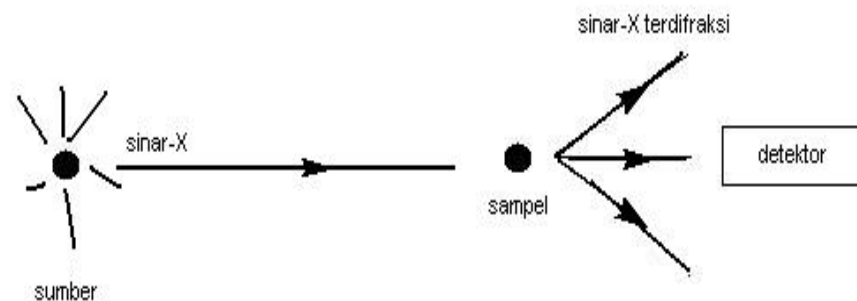
Daerah infra merah dari spektrum elektromagnetik terdiri dari panjang gelombang antara 0,7 dan 500 μm atau pada bilangan gelombang 14000 cm^{-1} sampai 20 cm^{-1} . Daerah spektra yang menjadi perhatian untuk analisis kimia berada dalam mid-infra merah yang frekuensinya meliputi bilangan gelombang 4000 cm^{-1} sampai 200 cm^{-1} atau 2,5 μm sampai 50 μm (Willard *et al.*, 1988).



Gambar 3. Skema spektrofotometer IR (Sudjadi, 1983)

3. X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi struktur kristal dan fasa kristalin dapat ditentukan dengan alat difraktometer sinar-X (XRD) karena setiap fasa kristal memiliki sifat pola difraksi sinar-X spesifik yang dapat digunakan sebagai jejak (fingerprint) untuk identifikasinya. Penampakan tiga dimensi suatu bahan bukan amorf diperlihatkan secara jelas dan teratur berdasarkan pengulangan lapisan permukaan atom yang membentuk kisi kristal. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan dan sebagian lagi dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan analog dengan pola difraksi cahaya pada permukaan air yang menghasilkan sekelompok pembiasan.



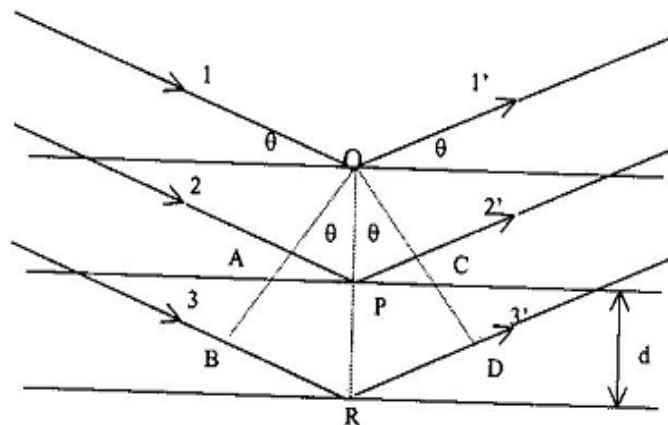
Gambar 4. Skema alat XRD

Sinar-X yang didifraksikan oleh setiap kristal mineral bersifat spesifik, dan bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal mineral tersebut serta bagaimana atom sejenis tersusun. Ketika sinar-X menumbuk sampel dan terdifraksi, maka jarak antar atom pada lapisan permukaan

kristal dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg pada Persamaan 2, yaitu :

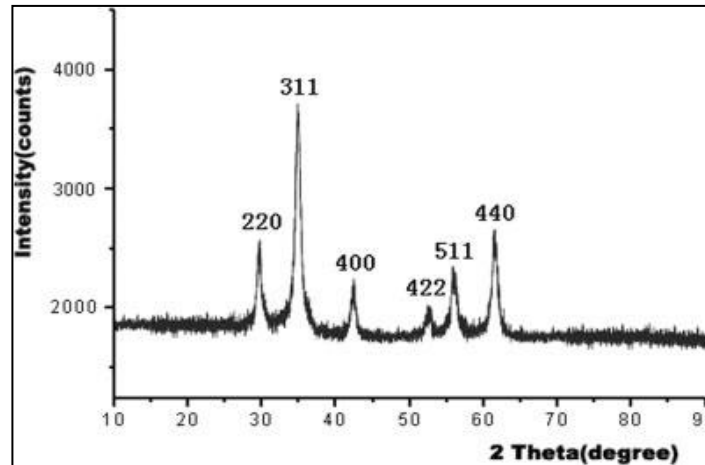
$$n \lambda = 2 d \sin \Theta \dots\dots\dots 2)$$

n adalah bilangan bulat dan merupakan tingkat difraksi sinar-X, λ adalah panjang gelombang yang dihasilkan oleh katoda yang digunakan, seperti $\text{Cu K}\alpha = 1,5414 \text{ \AA}$, sedangkan d merupakan jarak antara batas lapisan permukaan, dan Θ merupakan sudut difraksi sinar-X terhadap permukaan kristal.



Gambar 5. Difraksi sinar-X oleh kristal (West, 1999)

Selanjutnya, secara kualitatif ditentukan struktur kristal atau fasa kristal yang dapat dilakukan dengan cara sederhana, yaitu dengan cara membandingkan nilai d atau 2θ yang terukur dengan nilai d atau 2θ pada data standar. Data standar didapat melalui *Joint Committee On Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Gambar 6 menunjukkan difraktogram dari nanopartikel Fe_3O_4 murni.

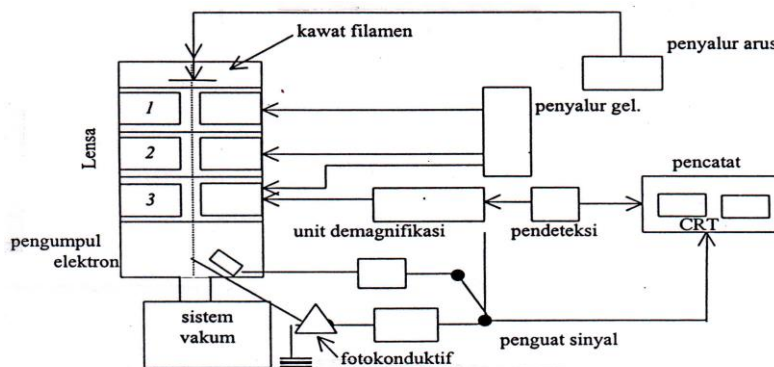


Gambar 6. Difraktogram nanopartikel Fe₃O₄ (Sun *et al.*, 2006)

4. *Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray Spectrometer (SEM-EDX)*

Untuk melakukan karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan pada skala mikrometer atau bahkan submikrometer serta menentukan komposisi unsur sampel secara kualitatif maupun kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan satu perangkat alat SEM (*Scanning Electron Microscope*). Pada SEM (*Scanning Electron Microscope*) dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan (Sartono, 2007).

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan melalui adsorpsi isoteremis gas oleh padatan sampel. Jumlah molekul gas yang diadsorpsi pada permukaan luar padatan sampel sangat sedikit dibandingkan dengan yang diadsorpsi oleh porinya. Alat ini dilengkapi sumber cahaya yang berupa suatu filamen dan biasanya suatu kawat tungsten.



Gambar 7. Skema alat *Scanning Electron Microscope*

Prinsip kerja *Scanning Electron Microscope*, dengan cara mengalirkan arus pada kawat filamen tersebut dan perlakuan pemanasan, sehingga dihasilkan elektron. Elektron tersebut dikumpulkan dengan tegangan tinggi dan berkas elektron difokuskan dengan sederetan lensa elektromagnetik. Ketika berkas elektron mengenai target, informasi dikumpulkan melalui tabung sinar katoda (CRT) yang mengatur intensitasnya.

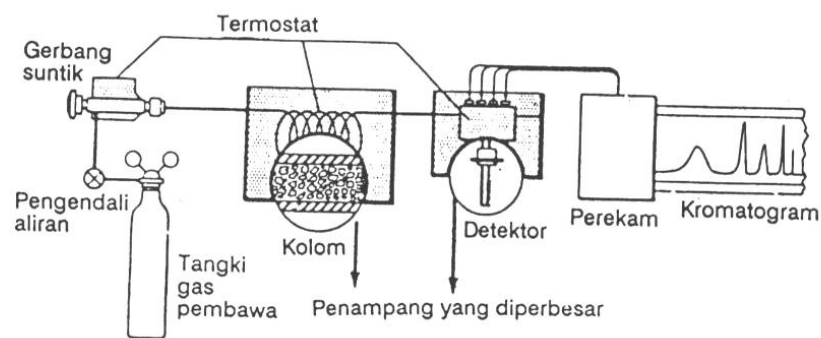
Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari CRT dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, elektron kehilangan energi, karena terjadi ionisasi atom dari cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga 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 dan Handayani, 1997).

EDX merupakan seperangkat alat yang dirangkai dengan SEM untuk menghasilkan gambar yang menyatakan perbedaan unsur kimia, yang ditandai dengan warna gelap dan terang. Warna terang menunjukkan adanya unsur kimia yang lebih tinggi nomor atomnya. Proses memperoleh hasil gambar EDX diperoleh dari elektron terhambur balik yang intensitasnya tergantung pada nomor atom unsur yang ada pada permukaan sampel.

Radiasi yang penting pada EDX adalah sinar-X, karakteristik yang diemisikan sebagai akibat tumbukan elektron pada atom-atom bahan pada sampel. Radiasi karakteristik sinar-X dapat menghasilkan informasi kualitatif dan kuantitatif tentang komposisi dari bagian tertentu dari sampel, dengan diameter beberapa mikrometer (Anonim F., 2007).

E. Uji Aktivitas

Untuk menentukan hasil kuantitatif dan kualitatif uji katalitik, digunakan Kromatografi Gas (GC). Dasar pemisahan secara kromatografi gas adalah penyebaran cuplikan diantara dua fase. Salah satu fase adalah fase diam yang permukaannya nisbinya luas, dan fase yang lain ialah gas yang melewati fase diam. Berdasarkan kombinasi fase diam dan fase gerak, kromatografi gas dapat dibagi menjadi dua macam yaitu kromatografi gas padatan yang disusun dari fase diam berupa padatan dan fase gerak berupa gas, yang prinsipnya berdasarkan pada perbedaan absorpsi suatu komponen, kromatografi gas-cair, fase diamnya berupa cairan dan fase geraknya berupa gas, prinsipnya berdasarkan pada perbedaan partisi komponen pada fase diam.



Gambar 8. Bagian dasar kromatografi

Komponen penting dalam kromatografi gas adalah:

1. Tangki pembawa gas yang dilengkapi dengan pengatur tekanan
2. Tempat injeksi sampel
3. Kolom
4. Detektor yang dilengkapi termostat
5. Penguat arus (*amplifyer*)
6. Rekorder atau integrator

Fungsi gas pembawa adalah mengangkut cuplikan dari kolom menuju detektor, gas tersebut haruslah inert dan murni, gas pembawa yang sering digunakan adalah nitrogen, hidrogen, helium, dan argon. Kolom kromatografi terdiri dari tiga bagian yaitu wadah luar, isi kolom yang terdiri dari padatan pendukung dan fasa cairan. Jenis kolom ada 2 macam yaitu kolom *packing* dan kolom kapiler, kolom *packing* lebih besar dari kolom kapiler (Wikipedia, 2005). Detektor pada kromatografi gas harus dapat mendeteksi secara terus-menerus, cepat dan dengan sensitifitas yang tinggi terhadap komponen-komponen yang terdapat dalam gas pembawa

ketika keluar dari kolom (Brewer., 1998). Detektor berinteraksi dengan komponen-komponen sampel berdasarkan sifat-sifat fisika dan/atau kimia. Interaksi tersebut menghasilkan sinyal elektrik yang ukurannya sebanding dengan jumlah atau kuantitas dari komponen tersebut. Sinyal-sinyal yang dihasilkan detektor kemudian dikirim ke alat perekam (Rood., 2007).

Kromatografi gas dalam hal ini sangat efektif berfungsi sebagai pemisah berbagai komponen-komponen sampel tetapi mempunyai kelemahan dalam identifikasi puncak kromatogram yang dihasilkan.