

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Silika

1. Definisi Silika

Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul SiO_2 (*silicon dioksida*) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal silika (SiO_2) (Bragmann and Goncalves, 2006; Della *et al*, 2002). Selain terbentuk secara alami, silika dengan struktur kristal tridimit dapat diperoleh dengan cara memanaskan pasir kuarsa pada suhu $870^{\circ}C$ dan bila pemanasan dilakukan pada suhu $1470^{\circ}C$ dapat diperoleh silika dengan struktur kristobalit (Cotton and Wilkinson, 1989). Silika juga dapat dibentuk dengan mereaksikan silikon dengan oksigen atau udara pada suhu tinggi (Iler, 1979). Karakteristik silika amorf diperlihatkan dalam Tabel 2.1.

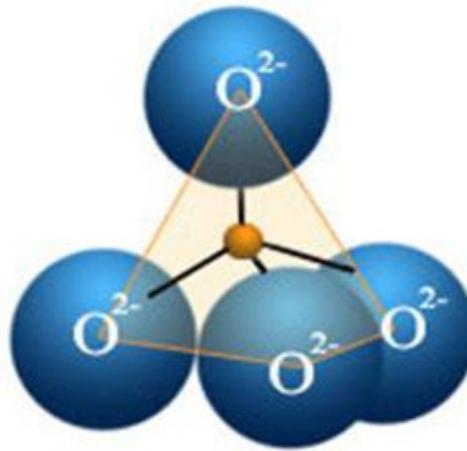
Tabel 2.1. Karakteristik Silika Amorf (Surdia dkk, 2000).

Nama lain	Silikon Dioksida
Rumus Molekul	SiO ₂
Berat Jenis (g/cm ³)	2,6
Bentuk	Padat
Daya larut dalam air	Tidak larut
Titik cair (°C)	1610
Titik didih (°C)	2230
Kekerasan (Kg/mm ²)	650
Kekuatan tekuk (Mpa)	70
Kekuatan tarik (Mpa)	110
Modulus elastisitas (Gpa)	73 - 75
Resistivitas (Ωm)	>10 ¹⁴
Koordinasi geometri	Tetrahedral
Struktur kristal	Kristobalit, Tridimit, Kuarsa

Silika nabati dapat ditemui pada sekam padi (Dahlia dkk, 2013) dan tongkol jagung (Monalisa dkk, 2013). Silika nabati yang umumnya digunakan saat ini adalah silika sekam padi (Siriluk and Yuttapong, 2005). Dalam mendapatkan silika dari sekam padi dapat dilakukan menggunakan metode ekstraksi alkalis (Kalaphaty *et al*, 2000; Ginting dkk, 2008) dan metode pengabuan (Haslinawati *et al*, 2011; Shinohara and Kohyama, 2004). Silika yang diperoleh melalui metode ekstraksi alkalis adalah berupa larutan *sol* dimana silika pada fase larutan adalah fase amorf atau mudah reaktif. Sedangkan pada metode pengabuan, sekam padi dibakar pada suhu diatas 200°C selama 1 jam untuk mendapatkan arang sekam padi yang berwarna hitam (Haslinawati *et al*, 2011).

2. Klasifikasi Silika

Silika terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat serta memiliki struktur dengan empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral di sekitar atom pusat yaitu atom silikon. Gambar 2.1 memperlihatkan struktur silika tetrahedral.



Gambar 2.1. Struktur silika tetrahedral (Anonim B, 2013).

Pada umumnya silika adalah dalam bentuk amorf terhidrat, namun bila pembakaran berlangsung terus-menerus pada suhu diatas 650°C maka tingkat kristalinitasnya akan cenderung naik dengan terbentuknya fasa *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* (Hara, 1986). Bentuk struktur *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* yang merupakan jenis kristal utama silica memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda (Brindley and Brown, 1980). Struktur Kristal *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* memiliki nilai densitas masing-masing sebesar $2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, $2,27 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, dan $2,23 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ (Smallman and Bishop 2000). Berdasarkan perlakuan termal, pada suhu $< 570^{\circ}\text{C}$ terbentuk *low quartz*, untuk suhu $570\text{-}870^{\circ}\text{C}$ terbentuk *high quartz* yang mengalami perubahan struktur menjadi *crystobalite* dan *tridymite*, sedangkan pada suhu $870\text{-}1470^{\circ}\text{C}$ terbentuk *high tridymite*, pada suhu $> 1470^{\circ}\text{C}$ terbentuk *high crystobalite*, dan pada suhu 1723°C terbentuk silika cair. Silika dapat ditemukan di alam dalam beberapa bentuk meliputi kuarsa dan opal, silika memiliki 17 bentuk kristal (Wikipedia A, 2006), dan memiliki tiga bentuk kristal utama yaitu kristobalit, tridimit, dan kuarsa seperti diperlihatkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Bentuk kristal utama silika (Smallman and Bishop, 2000).

Bentuk	Rentang Stabilitas(°C)	Modifikasi
Kristobalit	1470-1723	β -(kubik) α -(tetragonal)
Tridmit	870-1470	γ -(?) β -(heksagonal) α -(ortorombik)
Kuarsa	<870	β -(heksagonal) α -(trigonal)

Silika adalah keramik tahan terhadap temperatur tinggi yang banyak digunakan dalam industri baja dan gelas (Smallman and Bishop, 2000).

Diketahui bahwa satuan struktur primer silika adalah tetrahedron SiO_4 , dimana satu atom silika dikelilingi oleh empat atom oksigen (seperti terlihat pada Gambar 2.1). Gaya-gaya yang mengikat tetrahedral ini berasal dari ikatan ionik dan kovalen sehingga ikatan tetrahedral ini kuat. Pada silika murni tidak terdapat ion logam dan setiap atom oksigen merupakan atom penghubung antara dua atom silikon (Van and Lawrench, 1992).

Silika mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama seperti kuarsa dan feldspar. Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , dan K_2O , berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya. Silika biasa diperoleh melalui proses penambangan yang dimulai dari menambang pasir kuarsa sebagai bahan baku. Pasir kuarsa tersebut kemudian dilakukan proses pencucian untuk membuang pengotor yang kemudian dipisahkan dan dikeringkan kembali sehingga diperoleh pasir dengan kadar silika yang lebih besar bergantung dengan keadaan kuarsa dari tempat

penambangan. Pasir inilah yang kemudian dikenal dengan pasir silika atau silika dengan kadar tertentu (Anonim C, 2013).

B. Keramik Silika

1. Karakteristik Keramik Silika

Mineral silika atau kuarsa merupakan salah satu komponen utama dalam pembentukan badan keramik dan jumlahnya melimpah ruah di permukaan kulit bumi. Bentuk umum fasa kristal silika antara lain adalah *tridimit*, *quartz*, dan *kristobalit* (Worr'al W.E, 1986). Struktur silikat primer adalah tetrahedron SiO_4 , jadi setiap satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. Gaya-gaya yang mengikat atom tetrahedral berasal dari ikatan ionik dan kovalen sehingga ikatan tetrahedral sangat kuat.

Fasa yang stabil mencapai tridimit pada suhu 1470°C . Kristobalit mempunyai jangkauan stabil suhu lebur pada suhu 1730°C yang kemudian berubah menjadi cairan (*liquid*). Sifat-sifat fisik dari berbagai bentuk kuarsa diantaranya adalah:

- Densitas kuarsa = $2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$;
- Densitas tridimit = $2,27 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$;
- Densitas kristobalit = $2,33 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Disamping itu silika memiliki sifat-sifat (Worr'al, 1986):

- Tidak plastis (elastisitasnya rendah);
- Titik lebur tinggi sekitar 1728°C ;
- Kuat dan keras.

2. Struktur Keramik Silika

Struktur kristal keramik (terdiri dari berbagai ukuran atom yang berbeda atau minimal terdiri dari 2 jenis unsur) merupakan salah satu yang paling kompleks dari semua struktur bahan. Ikatan antara atom-atom ini umumnya ikatan kovalen (berbagi elektron, sehingga ikatan ini kuat) atau ion (terutama ikatan antara ion bermuatan, sehingga ikatan ini kuat). Ikatan ini jauh lebih kuat daripada ikatan logam. Akibatnya, sifat-sifat seperti kekerasan dan ketahanan panas dan listrik secara signifikan lebih tinggi keramik dari pada logam. Keramik dapat berikatan kristal tunggal atau dalam bentuk polikristalin. Ukuran butir mempunyai pengaruh besar terhadap kekuatan dan sifat-sifat keramik; ukuran butir yang halus (sehingga dikatakan keramik halus), semakin tinggi kekuatan dan ketangguhannya. Kebanyakan bahan pembentuk keramik memiliki ikatan ion, ikatan kovalen dan ikatan antara. Sebagai contoh, bagian ikatan ion dalam sistem Mg-O, Al-O, Zn-O dan Si-O dapat dikatakan masing-masing 70%, 60%, 60% dan 50%. Yang sangat menarik adalah bahwa pada ReO_3 , V_2O_3 dan TiO , yang merupakan oksida yang dapat di deformasikan, tetapi memiliki hantaran listrik yang relatif dapat disamakan dengan logam biasa.

Dalam Kristal yang rumit, berbagai macam atom berperan dan ikatannya merupakan ikatan campuran dalam banyak hal. Struktur Kristal demikian dapat dimengerti apabila mengingat bahwa Kristal tersusun oleh kombinasi dari polyhedron koordinasi, dimana satuan kecil dari kation dikelilingi oleh beberapa anion. Salah satu contoh adalah silika yang merupakan bahan baku penting bagi keramik.

3. Aplikasi Keramik Silika

Keramik silika dihasilkan untuk memenuhi beberapa keperluan daripada aspek ketahanan terhadap temperatur yang tinggi dan bahan kimia, ciri-ciri mekanik dan elektrik yang istimewa. Bahan-bahan ini terbagi menjadi keramik oksida dan keramik bukan oksida. Beberapa contoh keramik oksida ialah alumina (Al_2O_3), silika (SiO_2), zirkonia (ZrO_2) dan barium titanat (BaTiO_2). Bahan jenis ini wujud secara alami di dalam batu-batuan dan mineral. Keramik bukan oksida termasuklah nitrida (Si_3N_4 , TiN dan BN) dan karbida (SiC , TiC dan B_4C). Bahan-bahan ini di sintesiskan dengan menggunakan bahan mentah alami atau secara kimia (Lubis, 2013).

C. Daun Bambu

1. Definisi Daun Bambu

Bambu banyak menyebar di daerah tropis, subtropis Asia. Dari sekitar 1.000 jenis bambu dalam 80 genera, sekitar 200 jenis dari 20 genera ditemukan di Asia Tenggara (Dransfield and Widjaja, 1995). Di Indonesia, tanaman bambu tumbuh baik di dataran rendah sampai pegunungan dengan ketinggian sekitar 3000 m dari permukaan laut dan pada umumnya ditemukan di tempat-tempat terbuka dan daerahnya bebas dari genangan air (Krisdianto dkk, 2000).

Pada tanaman bambu, daunnya merupakan daun tunggal yang lengkap karena mempunyai bagian daun berupa pelepah daun (*vagina*), tangkai daun (*petiolus*), dan helaian daun (*lamina*). Daun ini mempunyai bangun daun garis (*Linearis*).

Ujung daunnya runcing (*acutus*), pangkal daunnya membulat, memiliki tepi daun yang rata, daging daun seperti perkamen, pertulangan daun sejajar, permukaan atas dan bawah daun kasar, warna daun bagian atas hijau tua sedangkan warna bagian bawah daun hijau muda. Bangun atau bentuk dari daun bambu adalah berbentuk pita atau bentuk memanjang dari daun dengan perbandingan panjang dan lebar 3-5 : 1, ujung daun pada daun bambu berbentuk runcing yaitu penyempitan ke arah ujung daun dengan sedikit demi sedikit. Sedangkan untuk pangkal daun membulat karena pada pangkal daunnya tidak terdapat sama sekali sudut pangkal daun, daun bambu memiliki tepi yang rata tidak bergerigi dan bertoreh. Daging daunnya bertipe perkamen yaitu tipis namun cukup kaku. Pertulangan daunnya sejajar dari pangkal daun ke arah ujung daun. Permukaan atas dan bawah daun cukup kasar karena disebabkan pertulangan daun yang cukup terasa dan adanya semacam bulu-bulu halus. Warna daun pada bagian atas jauh lebih gelap dibanding dengan yang di bawah dan warna yang kebanyakan ditemukan adalah warna hijau, namun ada beberapa jenis bambu yang lain memiliki daun yang berwarna kuning. Klasifikasi tanaman bambu dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3. Klasifikasi tanaman bambu (Krisdianto dkk, 2000).

Kingdom	Plantae
Divisio	Spermatophyta
Sub Divisio	Angiospermae
Classis	Monokotiledoneae
Subclasis	Commenlinidae
Ordo	Poales
Familia	Poaceae
Sub Famili	Bambusoideae
Genus	Bambusa
Spesies	<i>Bambusa sp</i>

2. Komposisi Kimiawi Daun Bambu

Berdasarkan hasil penelitian, bambu memiliki kadar selulosa yang berkisar antara 42,4%-53,6%, kadar lignin berkisar antara 19,8%-26,6% sedangkan kadar pentosan 1,24%-3,77%, kadar abu 1,24%-3,77%, kadar silika 0,10%-1,28%, kadar ekstraktif (kelarutan dalam air dingin) 4,5%-9,9%, kadar ekstraktif (kelarutan dalam air panas) 5,3%-11,8% dan kadar ekstraktif (kelarutan dalam alkohol benzena) 0,9%-6,9%. Bambu mengandung holoselulosa (selulosa dan hemiselulosa) berkisar antara 73,32-83,80% (Krisdianto dkk, 2000). Dengan kandungan holoselulosa yang cukup tinggi maka bambu sangat cocok untuk dijadikan bahan kertas dan rayon, bahkan China sangat mengandalkan bahan bambu sebagai bahan baku industri kertasnya. Selain itu, dengan kandungan holoselulosa yang sangat tinggi membuat bambu menjadi bahan berlignoselulosa yang mempunyai prospek yang cukup baik untuk dikembangkan sebagai bahan baku produksi bioetanol.

3. Pemanfaatan Daun Bambu

Bambu merupakan jenis hasil bukan kayu yang berpotensi untuk dikembangkan sebagai penghasil bioenergi seperti briket arang dan bioetanol. Selama ini, produksi bioetanol diarahkan pada bahan berpati dan bergula seperti gula tebu, ubi kayu dan jagung. Meskipun sebenarnya proses produksi bioetanol dengan menggunakan bahan tersebut cukup sederhana dan ekonomis (Saddler, 1996). Selain itu, saat ini, bambu juga telah mulai dimanfaatkan sebagai bahan pembuat pulp dan kertas, arang, sumpit (*chopstick*), *plywood/plybambu*, *furniture*, barang

kerajinan tangan yang merupakan komoditi ekspor. Tunas mudanya (rebung) dapat dijadikan bahan makanan dan telah dimanfaatkan sebagai makanan kaleng, daunnya dapat dijadikan sebagai pembungkus makanan. Akarnya yang kuat dapat dijadikan sebagai bahan kerajinan dan bahan pertanian. Selain itu, tanaman bambu dapat dijadikan sebagai tanaman konservasi karena mempunyai daya dukung terhadap lingkungan yang tinggi (Departemen Perindustrian dan Perdagangan, 2001).

D. Metode *Leaching*

Leaching adalah peristiwa pelarutan terarah dari satu atau lebih senyawa dari suatu campuran padatan dengan cara mengontakkan dengan pelarut cair. Pelarut akan melarutkan sebagian bahan padatan sehingga bahan terlarut yang diinginkan dapat diperoleh. Metode ini memiliki 3 variabel penting, yaitu temperatur, area kontak dan jenis pelarut. Istilah *leaching* sering juga disebut dengan sebutan ekstraksi, demikian pula alatnya sering disebut sebagai ekstraktor. Untuk memahami konsep *leaching* maka sangat penting untuk memahami kesetimbangan fasa padat-cair.

Teknologi *leaching* biasanya digunakan oleh industri logam untuk memisahkan mineral dari bijih dan batuan (ores). Pelarut asam akan membuat garam logam terlarut seperti *leaching* Cu dengan medium H_2SO_4 atau NH_3 . Contoh operasi ini adalah pemisahan emas dari bentuk padatan berongga dengan menggunakan larutan HCN atau H_2SO_4 . Industri gula juga menggunakan prinsip *leaching* saat memisahkan gula dari bit dengan menggunakan air sebagai pelarut. Industri

minyak goreng menggunakan prinsip operasi ini saat memisahkan minyak dari kedelai, kacang, biji matahari dan lain-lain dengan menggunakan pelarut organik seperti heksana, aseton atau eter. Industri farmasi pun menggunakan teknologi ini untuk mengambil kandungan obat dari dedaunan, akar dan batang tumbuhan. Konsep dasar *leaching* tidak hanya berlaku dalam dunia industri, tapi juga terjadi di lingkungan sehari-hari seperti erosi unsur hara oleh air hujan atau ketika sedang menyeduh teh/kopi. Secara umum *leaching* dapat dibagi 2, yaitu:

1. Percolation. Pada metode ini pelarut dikontakkan dengan padatan melalui proses tunak ataupun tak tunak. Metode ini lebih banyak digunakan untuk pemisahan campuran padat-cair di mana jumlah padatan jauh lebih besar daripada fasa cair.
2. Dispersed Solids. Pada metode ini padatan dihancurkan terlebih dulu menjadi pecahan kecil sebelum dikontakkan dengan pelarut. Metode ini begitu populer karena tingkat kemurnian hasil yang tinggi sehingga dapat mengimbangi biaya operasi pemisahan yang juga tinggi (Firdaus, 2012).

E. Teknik Pengabuan

Abu merupakan zat anorganik sisa hasil pembakaran suatu bahan organik. Kandungan abu dan komposisinya bergantung pada macam bahan dan cara pengabuan yang digunakan. Kandungan abu dari suatu bahan menunjukkan kadar mineral dalam bahan tersebut. Ada dua macam garam mineral yang terdapat dalam bahan, yaitu: (Fauzi 1994).

1. Garam organik: garam asam malat, oksalat, asetat, pektat
2. Garam anorganik: garam fosfat, karbonat, klorida, sulfat, nitrat

Teknik pengabuan dilakukan dengan cara mengeringkan daun bambu yang telah *dileaching* dengan asam sitrat pada oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Untuk mendapatkan silika dari abu daun bambu maka daun bambu yang telah dioven selanjutnya dioven kembali dalam *furnace* pada suhu 800°C, 900°C dan 1000°C selama 3 jam dengan waktu penahanan 30 menit. Setelah proses pembakaran tersebut dari masing-masing suhu dapat terlihat perbedaan hasil silika yang didapat. Hasil dari pembakaran daun kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM/EDS)*, *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)* dan *Differential Thermal Analyzer (DTA)* untuk melihat hasil endapan silika berwarna putih dari daun bambu (Harsono, 2002). Silika yang diperoleh melalui teknik pengabuan memiliki luas permukaan spesifik 68 m²/g dan diameter porinya 121 Å (Kamath, 1998).

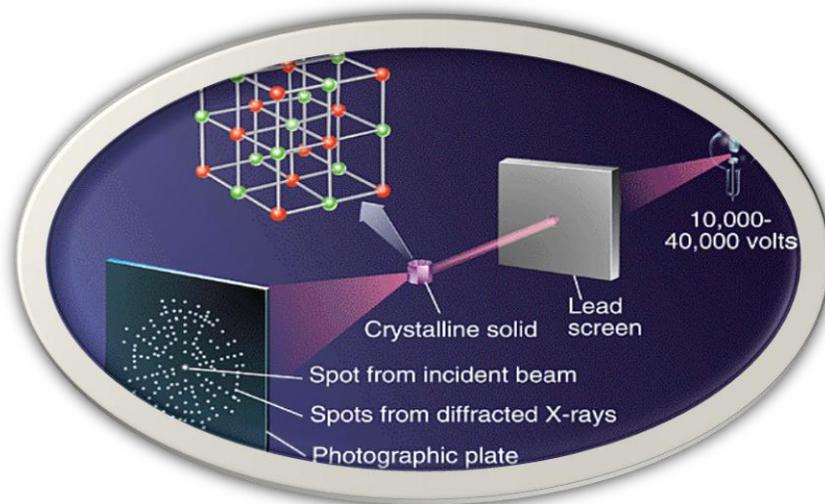
F. Karakterisasi

Karakterisasi merupakan uji analisis yang dilakukan terhadap suatu bahan sampel baik dengan tujuan untuk mengetahui senyawa pembentuk bahan maupun untuk mengetahui sifat fisis bahan yang dihasilkan. Pada pembuatan keramik silika daun bambu, pengamatan strukturnya dianalisis menggunakan metode (XRD) *X-Ray Diffraction*, mikrostrukturnya dianalisis menggunakan (SEM/EDS) *Scanning Electron Microscopy*, gugus fungsinya dianalisis menggunakan (FTIR) *Fourier Transform Infra-Red* dan analisis termalnya dianalisis menggunakan (DTA) *Differential Thermal Analyzer*.

1. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Difraksi sinar X atau yang lebih sering dikenal dengan XRD adalah alat yang digunakan untuk menentukan struktur dan pengenalan bahan-bahan baik keramik, gelas maupun komposit (Widhyastuti dkk, 2009). Teknik XRD ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel (Anonim A, 2011).

Prinsip kerja difraksi sinar X dihasilkan disuatu tabung sinar X dengan pemanasan kawat pijar atau filamen untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron yang berupa sinar X tersebut dipercepat terhadap suatu sampel dengan memberikan suatu voltase, dan menembak sampel dengan elektron. Elektron-elektron yang berupa sinar X akan melewati celah (*slit*) agar berkas sinar yang sampai ke sampel berbentuk paralel dan memiliki tingkat divergensi yang kecil, serta elektron-elektron tersebut dapat menyebar merata pada sampel. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam sampel (Anonim D, 2013), maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Diagram skematik dari XRD dapat ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Skema difraksi sinar- x (Anonim D, 2013).

Sinar yang dibiaskan dari sampel juga melewati celah (*slit*) sebelum ditangkap oleh detektor sinar X, sehingga sinar yang dibiaskan tidak menyebar dan kemudian melewati celah *soller* (*soller slit*). Celah ini berfungsi untuk mengarahkan sinar X yang akan dicatat oleh detektor dan akan mengeliminasi hamburan yang tidak berguna dalam difraksi. Kemudian sinar tersebut akan melewati penyaringan monokromator sekunder yang berfungsi sebagai penghasil sinar X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi. Sinar X yang dihasilkan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS (Widhyastuti dkk, 2009).

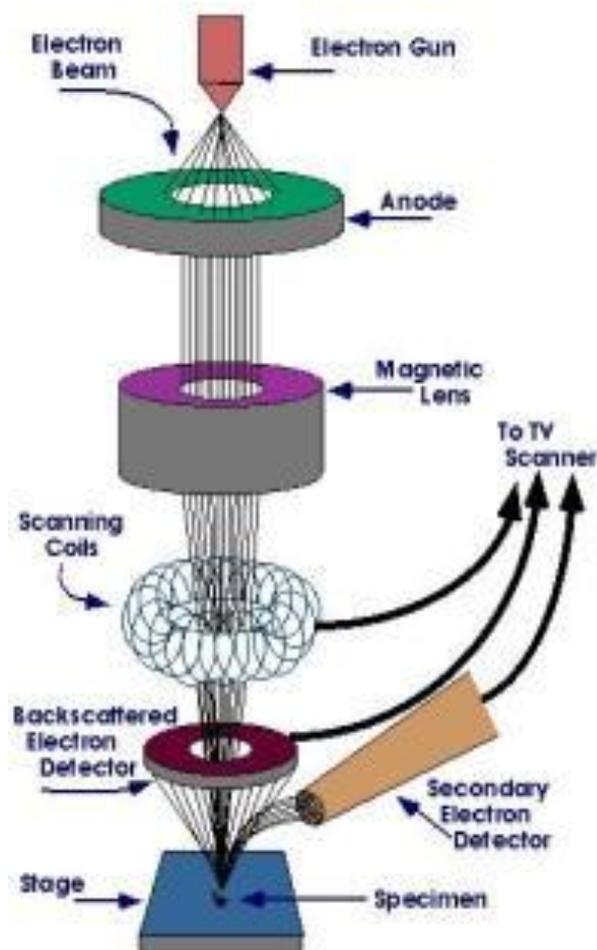
Keuntungan utama penggunaan difraksi sinar X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar X memiliki energi sangat tinggi akibat panjang gelombangnya yang pendek (0,5-2,0 mikron) (Widhyastuti dkk, 2009). Kegunaan dan aplikasi difraksi sinar X, yakni dapat membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf, mengukur macam-macam kecacakan dan penyimpangan kristal, karakterisasi material kristal, identifikasi mineral-mineral yang berbutir halus seperti tanah liat, dan penentuan dimensi-dimensi sel satuan (Widhyastuti dkk, 2009; Anonim C, 2011).

2. *Scanning Electron Microscopy (SEM/EDS)*

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang dilengkapi dengan sistem EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*) merupakan bagian dari seperangkat alat instrumen yang digunakan untuk mempelajari mikrostruktur permukaan secara langsung dari bahan atau sampel padat seperti keramik, logam dan komposit, yang diamati secara tiga dimensi (Wikipedia B, 2011). SEM memiliki resolusi (daya pisah) sekitar 0,5 nm dan ketajaman gambar yang hingga 50.000 kali, selain itu cara analisis SEM tidak merusak bahan (Brendon *et al*, 1991). Kemampuan daya pisah ini disebabkan karena SEM menggunakan elektron sebagai sumber radiasinya. Daya pisah setiap instrumen optik dibatasi oleh difraksi sehingga besarnya berbanding lurus dengan panjang gelombang yang dipakai untuk menyinari benda yang diselidiki (Beiser, 1987).

Pada prinsipnya SEM secara umum terdiri dari beberapa komponen yaitu kolom elektron, ruang sampel, sistem pompa vakum, kontrol elektronik dan sistem

pencitraan bayangan. Diagram skematik dari SEM dapat ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Skematik Alat SEM (Anonim E, 2013).

Berdasarkan Gambar 2 di atas, dapat diterangkan bahwa SEM adalah alat instrumen terdiri dari sumber elektron yang ditembakkan (*electron Gun*), tiga lensa elektrostatik dan kumparan *scan* elektromagnetik yang terletak diantara lensa kedua dan ketiga serta tabung foto multiplier untuk mendeteksi cahaya pada layar *scanner* ke TV. SEM menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk menghasilkan bayangan. Berkas elektron dihasilkan dengan memanaskan filamen melalui tegangan tinggi, kemudian dikumpulkan melalui lensa kondensor elektromagnetik dan difokuskan oleh lensa objektif. Ketika arus dialirkan pada

filamen maka terjadi perbedaan potensial antara kutub katoda dan anoda yang akhirnya akan menghasilkan elektron. Elektron yang dihasilkan selanjutnya akan melewati celah pelindung pada anoda dan lensa magnetik dan lensa objektif. Berkas elektron tersebut dipercepat oleh medan listrik dan menumbuk sampel atau *specimen* pada *stage* melalui *scanning coil* menghasilkan elektron sekunder (*secondary elektron*), elektron hambur balik (*backscattered elektron*) yang dipantulkan dari sampel kemudian dideteksi dan dikuatkan oleh tabung multiplier yang kemudian ditransmisikan ke *scanner* ke TV, sehingga bentuk dan ukuran sampel terlihat dalam bentuk sinaran (*imaging beam*). Faktor yang menentukan penampilan dan resolusi adalah arus dan berkas pemercepat (Sampson, 1996).

Dalam SEM, kumparan scan (*scanning coil*) yang berarus listrik dipakai untuk menimbulkan medan magnetik yang berlaku sebagai lensa untuk memfokuskan berkas elektron pada benda yang diselidiki dan alat ini menghasilkan bayangan yang diperbesar pada layar pendar (*fluoresen*) atau alat fotografik. Untuk menghindari penghamburan bayangan yang dihasilkan dipakai lapisan yang tipis dan seluruh sistem divakumkan (Beiser, 1987).

3. *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra-Red (FTIR) Spectroscopy merupakan alat yang dipergunakan untuk menganalisis secara kuantitatif maupun kualitatif untuk kuantitatif adalah berdasarkan gugus fungsi yang ada dengan menggunakan standar. Pada umumnya sampel yang dianalisis dapat berupa padatan, cairan dan gas, masing-masing mempergunakan sel yang berbeda-beda (Stevens, 2011).

Beberapa spektrum sampel yang dapat dianalisis menggunakan FTIR adalah organik, aromatik, alifatik dan karbonil. *Spektrofotometri Fourier Transform Infra Red (FTIR)* merupakan perkembangan baru dari spektro-fotometri infra merah. Pada prinsipnya FTIR/IR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsional yang ada pada suatu senyawa, sehingga dapat digunakan untuk menentukan suatu senyawa yang belum diketahui identitasnya.

FTIR merupakan teknik pengukuran untuk mengumpulkan spektra infra merah, yang merupakan pengganti dari pencatatan jumlah energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitude getaran atom-atom yang terikat sehingga molekul berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi. Spektrum infrared telah banyak digunakan pada penelitian dan industri sebagai teknik yang mudah untuk pengukuran, uji kualitas dan pengukuran dinamik sebuah sampel. Memiliki instrumen yang kecil dan dapat didistribusikan. Dengan kecanggihan teknologi komputer untuk pengolahan data yang dihasilkan, sampel dalam bentuk larutan sekarang dapat diukur dengan akurat. Alat ini akan secara otomatis menjelaskan substansi pada hasil data yang diperoleh (Fresenden, 1999).

Kawasan spektrum inframerah yang terpenting ialah yang terletak diantara 4000 dan 660 cm^{-1} . Jalur serapan dalam spektrum terjadi akibat perubahan tenaga yang timbul akibat getaran molekul jenis peregangan dan pembengkokan (cacat bentuk) ikatana. Kedudukan atom dalam molekul boleh dianggap sebagai kedudukan keseimbangan minimal, dan ikatan antara atom boleh diandaikan sebagai beranalog dengan *spring* apabila dikenakan peregangan dan pembengkokan.

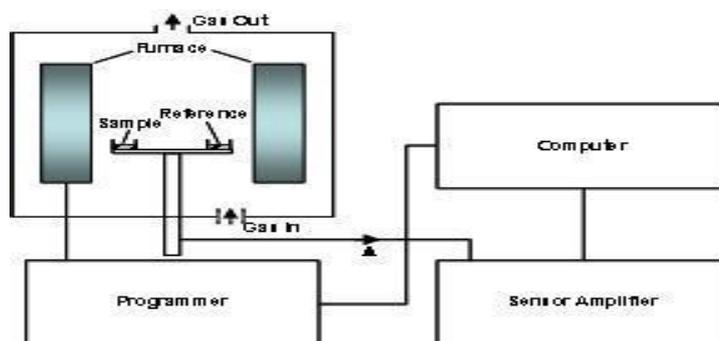
Beberapa penelitian yang menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) telah dilakukan, diantaranya mengamati gugus fungsional pada silika yang diperoleh dari sekam padi. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa puncak utama yang berkaitan dengan gugus fungsi pada silika adalah pada bilangan gelombang $3444,6 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus -OH (gugus hidroksil) yang menunjukkan adanya gugus hidroksil dari molekul air yang terhidrasi (Daifullah, 2004). Selain itu puncak bilangan gelombang $1095,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus fungsi Si-O-Si (Adam, 2006). Adanya gugus fungsi Si-O-Si diperkuat dengan adanya puncak bilangan gelombang $470,6 \text{ cm}^{-1}$ yaitu ikatan Si-O (Lin, 2001).

4. *Differential Thermal Analysis (DTA)*

Analisis termal merupakan suatu analisis yang melibatkan pengukuran sifat fisik dan sifat kimia sebagai sebuah fungsi temperatur. Teknik-teknik yang dicakup dalam metode analisis termal ini adalah analisis termometri (*thermomegravimetric analysis* = TGA) dan analisis diferensial termal (*differential thermal analysis* = DTA). Analisis DTA merupakan teknik analisis yang digunakan untuk mengukur perubahan kandungan panas dengan cara merekam secara terus-menerus perbedaan temperatur antara sampel yang di uji materi pembanding yang inert sebagai suatu fungsi dari perubahan temperatur (Khopkar, 1990).

Adapun komponen peralatan utama dari DTA yaitu: pemegang sampel yang dilengkapi dengan termokopel, wadah sampel, furnace, program temperatur dan sistem perekam. Pada setiap pemegang sampel yaitu sampel uji dan sampel

pembandingan terdiri dari sebuah termokopel untuk menjamin sebuah distribusi panas yang rata. Termokopel ini tidak dapat ditempatkan secara langsung dengan sampel, hal ini digunakan untuk menghindari terjadinya kontaminasi dan degradasi. Berikut ini adalah Gambar 2.4 yang merupakan skema dari perangkat DTA.



Gambar 2.4. Skematik perangkat DTA (Bhadeshia, 2002).

Adapun cara untuk memperoleh data DTA yaitu keadaan sebuah tabung yang berisi sampel (berdiameter 2 mm, kapasitas 0,1-10 mg sampel) dimasukkan sebuah termokopel sangat tipis, begitu juga selanjutnya, hal yang sama juga dilakukan pada tabung atau wadah yang berisi sampel pembandingan. Untuk pemanasan atau wadah yang berisi sampel pembandingan. Untuk pemanasan atau pendinginan sampel dilakukan dengan laju seragam. Untuk memperoleh hasil data yang produksibel maka materi sampel harus halus yaitu dengan ukuran 100 *mesh* (Khopkar, 1990). Sedangkan hasil pengukuran antara ΔT sebagai fungsi T merupakan suatu petunjuk perolehan ataupun kehilangan energi dari sampel yang diuji. Bila dalam pengamatan ternyata suhu bahan acuan lebih tinggi daripada suhu sampel maka diperoleh ΔT negatif atau terjadi perubahan *endotermis* dan sebaliknya jika suhu bahan acuan lebih rendah daripada suhu sampel maka diperoleh ΔT positif atau terjadi perubahan *eksotermis*. Bila suhu sampel dengan

suhu acuan sama berarti tidak terjadi perubahan, dalam hal ini hanya ditunjukkan berupa garis lurus (*base line*) (Robert, 1994).

Penelitian yang telah dilakukan dengan menggunakan TGA/DTA, diantaranya silika mengindikasikan bahwa silika pada sintering 950°C lebih mudah melepaskan atau menyerap molekul air dalam sampel dibandingkan suhu 750°C dan 1050°C (Rajarathnam, 2009). Selain itu, pada penelitian lain dimana sampel yang dikarakterisasi berupa silika hasil ekstraksi tanpa dan dengan perlakuan sintering, dijelaskan bahwa sampel tanpa perlakuan sintering lebih mudah menyerap panas (endotem) dibandingkan sampel yang diberikan perlakuan sintering 750°C (endotem pada suhu 662°C) dan sintering 1050°C (endoterm pada suhu 657°C). Sebaliknya sampel yang diberikan perlakuan sintering lebih mudah untuk melepaskan panas dibandingkan sampel tanpa sintering (Naskar, 2004).