

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Komposit Magnesium Silikat (MgO-SiO₂)

Komposit adalah gabungan dua material atau lebih dengan memiliki sifat yang tidak sama dengan sifat bahan aslinya dengan sifat-sifat yang unggul atau lebih baik dari bahan itu sendiri (Kornmann *et al.*,1998). Magnesium silikat adalah material komposit yang terdiri dari dua bahan baku utama yaitu magnesium oksida (MgO) dan silika (SiO₂) yang berbentuk bubuk (*powder*) putih, *amorf*, tidak berbau dan tidak larut dalam air (Arisurya,2009).

Mineral yang terkandung dalam magnesium silikat terdiri dari *forsterite* (Mg₂SiO₄), *estantite* (MgSiO₃) (Zevenhoven dan Kohlman, 2001). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Saberi *et al.*, (2007), menyatakan bahwa komposit MgO-SiO₂ yang berupa *forsterite* akan mulai terbentuk pada suhu 730°C dalam bentuk *amorf* dan pada suhu 800-1000°C akan terbentuk *forsterite* dalam bentuk kristal. Sedangkan Pada penelitian yang dilakukan Ni *et al.*, (2007) menyatakan bahwa *enstatite* dikenal dengan rumus kimia Mg₂Si₂O₆ atau MgSiO₃ terbentuk pada suhu 1100 °C.

Magnesium silikat memiliki beberapa sifat spesifik yang dimiliki magnesium silikat yaitu konduktivitas termal 2,6 Wm⁻¹K⁻¹ dan ekspansi termal 7,8×10⁻⁶ K⁻¹ atau

memiliki ketahanan terhadap suhu tinggi (Sumarnadi dkk., 2010) sehingga dapat digunakan sebagai isolator suhu tinggi. Magnesium silikat juga memiliki luas permukaan $612 \text{ m}^2/\text{g}$ dan densitas $2,90 \text{ g/cm}^3$ (Bansal, 1987; Sumarnadi dkk., 2010) yang dapat diaplikasikan sebagai bahan katalis.

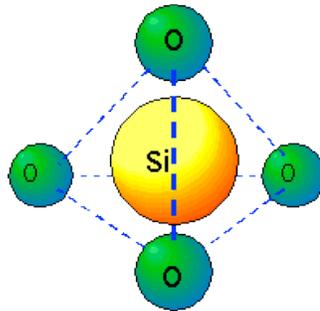
Magnesium silikat juga mampu menghilangkan bahan pengotor seperti sabun, warna, bau, katalis yang belum tereaksi, komponen logam, sulfur, fosfor, kalsium, dan besi. Senyawa ini juga mampu mengurangi kandungan mono dan digliserida, asam lemak bebas, gliserol bebas dan total gliserol, metanol, klorofil, air, serta sedimen pada biodiesel (Bryan, 2005). Aplikasi lain dari magnesium silikat adalah dalam bidang *fuel* berdasarkan kemampuannya sebagai adsorpsi aflatoksin dalam gandum dan sebagai adsorben untuk studi adsorpsi asam lemak bebas (*Free Fatty Acids* atau FFA) dalam minyak sawit mentah (*Crude Palm Oil* atau CPO) (Clowutimon *et al.*, 2011). Senyawa ini akan menyerap asam lemak bebas menggunakan ikatan hidrogen yang terjadi antara gugus karbonil (C=O) asam lemak dengan permukaan gugus silanol (Si-O-H) pada senyawa tersebut (Clowutimon *et al.*, 2011).

Komposit MgO-SiO₂ dapat dibuat dengan metode sol-gel (Bansal, 1987; Ni *et al.*, 2007; Kharaziha dan Fathi, 2010), Metode *sol-gel* lebih unggul dibandingkan dengan metode lainnya seperti metode padatan (*solid-state*) (Brucato, 2002; Sebayang dkk, 2002). Metode *sol-gel* adalah metode untuk mendapatkan komposit padat yang homogen dengan cara pembentukan suspensi koloid yang berbentuk *gel* melalui proses gelasi *sol* pada suhu ruang (Ni *et al.*, 2007; Kharazima and Fathi, 2009) yang

tidak membutuhkan suhu tinggi dan waktu reaksi yang panjang (Saberi *et al.*, 2007; Sriyanti, 2005).

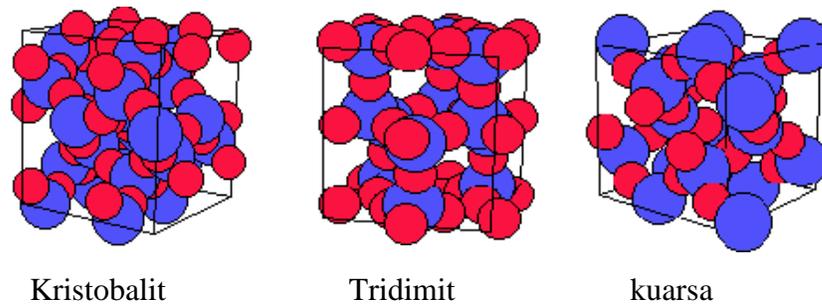
B. Silika (SiO_2)

Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul SiO_2 , atau nama lain yaitu oksida silikon (*silicon dioxide*). Silika merupakan oksida logam golongan IV dengan satuan struktur primer tetrahedron SiO_4 , dimana satu atom silika dikelilingi oleh empat atom oksigen sebagai mana ditunjukkan pada Gambar 2.1, gaya-gaya yang mengikat tetrahedral ini berasal dari ikatan ionik dan kovalen oleh karena itu ikatan tetrahedral ini kuat. Pada SiO_2 murni tidak terdapat ion logam dan setiap atom oksigen merupakan atom penghubung antara dua atom silikon dan setiap atom silikon dikelilingi oleh empat atom oksigen (Vlack, 1994).



Gambar 2.1. Struktur primer tetrahedron SiO_4

Silika bisa terdapat dalam bentuk amorf maupun dalam bentuk Kristal dengan tiga bentuk dasar yaitu kuarsa pada suhu 867°C , tridimit pada suhu 1470°C , dan kristobalit pada suhu 1730°C (Smith, 1996). Bentuk unit kristal dapat dilihat pada Gambar 2.2 berikut.



Gambar 2.2. Bentuk unit kristal (Shriver dan Atkins, 1999)

1. Sumber Silika

Silika (SiO_2) dapat diperoleh dari mineral, nabati dan sintesis. Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal silika (Reig *et al.*, 1997). Silika mineral biasanya diperoleh melalui proses penambangan kemudian dilakukan proses pencucian untuk membuang pengotor dan dipisahkan serta dikeringkan kembali sehingga diperoleh kadar silika yang lebih besar bergantung dengan keadaan tempat penambangan. Saat ini mineral-mineral tersebut susah didapatkan maka diperlukan alternatif lain dalam pencarian silika seperti silika sintesis dan silika nabati.

Silika sintesis didapatkan menggunakan bahan *fumed* silika, TEOS dan TMOS (Charterjee and Naskar, 2004) dapat menggunakan metode pelelehan. Proses pelelehan dimulai dengan pemanasan dan kristalisasi yang bersesuaian dengan mineral tersebut. Pelelehan tergantung pada pereduksian suhu leleh, perubahan dalam medium (Pitak, 1997) dan membutuhkan suhu yang sangat tinggi. Harganya relatif mahal dan prosesnya sangat rumit sehingga diperlukan alternatif pencarian

sumber silika sebagai penggantinya yaitu silika nabati yang dapat ditemui pada sekam padi, tongkol jagung, kayu, dan bambu. Silika nabati yang umum digunakan adalah silika sekam padi dengan kadar silika terbesar yaitu sebesar 94 – 96 % (Siriluk dan Yuttapong, 2005; dan Houston, 1972). Perolehan silika sekam padi dapat dilakukan dengan proses *sol-gel* pada suhu rendah dengan homogenitas tinggi.

2. Karakteristik Silika

Silika merupakan mineral yang dapat ditemukan sebagai mineral penyusun batuan. Silika memiliki sifat kimia yaitu tidak larut dalam air, tahan terhadap zat kimia dan memiliki ekspansi termal rendah serta memiliki titik lebur yang tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan refraktori (bahan tahan api), bahan keramik, adsorben dan pendukung katalis yang baik. Tabel 2.1 memperlihatkan karakteristik yang dimiliki silika *amorf* dan silika kristal.

Tabel 2.1. Karakteristik fisika, mekanika, termal, dan sifat elektrik silika *amorf* dan silika kristal (Sigit dan Jetty, 2001).

No	Parameter	Satuan	Silika amorf	Silika kristal
1	Densitas	g/cm ³	2,65	2,2
2	Konduktivitas termal	W/mK	1,3	1,4
3	Koefisien ekspansi termal	K ⁻¹	12,3 x 10 ⁻⁶	0,4 x 10 ⁻⁶
4	Kekuatan tarik	MPa	55	110
5	Rasio Poisson's		0,17	0,165
6	Kekuatan retak	MPa	-	0,79
7	Modulus elastisitas	MPa	70	73
8	Daya tahan kejut termal		Baik sekali	Baik sekali
9	Permitivitas (ϵ)	C ² /N m ²	3,8 – 5,4	3,8
10	Kekuatan bidang dielektrik	kV/mm	15,0 – 25,0	15,0 – 40,0
12	Resistivitas	Ω m	10 ¹² - 10 ¹⁶	> 10 ¹⁸

Dari Tabel 2.1 dapat dilihat bahwa karakteristik fisik, mekanik, termal dan sifat elektrik silika *amorf* dan silika kristal memiliki perbedaan. Dengan demikian dalam sintesis silika *amorf* atau silika kristal disesuaikan dengan aplikasi yang diinginkan. Dalam penggunaan untuk aplikasi katalis diharapkan silika yang terbentuk adalah silika yang memiliki luas permukaan yang besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi, dan inert sehingga, dapat digunakan sebagai prekursor atau penyangga suatu katalis (Benvenuti and Yoshitaka, 1998; Yang *et al.*, 2006).

3. Silika Sekam Padi

Saat ini dengan perkembangan teknologi penggunaan silika pada industri semakin meningkat terutama dalam penggunaan silika pada ukuran partikel yang kecil sampai skala mikron atau bahkan nanosilika. 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, cat, film, pasta gigi, dan keramik. Pada pembuatan komposit MgO-SiO₂ ini sumber silika yang digunakan adalah silika sekam padi.

Sekam mengandung senyawa organik berupa lignin, chitin, selulosa, hemiselulosa (pentosan), senyawa nitrogen, lipida, vitamin B dan asam organik, sedangkan senyawa anorganik yang terkandung di dalam sekam dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Komposisi kimia Sekam Padi (% berat)(Ismunadji, 1988).

Komponen	% Berat
H ₂ O	2,40 – 11,35
Crude Protein	1,70 – 7,26
Crude Fat	0,38 – 2,98
Ekstrak Nitrogen Bebas	24,70 – 38,79
Crude Fiber	31,37 – 49,92
Abu	13,16 – 29,04
Pentosan	16,94 – 21,95
Sellulosa	34,34 – 43,80
Lignin	21,40 – 46,97

Silika merupakan komponen utama yang terkandung dalam dari abu sekam padi, yakni berkisar 87-97% berat dari abu sekam padi (Houston, 1972; Daifullah, *et.al*, 2004; Chen dan Chang, 1991). Komponen yang terkandung dalam abu sekam padi terlihat pada Tabel 3. Silika sekam padi secara alami bersifat amorph dan bertahan hingga temperatur di bawah 800⁰C (Sembiring dan Karo-karo, 2007 dan Della, *et.al*, 2002). Silika *amorf* mempunyai stabilitas rendah sehingga mudah bereaksi (ponzolane) dengan pereaksi lain. Kereaktifan silika dipengaruhi temperatur pengabuan dengan keraktifan optimum ketika sekam padi di bakar pada temperatur 550-700⁰C (Kalapathy, *et.al*, 2000) dan keraktifan menurun dengan naiknya temperatur di atas 800⁰C, akibat meningkatnya kristalinitas dalam bentuk *crystoballite* dan *trydimite* (Sembiring 2008; Shinohara dan Kohyama, 2004). Komposisi abu sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3. Komposisi Abu Sekam Padi (Houston, 1972).

Komponen	% Berat
SiO ₂	86,90 – 97,30
K ₂ O	0,58 – 2,50
Na ₂ O	0,00 – 1,75
CaO	0,20 – 1,50
MgO	0,12 – 1,96
Fe ₂ O ₃	0,00 – 0,54
P ₂ O ₅	0,20 – 2,84
SO ₃	0,10 – 1,13
Cl	0,00 – 0,42

Silika sekam padi dalam bentuk *sol* dapat diperoleh dengan mudah dengan menggunakan metode ekstraksi alkalis (Karo – karo dan Sembiring, 2007; Daifullah, et.al, 2004) sehingga mempermudah pemanfaatannya dalam pembuatan material melalui metode *sol – gel*.

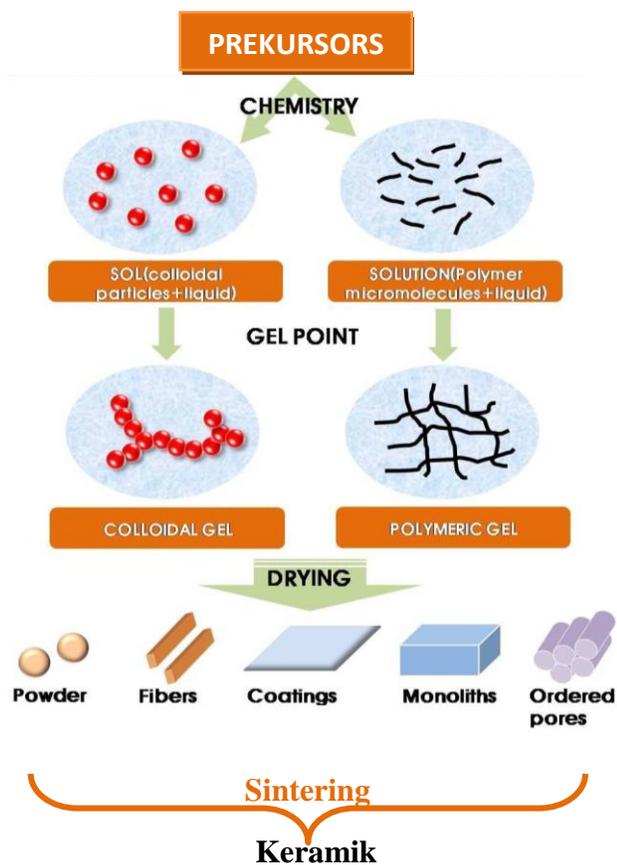
4. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Dalam mendapatkan silika dari sekam padi, dapat dilakukan dengan dua metode yaitu metode ekstraksi alkalis dan metode pengabuan. Sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah, biaya yang relatif murah dan suhu yang rendah yakni dengan metode ekstraksi alkalis (Daifullah dkk, 2003, Ginting dkk, 2006; Kalapathy dkk, 2000), dimana silika yang diperoleh melalui ekstraksi adalah berupa larutan *sol* dimana silika pada fase larutan adalah fase *amorf* atau mudah reaktif terhadap zat lain yang bersifat porous (Khopkar, 1990).

Berbeda dengan metode pengabuan, pada metode ini banyak dibutuhkan biaya yang cukup mahal dari pada metode pengabuan (Hamdan dkk, 1997; Harsono, 2002), karena perlu dilakukan proses pengarangan atau pengabuan pada suhu tinggi yaitu 600°C selama 4 jam (Nurhayati, 2007). Proses ekstraksi pada metode ekstraksi alkalis didasarkan pada kelarutan silika *amorf* yang besar dalam larutan basa atau alkalis seperti kalium hidroksida (KOH), natrium karbonat (Na_2CO_3), atau natrium hidroksida (NaOH) dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam seperti asam klorida (HCl) (Daifullah *et al.*, 2003). Silika diekstraksi dengan larutan KOH 5% selama 1 jam pada pH optimum 7,0 atau bersifat netral sehingga terbentuk *gel* silika. Selain diekstraksi dengan larutan KOH dalam mendapatkan silika *gel*, juga dapat digunakan larutan NaOH, namun larutan NaOH dapat merubah struktur *gel* sehingga menyebabkan ukuran butiran yang tidak seragam. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Zurhadiansah (2005), metode ini dapat menghasilkan 91% silika *amorf* dengan kemurnian 93%. Silika sekam padi memiliki kelebihan dibandingkan dengan silika mineral yaitu memiliki butiran yang lebih halus, lebih reaktif, dapat diperoleh dengan cara mudah dengan biaya yang relatif murah (Larby, 2010). Kemudian sifat reaktif silika *amorf* yang diperoleh dengan metode ini juga lebih dapat dipertahankan karena pada metode kimiawi tidak ada perlakuan suhu tinggi yang akan meningkatkan kristalinitas silika tersebut, sehingga akan mudah bereaksi ketika diberikan suatu pereaksi (Zurhadiansah, 2005).

C. Metode Sol-Gel

Metode *sol-gel* merupakan salah satu metode pembentukan material melalui jaringan oksida dengan reaksi polikondensasi pada medium cair. Proses ini melibatkan perubahan dari fasa larutan (*sol*) menjadi fasa padat (*gel*), melalui tahapan pembentukan *sol*, pembentukan *gel*, penuaan (*aging*), pengeringan dan pematatan (*densification*) (Brinker and Scherer, 1990) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Proses Sol-Gel (Pierre, 1998)

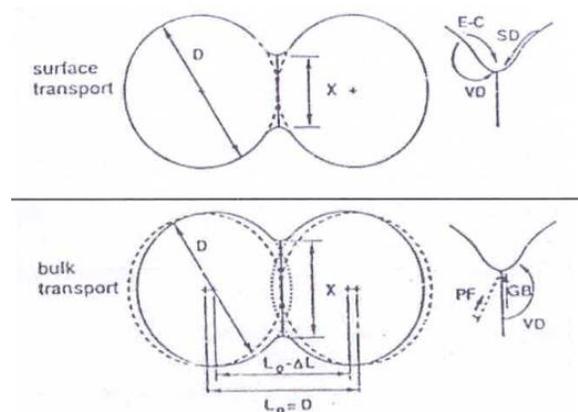
Dalam proses *Sol-gel*, alkoksida logam pertama atau garam logam yang dihidrolisis dalam solusi memproduksi puluhan atau ratusan milimeter partikel koloid *sol* berbentuk atau tinggi molekul *sol*. Polimerisasi kondensasi hasil partikel tersebut dalam suatu ikatan yang pada *gel* terakhir. Berikut *sol* berjalan melalui hidrolisis dan polimerisasi kondensasi, tapi masih terdiri dari partikel 1-1000 nm. Ini juga berarti bahwa partikel yang stabil dengan muatan listrik pada permukaan mereka dan status bahwa semua *sol* dalam benjolan solusi bentuk satu demi hidrolisis terus menerus dan polimerisasi kondensasi. *Sol-gel* teknologi proses manufaktur tidak perlu peralatan mahal yang dapat meminimalkan biaya produksi dan proses sederhana dapat mempersingkat waktu produksi. Berikut adalah keuntungan dari *Sol-gel*.

Keuntungan penggunaan metode *sol-gel* dibandingkan dengan metode lain yaitu:

- Metode *sol-gel* dapat menghasilkan lapisan yang homogenitasnya tinggi, murni dan stokiometris akibat pencampuran dalam skala molekuler, sehingga dapat mengurangi suhu kristalisasi dan mencegah dari pemisahan fase selama pemanasan (Saber *et al.*, 2007).
- Metode *sol-gel* menggunakan temperatur pembakaran yang rendah, hal ini dikarenakan ukuran partikel kecil dan luas permukaan besar.
- Metode *sol-gel* bisa menghasilkan partikel ukuran nano yang seragam serta peralatan yang digunakan relatif sederhana (Sunendar, 2007).
- Metode *sol-gel* ini relatif mudah dilakukan, tidak memerlukan waktu yang lama dan interaksi antara padatan dan bahan yang diimobilkan relatif kuat (Sriyanti dkk, 2005).

D. Sintering

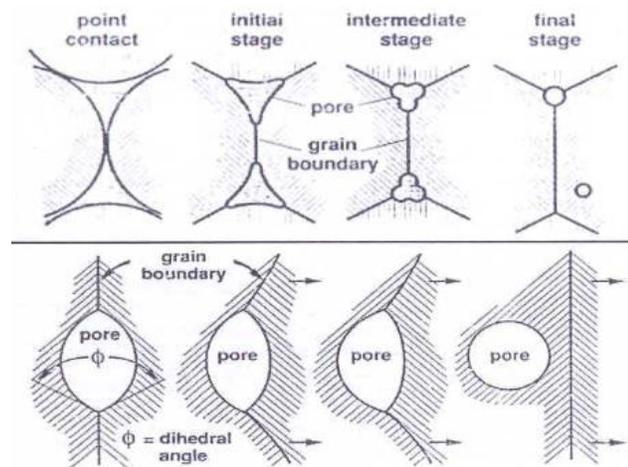
Proses sintering dilakukan untuk membentuk suatu ikatan antar partikel melalui mekanisme difusi atom sehingga kekuatan produk mentah meningkat. Hal ini dapat terjadi bila atom memiliki cukup energi untuk melepaskan ikatan dengan atom sekitarnya sehingga dapat berpindah dari posisi asalnya semula ke posisi yang kosong. Untuk itu atom memerlukan energi aktivasi melalui pemanasan. Difusi lebih cepat terjadi pada daerah yang susunan atomnya makin acak karena energinya makin besar sehingga pergerakan atom juga semakin mudah. Bila ditinjau dari susunan atom yang semakin acak, laju difusi volume lebih lambat daripada laju difusi sepanjang batas butir, dan laju difusi sepanjang batas butir lebih lambat daripada laju difusi permukaan. Oleh karena itu serbuk dengan diameter yang lebih kecil yang memiliki luas permukaan lebih luas akan semakin lebih cepat tersinter karena energi permukaannya tinggi. Mekanisme transport pada penyinteran ada dua yaitu *surface transport* dan *bulk transport*. Kedua mekanisme dapat dilihat pada Gambar 2.4 berikut.



Gambar 2.4. Mekanisme *surface transport* dan *bulk transport* pada model partikel bulatan (German, 1994).

Ket: *E-C*: evaporasi-kondensasi, *SD*: surface diffusion, *VD*: volume diffusion, *PF*: plastic flow, dan *GB*: grain boundary diffusion.

Surface transport berperan pada temperatur yang rendah, membantu pertumbuhan leher tetapi tidak mengubah jarak antar partikel sehingga tidak menyebabkan densifikasi, serta berfungsi mengontrol proses evaporasi-kondensasi. Sedangkan *bulk transport* berperan pada suhu tinggi, adanya difusi volume ke permukaan leher yang sudah terbentuk menyebabkan terjadinya perubahan jarak antar atom menjadi kecil (*shrinkage*) sehingga desifikasi (proses penurunan porositas dan kenaikan densitas) terjadi.



Gambar 2.5. Morfologi porositas pada proses sintering (German,1994).

E. Karakterisasi Komposit MgO-SiO₂

1. Difraksi Sinar-X (XRD)

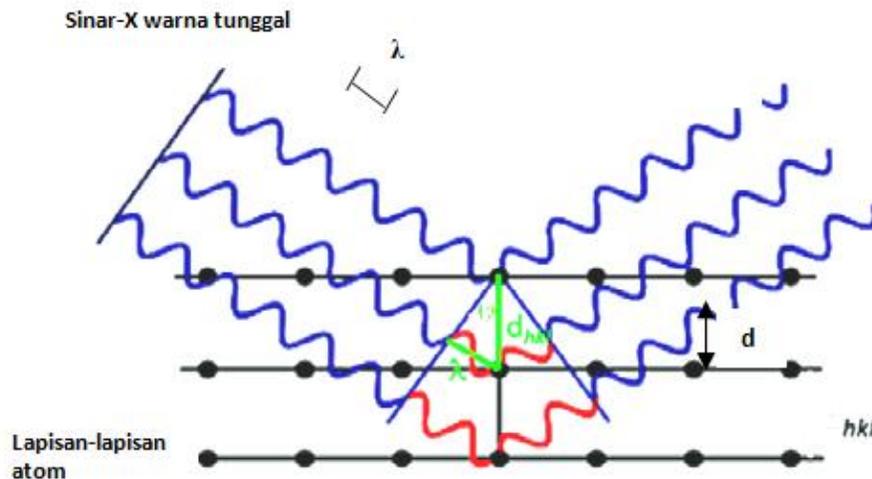
Sinar-X merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV-1 MeV dengan panjang gelombang antara 0,5-2,5 Å (Suryanarayana dan Grant, 1998). Sinar-X terjadi jika suatu bahan ditembakkan dengan elektron dengan kecepatan dan tegangan yang tinggi dalam suatu tabung

vakum. Elektron-elektron dipercepat yang berasal dari filamen (anoda) menumbuk target (katoda) yang berada dalam tabung sinar-X sehingga elektron-elektron tersebut mengalami perlambatan. Sebagian energi kinetik elektron pada filamen diserahkan pada elektron target yang mengakibatkan ketidakstabilan elektron. Keadaan tidak stabil ini akan kembali pada kondisi normal dalam waktu 10^{-8} detik sambil melepaskan energi kinetik elektron dalam bentuk gelombang elektromagnetik dalam bentuk sinar yang disebut sinar-X primer (Cullity, 1992).

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk, dan untuk menganalisis sifat-sifat struktur (seperti ukuran butir, fasa komposisi orientasi kristal, dan cacat kristal) dari tiap fasa. Metode ini menggunakan sebuah sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah data *base* internasional (Zakaria, 2003).

Radiasi sinar-X yang telah dihasilkan oleh tabung sinar-X akan berinteraksi dengan struktur kristal material yang diuji. Material yang akan dianalisis struktur kristalnya harus berada dalam fasa padat karena dalam kondisi tersebut kedudukan atom-atomnya berada dalam susunan yang sangat teratur sehingga membentuk bidang-bidang kristal. Ketika suatu berkas sinar-X diarahkan pada bidang-bidang kristal tersebut, maka akan timbul pola-pola difraksi ketika sinar-X melewati celah-celah

kecil di antara bidang-bidang kristal tersebut (Rahman, 2008). Difraksi radiasi sinar-X dalam struktur kristal ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Difraksi radiasi sinar-X dalam struktur kristal (Abdulah, 2008).

Pada Gambar 2.6 diatas, pola-pola tersebut sebenarnya menyerupai pola gelap dan terang. Pola gelap terbentuk ketika terjadi interferensi destruktif, sedangkan pola terang terbentuk ketika terjadi interferensi konstruktif dari pantulan gelombang-gelombang sinar-X yang saling bertemu. Interferensi konstruktif tersebut terjadi sesuai dengan Hukum Bragg berikut ini:

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

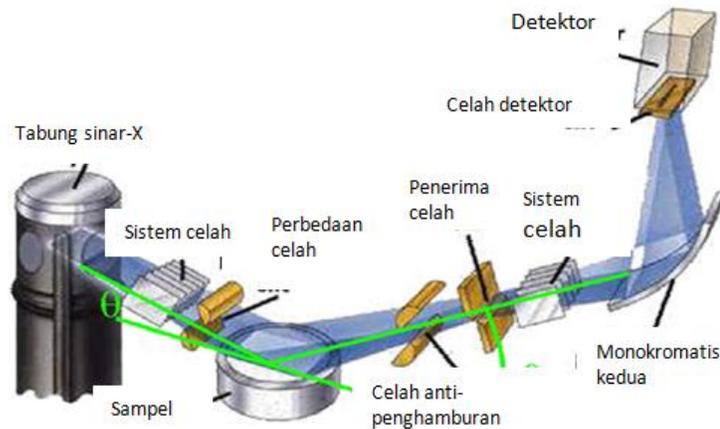
dengan n = urutan difraksi

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antara bidang kristal

θ = sudut difraksi

Skema difraktometer sinar-X ditunjukkan dalam Gambar 2.7 di bawah ini.



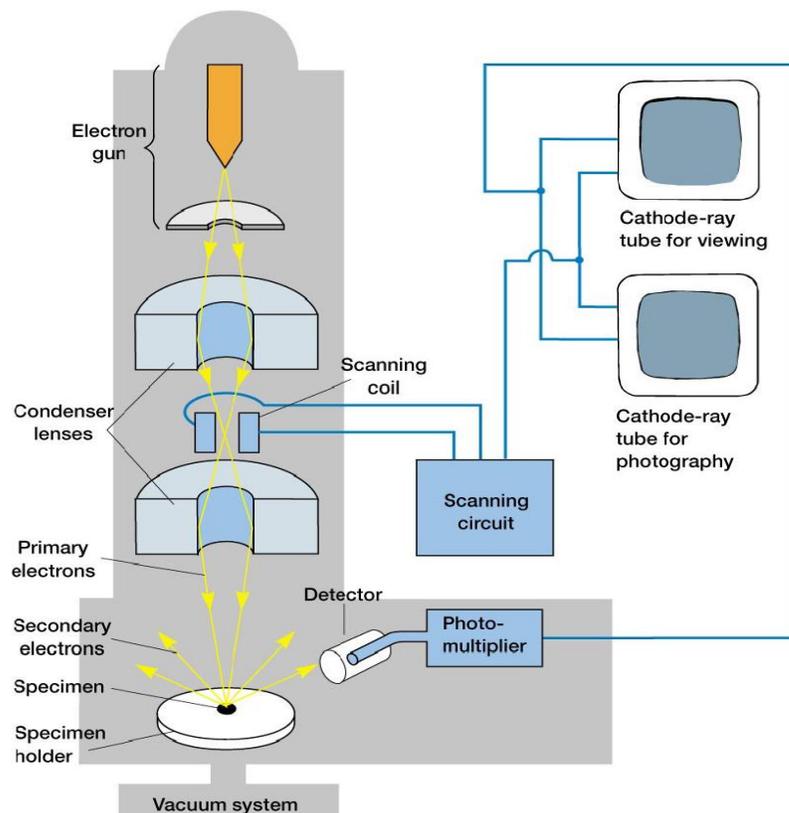
Gambar 2.7. Skema alat difraksi sinar-X (Abdulah, 2008).

Skema alat difraktometer sinar-X ditunjukkan dalam Gambar 2.7 dengan panjang gelombang sinar-X sekitar $1,540 \text{ \AA}$ sebab target anoda terbuat dari bahan tembaga (Cu). Sinar-X yang berasal dari anoda melewati sistem celah (*soller slit*) agar berkas sinar yang sampai ke sampel berbentuk paralel dan memiliki tingkat divergensi yang kecil. Demikian pula berkas hamburan dari sampel juga melewati sistem celah sebelum ditangkap oleh detektor sinar-X. Sudut datang θ merupakan sudut antara bidang sampel dengan sinar datang, sedangkan sudut hambur 2θ merupakan sudut antara proyeksi sumber sinar-X dengan detektor. Untuk pergerakan sumber sinar-X sebesar θ maka detektor bergerak sebesar 2θ (Suryanarayana and Grant, 1998).

2. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah suatu karakterisasi bahan yang digunakan untuk mengetahui topografi, morfologi, komposisi, dan kristalografi suatu bahan. SEM pertama kali ditemukan

pada tahun 1938 oleh ilmuwan Jerman, Manfred Von Ardenne dengan menggunakan prinsip tumbukan berkas elektron pada permukaan bahan. Jika seberkas elektron menumbuk suatu bahan, akan dihasilkan berkas cahaya (photon). Interaksi terjadi pada sebuah volum tertentu pada bahan. Besar kecilnya volum yang berinteraksi tergantung pada nomer atom, *accelerating voltage* (pemercepat tegangan), dan sudut datang. Prinsip kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 2.8 di bawah ini.



Gambar 2.8. Prinsip kerja SEM (Anonimous, 2012).

Gambar 2.8 di atas menunjukkan cara kerja SEM. Cara kerja SEM adalah gelombang elektron yang dipancarkan *electron gun* terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. *Scanning coil* yang diberi energi

menyediakan medan magnetik bagi sinar elektron. Berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor *backscatter*. Gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik berbagai intensitas di permukaan *Cathode Ray Tube* (CRT) sebagai topografi gambar (Kroschwitz, 1990). Pada sistem ini berkas elektron dikonsentrasikan pada spesimen, bayangannya diperbesar dengan lensa objektif dan diproyeksikan pada layar. Sebuah ruang vakum diperlukan untuk preparasi cuplikan.

Cuplikan yang akan dianalisis dalam kolom SEM perlu dipersiapkan, meskipun ada jenis SEM yang tidak memerlukan pelapisan (*coating*) cuplikan. Terdapat tiga tahap persiapan cuplikan, antara lain (Gedde, 1995):

1. Pelet dipotong menggunakan gergaji intan. Membersihkan seluruh kandungan air, larutan dan semua benda yang dapat menguap apabila divakum.
2. Cuplikan dikeringkan pada 60 °C minimal 1 jam.
3. Cuplikan non logam harus dilapisi dengan emas tipis. Cuplikan logam dapat langsung dimasukkan dalam ruang cuplikan.

SEM memiliki beberapa keunggulan, seperti kemampuan untuk menggambar area yang besar secara komparatif dari spesimen, kemampuan untuk menggambar materi *bulk*, dan berbagai mode analitikal yang tersedia untuk mengukur komposisi dan sifat dasar dari spesimen. Tergantung dari instrumen, resolusi dapat jatuh di suatu tempat diantara kurang dari 1 nm dan 20 nm. Perbesaran gambar dan resolusi SEM yang tinggi dipengaruhi oleh besarnya energi elektron yang diberikan. Semakin kecil

panjang gelombang yang diberikan oleh elektron, energinya semakin besar, sehingga resolusinya semakin tinggi.

3. BET (*Brunauer-Emmett-Teller*)

Sifat-sifat serbuk dapat mempengaruhi beberapa sifat hasil akhir. Sifat-sifat tersebut meliputi sifat fisika, sifat kimia, dan sifat mekanis. Kontrol sifat-sifat tersebut perlu dilakukan untuk menghasilkan sejumlah serbuk yang akan mempengaruhi keberhasilan pembuatan *pellet* maupun sifat-sifat akhir bahan.

Salah satu sifat fisika bahan yaitu luas permukaan padatan. Luas permukaan padatan meliputi luas permukaan eksternal (makroskopik) dan internal (mikroskopik). Luas permukaan internal meliputi semua pori-pori yang kecil, celah dan rongga. Sedangkan luas permukaan eksternal hanya meliputi permukaan luarnya saja. Kedua luas permukaan tersebut merupakan sifat-sifat yang penting dalam menentukan sifat-sifat serbuk maupun padatan (Nurwijayadi, 1998).

Secara mikroskopis luas permukaan dapat ditentukan dengan mikroskop, ultra mikroskop, mikroskop elektron dan teknik-teknik lain. Adapun secara makroskopis (luas permukaan eksternal) dapat ditentukan dengan metode adsorpsi gas. Pengukuran luas permukaan zat padat dengan alat "Surface Area Analyzer" merupakan metode adsorpsi gas. Adsorpsi yang terjadi termasuk jenis adsorpsi fisik dan merupakan adsorpsi sistem gas-padat. Adsorpsi gas dengan zat padat berlangsung pada suhu nitrogen cair -196°C .

Proses adsorpsi pada sistem gas-padat biasanya dinyatakan dengan isoterm adsorpsi. Ada beberapa tipe dari isoterm adsorpsi, antara lain tipe *Langmuir*, *Freundlich*, BET, modifikasi tipe BET dan modifikasi tipe *Freundlich*. Pada pengukuran luas permukaan zat padat digunakan tipe BET (*Brunauer-EmmettTeller*). Teori BET didasarkan pada teori kinetik gas (teori *Langmuir*) yang diperluas untuk n lapisan. Teori kinetik gas mengasumsikan bahwa:

1. Laju adsorpsi = laju desorpsi.
2. Tumbukan antar molekul diabaikan.
3. Tumbukan antara molekul dengan permukaan (adsorbat-adsorben) bersifat elastis.
4. Molekul yang teradsorpsi tebalnya I molekul (merupakan lapisan molekul tunggal/*monolayer*)
5. Permukaan adsorben bersifat homogen.

Untuk sistem padat-gas, padatan sebagai adsorben dan gas sebagai adsorbat. Metode BET merupakan suatu prosedur yang paling sering digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat padat (padatan). Metode BET memiliki dua metode (Nurwijayadi,1998) yaitu:

1. Metode Multi Point BET (*BET Multi Point*)

Prosedur standar pada metode ini minimal diperlukan tiga titik dalam kisaran tekanan relatif yang tepat. Kemudian perlu diketahui luas molekul cross-section dari molekul gas nitrogen.

Untuk pengukuran luas muka total pada metode ini berdasarkan pada persamaan berikut ini:

$$St = \frac{W_m N A_{cs}}{M} \quad (1)$$

Keterangan:

St = luas permukaan total (m²)

N = Bilangan Avogadro (6,33x10²³) molekul/mol

M = berat molekul dari gas nitrogen

Wm = berat gas nitrogen (g)

Acs = luas molekul cross-section gas nitrogen (16,2 Å²)

Sedangkan untuk luas permukaan spesifik dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$S = \frac{St}{Bc} \quad (2)$$

Keterangan:

S = luas permukaan spesifik

St = luas permukaan total

Bc = berat cuplikan(g)

2. Metode Single Point BET (*BET Single Point*)

Metode ini adalah metode yang digunakan untuk pengukuran luas muka secara rutin.

Untuk pengukuran luas muka total pada metode ini berdasarkan pada persamaan berikut:

$$St = \frac{P V N A_{cs} \left(1 - \frac{P}{P_0}\right)}{RT} \quad (3)$$

4. *Gas Cromatografy Mass Spectrometry (GC-MS)*

GCMS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. Gas kromatografi merupakan salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya (Fowlis, 1998).

Gas kromatografi biasa digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang terdapat pada campuran gas dan juga menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam fase gas. Spektroskopi massa adalah suatu metode untuk mendapatkan berat molekul dengan cara mencari perbandingan massa terhadap muatan dari ion yang muatannya diketahui dengan mengukur jari-jari orbit melingkarnya dalam medan magnetik seragam. Penggunaan kromatografi gas dapat dipadukan dengan spektroskopi massa. Paduan keduanya dapat menghasilkan data yang lebih akurat dalam pengidentifikasian senyawa yang dilengkapi dengan struktur molekulnya.

Kromatografi gas ini juga mirip dengan distilasi fraksional, karena kedua proses memisahkan komponen dari campuran terutama berdasarkan pada perbedaan titik didih (atau tekanan uap). Namun, distilasi fraksional biasanya digunakan untuk memisahkan komponen-komponen dari campuran pada skala besar, sedangkan GC dapat digunakan pada skala yang lebih kecil (yaitu mikro) (Pavia:2006).

Pada metode analisis GCMS (Gas Cromatografy Mass Spektroskopy) adalah dengan membaca spektra yang terdapat pada kedua metode yang digabung tersebut. Pada spektra GC jika terdapat bahwa dari sampel mengandung banyak senyawa, yaitu terlihat dari banyaknya puncak (*peak*) dalam spektra GC tersebut. Berdasarkan data waktu retensi yang sudah diketahui dari literatur, bisa diketahui senyawa apa saja yang ada dalam sampel. Selanjutnya adalah dengan memasukkan senyawa yang diduga tersebut ke dalam instrumen spektroskopi massa. Hal ini dapat dilakukan karena salah satu kegunaan dari kromatografi gas adalah untuk memisahkan senyawa-senyawa dari suatu sampel. Setelah itu, didapat hasil dari spektra spektroskopi massa pada grafik yang berbeda.

Informasi yang diperoleh dari kedua teknik ini yang digabung dalam instrumen GC/MS adalah tak lain hasil dari masing-masing spektra. Untuk spektra GC, informasi terpenting yang didapat adalah waktu retensi untuk tiap-tiap senyawa dalam sampel. Sedangkan untuk spektra MS, bisa diperoleh informasi mengenai massa molekul relatif dari senyawa sampel tersebut (Skoog *et al.*, 1991).