II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Gas Rumah Kaca

Gas Rumah Kaca (GRK) merupakan gas di udara di atas lapisan permukaan bumi (atmosfer) yang secara alami memungkinkan sebagian panas dari matahari ditahan di atas permukaan bumi. Dengan adanya gas rumah kaca di atmosfer, sinar matahari yang masuk atmosfer dapat diserap dan menghangatkan udara. Energi matahari dalam bentuk panas dan cahaya memanaskan bumi sehingga suhu meningkat. Sebagian dari panas ini dikembalikan ke angkasa,tetapi sebagian besar terperangkap oleh molekul- molekul gas rumah kaca seperti CO₂, CH₄ dan N₂O (Sugiyono, 2006). Suhu rata-rata dipermukaan bumi naik 33°C lebih tinggi menjadi 15°C dari seandainya tidak ada gas rumah kaca (-18°C), suhu yang terlalu dingin bagi kehidupan manusia. Dengan demikian gas rumah kaca membuat suhu di bumi pada titik yang layak huni bagi makhluk hidup (Santoso dan Yudiartono, 2006).

B. Karbon Dioksida (CO₂)

 CO_2 merupakan molekul linear yang simetris, dengan panjang ikatan C – O sebesar 1,16 Å (Volpin and Kolomnikov, 1972). Beberapa sifat fisika dan kimia dari CO₂ dirangkum dalam Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Sifat-sifat fisika dan kimia dari CO₂ (Song *et al.*, 2002)

Sifat-sifat	Nilai dan Satuan
Panas pembentukkan pada 25 °C	-393,5 kJ/mol
Entropi pembentukkan pada 25 °C	213,6 J/K.mol
Energi bebas Gibbs pembentukkan pada 25 $^{\circ}$ C	-394,3 kJ/mol
Titik sublimasi pada 1 atm	-78,5 °C
Titik tripel pada 5,1 atm	-56,5 °C
Temperatur kritis	31,04 °C
Tekanan kritis	72,85 atm
Densitas kritis	$0,468 \text{ g/cm}^3$
Densitas gas pada 0 °C dan 1 atm	1,976 g/L
Densitas cair pada 0 $^{\circ}$ C dan 1 atm	928 g/L
Densitas padat	1560 g/L
Panas terkandung dalam penguapan pada 0 $^{\circ}$ C	231,3 J/g
Kelarutan dalam air	
Pada 0 °C dan 1 atm	0,3346 g CO ₂ /100 g H ₂ O
Pada 25 °C dan 1 atm	0,1449 g CO ₂ /100 g H ₂ O

Dari Tabel 1 di atas, panas pembentukkan (Δ H°) dan energi bebas Gibbs pembentukkan (Δ G°) dari CO₂ adalah dua sifat penting. Nilai-nilai tersebut secara luas digunakan untuk memperkirakan panas pembentukkan dan energi bebas Gibbs standar dari berbagai reaksi (Indala, 2004).

CO₂ adalah molekul yang sangat stabil, akibatnya sejumlah energi harus diberikan untuk mendorong reaksi ke arah yang diinginkan (Creutz and Fujita, 2000). Namun, berdasarkan energi bebas Gibbs-nya, energi yang diberikan untuk melangsungkan reaksi akan lebih kecil jika CO₂ digunakan sebagai ko-reaktan bersama dengan reaktan lain yang memiliki energi bebas Gibbs yang lebih besar seperti metana, karbon (grafit), atau hidrogen (Song *et al.*, 2002).

Karbon dioksida menunjukkan beberapa model koordinasi dengan senyawa logam transisi, yang pertama melalui donasi pasangan elektron bebas dari oksigen ke orbital kosong dari logam. Kedua melalui donasi elektron dari logam ke orbital karbon dengan membentuk turunan asam logam. Dan ketiga melalui pembentukkan kompleks- π melalui ikatan ganda C = O. Ketiga model koordinasi tersebut ditunjukkan pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1. Model koordinasi antara CO₂ dengan logam

- (I) melalui donasi elektron bebas oksigen ke orbital kosong dari logam
- (II) melalui donasi elektron dari logam ke orbital karbon
- (III) melalui pembentukkan kompleks- π melalui ikatan ganda C = O

Dari ketiga model koordinasi di atas, model II dan III adalah model yang paling disukai. Model pertama hanya akan terjadi jika senyawa logam merupakan asam Lewis yang kuat (Volpin and Kolomnikov, 1972).

C. Material Nanopartikel

Nanopartikel didefinisikan sebagai partikulat yang terdispersi atau partikel-

partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 10 - 100 nm (Mohanraj and

Chen, 2006; Sietsma et al., 2007; Abdullah dkk., 2008). Material nanopartikel

menarik banyak peneliti karena material nanopartikel menunjukkan sifat fisika

dan kimia yang sangat berbeda dari bulk materialnya, seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik (Mahaleh *et al.*, 2008; Deraz *et al.*, 2009). Ada dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar (bulk) yaitu : (a) karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain; (b) ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Abdullah *et al.*, 2008).

Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomenafenomena berikut ini. Pertama adalah fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik dan magnetisasi. Kedua adalah perubahan rasio jumlah atom yang menempati permukaan terhadap jumlah total atom. Fenomena ini berimbas pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Perubahan-perubahan tersebut diharapkan dapat menjadi keunggulaan nanopartikel dibandingkan partikel sejenis dalam keadaan bulk (Abdullah *et al.*, 2008). Material nanopartikel menunjukkan potensi sebagai katalis karena material nanopartikel memiliki area permukaan yang luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaanya, sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren *et al.*, 2003). Selain itu, material nanopartikel telah banyak dimanfaatkan sebagai katalis untuk menghasilkan bahan bakar dan zat kimia serta katalis untuk mengurangi pencemaran lingkungan (Sietsma *et al.*, 2007).

Banyak metode yang telah dikembangkan untuk preparasi material nanopartikel, seperti metode pemanasan sederhana dalam larutan polimer. Secara sederhana prinsip kerja dari metode ini adalah mencampurkan logam nitrat dalam air dengan larutan polimer dengan berat molekul tinggi yang disertai dengan pemanasan (Abdullah *et al.*, 2008). Metode sintesis koloid, prinsip kerja dari metode ini adalah membuat suatu larutan koloid yang kemudian ditambahkan surfaktan, yang akan mendeaktivasi pertumbuhan partikel koloid dan melindungi permukaan koloid (Soderlind, 2008). Metode pembakaran, dalam metode ini logam nitrat dicampurkan dengan suatu asam amino (glisin) dalam air, kemudian dipanaskan sampai mendidih dan sampai terbentuk bubur kering yang produknya berupa oksida logam (soderlind, 2008). Metode kopresipitasi, prinsip kerja dari metode ini adalah dengan mengubah suatu garam logam menjadi endapan dengan menggunakan pengendap basa hidroksida atau karbonat, yang kemudian diubah ke bentuk oksidanya dengan cara pemanasan (Pinna, 1998). Metode Sol-Gel, prinsip kerja dari metode ini adalah hidrolisis garam logam menjadi sol, yang kemudian sol ini mengalami kondensasi membentuk gel (Ismunandar, 2006).

D. Katalis

Katalis didefinisikan oleh Berzelius sebagai suatu senyawa yang dapat meningkatkan laju dari suatu reaksi kimia, tapi tanpa terkonsumsi selama reaksi (Stoltze, 2000). Katalis dapat membentuk ikatan dengan molekul-molekul yang bereaksi, dan membiarkan mereka bereaksi untuk membentuk produk kemudian terlepas dari katalis. Suatu reaksi terkatalisis digambarkan sebagai suatu siklus peristiwa dimana katalis berpartisipasi dalam reaksi dan kembali ke bentuk semula pada akhir siklus. Siklus tersebut digambarkan pada Gambar 2 berikut (Chorkendroff and Niemantsverdriet, 2003).



Gambar 2. Siklus reaksi katalisis

Dari Gambar 2 di atas, siklus diawali dengan pengikatan molekul-molekul A dan B (reaktan) pada katalis. Kemudian A dan B bereaksi dalam bentuk kompleks ini

membentuk produk P, yang juga terikat pada katalis. Pada tahap akhir, P terpisah dari katalis sehingga siklus kembali ke bentuk semula.

Secara umum, katalis dikelompokkan menjadi dua kelompok yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Untuk katalis homogen, katalis dan reaktan berada dalam fase yang sama. Sedangkan untuk katalis heterogen, katalis dan reaktan berada pada fase yang berbeda. Untuk tujuan praktis, penggunaan katalis heterogen saat ini lebih disukai dibandingkan dengan katalis homogen (Chorkendroff and Niemantsverdriet, 2003)

Saat ini, proses katalitik heterogen dibagi menjadi dua kelompok besar, reaksireaksi reduksi-oksidasi (redoks), dan reaksi-reaksi asam-basa. Reaksi-reaksi redoks meliputi reaksi-reaksi dimana katalis mempengaruhi pemecahan ikatan secara homolitik pada molekul-molekul reaktan menghasilkan elektron tak berpasangan, dan kemudian membentuk ikatan secara homolitik dengan katalis melibatkan elektron dari katalis. Sedangkan reaksi-reaksi asam-basa meliputi reaksi-reaksi dimana reaktan membentuk ikatan heterolitik dengan katalis melalui

E. Spinel Ferite

Spinel ferite adalah material magnetik yang sangat penting, karena sifat magnetik, elektrik dan kestabilan termal dari material tersebut sangat menarik. Spinel ferite ini secara teknologi penting dan telah banyak digunakan dalam berbagai aplikasi seperti media perekam magnetik, pemindai magnetik resonansi (*MRI*), katalis,

sistem pembawa obat dan zat pewarna (Maensiri *et al.*, 2007; Kasapoglu *et al.*, 2007). Spinel ferite memiliki rumus umum AB_2O_4 dimana A adalah kation-kation bervalensi 2 seperti Fe, Ni, Co, dll., yang menempati posisi tetrahedral dalam struktu kristalnya dan B adalah kation-kation bervalensi 3 seperti Fe, Mn, Cr dll., yang menempati posisi oktahedral dalam struktur kristalnya, serta terdistribusi pada lattice *fcc* yang terbentuk oleh ion O^{2-} (Kasapoglu *et al.*, 2007; Almeida *et al.*, 2008; Iftimie *et al.*, 2006). Gambar 3 berikut adalah struktur kristal spinel ferite.



Gambar 3. Struktur Kristal Spinel Ferite

Kation – kation yang terdistribusi dalam struktur spinel terdapat dalam tiga bentuk yaitu normal, terbalik (*inverse*) dan diantara normal dan terbalik. Pada posisi normal ion – ion logam bervalensi 2 terletak pada posisi tetrahedral (posisi A) atau dapat dituliskan $(M^{2+})_A[M_2^{3+}]_BO_4$, pada posisi terbalik (*inverse*) ion – ion logam bervalensi 2 terletak pada posisi oktahedral (posisi B) atau dapat dituliskan $(M^{3+})_A[M^{2+}M^{3+}]_BO_4$ dan posisi diantara normal dan terbalik, setengah dari ion - ion logam bervalensi 2 dan 3 menempati posisi tetrahedral dan oktahedral atau dapat dituliskan $(M^{2+}M^{3+})_A[M_{1-x}^{2+}M_{2-\lambda}^{3+}]_BO_4$ (Manova *et al.*,2005).

Nikel ferite (NiFe₂O₄) merupakan salah satu material spinel ferite yang sangat penting. Nikel ferite ini memiliki struktur spinel terbalik (*inverse*) dimana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral (posisi A) dan sisanya menempati posisi pada oktahedral (posisi B) hal ini dapat dituliskan dengan rumus (Fe³⁺_{1.0})[Ni²⁺_{1.0}Fe³⁺_{1.0}]O²⁻₄ (Kasapoglu *et al.*, 2007 ; Maensiri *et al.*, 2007). NiFe₂O₄ telah banyak digunkan sebagai katalis untuk benzoilasi toluen dengan benzil klorida dan kemampuan sebagai sensor gas klorin pada konsentrasi rendah (Ramankutty and Sugunan, 2001 ; Reddy *et al.*, 1999 ; Iftimie *et al.*, 2006) untuk reaksi hidrogenasi (CO₂ + H₂) menjadi senyawa alkohol (Situmeang *et al.*, 2010).

F. Hidrogenasi Katalitik CO₂

Hidrogenasi katalitik CO_2 merupakan gabungan dua tahap reaksi yaitu pergeseran terbalik air dan gas (RWGS) dan reaksi sintesis Fischer-Tropsch (Joo dan Jung, 2003). RWGS adalah reaksi antara CO_2 dengan H₂ untuk menghasilkan CO dan H₂O. Konversi CO_2 menjadi CO ini memainkan peran yang sangat penting dalam hidrogenasi CO_2 , karena kestabilan CO_2 tidak memungkinkan untuk melakukan hidrogenasi secara langsung (Joo, 1999). Persamaan reaksi untuk RWGS adalah

$$CO_2 + H_2 \xrightarrow{katalis} CO + H_2O \qquad \Delta H^0 = 41 \, \text{kJ/mol}, \Delta G^0 = 29 \, \text{kJ/mol}$$

CO yang dihasilkan dari RWGS kemudian mengalami reaksi hidrogenasi melalui reaksi sintesis Fischer-Tropsch. Produk yang dihasilkan dapat berupa parafinparafin linear, α -olefin, ataupun hidrokarbon mengandung oksigen seperti alkohol dan eter (Bakhtiari *et al.*, 2008). Konversi gas CO₂ menjadi senyawa alkohol dapat dilakukan dengan mereaksikan gas CO₂ dengan gas H₂, yang mana gas H₂ merupakan agen reduksi yang terbaik. Reaksi pembentukan senyawa alkohol dari gas CO₂ dan H₂ seperti metanol (1) juga dapat diikuti dengan pembentukan produk-produk senyawa kimia lainnya seperti reaksi Sabatier (2), reaksi Bosch (3), reaksi pergeseran air dan gas (4) dimetileter (5), dan asam format (6). Mekanisme reaksi di atas dapat dituliskan di bawah ini :

$CO_2 + 3H_2$	\rightarrow	$CH_3OH + H_2O$	$\Delta H_{298} = -49,4 \text{ Kj mol}^{-1}$	(1)
$CO_2 + 4H_2$	\rightarrow	$CH_4 + H_2O$	$\Delta H_{298} = -164,1 \text{ Kj mol}^{-1}$	(2)
$CO_2 + 2H_2$	\rightarrow	$C + 2H_2O$	$\Delta H_{298} = -14,6 \text{ Kj mol}^{-1}$	(3)
$\mathrm{CO}_2 + \mathrm{H}_2$	\rightarrow	$CO + H_2O$	$\Delta H_{298} = +42,3 \text{ Kj mol}^{-1}$	(4)
$CO_2 + 6H_2$	\rightarrow	$CH_3OCH_3 + 3H_2O$	$\Delta H_{298} = -112,2 \text{ Kj mol}^{-1}$	(5)
$CO_2 + H_2$	\rightarrow	НСООН	$\Delta H_{298} = +16,7 \text{ Kj mol}^{-1}$	(6)

Reaksi (1), (2), (3),dan (5), adalah reaksi eksotermis sedangkan reaksi (4) dan (6) adalah reaksi endotermis. Pada reaksi di atas seluruh reaksi sebanding dan bersaing (Atkins, 2004).

Mekanisme reaksi sintesis Fischer-Tropsch secara garis besar dikelompokkan menjadi 3 yaitu, mekanisme karbida, mekanisme enol, dan mekanisme penyisipan CO. Mekanisme karbida diajukan oleh Fischer dan Tropsch pada tahun 1926. Dalam mekanisme ini, CO yang teradsorpsi dipisahkan menjadi C dan O, karbida yang terbentuk kemudian terhidrogenasi menjadi CH_x (monomer). Monomer metilen terpolimerisasi spesies alkil permukaan kemudian mengalami terminasi membentuk produk. Mekanisme ini digambarkan pada Gambar 4 berikut (Fischer dan Tropsch, 1926).



Gambar 4. Mekanisme karbida

Mekanisme enol diajukan oleh Storch *et al.*, (1951). Dalam mekanisme ini, pertumbuhan rantai diinisiasi melalui kondensasi dua spesies hidroksikarbena teradsorpsi (CHOH_{ads}) dengan mengeliminasi air. Mekanisme enol ini ditunjukkan dalam Gambar 5 berikut.



Gambar 5. Mekanisme enol

Mekanisme yang terakhir, mekanisme penyisipan CO diajukan oleh Pichler and Schulz (1970). Mekanisme ini melibatkan penyisipan CO yang teradsorpsi ke dalam ikatan alkil metil. Karbon teroksigenasi kemudian mengalami hidrogenasi untuk menghilangkan oksigen. Gambar 6 berikut menunjukkan mekanisme penyisipan CO.



Gambar 6. Mekanisme penyisipan CO

G. Karakterisasi Katalis

Karakterisasi adalah hal yang sangat penting dalam bidang katalisis. Beberapa metode seperti difraksi, spektroskopi, dan mikroskopi memberikan kemudahan dalam menyelidiki sifat-sifat suatu katalis, sehingga diharapkan kita dapat mendapatkan pemahaman yang lebih baik tentang katalis agar kita dapat meningkatkan atau mendesain suatu katalis yang memiliki aktivitas yang lebih baik (Chorkendorf and Niemantsverdriet, 2003).

1. Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal katalis dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (*X-ray Difraction*/XRD). XRD merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga saat ini. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi suatu material berdasarkan fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel suatu material (Auda, 2009).

Metode XRD didasarkan pada fakta bahwa pola difraksi sinar-X untuk masingmasing material kristalin adalah karakteristik. Dengan demikian, bila pencocokan yang tepat dapat dilakukan antara pola difraksi sinar-X dari sampel yang tidak diketahui dengan sampel yang telah diketahui, maka identitas dari sampel yang tidak diketahui itu dapat diketahui (Skoog dan Leary, 1992).

Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg (Ismunandar, 2006):

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

dimana :

d = jarak antara dua bidang kisi (nm)
θ = sudut antara sinar datang dengan bidang normal
n = bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan
λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm)

Gambar 7 berikut menunjukkan proses terjadinya pembentukkan puncak-puncak difraksi pada XRD.



Gambar 7. Proses pembentukkan puncak pada XRD

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang sama terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu puncak bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Auda, 2009).

Gambar 8 berikut adalah contoh difraktogram sinar-X NiFe₂O₄ yang dipreparasi menggunakan metode EDTA-*assited hydrothermally*.



Gambar 8. Difraktogram nanokristal NiFe₂O₄ (Kasapoglu et al., 2007).

Difraktogram di atas diinterpretasikan melalui pencocokan dengan difraktogram standar. Gambar 9 berikut adalah difraktogram standar yang digunakan dalam pencocokan difraktogram di atas.



Gambar 9. Difraktogram standar NiFe₂O₄ PDF 10-0325 (PCPDFwin, 1997)

Dari Gambar 9 di atas, puncak-puncak yang mewakili NiFe₂O₄ terdapat pada 2 θ 35,73°, 62,974°, 57,409° dan 30,319°.

2. Keasaman Katalis

Keasaman katalis dapat dikategorikan menjadi dua yaitu jumlah situs asam dan jenis situs asam. Jumlah situs asam memberikan informasi tentang banyaknya situs asam yang terkandung pada katalis, yang pada umumnya berbanding lurus dengan situs aktif pada katalis yang menentukan keaktifan suatu katalis. Penentuan jumlah situs asam dalam katalis dapat dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri melalui adsorpsi basa adsorbat dalam fasa gas pada permukaan katalis (ASTM, 2005).

Basa adsorbat yang dapat digunakan untuk menentukan jumlah situs asam katalis antara lain amoniak atau piridin. Jumlah situs asam menggunakan adsorpsi amoniak sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam total katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul amoniak yang kecil sehingga memungkinkan masuk sampai ke dalam pori-pori katalis. Sedangkan penentuan jumlah situs asam menggunakan piridin sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam yang terdapat pada permukaan katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul piridin yang relatif besar sehingga hanya dapat teradsorpsi pada permukaan katalis (Rodiansono dkk., 2007).

Penetuan jenis situs asam pada katalis dapat ditentukan menggunakan spektroskopi infra merah (FTIR) dari katalis yang telah mengadsorpsi basa adsorbat (Seddigi, 2003). Spektroskopi inframerah adalah metode analisis yang yang didasarkan pada absorpsi radiasi inframerah oleh sampel yang akan menghasilkan perubahan keadaan vibrasi dan rotasi sampel. Frekuensi yang diabsorpsi tergantung pada frekuensi vibrasi dari molekul (karakteristik).

Instumen FTIR menggunakan sistem yang disebut dengan interferometer untuk mengumpulkan spektrum. Interferometer terdiri atas sumber radiasi, pemisah berkas, dua buah cermin, laser dan detektor. Intensitas absorpsi bergantung pada seberapa efektif energy foton inframerah dipindahkan ke molekul, yang dipengaruhi oleh perubahan momen dipol yang terjadi akibat vibrasi molekul (Åmand and Tullin, 1999). Skema lengkap dari instrumentasi FTIR ditunjukan pada Gambar 10.



Gambar 10. Skema instrumentasi FTIR.

Berdasarkan Gambar 10 cara kerja dari instrumentasi FTIR adalah sebagai berikut:

Energi inframerah diemisikan dari sumber bergerak melalui celah sempit untuk mengontrol jumlah energi yang akan diberikan ke sampel. Di sisi lain, berkas laser memasuki interferometer dan kemudian terjadi "pengkodean spektra" menghasilkan sinyal interferogram yang kemudian keluar dari interferogram. Berkas laser kemudian memasuki ruang sampel, berkas akan diteruskan atau dipantulkan oleh permukaan sampel tergantung dari energinya, yang mana merupakan karakteristik dari sampel. Berkas akhirnya sampai ke detektor (Bradley, 2008).

Dari spektra yang dihasilkan dari FTIR, jenis situs asam (Brønsted-Lowry atau Lewis) yang terdapat pada katalis 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 Brønsted-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, 1488 – 1503, ~1580, dan 1600 – 1633 cm⁻¹ (Tanabe, 1981).

Gambar 11 berikut adalah contoh spektra FTIR dalam analisis penentuan jenis situs asam dalam katalis.



Gambar 11. Contoh spektra FTIR dalam penentuan jenis situs asam (Rodiansono dkk., 2007)

4. Analisis Morfologi Permukaan Katalis

Interaksi antara gas dan permukaan material dan reaksi-reaksi pada permukaan material memiliki peran yang sangat penting dalam bidang katalisis. Siklus awal katalsis diawali dengan adsorpsi molekul reaktan pada permukaan katalis. Oleh karena itu kita perlu untuk mempelajari morfologi permukaan dari katalis (Chorkendorff and Niemantsverdriet, 2003). Untuk mempelajari morfologi permukaan katalis dapat menggunakan instrumentasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (Ertl *et al.*, 2000).

SEM merupakan metode untuk menggambarkan permukaan suatu bahan dengan resolusi yang tinggi. Resolusi yang tinggi pada SEM dihasilkan dari penggunaan elektron dalam menggambarkan permukaan bahan. Resolusi yang dihasilkan juga jauh lebih tinggi dibandingkan dengan mikroskop cahaya (0,1 - 0,2 nm untuk SEM dan 200 nm untuk mikroskop cahaya) (Hanke, 2001).

Skema kerja dari SEM ditunjukkan dalam Gambar 12 berikut.



Gambar 12. Skema kerja dari SEM

SEM memiliki beberapa peralatan utama antara lain :

- Pistol elektron, berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas eketron misalnya tungsten.
- 2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetik karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
- Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpencar oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran.

Dari Gambar 12 di atas, sebuah pistol elektron memproduksi berkas elektron dan dipercepat di anoda. Lensa magnetik kemudian memfokuskan elektron menuju

sampel. Berkas elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh kumparan pemindai. Ketika elektron mengenai sampel, maka sampel akan mengeluarkan elektron yang baru yang akan diterima oleh detektor (Hanke, 2001).

Gambar yang dihasilkan SEM, dibentuk dari elektron sekunder yang dipantulkan sampel pada peristiwa penembakan berkas elektron dari alat. Permukaan yang lebih tinggi akan memberikan warna yang lebih cerah daripada permukaan yang lebih rendah, ini diakibatkan oleh lebih banyaknya elektron sekunder yang dibebaskan menuju detektor (Ertl *et al.*, 2000). Gambar 13 berikut ini adalah contoh mikrograp SEM untuk NiFe₂O₄



Gambar 13. Mikrograf SEM dari NiFe₂O₄ (Kasapoglu *et al.*, 2007) Dari Gambar 13 di atas, dapat dilihat bahwa NiFe₂O₄ yang disintesis secara keseluruhan memiliki morfologi permukaan yang seragam dengan bentuk partikel oktahedron.

H. Kromatografi Gas

Kromatografi adalah metode pemisahan suatu campuran berdasarkan partisi substansi antara dua fase, yaitu fase stasioner yang memiliki luas permukaan yang besar dan fase bergerak yang mengalir sepanjang fase diam. Kromatografi gas merupakan cabang kromatografi yang saat ini paling populer, dimana substansi yang dianalisis terdapat dalam keadaan gas atau keadaan uap (Brewer, 1998).

Dalam kromatografi gas, sampel diuapkan dan dibawa oleh fase bergerak berupa gas pembawa (*carrier gas*) melalui kolom. Sampel terpartisi pada fase diam, berdasarkan perbedaan kekuatan interaksinya dengan fase diam pada temperature yang diberikan. Komponen-komponen sampel (disebut solut atau analit) terpisah satu sama lain berdasarkan tekanan uap relatif dan afinitasnya terhadap fase stasioner. Proses pemisahan ini disebut elusi (McNair and Miller, 1997).

Sistem kromatografi gas terdiri dari 6 komponen utama yaitu, gas pembawa dan pengendali aliran, injektor, detektor, oven, kolom dan suatu sistem data. Susunan komponen-komponen kromatografi gas ditunjukan oleh Gambar 14 (Rood, 2007).



Gambar 14. Susunan komponen-komponen instrumentasi Kromatografi Gas

Komponen penting dalam kromatografi gas yaitu :

- 1. Tangki Pembawa gas yang dilengkapi dengan pengatur tekanan
- 2. Tempat injeksi sampel
- 3. Kolom
- 4. Detektor yang dilengkapi dengan thermostat
- 5. Penguat arus (*amplifier*)
- 6. Rekorder atau integrator