

Aplikasi Katalis Kerangka Logam Organik pada Fotokatalis

**IR. MAHRENI, M.T., PH.D
YULI RISTIANINGSIH, S.T., M.ENG
ASEP SAEPUDIN, M.SI**



**UNIVERSITAS
PEMBANGUNAN NASIONAL "VETERAN"
YOGYAKARTA**

Aplikasi Katalis Kerangka Logam Organik Pada Fotokatalisis

Ir. Mahreni, MT., Ph.D
Yuli Ristianingsih, ST., M.Eng
Asep Saepudin, M.Si

Copyright © Ir. Mahreni, MT., Ph.D, Yuli Ristianingsih, ST., M.Eng,
Asep Saepudin, M.Si
2021

Hak cipta dilindungi oleh undang-undang

Dilarang mengutip atau memperbanyak sebagian atau seluruh isi buku ini dalam bentuk apapun, baik secara elektronik maupun mekanis, termasuk memfotocopy, merekam atau dengan sistem penyimpanan lainnya, tanpa izin tertulis dari penulis.

Cetakan pertama, 2021

ISBN: 978-623-5539-18-8

Diterbitkan oleh:

Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat

UPN Veteran Yogyakarta

Jl. SWK 104 (Lingkar Utara), Condong Catur, Yogyakarta, 55283

Telp. (0274) 486188, 486733, fax. (0274) 486400

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena berkat rahmat-Nya kami dapat menyelesaikan buku ajar dengan judul “Aplikasi Katalis Kerangka Logam Organik Pada Fotokatalisis”. Buku ajar ini merupakan salah satu luaran hasil Penelitian kluster serta merupakan tugas dan tanggungjawab seorang dosen dalam Tridharma Perguruan Tinggi. Penyelesaian penyusunan buku ajar ini tidak lepas dari bantuan banyak pihak, untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak atas segala dukungan, bantuan, masukan dan pengarahan yang telah diberikan kepada penulis.

Demikian buku ajar ini kami susun, semoga dapat bermanfaat bagi berbagai pihak khususnya bagi perkembangan ilmu pengetahuan yang berhubungan dengan pemanfaatan kerangka logam organik pada reaksi fotokatalisis. Kami menyadari bahwa buku ajar ini masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun tetap kami harapkan untuk lebih menyempurnakan buku ini.

Yogyakarta, 2021

Penyusun

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Kata Pengantar	iii
Daftar Isi	v
Daftar Gambar	vii
Daftar Tabel	viii
1. Pendahuluan	
1.1. Definisi Fotokatalisis	
1.2. Material Semi Konduktor	
1.3. Metode Sintesis Fotokatalis	
1.3.1. Metode Sol-Gel	
1.3.2. Metode Flame Spray	
1.3.3. Metode Hidrotermal	
1.4. Uji Aktivitas Fotokatalis	
2. Mekanisme Fotokatalisis	
2.1. Mekanisme Fotokatalis Semi Konduktor TiO ₂	
2.2. Karakterisasi Fotokatalis	
3. Manfaat Fotokatalisis	
3.1. Fotokatalisis Pada Degradasi Zat Warna	
3.1.1. Degradasi Zat Warna Metilen Blue	
3.1.2. Degradasi Zat warna Rhodamin	

3.1.3 Degradasi Zat Warna Rhemazone

3.2. Fotokatalisis Pada Pengolahan Air Limbah

3.2.1 Fotokatalis Untuk Degradasi Logam Cu

3.2.2. Fotokatalis Untuk Degradasi Logam Cr

3.2.3. Fotokatalis Untuk Degradasi Logam Fe

4. Peranan MOF pada Reaksi Fotokatalisis

Daftar Pustaka

DAFTAR GAMBAR

- Gambar 1. Skema Fotokatalitik 4
- Gambar 2. Pita Energi dan *Energy Gap* Pada Material Logam
- Gambar 3. Pita Energi dan *Energy Gap* Pada Material
Semikonduktor
- Gambar 4. Degradasi Fenol dan Cd (II) Menggunakan
Fotokatalis ZnO-Al dan ZnO Merck

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Pembuatan MOF dengan metode hidrotermal/ Solvotermal	15
--	----

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Definisi Fotokatalis

Fotokatalisis adalah reaksi perpaduan antara fotokimia dan katalis. Proses reaksi fotokimia melibatkan suatu cahaya (foto). Fotokatalisis sendiri adalah suatu proses yang dibantu oleh adanya cahaya dan material katalis. Katalis adalah suatu zat yang mempengaruhi proses laju reaksi tanpa ikut berubah secara kimia. Katalis dapat mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik keadaan dasar maupun tereksitasi atau dengan fotoproduk utamanya, tergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut (Otmer dan Kirk, 1994).

Istilah fotokatalis merupakan gabungan dua kata yaitu foto dan katalisis, sehingga dapat diartikan sebagai suatu proses kombinasi reaksi fotokimia yang memerlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat terjadinya

transformasi kimia. Transformasi tersebut terjadi pada permukaan katalis yang katalisnya disebut sebagai fotokatalis. Fotokatalis merupakan salah satu metode AOPs (Advanced Oxidation Processes). Karakteristik AOPs adalah pembentukan radikal bebas yang sangat aktif, terutama radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$). Bahan yang dapat dijadikan fotokatalis merupakan semikonduktor yang mampu mengadsorp foton.

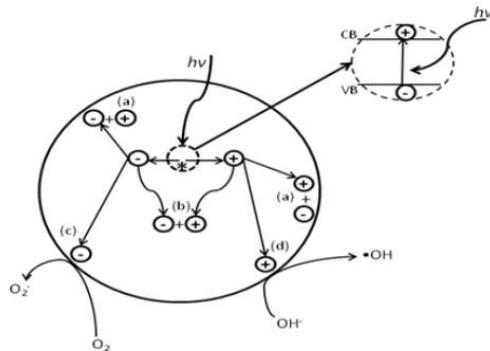
Degradasi fotokatalitik merupakan proses reaksi yang melibatkan cahaya (foton) dan katalis. Dalam media air, senyawa organik dapat dioksidasi menjadi karbondioksida dan air, berarti proses tersebut dapat membersihkan air dari pencemar organik. Senyawa-senyawa anorganik seperti sianida dan nitrit dapat diubah menjadi senyawa lain yang relatif tidak beracun (Hoffmann et al., 1995).

Proses fotokatalis banyak diaplikasikan untuk penghilangan atau pendegradasian polutan

cair menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan, misalnya untuk pengolahan fenol. Suatu teknologi yang didasarkan pada iradiasi fotokatalis semikonduktor seperti titanium dioksida (TiO_2), seng oksida (ZnO) atau cadmium sulfide (CdS) yang tergolong sebagai fotokatalis heterogen.

Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut celah pita energi (energi bandgap). Dari pengertian tersebut dapat disimpulkan bahwa fotokatalitik adalah suatu proses transformasi kimia yang melibatkan unsur cahaya dan katalis sekaligus dalam melangsungkan dan mempercepat proses transformasi yang terjadi. Reaksi fotokatalitik dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Hanya saja dalam reaksi fotokatalitik, aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, berbeda dengan reaksi katalitik jenis konvensional dengan aktivasi katalis dilakukan secara termal.

Semikonduktor tipe n apabila dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (hole atau disimbolkan h^+) pada pita valensi. Elektron dan hole pada permukaan semikonduktor, masing-masing berperan sebagai reduktor dan oksidator. Pasangan elektron-hole dapat berekombinasi, yaitu kembali ke keadaan awal dengan melepas panas atau bermigrasi ke permukaan dan bereaksi dengan senyawa teradsorpsi (Macias, 2003).



Gambar 1. Skema Fotokatalitik

Pada skema fotokatalitik (Gambar 1) memperlihatkan reaksi rekombinasi elektron-

hole dapat terjadi pada permukaan semikonduktor atau disebut Surface Recombination (reaksi A) dan dapat terjadi pada bulk semikonduktor yang disebut Volume Recombination (reaksi B). Pada permukaan partikel, elektron fotogenerasi dapat mereduksi oksigen menjadi anion super-oksida (reaksi C) dan hole fotogenerasi dapat mengoksidasi OH atau air untuk membentuk radikal hidroksil (reaksi D) (Macias, 2003).

Ketika terjadi penyerapan foton dengan energi $h\nu$ yang besarnya sesuai atau melebihi perbedaan energi E_g dari semikonduktor, maka elektron (e^-) berpindah dari pita valensi ke pita konduksi, meninggalkan hole yang bermuatan positif di pita valensi. Peristiwa eksitasi elektron ini diikuti beberapa proses selanjutnya, yaitu:

- a. Rekombinasi elektron dan hole dalam semikonduktor atau di permukaan, masing-masing disertai dengan pembebasan energi panas

- b. Pemerangkapan elektron dan hole dalam keadaan permukaan metastabil.
- c. Reduksi suatu akseptor elektron oleh elektron pada pita konduksi
- d. Oksidasi suatu donor elektron oleh hole pada pita valensi.

Jika energi yang diperoleh cukup besar untuk terjadinya pemerangkapan, maka rekombinasi bisa dicegah dan reaksi redoks dapat terjadi (Linsebigler et al., 1995) Hole merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Sebagian besar reaksi fotodegradasi senyawa organik menggunakan kekuatan hole untuk mengoksidasi baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga untuk mempertahankan muatan perlu ditambahkan spesies lain yang dapat tereduksi oleh elektron. Oleh karena itu tingkat keefektifan semikonduktor meningkat dengan modifikasi permukaan semikonduktor dengan logam tertentu (Hoffman et al., 1995). Lama waktu

penyinaran saat proses degradasi fotokatalis akan menghasilkan banyak radikal hidroksil. Radikal hidroksil dihasilkan dari hole positif (h^+) dari uap air yang teradsorp pada permukaan katalis semikonduktor. Pembentukan h^+ dipengaruhi oleh energi ($h\nu$) yang dipancarkan oleh sinar. Semakin besar $h\nu$ yang dipancarkan oleh sinar visible, maka h^+ yang terbentuk akan semakin banyak (Linsebigler et al., 1995).

1.2. Material Semikonduktor

Berdasar pita energinya zat padat dikelompokkan menjadi tiga macam (Untari, 1996):

- a. Konduktor, memiliki struktur yang tidak terdapat celah antara pita valensi dan pita konduksi.
- b. Semikonduktor, memiliki pita valensi yang terisi penuh dengan celah energi yang sempit sehingga elektron cepat berpindah dari pita valensi menuju pita konduksi yang kosong.

- c. Isolator, memiliki pita valensi terisi penuh dengan celah energi yang besar sehingga dibutuhkan energi yang besar untuk elektron berpindah dari pita valensi menuju pita konduksi yang kosong.

Semikonduktor dapat dikarakterisasi melalui 2 tipe pita energi, yaitu pita valensi dan pita konduksi. Di antara 2 pita tersebut, terdapat *band gap*.

Semikonduktor merupakan bahan yang memiliki energi celah (E_g) antara 0,5–5,0 eV. Eksitasi cahaya dari semikonduktor menyebabkan elektron dari pita valensi meloncat ke pita konduksi (Andi, 2007). Semikonduktor adalah bahan yang memiliki nilai hambatan jenis antara konduktor dan isolator yakni sebesar 10^{-6} sampai $10^4 \Omega \cdot m$. Bahan semikonduktor yang paling umum adalah kelompok elemen silikon dan germanium, memiliki resistivitas listrik menengah antara $10^{-6} \Omega \cdot cm$ (Garland *et al.*, 2003).

Semikonduktor memiliki pita valensi yang terisi penuh dan pita konduksi yang kosong. Kedua pita dipisahkan oleh celah yang disebut energi gap. Pada semikonduktor nilai energi gap tidak terlalu besar (0,5 -3,0) eV, nilai ini lebih kecil bila dibandingkan pada isolator 6,0 eV. Hal ini memungkinkan elektron dari pita valensi berpindah ke pita konduksi dengan adanya energi luar yang memenuhi (biasanya energi panas), sedangkan pada isolator tidak terjadi (Kittel dan Charles,1979)

Energi *band gap* terjadi karena adanya overlapping orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal ini menyebabkan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar E_g yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi reduksi yang diinduksi oleh cahaya. Pada saat terjadi eksitasi yang melewati E_g diperlukan waktu tenggang dalam skala nanosekon untuk menghasilkan pasangan elektron-*hole* sebagai hasil eksitasi elektron dari

pita valensi ke pita konduksi (Noqueira *et al*, 1993).

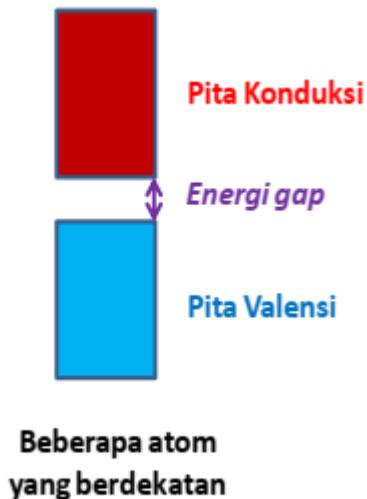
Material logam memiliki *Energy Gap* yang saling tumpang tindih (*overlap*), sehingga atom-atom dapat dengan sangat mudah bergerak ke daerah pita konduksi. Sehingga, material ini memiliki sifat yang sangat konduktif dan dikenal dengan bahan konduktor. Gambar 2 di bawah ini mengilustrasikan pita energi dan *energy gap* pada material konduktor.



Gambar 2. Pita Energi dan *Energy Gap* Pada Material Logam

Pada sisi yang lain, terdapat material yang memiliki *Energy Gap* yang berdekatan. Oleh karena itu, pada kondisi normal atom-atom sulit untuk bergerak ke daerah pita konduksi dan

bersifat isolator. Namun, dengan sedikit tambahan energi, atom-atom tersebut dapat bergerak ke daerah pita konduksi sehingga menjadi bersifat konduktor. Karena sifatnya yang demikian, material ini dikenal dengan nama bahan semikonduktor. Ilustrasi pita energi dan *energy gap* pada material semikonduktor ditampilkan pada Gambar 3 di bawah ini:



Gambar 3. Pita Energi dan *Energy Gap* Pada Material Semikonduktor

1.3. Metode Sintesis Fotokatalis

Ada beberapa metode yang digunakan untuk sintesis fotokatalis, yaitu: metode sol-gel, metode flame spray, metode hidrotermal.

1.3.1. Metode Sol-Gel

Sol merupakan sistem koloid yang padatnya tersuspensi dalam cairan, bentuknya cair tetapi berwarna keruh karena banyaknya padatan. Partikel yang diperoleh berdiameter berkisar antara 1-100 nm. Gel merupakan sistem koloid yang cairannya sudah bercampur dengan padatan, bentuknya padat tapi mengandung air. (Smart dan Moore, 1995).

Metode sol gel merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana. Proses sol gel diawali dengan pembentukan koloid yang memiliki padatan tersuspensi di dalam larutannya. Sol ini kemudian akan mengalami perubahan fase menjadi gel, yaitu koloid yang memiliki fraksi solid yang lebih besar daripada sol. Gel ini

akan mengalami kekakuan dan dapat dipanaskan untuk membentuk kerak (Dawnay, 1997).

Menurut Brinker dan Scherer (1990) proses sol-gel dikendalikan oleh:

- a. Hidrolisis, pada tahap ini prekursor yang digunakan akan dilarutkan dalam alkohol dan akan terhidrolisis dengan penambahan air. Semakin banyak air yang ditambahkan akan mengakibatkan proses hidrolisis semakin cepat sehingga proses gelasi juga akan menjadi lebih cepat.
- b. Kondensasi, pada tahap ini akan terjadi transisi dari sol menjadi gel. Molekulmolekul yang telah mengalami kondensasi akan saling bergabung sehingga menghasilkan molekul gel yang mempunyai kerapatan massa yang besar dan akan menghasilkan kristal logam oksida.

- c. Aging merupakan tahap pematangan dari gel yang telah terbentuk dari proses kondensasi. Proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan.
- d. Tahap terakhir ialah proses penguapan pelarut yang digunakan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

Secara umum sintesis komposit fotokatalis menggunakan metode sol-gel dengan cara ditambahkan asam yang kemudian dipanaskan pada suhu tertentu. Metode ini dapat membuat suatu partikel berukuran nano, seragam, tidak menggumpal, murni, homogen, dan dapat mengontrol distribusi massa. Dari hasil sintesis nanopartikel semikonduktor dioksida dengan metode sol-gel yang dilakukan oleh beberapa peneliti,

dilakukan uji morfologi dengan menggunakan instrument SEM dan TEM untuk masing-masing nanopartikel semikonduktor oksida.

1.3.2. Metode Flame Spray

Metode *flame spray* dapat memproduksi powder oksida metal dengan rentang ukuran 1-200 nm dari prekursor berbiaya rendah dengan laju produksi hingga 250 g/h. Pada spray pyrolysis konvensional, larutan diatomisasi ke dalam reaktor berdinding panas di mana droplet aerosol mengalami evaporasi dan konsentrasi bahan terlarut pada droplet, pengeringan, termolisis partikel pada temperatur lebih tinggi untuk membentuk partikel mikropori, dan partikel padat terbentuk oleh sintering. Sementara pada FSP, dengan penggunaan flame sebagai sumber panas, bahan bakar pembantu disuplai secara terpisah dari droplet larutan prekursor. Selanjutnya droplet terevaporasi sangat cepat sehingga prekursor yang dilepas dapat langsung

bereaksi dengan gas oksidan yang disediakan flame oksidasi-hidrogen (Madler et al., 2002).

Secara umum sintesis komposit fotokatalis nanopartikel menggunakan metode flame spray dengan cara penguapan dan nukleasi dari material yang mengenai flame yang kemudian dikondensasikan. Metode ini menghasilkan nanopartikel yang baik dibandingkan metode sol-gel. Dari hasil sintesis nanopartikel semikonduktor dioksida dengan metode flame spray yang dilakukan oleh beberapa peneliti, dilakukan uji morfologi dengan menggunakan instrument SEM dan TEM untuk masing-masing nanopartikel semikonduktor oksida.

1.3.3. Metode Hidrotermal

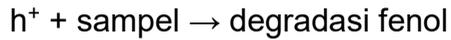
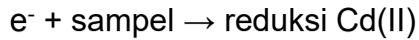
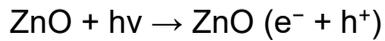
Metode ini hanya mencampurkan bahan baku dengan memanaskannya pada suhu tertentu. Dari hasil sintesis nanopartikel semikonduktor dioksida dengan metode hidrotermal yang dilakukan oleh beberapa

peneliti tersebut, dilakukan uji morfologi dengan menggunakan instrument SEM dan TEM untuk masing–masing nanopartikel semikonduktor oksida.

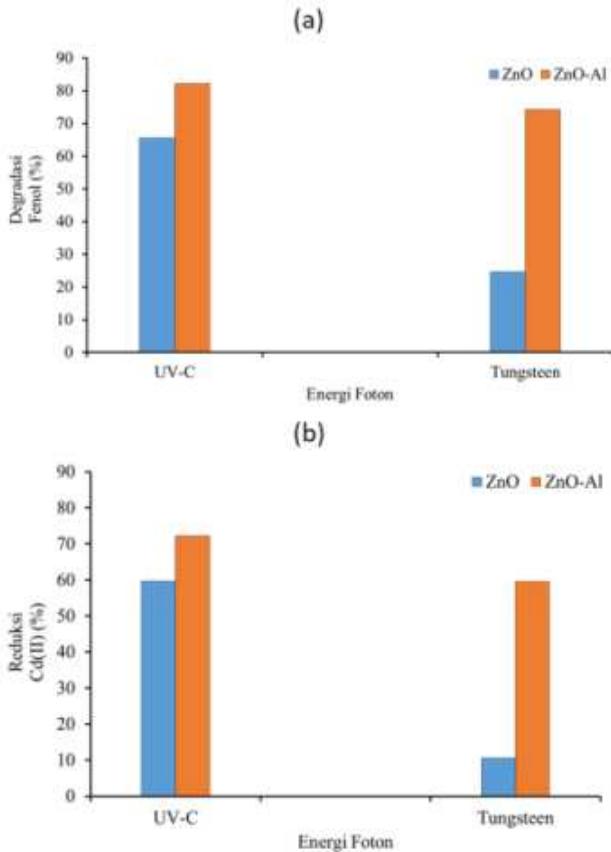
1.4. Uji Aktivitas Fotokatalis

Fotokatalis yang mendapatkan cahaya dengan panjang gelombang yang tepat, maka elektron pada pita valensi akan mengabsorpsi energi foton yang selanjutnya akan mengalami eksitasi dan berpindah ke pita konduksi. Hasil eksitasi elektron ini adalah terbentuknya lubang bermuatan positif pada pita valensi (h^+) dan elektron pada pita konduksi (e^-). Ion Al^{3+} yang terdapat di matriks ZnO sebagai pengganti ion Zn^{2+} memberikan muatan positif tambahan yang tetap tersedia ketika reaksi fotokimia berlangsung. Namun, membuat elektron dari atom oksigen terdistribusi pada muatan positif, dan tersedianya muatan negatif. Sebagai contoh adalah uji aktivitas fotokatalis ZnO-Al

untuk mendegradasi senyawa fenol dan Cd (II) menghasilkan reaksi sebagai berikut:



Persentase degradasi fenol dan Cd(II) dengan bantuan sinar UV-C dan tungsten pada penggunaan fotokatalis ZnO-Al dan ZnO Merck ditunjukkan pada Gambar 3. berikut:



Gambar 4. (a) Degradasi Fenol, (b) Reduksi Cd (II) Menggunakan Fotokatalis ZnO-Al dan ZnO Merck Selama 6 Jam

Berdasarkan Gambar 4. Dapat dilihat bahwa, pada penggunaan sinar UV-C fotokatalis ZnO-Al memiliki aktivitas yang lebih

tinggi untuk mendegradasi fenol dan Cd(II) dibandingkan ZnO dan pada penggunaan sinar tungsten. Begitu juga fotokatalis ZnO-Al memiliki aktivitas yang lebih tinggi daripada ZnO. Penggunaan sinar UV-C fotokatalis ZnO-Al memiliki aktivitas yang sedikit lebih rendah untuk mendegradasi fenol dan Cd(II) dibandingkan menggunakan sinar tungsten, hal ini karena penyinaran dari foton yang cukup menghasilkan penurunan degradasi fenol dan reduksi Cd(II) yang maksimal. Penggunaan energi foton yang lebih besar dari energy band gap dari fotokatalis ZnO-Al memungkinkan semakin mudah elektron untuk tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi dan bahkan mendorong terjadi ionisasi namun hal ini juga menyebabkan terjadinya rekombinasi elektron. Fotokatalis ZnO-Al yang memiliki *band gap* lebih kecil, kemungkinan hole dan elektron untuk berekombinasi lebih besar.

Penggunaan energi foton yang besar dengan *band gap* yang kecil mengakibatkan mobilitas elektron menjadi tidak bebas sehingga sebagian elektron akan cepat berekombinasi dengan hole yang pada akhirnya dapat menurunkan aktivitas fotokatalitiknya. Oleh karena itu fotokatalis ZnO-Al pada sinar UV-C memiliki aktivitas yang lebih rendah daripada sinar tungsten. Penggunaan energi foton yang lebih rendah dari *band gap* ZnO mengakibatkan elektron dari pita valensi tidak mampu tereksitasi sampai ke posisi pita konduksi sehingga memungkinkan elektron untuk kembali lagi menuju pita valensi dan berekombinasi dengan hole. Semakin sedikitnya jumlah hole pada pita valensi dan elektron pada pita konduksi maka semakin sedikit pula fenol yang teroksidasi dan Cd(II) yang tereduksi. Oleh karena itu pada sinar tungsten fotokatalis ZnO memiliki aktivitas yang lebih rendah dari pada ZnO-Al yang

memiliki energi band gap yang hampir sama besarnya dengan energi foton yang diberikan oleh sinar tungsten. Energi foton yang diberikan harus sesuai dengan energy yang dibutuhkan elektron untuk tereksitasi karena apabila energi yang diberikan jauh lebih besar atau lebih kecil akan mengakibatkan penurunan aktivitas pada fotokatalis untuk mendegradasi polutan.

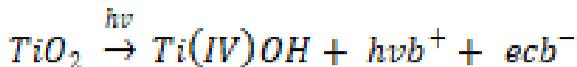
BAB II

MEKANISME FOTOKATALIS

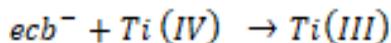
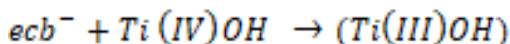
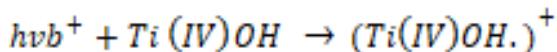
2.1. Mekanisme Fotokatalis Semikonduktor TiO₂

Proses mekanisme fotokatalis pada oksida logam seperti TiO₂ dapat menyerap radiasi antara fotokatalis dengan air. Peran dari fotokatalis itu sendiri adalah menyediakan lubang pada pita valensi ($h\nu$) dan radikal hidroksil yang berfungsi meningkatkan efektivitas. Radikal hidroksil merupakan oksidator kuat (Hoffmann et al., 1995). Tahap reaksi tersebut dapat dituliskan sebagai berikut:

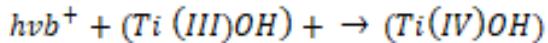
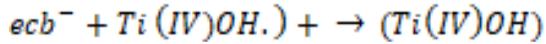
1. Pembentukan pembawa muatan oleh foton (cahaya).



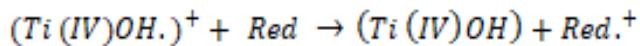
2. Trapping pembawa muatan.



3. Rekombinasi pembawa muatan.



4. Transfer muatan antar muka.



Dengan:

TiOH = bentuk terhidrat dari TiO₂

Red (reduktor) = pendonor elektron.

Oks (oksidator) = akseptor elektron.

(Ti(IV)OH·) = permukaan dari penjebakan
hνb⁺ (radikal ·OH)

(Ti(III)OH) = permukaan dari penjebakan ecb⁻

Dengan demikian (Ti(IV)OH·)⁺ akan mengoksidasi senyawa organik.

2.2. Karakterisasi Fotoatalis

Karakterisasi fotokatalis bertujuan untuk mengetahui data-data dari fotokatalis seperti band gap, ukuran kristal dan struktur Kristal. Karakterisasi fotokatalis diantaranya adalah XRD, SEM, FTIR.

2.2.1. Defraksi Sinar X (XRD)

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 stress, 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 membandingkan dengan sebuah data base internasional (Zakaria, 2003).

XRD dilakukan dengan menembakkan sinar X pada sebuah material. Sinar-X yang mempunyai energi yang sangat besar dapat menembus ke dalam material dan akan memberikan reaksi yang berbeda-beda untuk setiap senyawa ataupun unsur.

Sinar-X dapat terbentuk bila suatu logam sasaran ditembaki dengan berkas elektron bernergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar-x yang monokromatis. Kristal akan memberikan hamburan yang kuat jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar-x (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg.

2.2.2. Scanning Elecromagnetic Microscope (SEM)

Scanning Elecromagnetic Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang dapat memperbesar gambar permukaan sampel dengan memindai dengan menggunakan pancaran elektron yang difokuskan.

SEM menggunakan sinar terfokus elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan berbagai sinyal pada permukaan spesimen padat. Sinyal yang berasal dari elektron berinteraksi dengan sampel dan memberikan informasi tentang sampel termasuk morfologi eksternal (tekstur), komposisi kimia, dan struktur kristal serta orientasi dari bahan yang membentuk sampel. Pada kebanyakan aplikasi, data yang dikumpulkan dalam area yang dipilih dari permukaan sampel, dan gambar 2 dimensi yang dihasilkan menampilkan variasi spasial di properti ini.

Prinsip kerja SEM adalah sebagai berikut, sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda lalu lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel dan sinar elektron yang terfokus memindai keseluruhan sampel lalu diarahkan ke gulungan pemindai. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan

mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor.

Prinsip kerja SEM adalah dengan menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. SEM memiliki kemampuan yang unik untuk menganalisis permukaan suatu bahan dengan perbesaran yang sangat tinggi. Dengan SEM maka tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel dari bahan dapat diamati dengan baik. Hasil karakterisasi SEM berupa pencitraan material dengan menggunakan prinsip mikroskopi, namun menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik. Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra permukaan yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron.

SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada mikroskop optik. Hal ini disebabkan oleh panjang gelombang de Broglie yang dimiliki elektron lebih pendek daripada gelombang optik. Makin kecil panjang gelombang yang digunakan maka makin tinggi resolusi mikroskop (Abdullah, 2009).

2.2.3. Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Spektrofotometer FTIR adalah alat untuk mengenal struktur molekul khususnya gugus fungsional. Daerah inframerah meliputi inframerah dekat (near infrared, NIR) antara 20.000-4000 cm^{-1} , IR tengah 4000-400 cm^{-1} dan IR jauh (far infrared, FIR) berada pada 400-10 cm^{-1} (Sastrohamidjojo, 2003). Gugus fungsional dari suatu molekul dapat dilihat pada daerah-daerah yang spesifik menggunakan harga frekuensi gugus fungsional.

Pada dasarnya spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) sama dengan

spektrofotometer IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati contoh (Lathifah, 2008). Spektrofotometer IR dispersi menggunakan prisma (grating) sebagai pengisolasi radiasi, sedangkan spektrofotometer FTIR menggunakan interferometer yang dikontrol secara otomatis dengan komputer.

Spektrofotometer FTIR (Fourier Transform Infra Red) dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif (Hayati, 2007). Secara keseluruhan, analisis menggunakan spektrofotometer FTIR memiliki dua kelebihan utama dibandingkan dengan dispersi, yaitu: (a) spektrofotometer FTIR dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan cara sekuensial atau scanning, (b) Sensitifitas dari metode spektrofotometer FTIR lebih besar

daripada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistem detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (slitless).