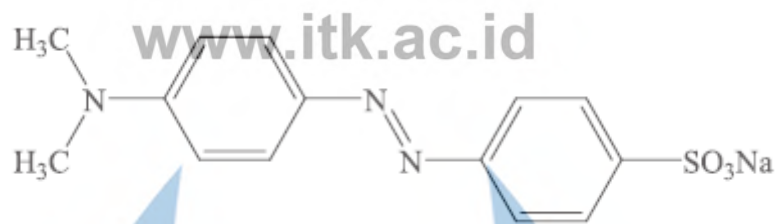


BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Pada bab 2 tinjauan pustaka akan dijelaskan mengenai referensi yang berkaitan dengan penelitian ini. Bab 2 meliputi beberapa aspek bahasan, diantaranya : *Methylene Orange*, Limbah Cangkang Telur, AOPs, Proses Fenton, Katalis, *Impregnation*, Adsorpsi, SEM, FTIR, XRD, dan penelitian terdahulu.

2.1 *Methylene Orange* (MO)

Methylene orange merupakan zat warna yang biasanya digunakan pada industri tekstil, percetakan, kertas, makanan, bidang farmasi dan penelitian laboratorium. *Methylene orange* memiliki struktur molekul yang ditunjukkan pada gambar 2.1 (Haque, 2011). *Methylene orange* adalah senyawa yang memiliki rumus kimia $C_{14}H_{14}N_3O_3SNa$ dan biasanya dipakai sebagai indikator titrasi asam basa pada penelitian laboratorium. Indikator *methylene orange* ini akan berubah warna dari merah pada pH di bawah 3,1 dan menjadi warna kuning pada pH di atas 4,4. (Amalina, 2016). Selain itu *methylene orange* juga merupakan zat warna azo yang banyak digunakan dalam pewarnaan kain pada industri tekstil. Gugus azo dalam *methylene orange* adalah zat warna sintetis yang paling reaktif dalam proses pencelupan bahan tekstil. Masuknya senyawa azo ke dalam lingkungan tidak diinginkan karena beberapa zat warna azo dan produk turunannya bersifat toksik dan karsinogenik bagi lingkungan (Dewi, 2019). *Methylene orange* dalam bentuk padatan maupun larutan juga dapat memberikan dampak buruk bagi makhluk hidup apabila terhirup dan terkontak dengan kulit. Oleh karena itu, diperlukan metode pemurnian terhadap air yang tercemar limbah zat warna *methylene orange* ini. Salah satu metode yang dapat digunakan adalah proses oksidasi dari sinar UV dan hidroksil radikal untuk mendegradasi limbah zat warna *methylene orange* dengan menggunakan material semikonduktor (Aziztyana, 2019).



Gambar 2.1 Struktur Molekul *Methylene Orange* (Mohammadi, 2011)

2.2 Cangkang Telur Ayam

Di Indonesia mayoritas penduduknya mengonsumsi telur sebagai sumber protein hewani. Tiap tahunnya Indonesia menghasilkan hampir 170 ton limbah cangkang telur (Novalius, 2019). Menurut data BPS (2019), pada tahun 2017-2019 produksi telur di Kalimantan Timur mengalami kenaikan. Pada 2017 sebesar 10.171.32 ton, sedangkan pada tahun 2019 mencapai 13 834.74 ton. Sehingga dapat disimpulkan bahwa produksi telur di Kalimantan Timur sangat besar sehingga menghasilkan cangkang telur yang sangat besar pula. Cangkang telur selama ini belum banyak diolah secara maksimal. Biasanya cangkang telur hanya dimanfaatkan sebagai pakan unggas, pupuk organik, dan bahan baku kerajinan tangan.

Berdasarkan penelitian Waheed (2020) cangkang telur ayam dapat dimanfaatkan sebagai sebagai *catalyst support* alternatif. Cangkang telur mengandung CaCO_3 murni (94%), MgCO_3 (1%), Ca_3PO_4 (1%), dan bahan organik lain (4%). Cangkang telur memiliki pori yang sedikit berkembang. Agar cangkang telur dapat diaplikasikan secara efektif menjadi *catalyst support* diperlukan proses kalsinasi terhadap cangkang telur yang bertujuan untuk meningkatkan pori dan menghasilkan CaO murni (Wei, 2019).

Berdasarkan penelitian (Sree, 2020) cangkang telur ayam memiliki komposisi CaO yang dihasilkan dari dekomposisi CaCO_3 . CaO biasanya digunakan sebagai katalis pada degradasi zat warna berbahaya, bahan pengikat cat, dan lain-lain. CaO merupakan katalis heterogen yang paling ideal dalam mendegradasi zat warna berbahaya. CaO memiliki luas permukaan yang tinggi, memiliki jumlah pori yang banyak pada permukaannya, dan memiliki nilai *yield* yang tinggi sebagai katalis (Awogbemi, 2018). Menurut (Ummartyotin, 2015),

www.itk.ac.id

untuk dapat menghasilkan CaO murni dari limbah cangkang telur ayam, diperlukan proses kalsinasi dengan menggunakan temperatur 900-1000^oC. Kalsinasi dengan temperatur tinggi diperlukan untuk mendapatkan dekomposisi CaCO₃ dari cangkang telur menjadi CaO yang efektif dengan menggunakan reaksi eksotermik yang ditunjukkan pada reaksi dibawah ini.



2.3 *Advance Oxidation Process (AOPs)*

Advance oxidation process merupakan teknologi yang biasa digunakan sebagai permurnian air alternatif dengan menggunakan oksigen reaktif tinggi seperti hidroksil radikal ($\bullet\text{OH}$) yang mampu menguraikan polutan organik berbahaya. AOPs secara general adalah teknologi yang paling baik diantara metode pemurnian air lainnya seperti *adsorption based carbon active*. Karena metode *adsorption* karbon aktif juga memiliki kekurangan yaitu hanya dapat memindahkan limbah zat warna ke media lain. Apabila *adsorbent* telah melewati batas jenuh maka dibutuhkan penggantian *adsorbent* agar kemampuan penyerapannya tetap baik (Cundari, 2016). Oleh karena itu, diperlukan metode alternatif yang lebih efisien yaitu metode *Advance Oxidation Processes (AOPs)*. Teknologi AOPs dapat menghasilkan hidroksil radikal ($\bullet\text{OH}$) dengan menggunakan salah satu atau kombinasi dari ozon, hidrogen peroksida dengan atau tanpa radiasi yang bersumber dari *ultrasounds*, *ultraviolet* dan lain-lain. Dengan hidroksil radikal yang dihasilkan, teknologi AOPs memiliki kemampuan untuk membuat mineralisasi terhadap polutan organik berbahaya (Atalay, 2016). Hidroksil radikal merupakan pereaksi oksidasi terkuat kedua setelah *fluorine* dengan nilai potensial oksidasi 2,80 V, dan juga mampu mendegradasi lebih cepat dibandingkan ozon yang memiliki nilai potensial oksidasi lebih rendah yaitu 2.07 V. (Babuponnunami, 2013).

Efisiensi teknologi AOPs dapat ditingkatkan dengan penggunaan katalis yang sesuai. Berdasarkan penggunaan katalisnya teknologi AOPs diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu homogen dan heterogen. Penggunaan katalis yang

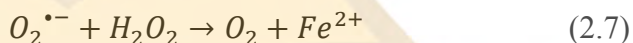
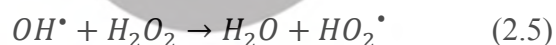
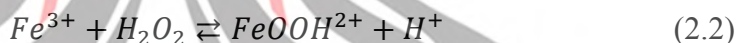
www.itk.ac.id

ekonomis dan ramah lingkungan serta dapat digunakan secara berulang akan dapat meningkatkan pemanfaatan teknologi AOPs (Atalay, 2016).

2.4 Proses Fenton

Fenton termasuk dalam AOPs (*Advanced oxidation processes*) (Babuponnusami, 2013). Fenton merupakan salah satu metode *advance* paling efektif dalam proses penghilangan atau degradasi pada banyak jenis polutan berbahaya pada air limbah (Xu, 2020). Proses fenton dapat dilakukan pada kondisi temperatur kamar dan tekanan atmosfer. Selain itu, reagen yang dibutuhkan dalam proses ini mudah didapatkan, mudah disimpan dan ditangani, aman dan tidak menyebabkan kerusakan lingkungan (Babuponnusami, 2013).

Fenton berkaitan dengan reaksi peroksida, seperti hidrogen peroksida (H_2O_2) dengan ion besi (Babuponnusami, 2013). Pada metode Fenton, hidrogen peroksida (H_2O_2) berfungsi sebagai oksidator dan ion besi sebagai katalisator. Radikal hidroksil ($\cdot OH$) dapat dihasilkan dari reaksi antara ion besi dan *hydrogen peroxide* (H_2O_2). Dari reaksi tersebut menunjukkan adanya oksidasi besi menjadi ion besi untuk menguraikan H_2O_2 menjadi radikal hidroksil (persamaan 2.2-2.8).



(Perez dan Benito, 2004)

Radikal hidroksil yang dihasilkan dari reaksi Fenton dapat mendegradasi polutan pada air limbah seperti zat pewarna tekstil (persamaan 9 dan 10), hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Tasaki (2008). Semakin banyaknya radikal bebas OH^\bullet yang terbentuk maka semakin banyak pula senyawa pewarna yang terdegradasi (Perdana, 2014).



(Tasaki, 2008)

Proses fenton dapat dilakukan dengan menggunakan nano-komposit MnO_2/Fe_3O_4 yang ditambahkan larutan H_2O_2 untuk mendegradasi zat warna *methylene orange*. Adapun tahapan degradasinya meliputi *adsorption-degradation-desorption*. Pertama, H_2O_2 dan *methylene orange* teradsorpsi ke permukaan nano-komposit. Kedua, H_2O_2 bereaksi dengan katalis MnO_2 untuk membentuk $\bullet OH$, $\bullet OOH$, $\bullet O_2$ yang akan mendegradasi *methylene orange* yang teradsorpsi pada permukaan katalis. Dan terakhir, produk akhir dari hasil degradasi *methylene orange* dan hidroksil yang sudah stabil keluar menuju larutan (Zang, 2010).

2.5 Katalis

Katalis merupakan suatu senyawa yang dapat meningkatkan laju reaksi tetapi tidak dikonsumsi oleh reaksi. Katalis digunakan secara luas baik di alam, laboratorium dan industri. (Shriver, D. & Atkins, P., 1999). Berdasarkan fasanya, katalis dibedakan menjadi dua yaitu katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang berada pada fase yang sama (liquid) dengan reaktan. Sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang berada pada fase yang berbeda dengan reaktannya (dapat berupa padatan, cairan yang tidak dapat bercampur ataupun gas) (Helwani, 2009).

2.3.1 Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang berada pada fasa yang sama seperti reaktan dan produk. Beberapa contoh misalnya oksidasi SO_2 oleh NO_2 (uap-uap), hidrolisis ester oleh asam (cair-cair), dan dekomposisi potasium khlorat dengan MnO_2 (padat-padat). Reaksi sangat spesifik dengan yield yang tinggi dari produk yang diinginkan. Menurut Husin dkk (2011), pemisahan antara produk dengan katalis sulit karena berada pada satu fasa, penggunaan katalis ini hanya sekali saja dan tidak dapat didaur ulang. Katalis homogen ini memiliki beberapa kelemahan antara lain hanya dapat digunakan pada skala laboratorium, operasi pada fase cair dibatasi pada kondisi suhu dan tekanan, sehingga peralatan lebih kompleks dan

sulit dilakukan secara komersial (Widyawati, 2007).

2.1.2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang berada dalam fasa yang berbeda dengan reaktan, biasanya katalis heterogen berupa padatan dan interaksi pada permukaan padat-gas atau padat-cair (Ulyani., 2008). Dalam katalis heterogen, zat padat yang bertindak sebagai katalis dapat mengikat sejumlah gas atau cairan pada permukaannya berdasarkan adsorpsi. Katalis heterogen memiliki keuntungan dibandingkan dengan katalis homogen yaitu memproduksi logam yang lebih sedikit, ramah lingkungan dan katalis mudah dipisahkan dari larutan (Sreeja, 2016)

2.6 Impregnasi

Impregnasi didefinisikan sebagai salah satu metode dalam preparasi katalis yang paling sederhana dan cepat. Metode impregnasi dilakukan dengan cara mengadsorpsi garam prekursor yang mengandung komponen aktif logam di dalam larutan pada padatan pengemban (*material support*). Tujuan dari impregnasi adalah untuk memenuhi pori pengemban dengan larutan garam logam dengan konsentrasi tertentu. Metode impregnasi memiliki beberapa keuntungan, yaitu sangat cocok untuk katalis dengan persen berat komponen aktif katalis yang kecil, yaitu komponen aktif yang termasuk logam transisi namun diinginkan terdistribusi sempurna sehingga diperoleh luas permukaan komponen aktif yang besar. Secara umum, impregnasi dapat dilakukan melalui tahapan-tahapan berikut.

- a) Bahan pengemban dicuci kemudian dipanaskan dalam oven untuk menguapkan zat pengotornya. Adanya zat pengotor dapat menghalangi penetrasi larutan impregnan ke dalam bahan pengemban.
- b) Kemudian bahan pengemban katalis dikontakkan dengan larutan garam logam atau impregnan.
- c) Selanjutnya larutan impregnan berlebih dihilangkan.
- d) Kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 – 120°C.

e) Setelah kering dikalsinasi pada suhu tertentu untuk menguapkan pelarut dan dekomposisi garam logam. (Dewi, 2016)

2.7 Adsorpsi

Salah satu metode dalam penghilangan kontaminan, seperti logam berat pada air limbah adalah adsorpsi (Rios, 1999). Metode adsorpsi ini banyak digunakan dalam penanganan air limbah karena beberapa kelebihanannya, yaitu proses yang mudah, hemat energi dan efektivitas biaya (Bonilla, 2017). Adsorpsi merupakan proses penyerapan suatu zat pada suatu permukaan zat lainnya. Dimana zat yang menyerap disebut adsorben dan zat yang terserap disebut adsorbat. Adsorben merupakan zat padat yang dapat menyerap komponen tertentu dari suatu fase fluida. Adsorpsi adalah metode untuk mencapai persebaran yang merata dari komponen aktif pada komponen pendukung (*support*). Partikel atau serbuk akan mengadsorpsi ion garam logam (Bagheri, 2017). Kebanyakan adsorben adalah bahan-bahan yang sangat berpori dan adsorpsi berlangsung terutama pada dinding pori-pori atau pada letak-letak tertentu di dalam partikel tersebut (Ali, 2017). Pada dasarnya adsorben dibagi menjadi tiga bagian yaitu adsorben yang dapat mengadsorpsi secara fisik (material berpori seperti karbon aktif dan zeolit), adsorben yang mengadsorpsi secara kimia (*calcium chloide, metal hydride, dan complex salts*) dan adsorben yang mengadsorpsi secara kimia dan fisik (*composite adsorbent*). Proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat kimia dan fisika (Reynolds, 1982).

Menurut Ginting (2008) terdapat faktor – faktor yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi antara lain yaitu :

1) Ukuran molekul adsorbat

Ukuran molekul adsorbat yang sesuai merupakan hal penting agar proses adsorpsi dapat terjadi, karena molekul – molekul yang diadsorpsi adalah molekul – molekul yang memiliki diameter yang lebih kecil atau sama dengan diameter pori adsorben.

2) Luas Permukaan dan Volume Pori Adsorben

Jumlah molekul adsorbat yang teradsorpsi meningkat dengan bertambahnya luas permukaan dan volume pori adsorben. Semakin besar luas permukaan maka semakin besar pula daya adsorpsinya, hal ini terjadi dikarenakan proses adsorpsi semakin banyak molekul adsorbat yang dapat diserap.

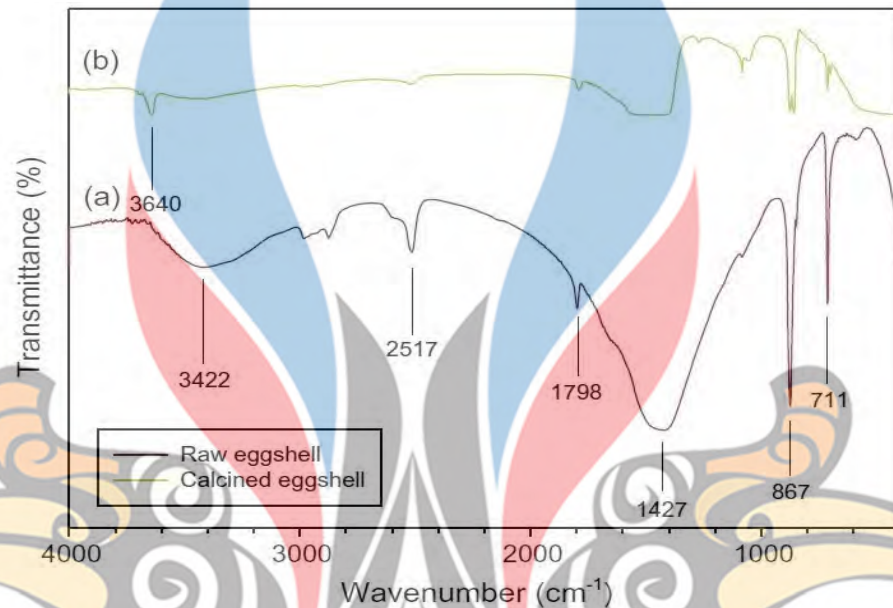
- 3) Gugus fungsi dan interaksi molekul pada permukaan adsorben. Gugus fungsi adsorben memiliki sifat-sifat tertentu yang mempengaruhi kemampuan adsorpsi yang terjadi. Adapun interaksi inter-molekul antara adsorbat dan adsorben, mempengaruhi gaya *van der waals* atau ikatan kimia yang terjadi.

2.8 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan salah satu metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi *Fourier* untuk menganalisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan dalam FTIR adalah metode yang didasarkan pada perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Suatu materi dapat teradsorpsi oleh inframerah apabila telah memenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasi molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal, 1985). Pada data FTIR, ukuran puncak (*peak*) menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat pada sampel. Data hasil FTIR berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa, sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam suatu sampel (Alfaruqy, 2008).

Spektroskopi FTIR (*fourier transform infrared*) merupakan salah satu teknik analitik yang sangat baik dalam proses identifikasi gugus fungsi suatu senyawa. Komponen utama spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yang mempunyai fungsi menguraikan (mendispersi) radiasi inframerah menjadi komponen-komponen frekuensi. Penggunaan interferometer Michelson tersebut memberikan keunggulan metode FTIR dibandingkan metode spektroskopi inframerah konvensional maupun metode spektroskopi yang lain. Diantaranya adalah informasi struktur molekul dapat diperoleh secara tepat dan akurat

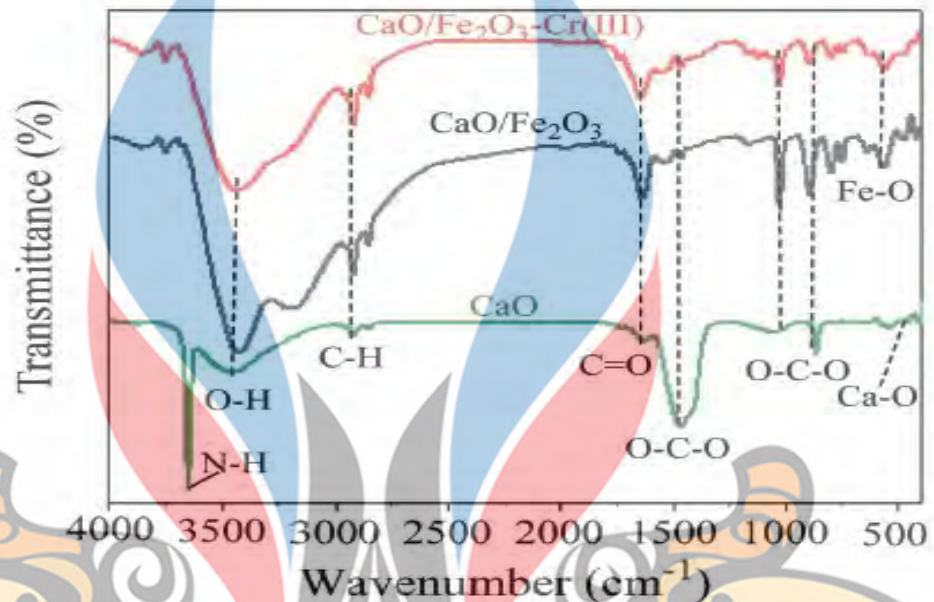
(memiliki resolusi yang tinggi). Keuntungan yang lain dari metode ini adalah dapat digunakan untuk mengidentifikasi sampel dalam berbagai fase (gas, padat atau cair). Kesulitan-kesulitan yang ditemukan dalam identifikasi dengan spektroskopi FTIR dapat ditunjang dengan data yang diperoleh dengan menggunakan metode spektroskopi yang lain (Sankari, 2010).



Gambar 2.2 Spektrum FTIR dari (a) cangkang telur mentah dan (b) CaO cangkang telur pada 700 °C (Mohammadi, 2014)

Gambar 2.2 menunjukkan hasil analisis FTIR yang dilakukan pada (a) cangkang telur mentah dan (b) cangkang yang dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 2 jam. Perbandingan kedua spektrum tersebut menunjukkan beberapa perbedaan yang berhubungan dengan perubahan gugus fungsi permukaan setelah kalsinasi. Spektrum kulit telur mentah menunjukkan puncak peregangan yang lebar pada 1427 dan 3422 cm⁻¹ masing-masing terkait dengan C-H *bonding* dan O-H *vibration*. Puncak tajam dan intens yang diamati pada 711 dan 867 cm⁻¹ mewakili mode C-O *stretching* dan *bending* dari mode *bending* CaCO₃ (Krithiga, 2011) Puncak yang terletak pada 2517 cm⁻¹ menunjukkan adanya HCO₃ dan puncak lemah pada 1798 cm⁻¹ kemungkinan berasal dari ikatan C=O dari karbonat. Spektrum cangkang telur yang dikalsinasi menunjukkan penurunan dalam intensitas puncak yang terdeteksi dalam sampel cangkang telur mentah

yang menunjukkan bahwa sebagian besar gugus fungsi permukaan hancur saat perlakuan panas. Puncak lemah yang ada pada 3640 cm^{-1} sesuai dengan mode OH *stretching* dari molekul air yang teradsorpsi oleh CaO (Mohammadi, 2014).



Gambar 2.3 Analisis FTIR untuk CaO, CaO/Fe₂O₃ sebelum dan setelah adsorpsi Cr (III) (Keshavarz, 2020)

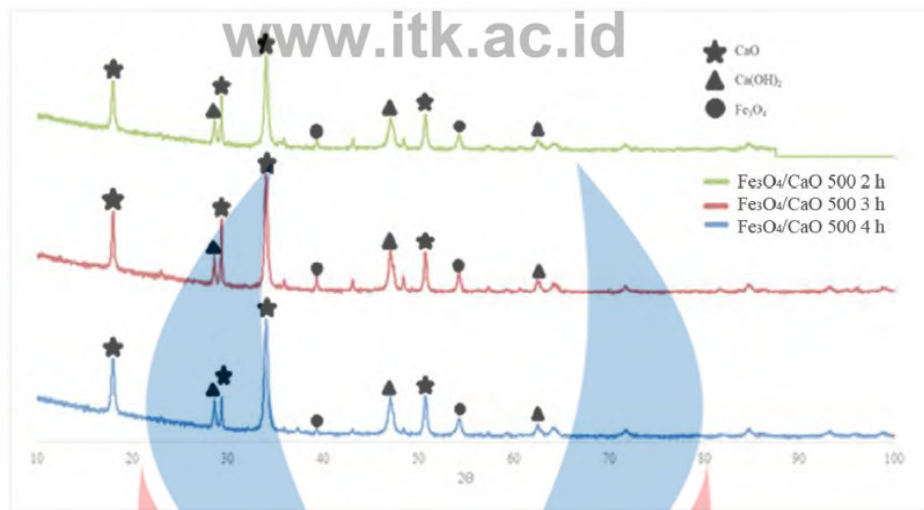
Pada gambar 2.5 ditunjukkan hasil yang diperoleh dari analisis FTIR untuk kalsium oksida (CaO) dan CaO/Fe₂O₃ sebelum dan setelah adsorpsi ion krom (III). Terlihat pada gambar 2.5 puncak yang tajam dan lebar diamati di rentang panjang gelombang 3642 dan 3451 cm^{-1} untuk CaO dibuat dari kulit telur, menunjukkan vibrasi kelompok N – H dan O – H hadir dalam struktur dari CaO. Beberapa puncak juga diidentifikasi di kisaran panjang gelombang 1639 , 1475 , 1062 , 876 cm^{-1} , menunjukkan vibrasi kelompok fungsional C = O dan C – O–O, masing-masing. Puncak kecil pada panjang gelombang 473 cm^{-1} dapat dianggap berasal dari keberadaan Ca – O sebagai struktur kalsium oksida. [17] Beberapa puncak juga diubah dalam struktur CaO setelah pembentukan katalis CaO/Fe₂O₃. Perubahan ini bisa terjadi untuk pembentukan katalis Fe₂O₃ dalam struktur dari CaO. Juga, puncak tajam ditunjukkan pada jarak tersebut dari 577 cm^{-1} dapat digunakan untuk vibrasi Fe – O yang ada dalam struktur komposit. Perubahan dari mencapai puncaknya dalam struktur CaO setelah menggunakan

CaO/Fe₂O₃ sebagai adsorben dapat dihasilkan interaksi antara kelompok fungsional dan ion Cr (III) yang diteliti dalam penelitian terbaru. (Keshavarz, 2020)

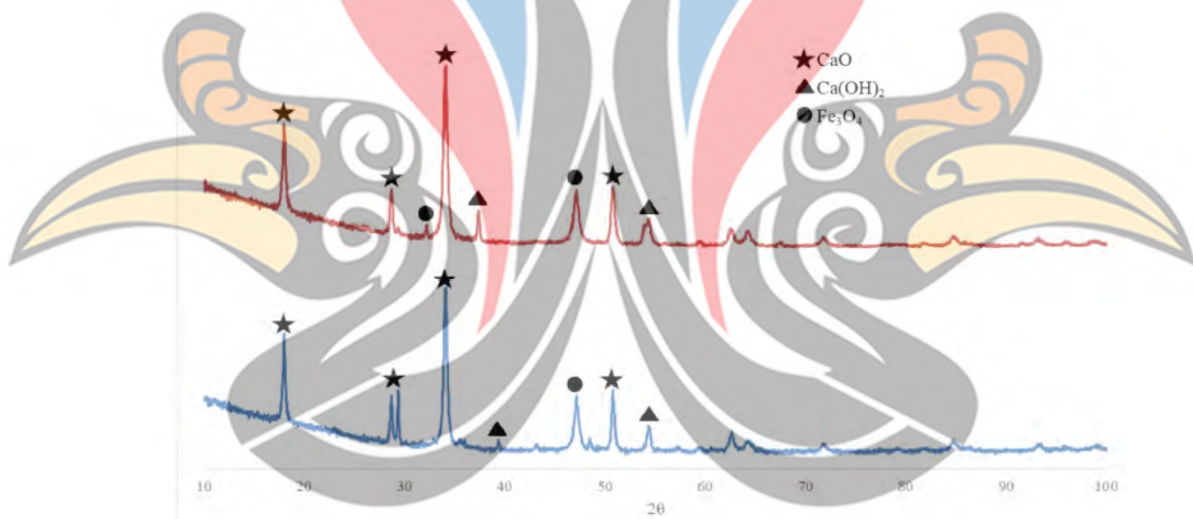
2.9 *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan suatu teknik pengujian yang digunakan untuk menentukan unsure, senyawa kimia, maupun struktur kristalnya. Teknik pengujian ini tidak akan merusak material yang akan diuji (Smallman Bishop, 2000). Teknik pengukuran menggunakan difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui fase kristalin dari suatu materi dengan menentukan parameter kisi dan struktur kristal serta untuk mendapatkan ukuran dari suatu kristal. Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi sinar yang melewati celah kristal. Difraksi cahaya oleh kristal terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Å. Radiasi yang digunakan adalah radiasi sinar-X, elektron, dan neutron (Mikrajuddin, 2009)

Berdasarkan penelitian yang dilakukan (Helwani dan Wong 2020), pada gambar 2.4 dapat dilihat bahwa semua katalis (Fe₃O₄/CaO) menunjukkan puncak yang serupa disetiap waktu kalsinasi sehingga berada pada fasa kristal yang sama. Namun, intensitas puncak (Fe₃O₄/CaO) yang diperoleh sedikit meningkat seiring dengan waktu kalsinasi yang meningkat pada waktu 3 jam. Terdapat pula adanya Ca(OH)₂ yang dihasilkan oleh proses reaksi antara kalsium oksida dan sejumlah kecil udara di atmosfer. Dan waktu rekalsinasi yang semakin lama menyebabkan Ca(OH)₂ terurai menjadi CaO Sehingga dapat disimpulkan kalsinasi memiliki dampak positif seiring dengan bertambahnya waktu kalsinasi pada keaktifan permukaan katalis. Dari data dapat disimpulkan katalis Fe₃O₄/CaO optimal pada waktu kalsinasi 3 jam.



Gambar 2.4 Pola XRD pada kalsinasi temperatur 500°C dengan variasi waktu 2, 3, 4 jam (Helwani, 2020)



Gambar 2.5 Pola XRD dengan waktu kalsinasi (3 jam) pada temperature kalsinasi 600°C dan 700°C (Helwani, 2020)

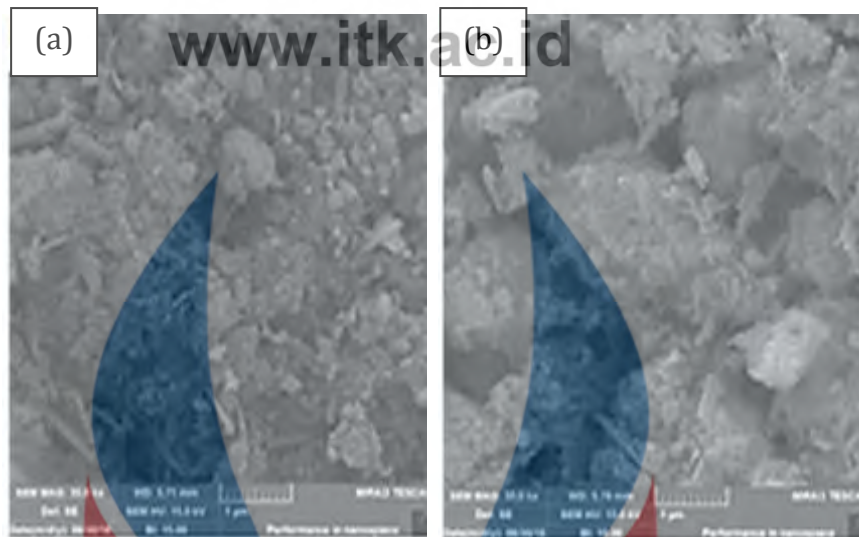
Dari data hasil XRD ditunjukkan temperatur kalsinasi optimal pada temperatur 600°C selama 3 jam. Pada gambar 2.5 Berdasarkan difraktogram XRD yang diperoleh dari tiga sampel katalis yang disintesis pada percobaan ini dapat diketahui bahwa pembentukan kristal CaO meningkat dengan meningkatnya temperatur dan waktu kalsinasi akibat temperatur tinggi yang menyebabkan pertumbuhan kristal CaO yang menutupi pori-pori katalis Fe₃O₄. (Helwani, 2020).

Ukuran luas permukaan dapat ditingkatkan apabila Fe_3O_4 masuk ke pori-pori CaO dan bergabung satu sama lain dimana akan memiliki ketahanan terhadap temperatur tinggi dan struktur kristal CaO akan mengecil dengan peningkatan temperatur yang menyebabkan luas permukaannya meningkat (Wong, 2015).

2.10 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan salah satu tipe mikroskop elektron yang mampu menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah permukaan sampel. Selama ini SEM dikembangkan untuk mengatasi batasan-batasan pada mikroskop optik dan meningkatkan perbesaran dan resolusi jauh lebih besar dari sistem optikal. SEM merupakan alat yang sangat kuat untuk menguji dan menginterpretasikan mikro-struktur dari suatu material, dan digunakan secara luas pada material-material sains. Mikroskop ini digunakan untuk mempelajari struktur permukaan objek, yang secara umum diperbesar antara 1.000-40.000 kali (Ayyad, 2011)

Prinsip dasar SEM didasarkan atas sebuah peristiwa interaksi antara sinar elektron dengan spesimen padatan. Gambar atau foto yang dihasilkan oleh SEM memiliki penampilan tiga dimensi serta berguna dalam menentukan struktur permukaan dari sebuah sampel. Sebuah filament (electron gun) pada scanning electron microscope digunakan untuk membangkitkan sinar elektron pada sebuah vakum yang dihasilkan dalam sebuah kamar dimana sampel disimpan untuk dianalisis. Sinar tersebut diarahkan dengan akurat oleh lensa kondensor elektromagnetik, difokuskan oleh lensa objektif, dipindai melewati permukaan sampel oleh gulungan pendeteksi elektromagnetik. Metode penggambaran yang utama ialah dengan mengumpulkan elektron sekunder yang dilepaskan oleh sampel. Elektron sekunder dideteksi oleh sebuah material kilau yang menghasilkan kilat cahaya dari elektron-elektron. Selanjutnya kilat cahaya dideteksi dan diperkuat oleh sebuah photomultiplier tube. Dengan menghubungkan posisi pemindaian sampel dengan sinyal yang dihasilkan, maka dihasilkan gambar atau foto berwarna hitam putih (Ayyad, 2011).



Gambar 2.6 Analisis SEM untuk katalis CaO/Fe₂O₃ (Keshavarz, 2020)

Gambar 2.6 (a) menunjukkan tampak permukaan CaO/Fe₂O₃ dan gambar (b) menunjukkan tampak permukaan CaO/Fe₂O₃ setelah adsorpsi Cr(III). Pada gambar diatas terlihat katalis CaO/Fe₂O₃ memiliki permukaan yang berbeda kekasaran dan ukuran partikel, yang sangat penting dan efektif dalam proses adsorpsi ion Cr (III). Setelah Adsorpsi Cr (III), permukaan CaO/Fe₂O₃ telah diubah, yang dapat dikaitkan untuk penggantian ion pada permukaan dengan ion Cr (III). Di analisis juga ditunjukkan distribusi yang homogen dari karbon, oksigen, besi, dan kalsium di permukaan. Adanya besi di permukaan adsorben dapat disebabkan oleh pembentukan ion Fe dari Fe₂O₃. (Keshavarz, 2020)

2.12 Penelitian Terdahulu

Berikut adalah rangkuman hasil penelitian terdahulu yang memiliki keterkaitan dengan penelitian yang telah dilakukan.

Tabel 2.1 Penelitian terdahulu

No	Nama dan Tahun Publikasi	Hasil
1	Helwani, Zuchra dkk	Metode: Preparasi Katalis Fe ₃ O ₄ /CaO yaitu dengan sampel Fe ₃ O ₄ digrintir sehingga menghasilkan ukuran

2020	<p>partikel sekitar 75 μm dan 150 μm. Ayakan dengan ukuran sekitar 100 dan 200 mesh. Fe_3O_4 dicuci dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C. Cangkang telur ayam dicuci dengan air destilasi untuk menghilangkan kotoran dan selanjutnya dioven pada suhu 105°C selama 24 jam untuk menghilangkan air yang menempel. Cangkang telur yang telah dikeringkan digiling dan diayak dengan ukuran 75 dan 150 μm. Cangkang telur dikalsinasi dalam tungku pada suhu 900°C selama 2,5 jam untuk menghasilkan CaO. CaO dan Fe_3O_4 yang diperoleh ditimbang berdasarkan perbandingan berat CaO dan magnetit sekitar 60:40 (wt.). Untuk membuat katalis bermuatan CaO 30% berat, 18 g bubuk cangkang telur yang telah dikalsinasi dilarutkan dalam 250 mL air dalam gelas dan diaduk menggunakan <i>magnetit stirrer</i> pada hotplate hingga mencapai suhu sekitar 70°C. Proses hidrasi digunakan untuk membentuk larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$, larutan ini kemudian ditambahkan ke 12 g Fe_3O_4 dan diaduk selama 4 jam pada kecepatan 700 rpm sampai diperoleh larutan homogen. Lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam. Kemudian dikalsinasi dalam tungku dengan variasi temperatur 500°C, 600°C, dan 700°C, dengan variasi waktu 2, 3, dan 4 jam.</p> <p>Hasil : Kekuatan dasar $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CaO}$ yang paling kuat Fe_3O_4 yaitu pada kalsinasi akhir 600°C selama 3 jam.</p>
2 Goli, Jibril (2018)	<p>Metode: cangkang telur ayam yang telah dibersihkan di oven dengan temperatur 100°C selama 24 jam lalu dibuat menjadi serbuk, di ayak dengan <i>mesh</i> 120. Kemudian di kalsinasi selama 3 jam dengan temperatur 500-110°C.</p> <p>Hasil : limbah cangkang telur yang mengandung CaCO_3 terdekomposisi menjadi CaO pada temperatur 900°C selama 3 jam yang merupakan katalis heterogen alkali yang paling aktif.</p>
3 Yasar, Fevzi (2019)	<p>Metode: limbah cangkang telur dibersihkan dengan air suling. Dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 1 jam. Lapisan dalam dan kotoran lainnya pada cangkang kering dihilangkan dan kemudian digiling pada mesin penggilingan listrik hingga kira-kira 70 mm. Bubuk yang dihasilkan dioven pada temperatur 950°C selama 4 jam dan dikalsinasi untuk konversi dari CaCO_3</p>

menjadi CaO.

Hasil: Dalam produksi biodiesel, parameter yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi metanol dengan minyak lobak dan limbah kulit telur dan katalis CaO berbiaya rendah diteliti. Kondisi reaksi transesterifikasi yang paling sesuai dengan menjaga katalis 4%, waktu reaksi 1 jam dan kondisi reaksi 60°C konstan. Hasil tertinggi diperoleh 96,81% (CaO), 95,12% (cangkang telur). Nilai densitas dan viskositas biodiesel yang diperoleh pada kondisi ini ditentukan sebagai CaO: 888 kg/m³, 4.946mm²/s, cangkang telur: 890 kg/m³, 4.954mm²/s.

-
- 4 Subkhan, Mokhammad (2018) Metode : 10 ml larutan H₂O₂ 30% ditambahkan ke dalam 100 ml larutan metilen orange dengan konsentrasi 10,20,30 ppm. Ditambahkan oksida mangan sebanyak 0.03 g, lalu dilakukan pengujian UV-Vis dengan pengambilan sampel pada menit 5, 10, 15, 25, 30, 60, 90. Hasil : Degradasi metilen orange terbaik didapatkan dari penambahan katalis oksida mangan pada metilen orange dengan konsentrasi 10 ppm.
-
- 5 Liu, Xuan (2015) Metode : 500 ml larutan methylene blue dengan konsentrasi 100 ppm ditambahkan katalis Fe-Mn dengan variasi massa 0.3, 0.5 dan 0.7 gram kemudian diaduk dengan magnetic stirrer dan ditambahkan O₃. Selanjutnya masing-masing sampel diuji menggunakan UV-Vis Hasil : Hasil degradasi methylene blue paling tinggi pada penambahan kalais Fe-Mn sebanyak 0.7 gram. Semakin banyak jumlah katalis yang digunakan maka tingkat degradasi methylene blue akan semakin meningkat.
-