

Prinsip dan Teknik Penggunaan Gas Sorption Analyzer (GSA)

Sudarlin

Jurusan Kimia UIN Sunan Kalijaga, 2012

A. Pengantar

Gas Sorption Analyzer (GSA) tidak termasuk alat analisis instrument karena alat ini tidak melakukan konversi sinyal-sinyal listrik untuk menghasilkan suatu data seperti halnya spektroskopi, GC, HPLC, dan alat-alat instrument lainnya. Alat ini hanya melakukan pengukuran fisik terhadap suatu material, meliputi luas permukaan, volume pori, jari-jari pori, distribusi pori, dll. Pengukuran tersebut bertujuan untuk karakterisasi suatu bahan material.

Hasil karakterisasi yang diperoleh dapat digunakan untuk berbagai tujuan penelitian, industry, dsb. Sebagai contoh, karbon aktif merupakan bahan material yang sering digunakan sebagai absorbent (penyerap). Karakterisasi penyerapan karbon aktif tersebut, seperti daya serap, absorbat yang dapat diserap, dsb, dapat dipelajari setelah mengetahui luas pori, volume pori, jari-jari pori, dan distribusi porinya. Bahkan, dengan data-data tersebut dapat pula dilakukan modifikasi terhadap karbon aktif untuk meningkatkan kemampuan penyerapannya.

Syarat material yang dapat dikarakterisasi dengan GSA adalah padatan berpori. Beberapa contohnya, antara lain, material karbon, pengemban katalis, material organik, zeolit, alumina, lumpur, silica, keramik, semen, paper, serbuk logam, tulang, dll.

B. Prinsip kerja

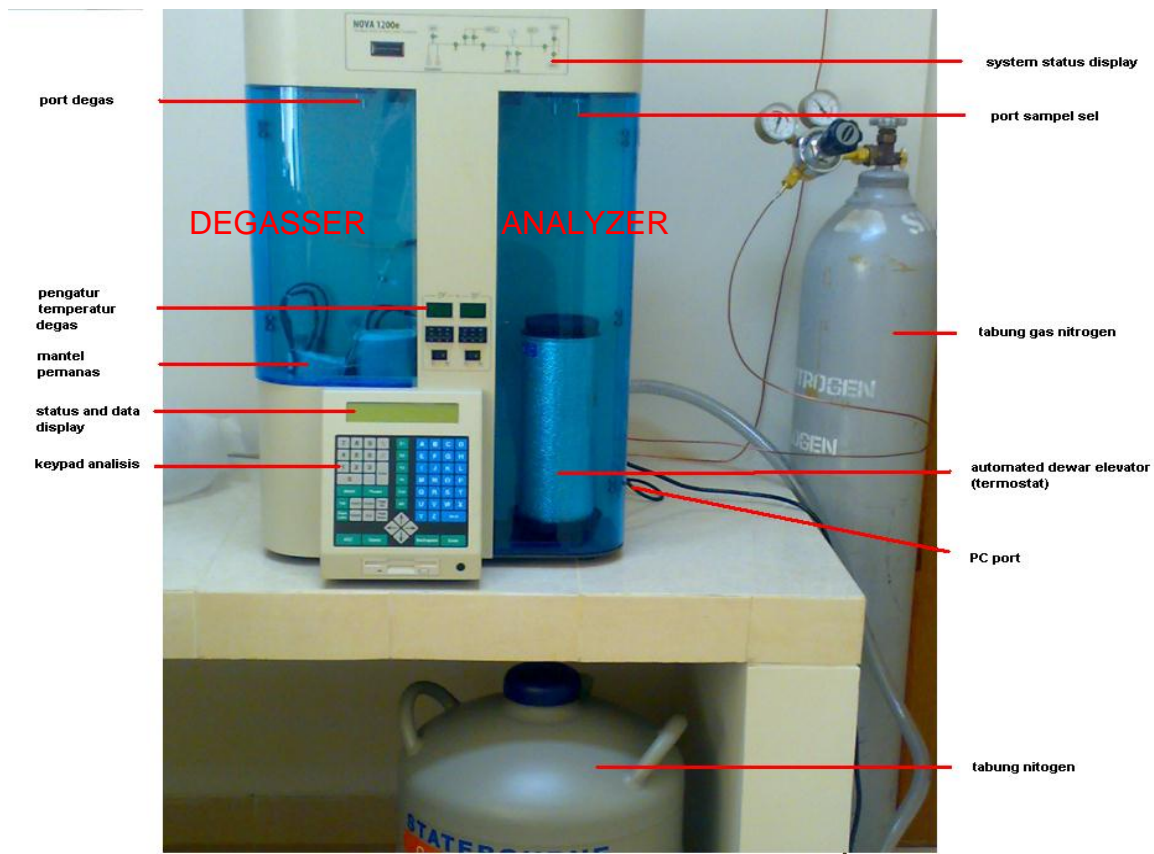
Prinsip kerja alat ini menggunakan mekanisme adsorpsi gas pada permukaan suatu bahan padat pada berbagai tekanan dan suhu yang konstan (isotherm). Gas yang biasa digunakan adalah helium untuk mikropori ($< 20 \text{ \AA}^{\circ}$), nitrogen untuk mesopori ($20\text{-}500 \text{ \AA}^{\circ}$), atau argon untuk makropori ($> 500 \text{ \AA}^{\circ}$).

Saat analisis, GSA hanya mengukur volume gas yang diserap oleh pori/ permukaan padatan pada kondisi isotherm tersebut. Volume gas yang diperoleh pada berbagai tekanan tersebut diplot pada grafik volume gas (v) vs tekanan relative (P/P_0). Data yang diperoleh tersebut, selanjutnya diolah menggunakan berbagai pilihan teori dan model perhitungan

yang dikembangkan para peneliti untuk mengubahnya menjadi data luas permukaan, volume pori, jari-jari pori, dsb. Misalnya saja untuk menghitung luas permukaan padatan dapat digunakan BET teori, Langmuir teori, metode t-plot, dan lain sebagainya (akan dijelaskan kemudian).

C. Preparasi sampel

Alat ini terdiri dari dua bagian utama yaitu Degasser dan Analyzer. Degasser berfungsi untuk memberikan perlakuan awal pada padatan sebelum dianalisa, yaitu menghilangkan zat-zat pengotor (misalnya air, mineral, dan zat volatile lainnya) yang masih menempel/terperangkap pada pori/permukaan padatan tersebut. Fungsi ini disebut proses *degassing*.



Gambar 1. Alat GSA NOVA 1200e di Lab. Riset Kimia UIN Sunan Kalijaga

Proses degassing dilakukan dengan cara memanaskan bahan uji dalam sampel sel yang dihubungkan dengan port degas menggunakan mantel pemanas. Proses ini dapat

dilakukan dengan 2 cara, yaitu kondisi flow atau kondisi vakum. Pada kondisi flow gas dialirkan ke dalam sampel sel, sehingga dapat mendesak zat-zat pengotor yang ada. Adapun pada kondisi vakum, dilakukan dengan cara mengurangi tekanan sehingga bahan-bahan pengotor yang ada dapat terlepas. Kondisi vakum jarang dipakai apabila bahan uji terlalu ringan untuk mencegah terjadinya elutriasi dan tersedotnya partikel padatan masuk ke alat yang dapat merusak alat.

Untuk sampel yang sangat ringan, selain dapat di-pelet-kan terlebih dahulu, dapat pula dengan cara memakai sampel sel yang sesuai. Beberapa jenis sampel sel disajikan pada gambar 2 dibawah ini. Samepl sel yang memiliki tempat sampel besar biasanya dipakai untuk serbuk sedangkan yang kecil untuk pelet atau serbuk yang tidak mudah melayang.



Gambar 2. Beberapa contoh sampel sel GSA

Proses degassing dilaksanakan selama 2-4 jam dengan suhu pemanasan berkisar antara 40 – 300 °C tergantung pada karakteristik padatan yang akan dianalisis. Suhu yang terlalu tinggi dapat melelehkan, bahkan mungkin merusak padatan, sehingga tidak dapat dianalisis lagi karena syarat bahan uji GSA adalah padatan berpori. Adapun suhu yang terlalu rendah boleh jadi menyebabkan proses degassing sia-sia, karena masih banyak zat pengotor yang tersisa. Namun beberapa seri terbaru alat ini sudah dilengkapi dengan

metode pengecekan kesempurnaan proses degassing dengan menekan tombol tertentu pada computer control.

Setelah proses degassing selesai, padatan ditimbang kembali untuk mengetahui berat yang sebenarnya. Bahan uji yang dibutuhkan untuk analisis dengan GSA cukup 0.05-0.2 gram saja.

D. Proses Analisa

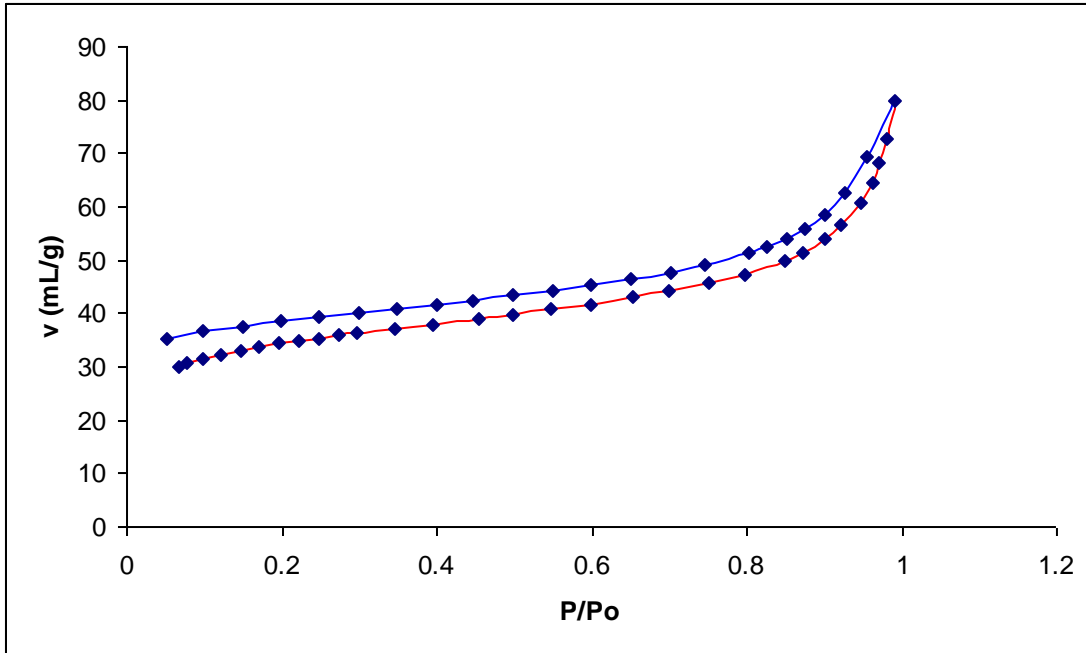
Proses analisa dengan GSA dilakukan pada kondisi isotherm, yaitu pada berbagai variasi tekanan dan suhu konstan. Variasi tekanan disetup relative terhadap tekanan standar, yaitu (P/P_0) melalui computer control sebelum proses analisa dimulai. Besarnya (P/P_0) berkisar antara 0.05 hingga 0.995.

Sampel sel yang berisi bahan uji yang akan dianalisis (telah didegassing) dihubungkan dengan port gas pada alat analyzer GSA. Nitrogen cair pada suhu 77.035 K (jika menggunakan gas N_2) dituang ke dalam thermostat yang secara otomatis akan merendam sampel sel, sehingga proses analisa akan berlangsung pada suhu konstan, yaitu 77.035 K.

Pada saat proses analisa berlangsung, gas nitrogen akan dialirkan melalui port gas ke dalam tabung sampel sesuai dengan tekanan yang telah disetup sebelumnya. Semakin tinggi tekanannya, maka semakin banyak pula gas nitrogen yang akan diadsorpsi oleh padatan. Hubungan keduanya akan diplot secara otomatis oleh software pada computer sebagai grafik v vs P/P_0 .

E. Analisis Data

Contoh grafik yang diperoleh dengan analisis GSA dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Contoh grafik yang diperoleh dengan analisis GSA

Gambar 3 memperlihatkan volume gas adsorbat yang diadsorpsi pada variasi P/P₀ (warna merah/garis bawah). Data dari grafik tersebut dapat diolah secara manual untuk menentukan luas permukaan, volume pori, distribusi pori, jari-jari pori, porositi, dll suatu material. Namun, saat ini semua instrument GSA telah dilengkapi software yang dapat melakukan perhitungan secara otomatis.

Adapun garis biru adalah banyaknya gas nitrogen yang didesorpsi pada variasi P/P₀. Data ini tidak dipakai untuk analisa data, hanya untuk kepentingan karakterisasi material (dapat dipelajari pada kuliah kimia permukaan).

1. Luas permukaan (s)

Luas permukaan (s) suatu material dapat ditentukan dengan berbagai macam metode dan teori, antara lain *Brunauer Emmett Teller (BET) Theory*, *Langmuir Theory*, dll. Luas permukaan suatu material berdasarkan metode BET dapat ditentukan menggunakan persamaan 1.

$$s = \frac{w_m NA_{cs}}{M} \dots\dots\dots 1$$

dimana w_m adalah koefisien monolayer material, N adalah bilangan Avogadro (6.023×10^{23} molekul/mol), A_{cs} adalah *cross-sectional area* gas (untuk nitrogen 16.2 (Å)^2), dan M adalah massa molekul gas adsorbat.

Nilai w_m suatu material dapat ditentukan menggunakan persamaan 2.

$$\frac{P}{w(P_o - P)} = \frac{1}{w_m C} + \frac{C-1}{w_m C} \frac{P}{P_o} \dots\dots\dots 2$$

dimana w adalah berat gas adsorbat pada tekanan relatif (P/P_o), dan C adalah konstanta BET.

Jika persamaan 2 dimodifikasi akan diperoleh persamaan 3 sebagai persamaan linear x dan y .

$$\frac{1}{w\left(\frac{P_o}{P} - 1\right)} = \frac{1}{w_m C} + \frac{C-1}{w_m C} \frac{P}{P_o} \dots\dots\dots 3$$

dimana $\frac{C-1}{w_m C}$ adalah slope (s) dan $\frac{1}{w_m C}$ adalah intersep (i) grafik linear x dan y .

Berdasarkan nilai slope dan intersep grafik tersebut diperoleh persamaan 4.

$$w_m = \frac{1}{s + i} \dots\dots\dots 4$$

Umumnya, luas area ditentukan berdasarkan data dari grafik antara $P/P_o = 0.05$ hingga 0.3 . Hal ini, karena data pada range tersebut menghasilkan data yang lebih linear.

2. Total volume pori (v_{liq})

Total volume pori suatu material ditentukan berdasarkan volume gas yang teradsorpsi oleh pori material tersebut. Volume gas yang teradsorpsi (v_{ads}) dikonversi dari volume liquid (v_{liq}) gas yang digunakan karena temperatur ambient berada pada titik didih (kondisi cair) gas tersebut. Volume liquid dapat ditentukan berdasarkan persamaan 5.

$$v_{liq} = \frac{P_a v_{ads} v_m}{RT} \dots\dots\dots 5$$

dimana P_a tekanan ambient, v_m adalah volume molar gas cair (untuk nitrogen cair $34.7 \text{ cm}^3/\text{mol}$), R adalah tetapan gas ($82.056 \text{ cm}^3 \text{ atm mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$), dan T adalah temperatur ambient. Volume pori ditentukan saat P/P_0 mendekati 1.

Distribusi volume pori dapat pula ditentukan dengan perhitungan yang lebih rumit dan dapat anda pelajari pada kuliah kimia permukaan.

3. Jari-jari pori (r_p)

Jari-jari pori suatu material dapat ditentukan dengan asumsi bahwa bentuk pori material tersebut adalah silinder geometri, sehingga rata-rata jari-jari pori (r_p) dapat ditentukan dengan persamaan 6.

$$r_p = \frac{2v_{liq}}{s} \dots\dots\dots 6$$

F. Contoh soal

1. Tentukan luas area (s) suatu material berdasarkan data v vs P/P_0 berikut!

P/P_0	v (mL/g)
0.0498	1.3836
0.0761	1.6123
0.1017	1.8131
0.1269	1.9989
0.1521	2.1798
0.1771	2.3554
0.2023	2.5321
0.2267	2.7038
0.2519	2.8829
0.2764	3.0595
0.3019	3.2478

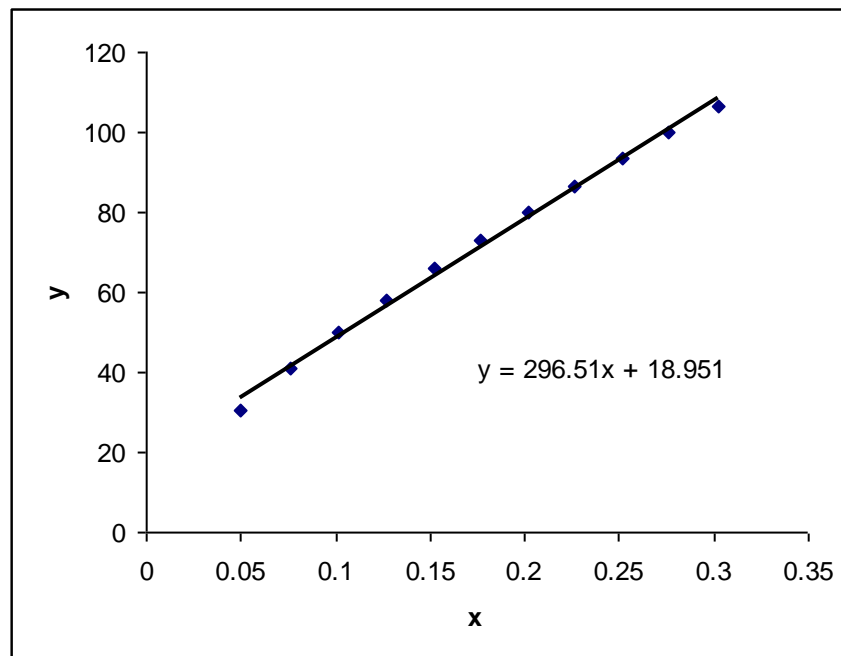
Penyelesaian

1. Konversi nilai P/P_0 menjadi P_0/P
2. Konversi nilai v menjadi nilai w ($1 \text{ mL} = 1.2506 \cdot 10^{-3} \text{ gram}$)

3. Tentukan nilai $\frac{1}{w\left(\frac{P_0}{P} - 1\right)}$

P/P_0	P_0/P	v (mL/g)	w (g)	$\frac{1}{w\left(\frac{P_0}{P} - 1\right)}$
0.0498	20.08032	1.3836	1.73033	0.030289
0.0761	13.1406	1.6123	2.016342	0.04085
0.1017	9.832842	1.8131	2.267463	0.04993
0.1269	7.880221	1.9989	2.499824	0.058142
0.1521	6.574622	2.1798	2.726058	0.065804
0.1771	5.646527	2.3554	2.945663	0.073061
0.2023	4.943154	2.5321	3.166644	0.080086
0.2267	4.411116	2.7038	3.381372	0.086698
0.2519	3.969829	2.8829	3.605355	0.093394
0.2764	3.617945	3.0595	3.826211	0.099832
0.3019	3.312355	3.2478	4.061699	0.106473

4. Tentukan persamaan garis lurus berdasarkan persamaan 3



5. Tentukan nilai koefisien multilayer (w_m) berdasarkan persamaan 4!

$$w_m = 0.00317$$

6. Tentukan luas area (s) berdasarkan persamaan 1, dimana M untuk $N_2 = 28.031!$

$$s = 11.03427 \text{ m}^2/\text{g}$$

G. Referensi

Somorjai, G.A. and Klerer, J., 1972. *Principles of Surface Chemistry*. Journal of The Electrochemical Society, 119(9), pp.279C-279C.

Adamson, A.W. and Gast, A.P., 1967. *Physical Chemistry of Surfaces*.

Duncan, J.S., 1992. *Introduction to Colloid and Surface Chemistry*.