

### **III. METODE PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan Februari hingga Mei 2012 di Laboratorium Fisika Material, Laboratorium Kimia Bio Massa, Laboratorium Kimia Instrumentasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Laboratorium Ilmu Tanah Fakultas Pertanian Universitas Lampung, Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Bandung dan Laboratorium Difraksi Sinar-X Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

#### **B. Alat dan Bahan**

##### **1. Alat**

Adapun dalam penelitian pembuatan komposit magnesium silikat ini menggunakan alat-alat yang digunakan sebagai berikut: neraca, spatula, *aluminium foil*, *beaker glass*, kompor listrik, labu kimia, gelas ukur, alat penyaring, plastik perekat, kertas *tissue*, kertas saring, *magnetic stirrer*, cawan, pipet tetes, alat penekan hidrolik, alat cetak (*die*), tungku, oven, *mortar & pestel*, XRD dan SEM dilengkapi dengan EDS.

## 2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sekam padi, magnesium nitrat heksahidrat ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), larutan KOH 5 %, larutan HCl 10 % dan akuades.

## C. Prosedur Penelitian

### 1. Preparasi Sekam Padi

Dalam proses preparasi sekam padi meliputi langkah-langkah sebagai berikut:

- a) Mengambil sekam padi dari pabrik pengilingan padi kemudian mencuci dan merendamnya dengan air panas selama 6 jam.
- b) Membuang sekam padi yang terapung dan mengambil sekam padi yang tenggelam.
- c) Mengeringkan sekam padi di bawah sinar matahari hingga kering.

### 2. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Proses pembuatan *sol* silika sekam padi meliputi tahap-tahap berikut:

- a) Menimbang sekam padi sebanyak 50 gram lalu merendamnya dengan 500 mL larutan KOH 5 % dengan perbandingan 1:10 (m/v).
- b) Memanaskan sekam padi dan larutan KOH 5% dengan menggunakan kompor listrik hingga mendidih selama 30 menit.
- c) Menyaring hasil campuran tersebut untuk mendapatkan silika dalam bentuk *sol* (filtrat) lalu mendiampkannya selama 24 jam.

### 3. Perhitungan Massa Silika

Dalam pembuatan silika dilakukan perhitungan massa bertujuan untuk mengetahui massa silika yang terkandung dalam sejumlah volume *sol* silika.

Proses yang dilakukan sebagai berikut:

- a) Menuangkan 50 mL *sol* silika ke dalam *beaker glass*.
- b) Mengasamkan *sol* silika dengan larutan HCl 10 % sedikit demi sedikit menggunakan pipat tetes hingga terbentuk *gel* silika.
- c) Mendinginkan *gel* silika selama 24 jam yang bertujuan untuk proses penuaan.
- d) Mencuci *gel* silika dengan air hangat untuk mendapatkan silika berwarna putih.
- e) Menyaring *gel* silika dengan menggunakan kertas saring.
- f) Memanaskan *gel* silika menggunakan oven dengan suhu 110 °C selama 5 jam hingga diperoleh silika dalam bentuk padatan.
- g) Menimbang silika dengan menggunakan neraca untuk diketahui massanya.

### 4. Pembuatan Larutan Magnesium Nitrat Heksahidrat

Pada pembuatan larutan  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ini, bahan-bahan yang digunakan adalah  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan akuades. Pembuatan larutan  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  diawali melarutkan 11,7 gram magnesium nitrat heksahidrat  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan 75 mL akuades kemudian mengaduknya dengan menggunakan *magnetic stirrer*.

## 5. Proses Sol-Gel MgO-SiO<sub>2</sub>

Secara umum pembuatan sampel padatan diawali dengan pembentukan larutan dari hasil ekstraksi, kemudian pembentukan *gel* yang diikuti pemanasan untuk menghasilkan padatan. Dalam proses ini perbandingan massa antara magnesium oksida dan silika yang dibuat adalah 3:2. Langkah-langkah proses *sol-gel* MgO-SiO<sub>2</sub> adalah sebagai berikut:

- a) Mencampurkan 50 mL *sol* silika dengan larutan magnesium nitrat heksahidrat dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam.
- b) Mendinginkan larutan Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dan *sol* silika selama 24 jam bertujuan untuk proses penuaan sehingga akan terbentuk *gel*.
- c) Menyaring *gel* yang sudah terbentuk dengan kertas saring.
- d) Memanaskan *gel* menggunakan tungku dengan suhu 110 °C selama 24 jam hingga diperoleh MgO-SiO<sub>2</sub> dalam bentuk padatan.
- e) Menghaluskan padatan MgO-SiO<sub>2</sub> dengan menggunakan *mortar* dan *pastel* selama 12 jam dan menyaringnya dengan ayakan berdiameter 180 µm agar didapat butiran yang lebih halus.

## 6. Pencetakan Sampel

Sampel yang telah dipreparasi selanjutnya pencetakan sampel dengan menggunakan alat penekan hidrolik. Pencetakan sampel ini bertujuan untuk merubah bentuk sampel yang sebelumnya berupa bubuk menjadi padatan (*pellet*). Tekanan yang digunakan dalam proses pencetakan terhadap sampel sebesar 95,4 MPa dengan masing-masing sampel yang ditimbang sebesar 1,5 gram. Langkah-langkah dalam proses pencetakan yaitu:

- a) Menyiapkan sampel dan alat penekan.
- b) Menimbang dan memasukkan sampel ke dalam tabung silinder *stainless* yang berfungsi sebagai cetakan.
- c) Meletakkan cetakan sampel ke alat penekan hidrolik dengan posisi yang benar.
- d) Mengunci alat penekan dengan cara memutar sekrup.
- e) Memompa hidrolik dengan kekuatan tekan sebesar 95,4 MPa.
- f) Memutar sekrup kembali untuk membuka alat cetak.
- g) Mengeluarkan sampel yang telah padat dari rongga tabung silinder *stainless* dengan cara memompa tuasnya.
- h) Menyimpan sampel ke dalam wadah tertutup.

## 7. Sintering

Proses sintering terhadap sampel menggunakan tungku pemanas listrik yang diatur sesuai dengan yang diinginkan. Temperatur sintering yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 1000, 1100, 1200 dan 1300 °C dengan suhu kenaikan 3 °C/menit selama  $\pm$  8 jam. Proses sintering dilakukan bertujuan untuk meningkatkan kekuatan bahan selama proses sintering sehingga terjadi pembentukan butiran yang saling mengikat. Langkah-langkah dalam proses sintering adalah sebagai berikut:

- a) Menyiapkan sampel.
- b) Memasukkan sampel yang sudah siap ke dalam tungku.
- c) Menyambungkan aliran listrik ke tungku.
- d) Memutar posisi “ON” pada saklar untuk menghidupkan tungku.

- e) Mengatur suhu dengan kenaikan  $3^{\circ}$ /menit.
- f) Setelah proses sintering selesai, memutar posisi “OFF” pada saklar untuk mematikan tungku.
- g) Mengeluarkan sampel dari tungku.
- h) Memutuskan aliran listrik dari tungku.
- i) Menyimpan sampel yang telah disintering ke dalam wadah tertutup.

#### **D. Karakterisasi**

Karakterisasi dilakukan terhadap sampel sebelum dan sesudah disintering. Dalam karakterisasi yang digunakan terdiri dari 2 macam yaitu XRD dan SEM dilengkapi EDS.

##### **1. X-Ray Diffraction**

Karakterisasi menggunakan alat XRD bertujuan untuk mengidentifikasi struktur yang terbentuk dalam sampel. Langkah-langkah dalam pengujian XRD antara lain:

- a) Menyiapkan sampel dan merekatkannya pada kaca, kemudian memasang lempeng tipis berbentuk persegi panjang (cuplikan *holder*) dengan bantuan lilin perekat pada tempatnya.
- b) Meletakkan sampel pada *stand* di bagian goniometer.
- c) Memasukkan perangkat lunak pengukuran melalui komputer pengontrol untuk parameter pengukurannya yaitu penentuan *scan mode*, rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, *member* nama cuplikan dan *member* nomor urut file data.

- d) Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “Start” pada menu komputer dengan meradiasikan target Cu K .
- e) Melihat hasil difraksi pada komputer serta intensitas difraksi pada sudut  $2\theta$  dan mencetaknya dengan mesin *printer*.

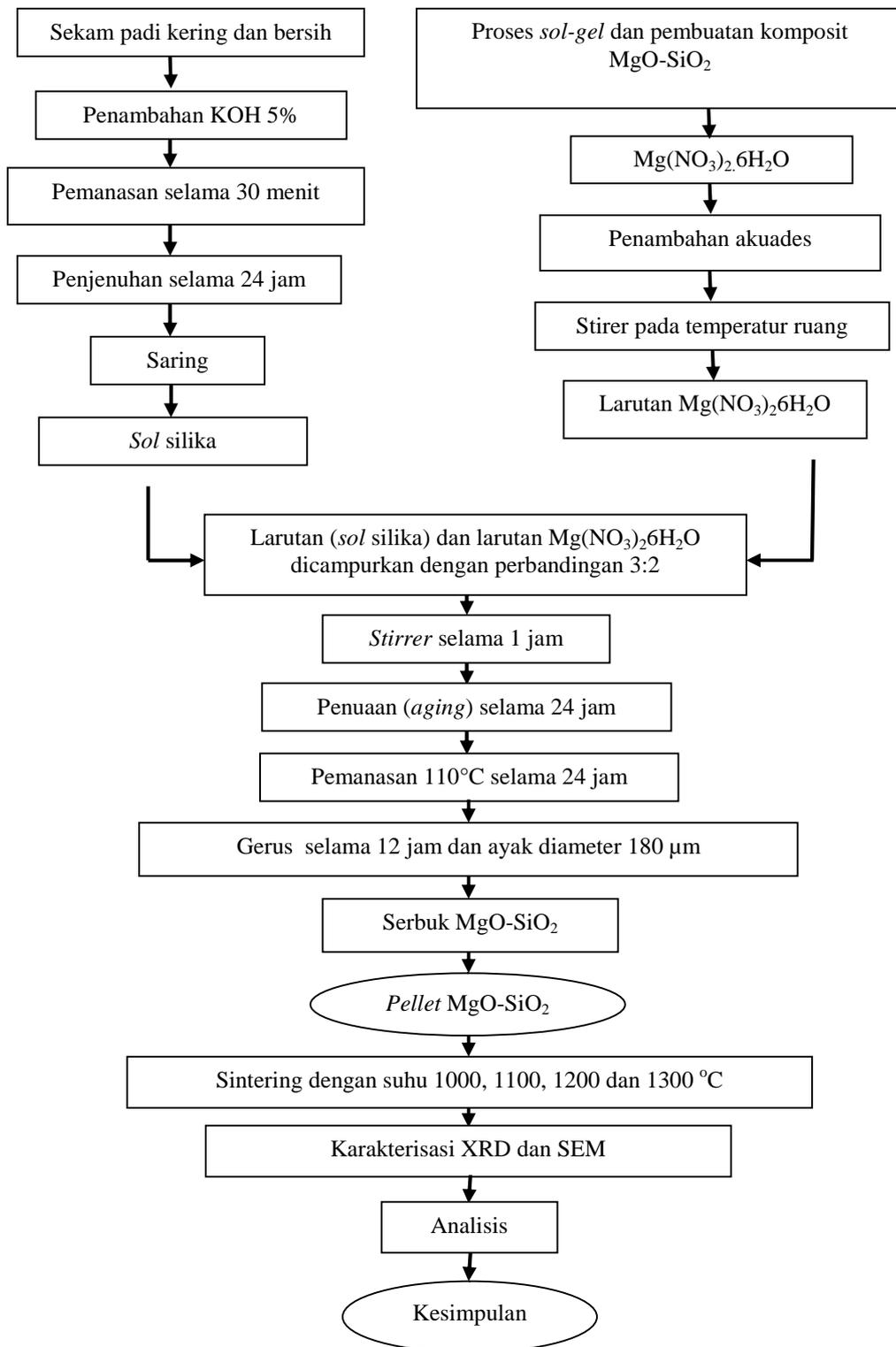
## 2. *Scanning Electron Microscopy*

Pengujian dengan alat SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur sampel dari hasil tampilannya berupa gambar. Langkah-langkah dalam proses SEM yakni:

- a) Menyiapkan sampel terlebih dahulu dan merekatkannya pada cuplikan *holder* (*Doiite, double sticy tape*).
- b) Setelah pemasangan cuplikan *holder* kemudian membersihkannya dengan menggunakan *hand blower*.
- c) Memasukkan sampel ke dalam mesin pelapis untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
- d) Memasukkan sampel ke dalam tempat cuplikan.
- e) Mengatur perbesaran yang diinginkan untuk pengamatan dan pengambilan gambar pada layar monitor SEM.
- f) Penentuan spot untuk analisis EDS pada layar monitor SEM.
- g) Pemotretan gambar SEM/EDS.

### E. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir dalam penelitian ini seperti yang diperlihatkan pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1.** Diagram alir penelitian.