

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini mulai dilaksanakan pada bulan Februari 2012 - Mei 2012 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Polimer dan Biomassa FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Ilmu Tanah Fakultas Pertanian Universitas Lampung, serta Pusat Teknologi Badan Industri Nuklir Batan Serpong.

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

- 1) Alat- alat yang akan digunakan dalam preparasi sampel ini adalah: Gelas ukur, labu ukur, kompor listrik, *beaker glass*, batang pengaduk/spatula, corong bucher, labu elenmeyer, alumunium foil, pipet tetes, kertas saring, plastik pres, alat vakum, cawan tahan panas, kertas tisu, *mortar* dan *pastel*, neraca Ohaus, *hot plate stirrer*, ayakan dengan diameter 180  $\mu\text{m}$ , penekan hidrolik, *furnace* merek Lenton High/UAF 16/Seri 10, FTIR merek Varian/Scimitar 2000, DTA merek SETARAM TAG 24.

- 2) Bahan dasar yang akan digunakan pada penelitian ini antara lain: Sekam padi sebagai bahan dasar silika, filtrat hasil ekstraksi sekam padi yang berbentuk *sol*, akuades, larutan KOH 5% sebagai media ekstraksi, magnesium nitrat heksahidrat ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ).

## C. Preparasi Sampel

### 1. Preparasi Sekam Padi

Sebelum melakukan preparasi, terlebih dahulu membersihkan dan mencuci sekam padi yang diperoleh dari pabrik penggilingan padi hingga bersih dan merendamnya selama 1 jam. Kemudian membuang sekam padi yang mengapung dan mengambil yang tenggelam untuk digunakan dalam percobaan selanjutnya, lalu memasukkan sekam ke dalam air panas dan merendamnya selama 6 jam, hal ini dimaksudkan agar kotoran-kotoran (zat organik) yang larut dalam air seperti batang padi, tanah, pasir, debu, dan zat-zat pengotor lainnya dapat terlepas. Setelah pencucian, meniriskan dan mengeringkan sekam padi di bawah sinar matahari selama  $\pm 2$  hari dengan suhu sekitar  $35^\circ\text{C}$  sambil diratakan agar dapat kering secara menyeluruh. Pengeringan dapat dilakukan menggunakan oven, akan tetapi pengeringan dengan menggunakan panas sinar matahari lebih efektif. Hal ini dikarenakan lebih ekonomis dan juga dipengaruhi oleh penyebaran panas yang berlangsung secara bertahap dan menyeluruh sehingga penyerapan air ke udara merata, yang mengakibatkan isi kandungan silika yang lebih tinggi daripada penggunaan oven.

## 2. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Mengesktraksi silika sekam padi menggunakan larutan KOH 5% dengan cara memasukkan 50 gram sekam padi ke dalam *beaker glass*, kemudian memberi larutan KOH 5% sebanyak 500 ml hingga sekam terendam seluruhnya untuk mendapatkan silika terlarut. Karena KOH yang tersedia adalah KOH pekat dengan konsentrasi 90%, maka harus dilakukan pengenceran dengan cara menimbang massa KOH seberat 25 gram dan dilarutkan ke dalam 475 ml aquades sehingga menghasilkan larutan KOH 5% sebanyak 500 ml. Lalu memanaskan sekam padi yang telah terendam larutan KOH 5% hingga 100 °C menggunakan kompor listrik dengan daya 600 Watt selama 30 menit sambil terus diaduk menggunakan batang pengaduk agar panasnya cepat merata dan busa tidak tumpah. Setelah uap panasnya hilang, menutup rebusan sekam dengan menggunakan alumunium foil dan didiamkan selama 24 jam. Tahap selanjutnya adalah memisahkan ampas sekam padi dari ekstrak sekam menggunakan saringan, untuk memperoleh hasil ekstraksi yang berupa filtrat silika yang terlarut (*sol*) yang masih mengandung pengotor seperti zat lignin dan selulosa serta kandungan unsur-unsur lainnya yang dianggap sebagai pengotor.

## 3. Pengukuran Massa Silika

Dalam pembuatan silika dilakukan perhitungan massa untuk mengetahui massa silika padat yang terkandung dalam sejumlah volume silika *sol*. Mengambil silika *sol* yang sudah dibuat dan menuangkan ke dalam 5 *beaker glass* ukuran 75 ml masing-masing sebanyak 50 ml. Menetesi kelima *sol* dengan 25 ml HCl 10%

hingga terbentuk *gel*. Karena HCl yang tersedia adalah HCl pekat dengan konsentrasi 32%, maka HCl harus diencerkan hingga konsentrasi 10%. Dalam proses pengenceran HCl dilakukan perhitungan volume (terlampir).

Setelah melakukan penambahan HCl pada silika hingga terbentuk *gel*, selanjutnya menutup *gel* menggunakan plastik pres dan melakukan penuaan (*aging*) selama 24 jam agar *gel* mengendap dan terpisah dengan air. Lalu, membuang air *gel* yang sudah mengalami penuaan selama 24 jam dan mencuci *gel* dengan pemutih dan air hangat. Selanjutnya menyaring *gel* yang sudah berwarna putih menggunakan alat vakum, lalu dikalsinasi menggunakan tungku pemanas pada suhu 110 °C selama 5 jam untuk memperoleh *dry gel* silika. Setelah dikalsinasi, menggerus *dry gel* silika yang telah diperoleh. Lalu menimbang massa dari kelima serbuk silika, kemudian merata-ratakan hasilnya untuk mendapatkan massa silika sebenarnya. Setelah itu melakukan perhitungan perbandingan massa antara silika dan magnesium oksida.

#### **4. Hidrolisis Magnesium nitrat heksahidrat**

Dalam penelitian ini, magnesium nitrat heksahidrat ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) padat digunakan sebagai sumber MgO. Proses pembuatannya adalah menghidrolisis 11,7 gram magnesium nitrat heksahidrat menggunakan akuades 75 ml, lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer*.

## 5. Pembuatan Komposit MgO-SiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-Gel

Metode *sol-gel* berkembang dengan pesat karena memungkinkan sintesis padatan pada temperatur ruang. Secara umum metode ini diawali dengan pembentukan larutan (*sol*) dari hasil ekstraksi, kemudian pembentukan *gel* yang diikuti pemanasan untuk menghasilkan padatan. Prosesnya adalah mencampurkan larutan Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O yang telah diperoleh dengan cara meneteskan perlahan pada silika (*sol*) sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 60 menit pada temperatur ruang hingga campuran homogen, di mana perbandingan massa magnesia (MgO) *sol* dengan silika (SiO<sub>2</sub>) *sol* adalah 3 : 2. Proses ini disebut dengan pengasaman agar diperoleh *gel* yang baik dengan pH optimum. *Gel* yang terbentuk diidentifikasi sebagai komposit MgO-SiO<sub>2</sub> *gel*, kemudian melakukan penuaan (*aging*) selama 24 jam. Selanjutnya menyaring *gel* yang sudah terbentuk menggunakan alat vakum, lalu *gel* yang sudah disaring dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 110 °C selama 24 jam. Setelah dikalsinasi, diperoleh *dry gel* MgO-SiO<sub>2</sub> kemudian menggerusnya menggunakan *mortar* dan *pastel* selama 12 jam hingga menjadi serbuk halus, lalu disaring menggunakan ayakan berdiameter 180 µm, agar didapat butiran yang lebih halus.

## 6. Pressing

Sampel uji yang masih berupa bubuk kemudian dijadikan bentuk pelet, yaitu dengan melakukan pepadatan sampel yang telah melewati proses preparasi menggunakan dengan alat tekan hidrolik, dengan tujuan untuk merubah bentuk sampel dari bubuk menjadi padatan. Tekanan yang digunakan dalam proses

pencetakan terhadap sampel sebesar  $1,9 \times 10^8$  Pa (3 ton). Prosesnya adalah menimbang dengan berat masing-masing sampel sebanyak 1,5 gram. Alat yang digunakan dalam proses *pressing* adalah penekanan (hidrolik) yang dapat diatur besar tekanannya.

Langkah- langkah yang dilakukan dalam proses penekanan adalah sebagai berikut:

- Menyiapkan sampel dan alat tekan.
- Memasukkan sampel ke dalam cetakan (*die*) yang berbentuk silinder.
- Mengunci alat tekan dengan memutar skrup.
- Memompa tuas untuk menentukan berat beban sebesar 3 ton.
- Memutar skrup untuk membuka alat cetak.
- Memompa tuas untuk mengeluarkan pelet.
- Menyimpan sampel dalam wadah tertutup.

## **7. Sintering**

Proses sintering dilakukan dengan menggunakan tungku pemanas listrik yang dapat diatur sesuai dengan yang diinginkan. Temperatur yang digunakan dalam proses sintering ini adalah 1000, 1100, 1200, dan 1300 °C dengan total suhu kenaikan selama  $\pm 5$  jam dan suhu penahan selama 3 jam. Sintering dapat meningkatkan kekuatan bahan karena pada saat sintering terjadi pertumbuhan butiran dan butiran tersebut melebur menjadi satu saling mengikat. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses sintering adalah sebagai berikut:

- Menyiapkan sampel yang akan disintering.

- Memasukkan sampel ke dalam tungku pembakaran.
- Menghubungkan aliran listrik dengan tungku pembakaran.
- Memutar saklar pada posisi “ON” untuk menghidupkan tungku.
- Mengatur suhu yang diinginkan dengan kenaikan 3 °/menit dan pada puncaknya ditahan selama 1 jam.
- Memutar saklar pada posisi “OFF” setelah proses sintering selesai.
- Mengeluarkan sampel dari tungku pembakaran.
- Memutuskan aliran listrik dari tungku pembakaran.
- Menyimpan sampel yang telah disintering dalam wadah tertutup.

#### **D. Karakterisasi Sampel**

##### **1. FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) Spectroscopy**

Uji FTIR dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi silika yang terdapat pada sampel. Adapun langkah-langkah uji FTIR adalah sebagai berikut:

- 1) Menghaluskan kristal KBr murni dalam *mortar pastel* (lumpang) kemudian ayak serbuk KBr tersebut.
- 2) Menimbang KBr halus yang sudah di ayak seberat  $\pm 0,1$  gram, kemudian timbanglah sampel padat (bebas air) dengan massa  $\pm 1$  % dari massa KBr.
- 3) Mencampurkan KBr dan sampel ke dalam lumpang aduk sampai keduanya tercampur rata.
- 4) Menyiapkan cetakan pelet, cuci bagian sampel, base dan tablet frame dengan kloroform.
- 5) Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dalam set cetakan pelet.

- 6) Untuk meminimalkan kadar air hubungkan dengan pompa vakum.
- 7) Meletakkan cetakan pada pompa hidrolik kemudian diberi tekanan  $\pm 8$  gauge.
- 8) Menghidupkan pompa vakum selama 15 menit.
- 9) Mematikan pompa vakum, kemudian turunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka kran udara.
- 10) Meletakkan pelet KBr yang sudah terbentuk dan tempatkan pelet KBr pada tablet holder.
- 11) Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan komputer.
- 12) Klik "*Shortcut FTIR 8400*" pada layar komputer yang menandakan program interferometer.
- 13) Menempatkan sampel dalam alat interferometer, ada komputer klik FTIR 8400 dan mengisi data file.
- 14) Klik "*Sampel Start*" untuk memulai, dan untuk memunculkan harga bilangan gelombang klik "*Clac*" pada menu, kemudian klik "*Peak Table*" lalu klik "*OK*".
- 15) Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber arus listrik.

## **2. DTA (*Differential Thermal Analysis*)/TGA (*Thermogravimetric Analysis*)**

Langkah-langkah kerja DTA/TGA yaitu dengan menyiapkan cawan platina kosong yang digunakan sebagai sampel referensi, dan memasukkan serbuk sampel ke dalam cawan platina sebagai sampel yang akan diuji. Selanjutnya kedua cawan platina diletakkan pada posisi vertikal di tempat sampel dengan posisi tungku pemanas (*furnace*) diputar ke arah tempat sampel yang dilanjutkan dengan

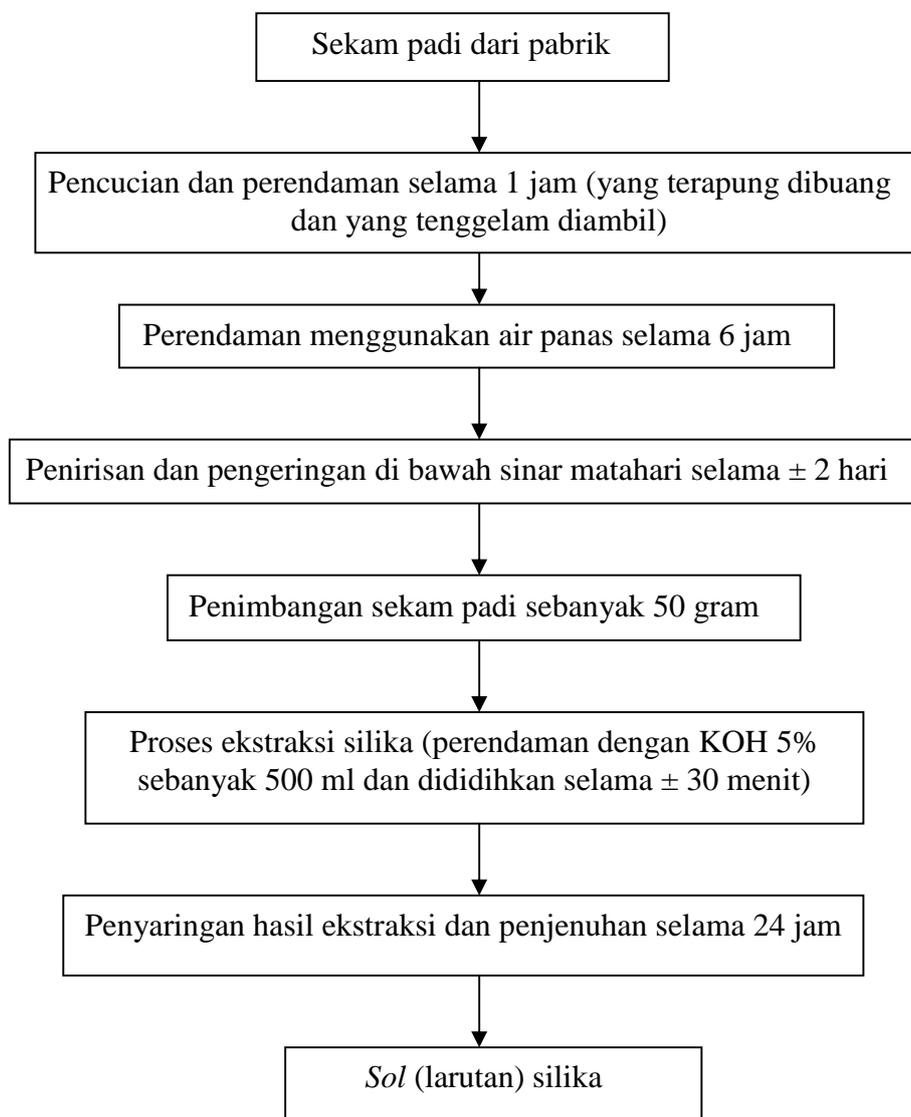
mengatur pengaturan suhu yaitu  $T_{\text{start}} = 27 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{\text{pengukuran}} = 1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$  (kenaikan suhu =  $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ ). Kemudian tombol *power* ditekan pada posisi “ON” untuk pemanasan, dan pemanasan akan bekerja sesuai dengan program yang telah diatur, saat inilah grafik pada monitor komputer akan terlihat dan akan diamati sampai temperatur  $T_{\text{pengukuran}}$  tercapai menurut program yang telah diatur. Apabila  $T_{\text{pengukuran}}$  telah tercapai maka *power furnace* dapat dimatikan yaitu pada posisi “OFF” dan selanjutnya dilakukan print hasil pengukuran.

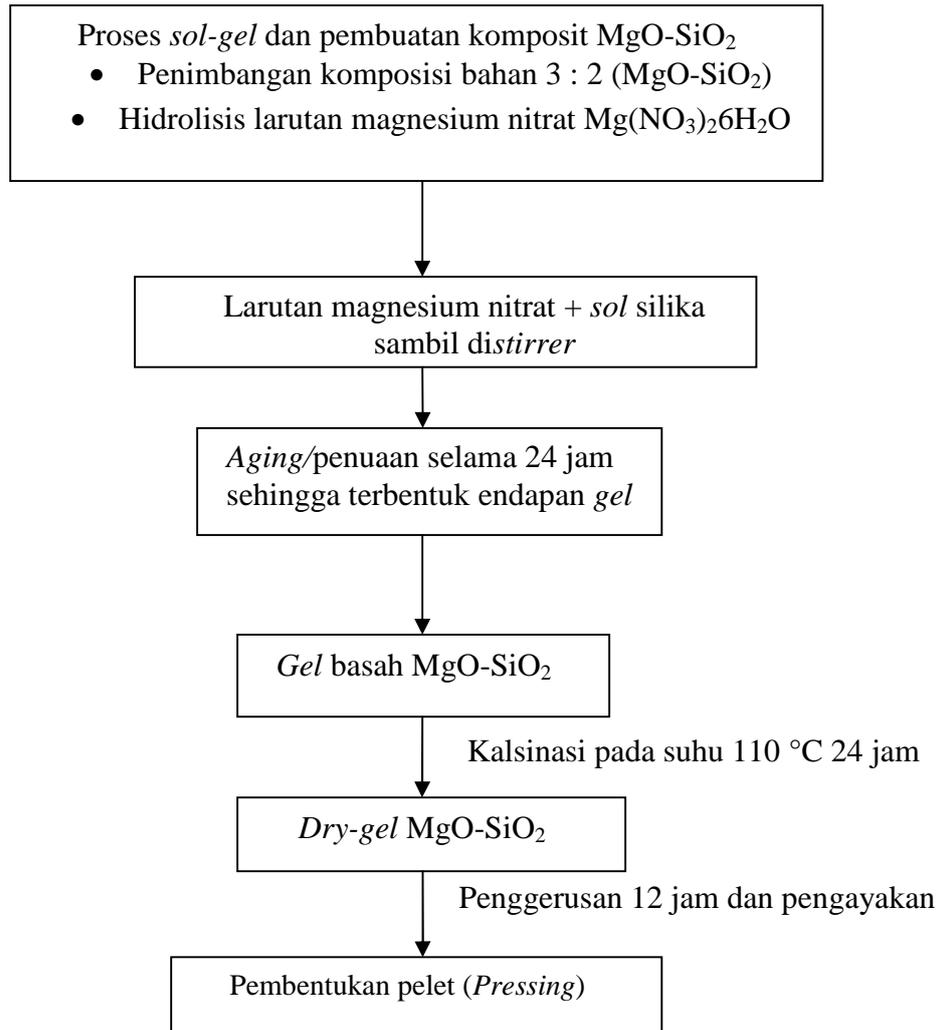
### **E. Metode Analisis**

Pada penelitian ini akan diperoleh 2 data hasil karakterisasi yaitu FTIR dan DTA/TGA. Untuk data FTIR akan diperoleh spektrum antara bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) dengan transmisi. DTA akan menampilkan grafik antara suhu endoterm dan eksoterm terhadap fungsi temperaturnya, sedangkan TGA menampilkan grafik antara kehilangan berat sampel terhadap temperatur.

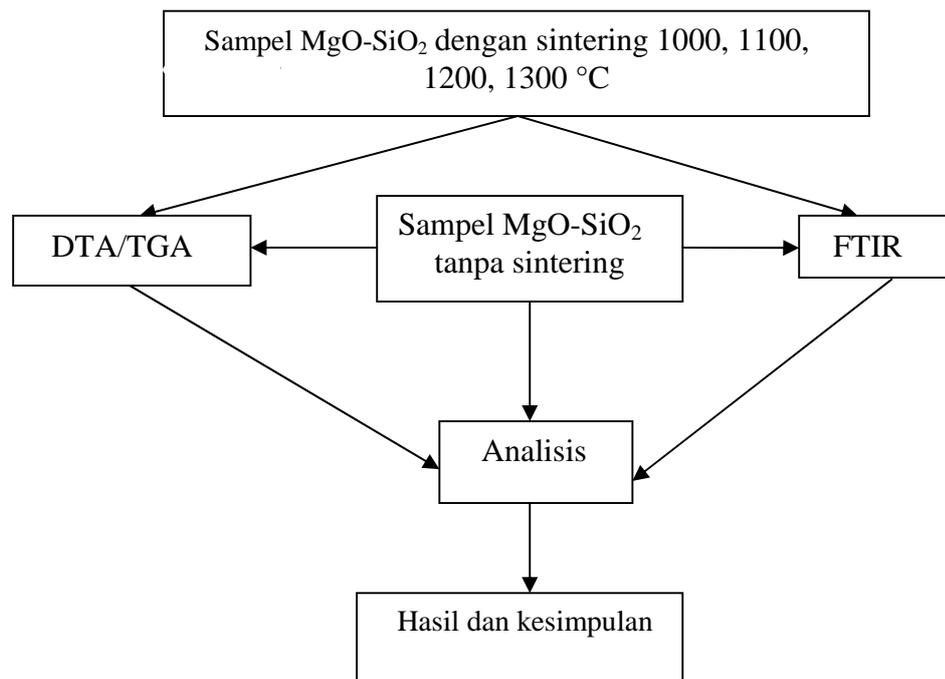
### **F. Prosedur Penelitian**

Secara garis besar tahapan percobaan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah seperti yang disajikan dalam skema penelitian.

**DIAGRAM ALIR****Gambar 10. Skema Ekstraksi Silika Sekam Padi.**



**Gambar 11. Skema Pembuatan Komposit MgO-SiO<sub>2</sub>.**



**Gambar 12. Skema karakterisasi sampel MgO-SiO<sub>2</sub>.**