

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini mulai dilaksanakan pada bulan Februari 2012 sampai dengan bulan April 2012 di Laboratorium Material Fisika FMIPA, Laboratorium Kimia Fisika FMIPA, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA, Laboratorium Biomassa FMIPA, Laboratorium Ilmu Tanah Fakultas Pertanian Universitas Lampung, Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong dan Laboratorium Material dan logam Institute Teknologi Bandung (ITB).

B. Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan Penelitian

Bahan yang akan digunakan pada penelitian ini adalah: sekam padi, akuades, larutan KOH 5% sebagai media ekstraksi, magnesium nitrat hidrat dengan rumus kimia $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$.

2. Alat Penelitian

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah : gelas ukur, labu ukur 1000 mL dan 100 mL, kompor listrik, *beaker glass*, batang

pengaduk/spatula, corong Bucher, corong kaca, labu elenmeyer, aluminium foil, pipet tetes, kertas saring, jangka sorong, cawan tahan panas, alat vakum, kertas *tissue*, mortar dan pastel, timbangan digital, pengayak dengan diameter 180 μm , penekan hidrolik, dan *furnace*.

C. Prosedur Kerja

Langkah-langkah kerja dari penelitian mengenai pengaruh suhu sintering terhadap karakteristik fisis komposit MgO-SiO₂ berbasis silika sekam padi adalah preparasi sekam padi, ekstraksi silika sekam padi, hidrolisis magnesium magnesium nitrat hidrat, proses *sol gel* MgO-SiO₂, kalsinasi, *pressing*, sintering, pengukuran penyusutan (*shrinkage*), dan karakteristik fisis MgO-SiO₂.

1. Preparasi Sekam Padi

Sebelum digunakan, sekam padi dicuci terlebih dahulu dengan menggunakan air bersih agar kotoran-kotoran yang terdapat dalam sekam padi seperti tanah, debu, batang padi, pasir maupun pengotor lainnya dapat terlepas dari sekam padi. Selanjutnya, sekam padi direndam dalam air panas selama 6 jam, hal ini dilakukan untuk mendapatkan sekam padi yang memiliki kandungan silika yang tinggi, yaitu pada sekam padi yang masih tenggelam, serta membuang sekam padi yang mengapung karena kandungan silikanya yang relatif rendah. Sekam padi kemudian dikeringkan selama ± 2 hari dengan suhu sekitar 35 °C. Pengeringan dilakukan untuk mengeliminasi kandungan air dalam bahan dengan

menguapkan air dari permukaan bahan. Pengeringan dibawah sinar matahari dapat lebih efektif karena penyebaran panas berlangsung secara bertahap dan menyeluruh sehingga penyerapan air ke udara yang merata mengakibatkan kandungan silika yang diperoleh lebih tinggi, seperti terlihat pada Gambar 5. Pengeringan juga dapat dilakukan dengan menggunakan oven, tetapi laju pengeringannya berlangsung secara cepat, sehingga masih adanya kandungan air akibat proses pengeringannya yang tidak sempurna.



Gambar 5. Sekam padi kering.

2. Ekstraksi Silika

Sebelum sekam padi diekstraksi, terlebih dahulu membuat larutan KOH 5% dengan menimbang massa KOH seberat 25 gram dan dilarutkan ke dalam 500 mL air. Selanjutnya, sebanyak 50 gram sekam padi yang telah kering dimasukkan ke dalam beaker glass, lalu dicampur dengan larutan KOH (Sembiring dkk, 2006; Daifullah, 2004) yang telah dibuat tadi hingga sekam terendam seluruhnya untuk mendapatkan silika terlarut.

Sekam yang telah terendam larutan KOH 5% dididihkan hingga 100 °C menggunakan kompor listrik dengan daya 600 Watt selama 30 menit sambil terus diaduk dengan menggunakan batang pengaduk/spatula agar panas merata dan sekam tidak tumpah saat mendidih dan sekam padi terekstrak dengan optimal. Setelah itu campuran didiamkan untuk menghilangkan uap panasnya beberapa saat, lalu melakukan pemisahan ampas sekam padi dari ekstrak sekam padi dengan menggunakan saringan biasa. Setelah dingin, ekstrak sekam padi kemudian disaring lagi dengan kertas saring menggunakan media corong *bucher*. Proses ekstraksi sekam padi menghasilkan silika yang berbentuk larutan (*sol*).

3. Hidrolisis Magnesium Nitrat Hidrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

Sumber *sol* magnesium oksida (MgO) yang digunakan adalah magnesium nitrat hidrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). magnesium nitrat hidrat ini dihidrolisis dengan menggunakan akuades. Proses hidrolisis dimulai dengan menimbang 11,7 gr magnesium nitrat hidrat, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur yang berisi 75 ml akuades. Campuran dikocok hingga terbentuk larutan, selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam *beaker glass* dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit hingga terbentuk *sol* magnesium oksida (MgO) yang homogen.

4. Proses *Sol-Gel* MgO-SiO₂

Proses *sol-gel*, melibatkan transisi sistem dari sebuah larutan (*sol*) menjadi padatan (*gel*). Melalui proses *sol-gel*, maka produksi keramik atau material gelas dalam berbagai jenis dan bentuk dapat dilakukan dengan kemurnian dan homogenitas yang tinggi (Zubardiansar, 2006). Untuk proses *sol-gel* MgO-SiO₂, hasil hidrolisis magnesium nitrat hidrat berupa *sol* MgO dicampurkan dengan silika yang terlarut pada filtrat (*sol*). Perbandingan komposisi MgO:SiO₂ adalah 60:40 atau 3:2. Proses ini disebut dengan pengasaman yang dilakukan agar larutan yang diperoleh bersifat netral, campuran tersebut dapat dikatakan netral apabila telah terjadi endapan yang berupa *gel*, *gel* inilah yang diidentifikasi sebagai *gel* MgO-SiO₂. Setelah itu *gel* yang diperoleh disaring menggunakan kertas saring di atas alat vakum, dan selanjutnya dikalsinasi pada suhu 110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kadar uap air yang tersisa. *Gel* kering kemudian dihaluskan dengan mortar dan pastel dan diayak dengan menggunakan ayakan berdiameter 180 µm, agar didapatkan butiran yang lebih halus.

5. *Pressing*

Proses *pressing* menggunakan penekan hidrolik yang dapat diatur besar tekanannya. Proses ini bertujuan untuk merubah bentuk sampel dari serbuk menjadi padatan yang berbentuk *pellet*. Langkah yang dilakukan adalah menyiapkan sampel yang terlebih dahulu ditimbang sesuai

kebutuhan, alat *pressing* (Gambar 6) dan cetakan yang berbentuk silinder. Tuas pompa digunakan untuk mencetak sampel menjadi *pellet*, mengeluarkan *pellet* dan membuka alat cetakan. Pada penelitian ini, sampel di *pressing* dengan berat beban sebesar 50 GPa.



Gambar 6. Penekan hidrolik.

6. Sintering

Proses sintering dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran (*furnace*) listrik. Temperatur yang akan digunakan dalam proses sintering adalah 1000, 1100, 1200 dan 1300 °C dengan waktu penahanan selama 3 jam.

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

1. Menyiapkan sampel yang akan disintering;
2. Memasukkan sampel ke dalam tungku pembakaran;

3. Menghubungkan aliran listrik dengan tungku pembakaran;
4. Memutar saklar pada posisi “ON” untuk menghidupkan tungku;
5. Mengatur suhu yang diinginkan dengan kenaikan 5° /menit dan pada puncaknya ditahan selama 3 jam;
6. Memutar saklar pada posisi “OFF” setelah proses sintering selesai;
7. Mengeluarkan sampel dari tungku pembakaran;
8. Memutuskan aliran listrik dari tungku pembakaran.

7. Pengukuran Penyusutan (*Shrinkage*)

Langkah-langkah yang dilakukan dalam pengukuran penyusutan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel sebelum dan sesudah sintering;
2. Mengukur massa masing-masing sampel dengan menggunakan timbangan digital;
3. Mencatat hasil pengukuran dimana M adalah massa sesudah sintering dan M_0 adalah massa sebelum sintering;
4. Mengukur penyusutan dengan menggunakan persamaan 1.

8. Uji Fisis

Uji sifat fisis dilakukan pada sampel komposit $MgO-SiO_2$ yang telah disintering pada suhu 1000, 1100, 1200, dan 1300 $^{\circ}C$ untuk densitas, porositas, kekerasan dan konduktivitas, sebagai pembanding dalam

penelitian digunakan satu sampel yang tidak diberi perlakuan sintering untuk pengujian konduktivitas.

8.1. Densitas dan Porositas

Uji densitas dan porositas dilakukan untuk mengetahui kerapatan dan ukuran pori sampel komposit MgO-SiO₂. Uji ini dapat dilakukan secara bersamaan dalam satu waktu menggunakan timbangan digital merk *Wiggen Hauser* seri *Analytic Balance* dengan langkah-langkah sebagai berikut :

- a. Menyiapkan sampel yang akan diuji yaitu M₁₀₀₀, M₁₁₀₀, M₁₂₀₀ dan M₁₃₀₀;
- b. Menimbang sampel dalam keadaan kering dengan timbangan digital untuk menentukan berat sampel kering (W_k). Penimbangan dilakukan tiga kali pengulangan agar mendapatkan hasil yang optimal;
- c. Menyiapkan *beaker glass* yang diisi air, kemudian sampel dimasukkan ke dalamnya lalu direbus selama 5 jam;
- d. Setelah perebusan selama 5 jam, sampel didiamkan selama 24 jam agar sampel menjadi jenuh;
- e. Sampel yang telah dijenuhkan selama 24 jam kemudian di lap dengan *tissue* dan dilakukan penimbangan untuk memperoleh berat sampel jenuh (W_j). penimbangan dilakukan dengan tiga kali pengulangan;

- f. Mengikat sampel dengan benang dan melakukan penimbangan dengan menimbang sampel di tengah-tengah air pada gelas plastik yang sebelumnya telah dikalibrasi untuk memperoleh berat sampel basah (W_b). Melakukan pengulangan penimbangan sebanyak tiga kali;
- g. Setelah semua data diperoleh maka dilakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan 2 dan 3.

8.2. Kekerasan

Uji kekerasan dilakukan menggunakan alat *microhardness tester* dengan metode *vickers hardness* menggunakan alat merk *Zwick/Roell ZH μ* . Adapun langkah-langkahnya sebagai berikut :

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis yaitu M_{1000} , M_{1100} , M_{1200} dan M_{1300} ;
2. Untuk mendapatkan permukaan sampel yang halus, maka dilakukan proses *polish* menggunakan amplas berukuran 320, 500, dan 600, serta *BUEHLER alpha micropolish alumina* (cairan serbuk alumina berukuran 1 μm) dengan gerakan berputaran membentuk angka delapan pada sampel agar mendapatkan permukaan yang halus. Proses *polish* dilakukan secara bertahap, mulai dari ukuran amplas 320 dan terakhir menggunakan cairan serbuk alumina berukuran 1 μm di atas kaca sampai permukaan sampel dirasa halus;

3. Memberikan lapisan tipis menggunakan *Pylox* berwarna *silver* pada permukaan sampel yang berwarna putih. Hal ini dilakukan agar bentuk indentasi dapat terlihat;
4. Sampel diposisikan tegak lurus terhadap indenter yang berbentuk *diamond pyramid* pada *microhardness tester*;
5. Menset beban sebesar 0,1 kgf yang akan diberikan pada sampel;
6. Memilih permukaan yang lebih halus pada sampel dengan mikroskop pada alat *microhardness tester*, dan menempatkan indenter di atas permukaan yang halus tersebut;
7. Menghidupkan alat *microhardness tester* dengan menekan tombol On;
8. Mengamati indentasi yang terbentuk dengan mikroskop optik merk *Nikon 670615* dan mengukur panjang kedua diagonal, yaitu d_1 dan d_2 ;
9. Dengan menggunakan persamaan 4 maka akan didapatkan nilai kekerasan komposit MgO-SiO₂.

Untuk mendukung hasil kekerasan yang akan diperoleh maka dilakukan analisis *surface fracture* dengan SEM (Scanning Electron Microscopy) merk *Philips* yang hasil tampilannya berupa gambar dalam bentuk tiga dimensi. Adapun langkah-langkah dalam proses SEM ini adalah sebagai berikut :

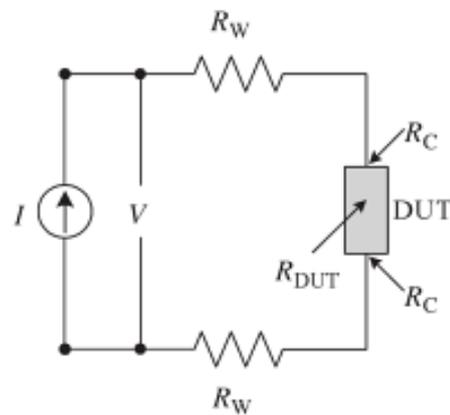
1. Sampel (yang sudah dilapisi emas) yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada specimen holder (Dolite, double sticy tape).
2. Sampel yang telah dipasang pada holder kemudian dibersihkan dengan Hand Blower.
3. Sampel dimasukkan dalam mesin coating untuk diberi lapisan tipis yang berupa gold-poladium selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Sampel dimasukkan ke dalam Specimen Chamber.
5. Pengamatan dan pengambilan gambar pada layar SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layar SEM.

8.3. Konduktivitas

Uji Konduktivitas dilakukan untuk mengetahui kemampuan hantaran listrik sampel komposit MgO-SiO₂. Pengujian dilakukan dengan metode *two point probe* menggunakan alat Progamable DC YOKOGAWA 7651, Fluke 8842 Multimeter, Picolog PC, Sampel Holder dan Pasta perak. Adapun langkah-langkahnya adalah sebagai berikut:

- a. Menyiapkan sampel yang akan diuji yaitu M_{non-sinter}, M₁₀₀₀, M₁₁₀₀, M₁₂₀₀ dan M₁₃₀₀;
- b. Untuk mendapatkan permukaan sampel yang halus, maka dilakukan proses *polish* menggunakan amplas berukuran 320,

- 500, dan 600, serta BUEHLER *alpha micropolish alumina* (cairan serbuk alumina berukuran $1 \mu\text{m}$);
- c. Meletakkan kedua plat tembaga secara sejajar;
 - d. Agar arus mengalir melewati sampel maka pada kawat yang ada di permukaan sampel diberi pasta perak karena sifatnya sebagai konduktor. Pasta perak ini juga bertujuan untuk merekatkan kawat pada sampel;
 - e. Merangkai alat seperti yang diperlihatkan pada Gambar 7;

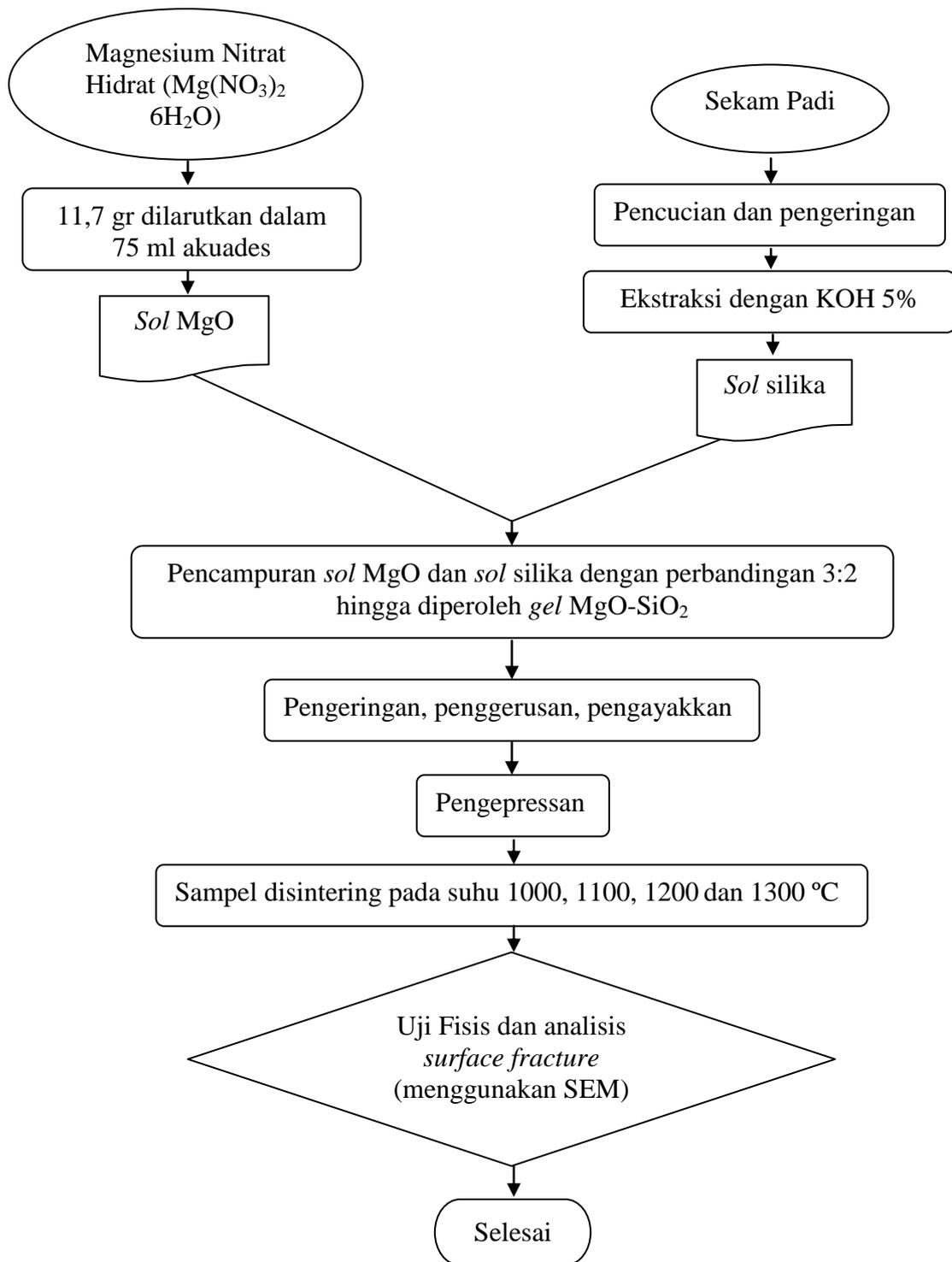


Gambar 7. Rangkaian *two point probe* (Schroder, 2006).

- f. Menekan tombol on pada alat dan memberikan arus pada sampel yang nilainya dapat diubah-ubah hingga mendapatkan hasil yang maksimal.

D. Diagram Alir

Secara garis besar tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah seperti disajikan dalam diagram alir di bawah ini. Gambar 8.



Gambar 8. Diagram alir penelitian.