

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Tempat penelitian dilaksanakan di beberapa tempat yang berbeda yaitu; preparasi sampel dan uji sifat fisis dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. *Sintering* dilakukan di Laboratorium Metalurgi dan XRD dilakukan di Laboratorium Geologi Fakultas Teknik ITB, Bandung. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Biomass Kimia FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium P3GL Bandung.

Waktu pelaksanaan penelitian ini dilakukan terhitung sejak bulan Januari – April 2012.

3.2 Peralatan dan Bahan

3.2.1 Peralatan

Penelitian bahan keramik kalsium silikat ini menggunakan alat-alat seperti: neraca digital, *mortar pestle*, *pressing* hidrolis, alat cetak *die*, tisu, aluminium foil, kertas label, plastik, wadah tertutup (*tupperware*), blender, ayakan, *furnace*, jangka sorong, papan PCB, multimeter digital, kawat

tembaga, difraktometer sinar-X (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sekam padi dan kalsium oksida (CaO) komersial.

3.3 Preparasi Sampel

3.3.1 Preparasi Bahan Dasar Sekam Padi

3.3.1.1 Preparasi sekam padi

Sekam hasil penggilingan padi dicuci hingga bersih dengan menggunakan air dan selanjutnya direndam sejenak. Sekam padi yang tenggelam ke dalam dasar wadah saat perendaman diambil untuk diproses ke tahap selanjutnya sedangkan sekam padi yang mengapung dibuang karena kandungan silikanya relatif lebih rendah. Sekam padi selanjutnya direndam dengan menggunakan air panas selama 6 jam kemudian ditiriskan.

Sekam padi yang sudah ditiriskan selanjutnya dijemur di bawah sinar matahari hingga kering. Selama proses penjemuran tersebut sekam padi diratakan agar keringnya dapat menyeluruh.

3.3.1.2 Preparasi Abu Sekam

Sekam padi yang telah kering dimasukkan blender sesuai kapasitas blender tersebut. Kemudian sekam padi mulai diblender sampai halus. Setelah

selesai, sekam yang telah diblender diayak dengan ukuran 38 mikron sehingga dihasilkan sekam padi halus. Sekam yang telah halus kemudian dibakar untuk menghasilkan abu sekam dengan menggunakan *furnace*. Sekam dibakar selama 6 jam dengan suhu 750 °C. Setelah dibakar, abu sekam yang masih panas didiamkan selama sehari kemudian diangkat. Abu sekam yang sudah dingin kemudian digerus selama 1 jam. Penggerusan ini dilakukan agar abu sekam yang dihasilkan dapat menghasilkan abu sekam padi yang lebih halus ukuran butirannya.

3.3.2 Sintesis Keramik Kalsium Silikat

Sintesis keramik kalsium silikat dalam penelitian ini menggunakan teknik padatan dengan perbandingan massa SiO₂ dan massa CaO yaitu 1 : 1. Sintesis keramik kalsium silikat dalam penelitian ini dilakukan dengan metode reaksi padatan. Adapun proses sintesisnya sebagai berikut: abu sekam padi dan kalsium oksida yang telah sesuai dengan perbandingan dimasukkan ke dalam *crucible*. Kemudian dicampur dengan cara digerus dalam *mortar* selama 1 jam agar bahan dapat tercampur dengan sempurna.

3.4 Pembuatan dan Sintering Keramik

3.4.1 Pembuatan Keramik Kalsium Silikat

Proses pembuatan keramik dimulai dengan menyiapkan alat dan bahan yang digunakan yaitu timbangan digital, alumunium foil, alat cetak, *tupperware* dan *pressing hidrolis*. Menimbang sampel yang berupa bubuk hasil sintesis sebanyak 1 gram. Memasukkan sampel ke dalam alat cetak *die* kemudian

mempres dengan menggunakan *pressing hidrolis* dengan tekanan 100g/cm^3 . Adapun langkah-langkah dalam proses *pressing* yaitu: sampel yang telah siap dimasukkan ke dalam cetakan yang berbentuk silinder, alat press dikunci dengan cara memutar sekrupnya, pemompaan dilakukan dengan ukuran beban yang sesuai. Sekrup diputar untuk membuka alat cetaknya kemudian tuas dipompa untuk mengeluarkan *pellet* dari cetaknya.

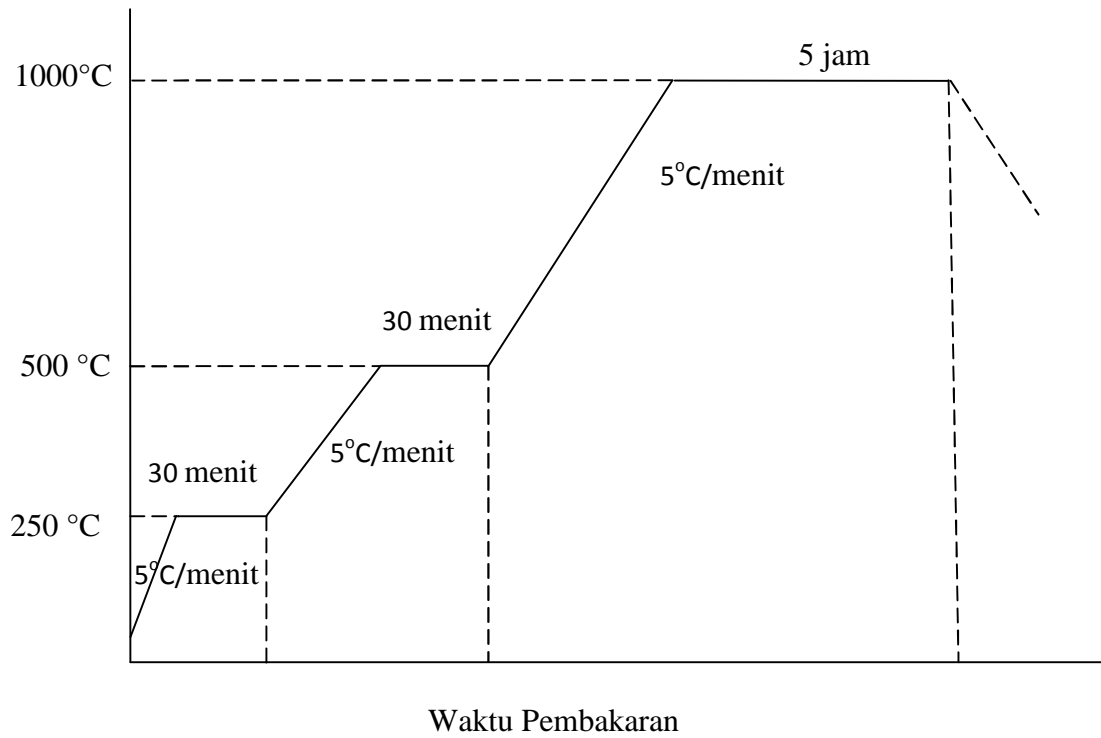
3.4.2 *Sintering*

Sebelum melakukan proses *sintering*, terlebih dahulu memberi label pada sampel-sampel yang bertujuan untuk mempermudah pengambilan data dan mencegah tertukarnya sampel, yang dapat dilihat pada Tabel 3.

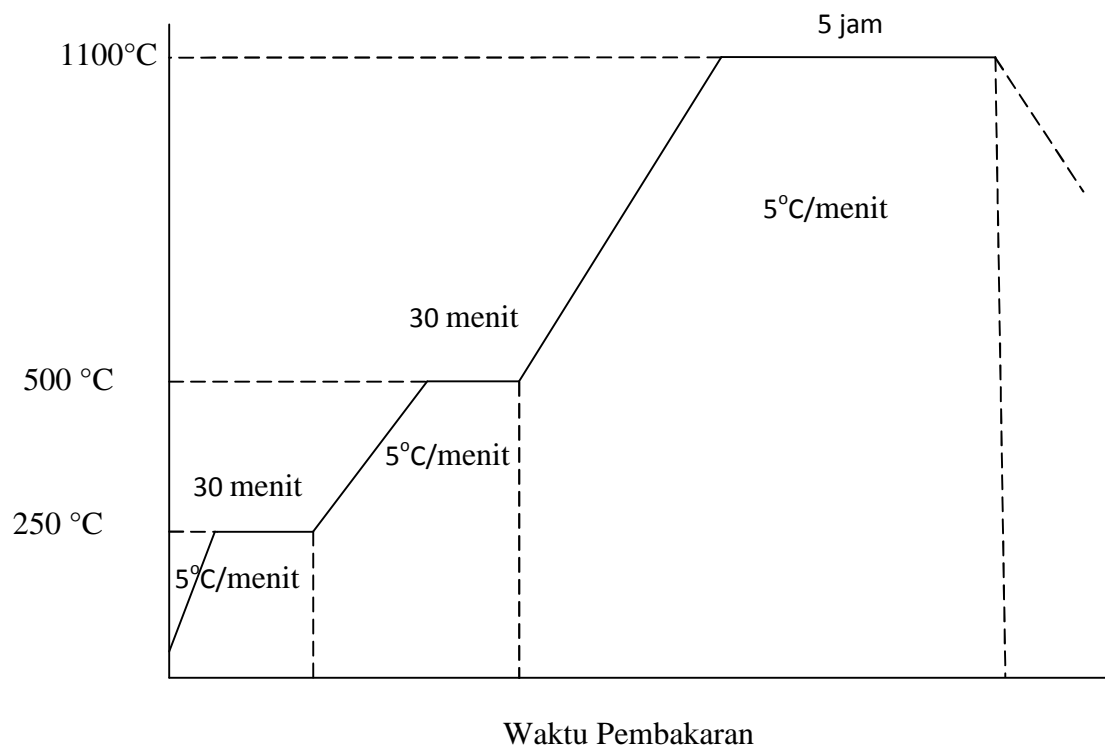
Tabel 2. Kode sampel keramik kalsium silikat berbasis abu sekam padi dan kalsium oksida komersil

Sampel	Keterangan
KS 1000	Keramik kalsium silikat sebelum disintering 1000°C
KS 1100	Keramik kalsium silikat pada suhu sintering 1100°C
KS 1200	Keramik kalsium silikat pada suhu sintering 1200°C
KS 1300	Keramik kalsium silikat pada suhu sintering 1300°C

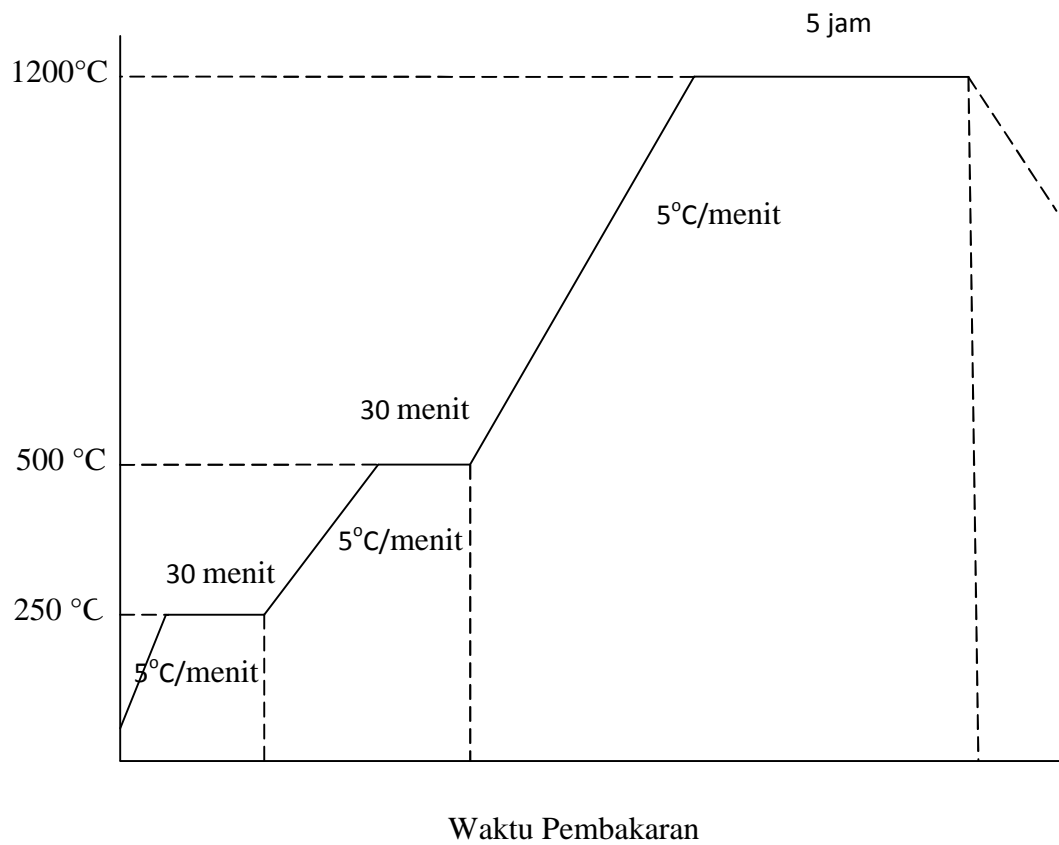
Sampel disintering menggunakan *furnace*, grafik proses *sintering* dapat dilihat pada Gambar 8, 9 dan 10 berikut ini



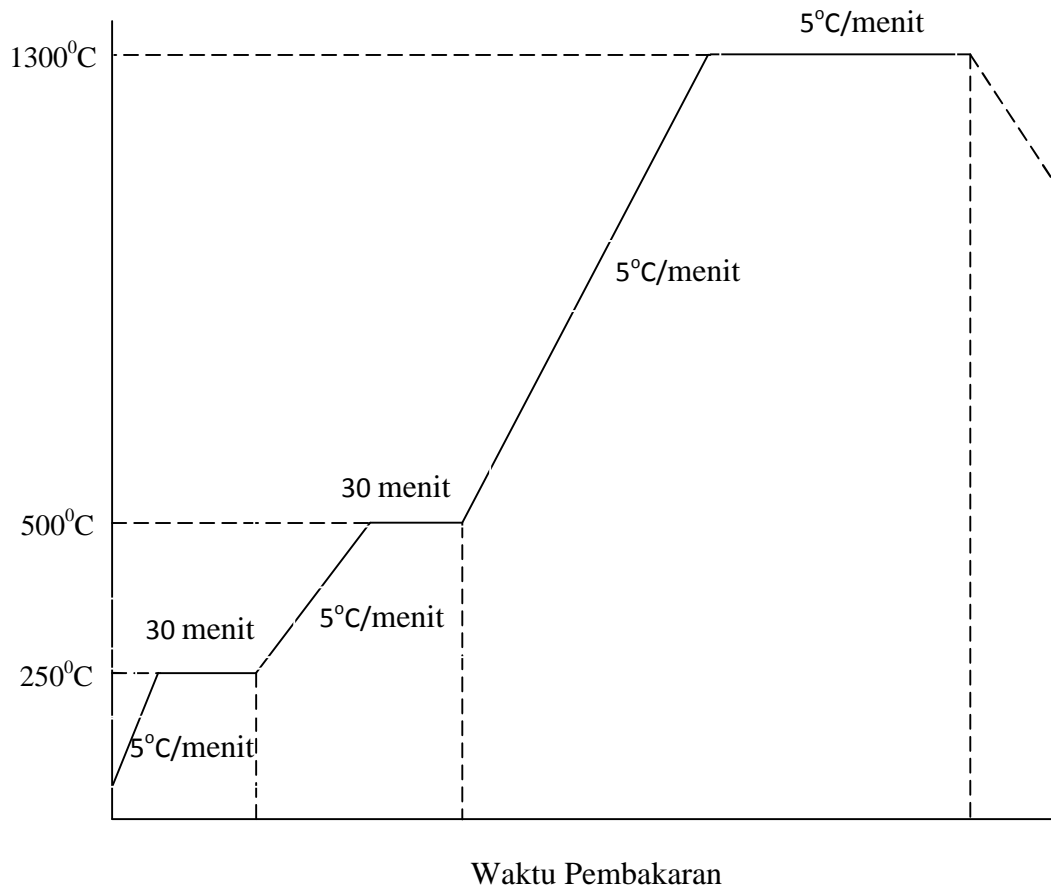
Gambar 8. Grafik proses *sintering* pada suhu 1000 °C.



Gambar 9. Grafik proses *sintering* pada suhu 1100 °C.



Gambar 10. Grafik proses *sintering* pada suhu 1200 °C.



Gambar 11. Grafik proses *sintering* pada suhu 1300 °C.

3.5 Karakterisasi Sampel

3.5.1 *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR)

Karakterisasi sampel keramik kalsium silikat dengan FTIR dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi yang muncul dalam sampel tersebut. Alat yang digunakan adalah tipe Varian/Scimitar 2000. Adapun prosedur karakterisasinya yaitu:

- a. Menimbang sampel halus sebanyak $\pm 0,1$ gram.
- b. Menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa $\pm 1\%$ dari berat KBr.

- c. Mencampurkan KBr yang telah dihaluskan ($\pm 0,1$ gram) dan sampel kalsium silikat (± 1 % dari massa KBr) kedalam *mortar* kemudian diaduk hingga homogen.
- d. Menyiapkan cetakan *pellet*, mencuci bag sampel, *base* dan *tablet frame* dengan menggunakan kloroform.
- e. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
- f. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
- g. Meletakkan cetakan pompa hidrolis dan memberikan tekanan sebesar ± 8 Gauge.
- h. Menghidupkan pompa vakum selama 15 menit.
- i. Mematikan pompa vakum, kemudian menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara.
- j. Melepaskan *pellet* KBr yang telah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada *sample holder*.
- k. Mengaktifkan alat (interferometer dan komputer) dengan menghubungkan ke jala listrik.
- l. Mengklik “*shoucut FTIR 8400*” pada layar komputer yang menandakan program interferometer.
- m. Menempatkan sampel dalam alat interferometer, kemudian mengklik FTIR 8400 pada komputer dan mengisi *file data*.
- n. Mengklik “*sampel start*” untuk memulai dan untuk memunculkan harga blangan gelombang mengklik “*clac*” pada mnu, kemudian mengklik “*peak table*” kemudian mengklik “*OK*”.

- o. Mematikan komputer dan alat interferometer lalu memutuskan hubungan dengan jala listrik.

3.5.2 *Scanning Elektron Microscopy (SEM)*

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan untuk melihat mikrostruktur dari sampel kalsium silikat. Alat yang digunakan adalah tipe JEOL/EO dengan instrumen JSM-6360. Adapun proses karakterisasinya yaitu:

- a. Menyiapkan sampel dan merekatkan pada *specimen holder*.
- b. Membersihkan sampel yang telah dipasang pada *holder* dengan menggunakan *hand blower*.
- c. Memasukkan sampel dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
- d. Memasukkan sampel dalam *specimen chamber*.
- e. Melakukan pengamatan dan pengambilan gambar layar SEM dengan mengatur perbesaran yang diinginkan yaitu perbesaran yang dilakukan adalah 5.000 kali.
- f. Menentukan *spot* untuk analisis EDS pada monitor SEM.
- g. Memotret gambar SEM/EDS.

3.5.3 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk melihat struktur sampel kalsium silikat. Alat yang digunakan adalah XRD Philips dengan tipe difraktometer berupa PW1710 Based. Adapun proses karakterisasinya yaitu:

- a. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis.
- b. Merekatkan pada kaca dan memasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan bantuan lilin perekat.
- c. Memasangkan sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian meletakkan pada *sampel stand* dibagian goniometer.
- d. Memasukan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui computer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberikan nama cuplikan dan member nomor *file* data.
- e. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “*Start*” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
- f. Mengamati hasil difraksi pada monitor komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dan gambarnya akan dicetak oleh mesin *printer*.

3.6 Pengujian Sifat Fisis Keramik

Pengujian sifat fisis keramik meliputi pengujian densitas, porositas, resistivitas dan penyusutan.

3.6.1 Pengujian Densitas

Pengujian densitas dilakukan sesuai prosedur berikut:

- a. Menimbang massa sampel setelah disintering.
- b. Menghitung volume dari sampel kalsium silikat.

- c. Menghitung besarnya nilai densitas sampel.

3.6.2 Pengujian Porositas

Proses dalam melakukan pengujian porositas adalah sebagai berikut:

- a. Menimbang massa sampel hasil pembakaran dan menulis m .
- b. Menghitung volume total setelah *sintering* dan menulis sebagai V_{total} .
- c. Menghitung besarnya nilai porositas

3.6.3 Pengujian Resistivitas

Langkah – langkah pengujiannya adalah sebagai berikut:

- a. Meletakkan sampel di atas papan PCB dan meletakkan empat kawat tembaga sebagai elektroda menggunakan pasta perak ke permukaan sampel.
- b. Mengikat ujung kawat tembaga yang lain pada kabel dan menghubungkannya dengan multimeter digital.
- c. Mengatur posisi multimeter digital yang digunakan untuk mengetahui besar tahanan sampel.

3.6.4 Pengujian Penyusutan Volume (*shrinkage*)

Melakukan pengujian penyusutan volume dengan proses berikut:

- a. Mengukur dimensi sampel keramik sebelum di bakar.
- b. Menghitung volume sampel keramik sebelum pembakaran dan menulis sebagai V_0 .

- c. Membakar sampel pada suhu 1000°C, 1100°C, 1200°C dan 1300°C. Melakukan pendinginan sampai mencapai suhu ruang.
- d. Menghitung besarnya volume setelah pembakaran dan menulis sebagai V .
- e. Menghitung besarnya nilai penyusutan volume dengan menggunakan rumus

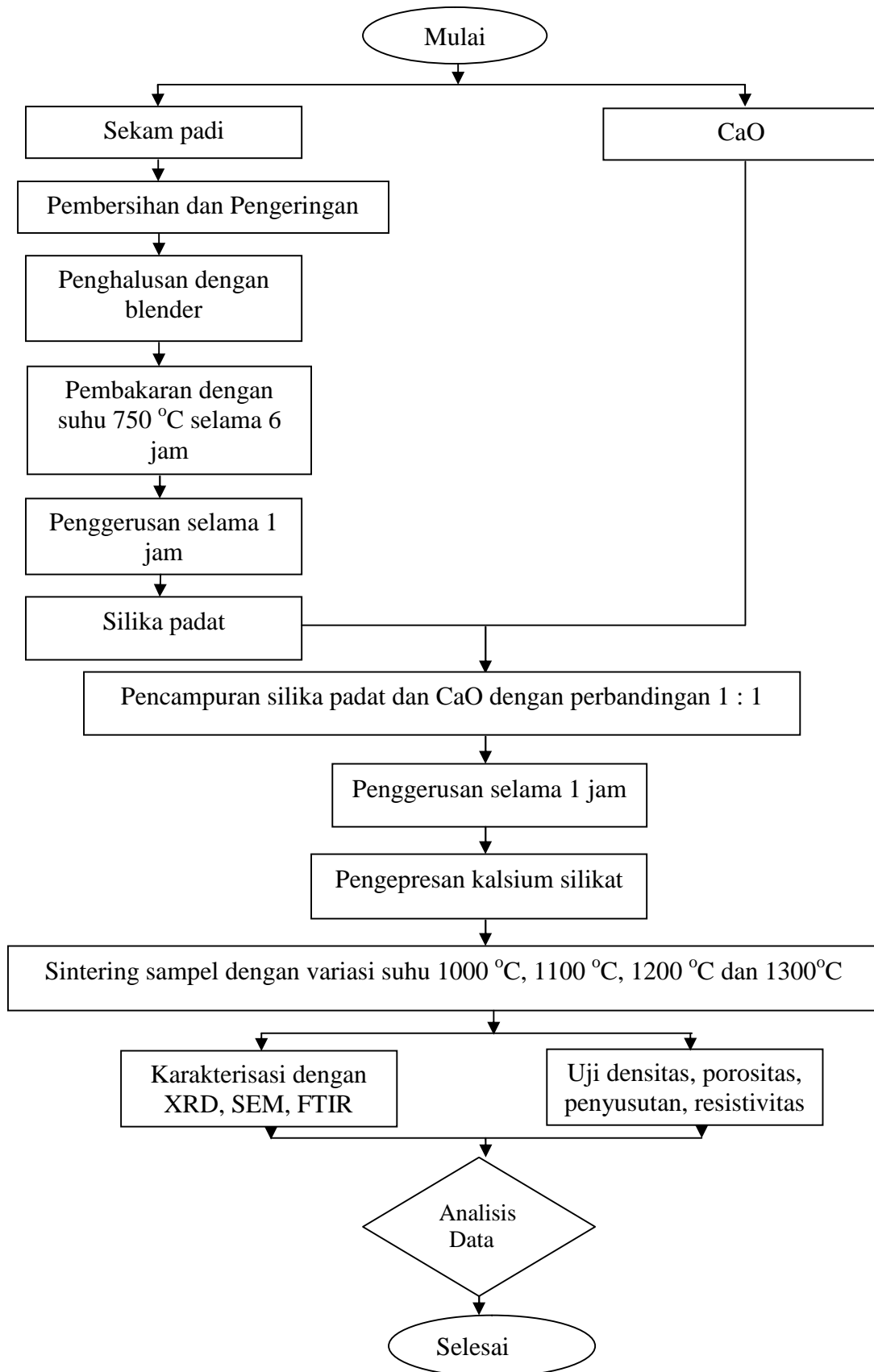
$$S_v = \frac{(V_0 - V)}{V_0} \times 100\%$$

3.7 Diagram Alir Penelitian

Secara garis besar, langkah kerja pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 9. Memulainya dengan mempreparasi bahan dasar sekam padi yang melalui proses pembersihan dan pengeringan, kemudian pemblenderan dan pembakaran. Setelah itu penggerusan bahan dasar selama 1 jam.

Langkah berikutnya yaitu mencampurkan bahan dasar abu sekam padi dengan kalsium oksida komersil dengan reaksi padatan. Pencampuran dilakukan dengan penggerusan selama 1 jam dengan tujuan menghomogenitaskan senyawa keduanya.

Serbuk keramik kalsium silikat masuk proses pengepresan dan melanjutkan dengan perlakuan sintering pada suhu 1000°C, 1100°C, 1200°C dan 1300°C. Hasil *sintering* dilanjutkan dengan karakterisasi yaitu; FTIR, SEM, XRD, densitas, porositas, resistivitas dan penyusutan. Tahap akhirnya yaitu analisis data dan selesai



Gambar 12. Diagram alir penelitian.