

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika FMIPA UNILA dan Laboratorium Kimia Instrumentasi, Jurusan Kimia FMIPA UNILA. Karakterisasi XRD dilakukan di Badan Tenaga Nuklir (BATAN) Serpong Tangerang dan SEM dilakukan di Pusat Pengembangan Geologi Kelautan (PPGL) Bandung. Waktu pelaksanaan penelitian ini, mulai dari April-Oktober 2012.

#### B. Alat dan Bahan

##### 1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca, *beaker glass*, kompor listrik, spatula, labu kimia, gelas ukur, kertas saring, *hot plate stirrer*, furnace, XRD, SEM.

##### 2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : sekam padi, boraks ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), larutan KOH 5%, larutan HCl 10%, larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5% dan kertas saring.

## C. Preparasi Sampel

### 1. Preparasi Sekam Padi

Proses yang dilakukan dalam preparasi sekam pada adalah sebagai berikut:

1. Sekam padi dicuci menggunakan air hingga bersih. Selanjutnya direndam dalam air sejenak.
2. Sekam padi yang mengapung dibuang dan yang tenggelam diambil.
3. Sekam direndam menggunakan air panas selama 6 jam, tujuannya adalah untuk menghilangkan pengotor-pengotor pada sekam.
4. Selanjutnya, sekam dijemur di bawah sinar matahari selama kurang lebih 2 jam agar kering.

### 2. Pembuatan Silika Sol

Proses dalam pembuatan silika sol adalah sebagai berikut:

1. Sekam padi sebanyak 50 gram direndam dalam larutan KOH 5% sebanyak 500 ml.
2. Selanjutnya sekam dipanaskan menggunakan kompor listrik hingga mendidih selama 30 menit.
3. Selanjutnya disaring untuk mendapatkan filtrat berupa silika sol. Silika sol kemudian didiamkan selama 24 jam.

### 3. Pengukuran Kandungan Silika

Pengukuran kandungan silika bertujuan untuk mengetahui massa silika padat yang terkandung dalam silika sol. Prosedur pengukurannya adalah sebagai berikut:

1. Silika sol sebanyak 50 ml dituang ke *beaker glass*.

2. Silika sol ditetesi dengan HCl 10% sedikit demi sedikit menggunakan pipet tetes sehingga terbentuk silika gel.
3. Selanjutnya silika gel disaring lalu dikeringkan menggunakan *furnace* pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  selama satu jam kemudian ditimbang.

#### 4. Pembuatan Boron Oksida ( $\text{B}_2\text{O}_3$ )

Pembuatan boron oksida meliputi tahap-tahap sebagai berikut:

1. Boraks sebanyak 100 gram dimasukkan ke labu kimia.
2. Kemudian ditambahkan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5% hingga volumenya menjadi 500 ml.
3. Labu dikocok agar boraks tercampur merata, kemudian dimasukkan ke dalam *beaker glass* dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 8 jam hingga terbentuk  $\text{B}_2\text{O}_3$  sol yang homogen.

#### 5. Pembuatan Borosilikat

Borosilikat pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode sol gel dengan perbandingan massa silika dan boron oksida sebesar 4:1. Adapun proses pembuatannya adalah:

1. Silika sol dimasukkan ke dalam gelas kimia, kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer*.
2. Ditambahkan  $\text{B}_2\text{O}_3$  sol sesuai perbandingan
3. Campuran terus diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama satu jam sambil ditetesi HCl 10% hingga terbentuk gel, kemudian didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penuaan (*aging*).
4. Endapan yang berupa gel disaring menggunakan kertas saring.

5. Endapan dipanaskan menggunakan *furnace* pada suhu 110°C selama 3 jam.
6. Sampel yang diperoleh kemudian ditumbuk dan ditimbang.

## 6. Kalsinasi

Proses selanjutnya adalah kalsinasi menggunakan tungku pembakaran (*furnace*). Pada proses ini sampel dikalsinasi dengan pemanasan menggunakan laju kenaikan suhu (*heat rate*) 3°/menit dari suhu kamar hingga mencapai puncak, yakni 500°C, 700°C dan 800° C, dan waktu penahanan selama 3 jam pada suhu puncak. Sebagai pembanding, digunakan satu sampel yang tidak dikalsinasi.

Langkah – langkah kerja pada proses kalsinasi adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dikalsinasi disiapkan.
2. Sampel dimasukkan ke dalam *furnace*.
3. Aliran listrik dengan *furnace* dihubungkan dan menekan tombol “ON” untuk menghidupkan *furnace*.
4. Suhu yang diinginkan diatur dengan kenaikan 3°/menit dan pada puncaknya ditahan selama 3 jam.
5. Setelah proses kalsinasi selesai, suhu akan kembali ke suhu kamar.
6. Aliran listrik dari *furnace* diputuskan dan sampel dikeluarkan dari *furnace*.
7. Sampel disimpan pada wadah tertutup.

## D. Karakterisasi

### a. *X Ray Diffraction (XRD)*

Langkah – langkah kerja dalam penggunaan alat XRD adalah:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya, berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*).
2. Sampel yang dipasang pada *sampel holder* kemudian diletakkan pada *sampel stand* di bagian goniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah “*Start*” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut  $2\theta$  tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.

### b. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

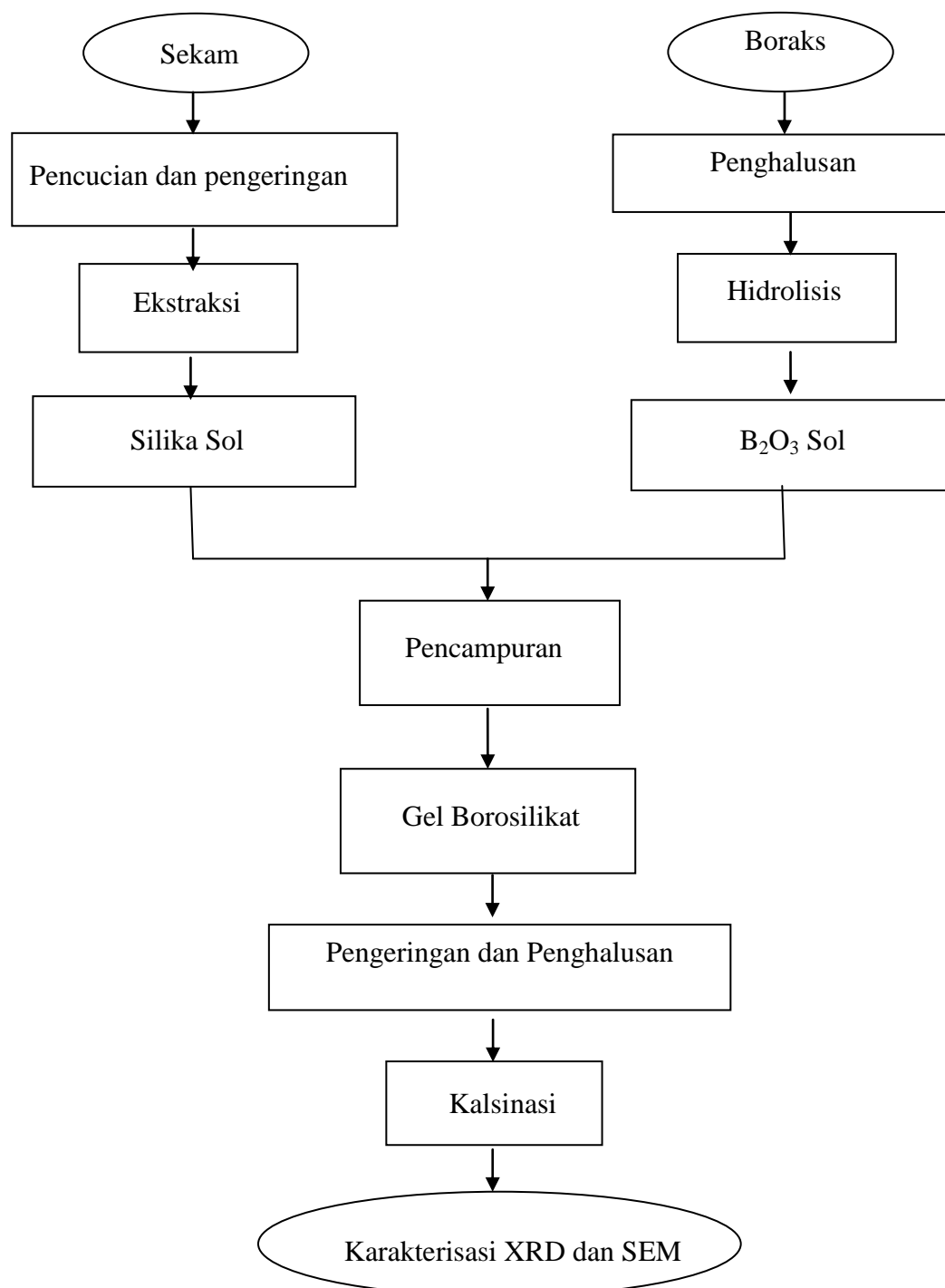
Langkah kerja yang dilakukan dalam penggunaan alat SEM adalah:

1. Sampel 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. Dilakukan pengamatan dan pengambilan gambar pada layar monitor dengan mengatur perbesaran yang diinginkan.
6. Tahap akhir adalah pemotretan gambar SEM.

### E. Diagram Alir Penelitian

Secara umum percobaan yang dilakukan dalam penelitian ini, ditunjukkan dalam diagram alir pada Gambar 6.



Gambar 6. Diagram alir penelitian