

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan selama empat bulan, yaitu pada bulan Juni 2012 sampai bulan Desember 2012 di Laboratorium Fisika Material, Laboratorium Kimia Instrumentasi dan karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Kimia Biomassa dan Laboratorium Geologi P3GL Pasteur Bandung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat

Penelitian ini menggunakan alat percobaan antara lain, *beaker glass*, *neraca*, gelas ukur, labu ukur, *beaker glass*, kompor listrik, *spatula*, *magnetic stirrer*, botol semprot, pipet tetes (1 ml), *mortal* dan *pestle*, cawan tahan panas, *furnace*, cetakan (*die*), dan penekan hidrolik.

2. Bahan

Preparasi bahan dalam penelitian ini adalah larutan titanium klorida 15% ($TiCl_3$), sekam padi, aquades, aquabides, 500 g natrium hidro (III) karbonat ($NaHCO_3$), larutan KOH 5%, HCL kertas saring, tisu, aluminium foil dan kertas label.

C. Prosedur Penelitian

Sintesis TiO_2 dilakukan dengan beberapa tahapan yaitu preparasi silika dari sekam padi, preparasi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, *pressing*, *kalsinasi*, karakterisasi sampel.

1. Preparasi Silika *Sol* dari Sekam Padi

Dalam sintesis titania-silika digunakan silika dari sekam padi yang diperoleh dari proses ekstraksi sekam padi untuk memperoleh sol silika. Proses ekstraksi dilakukan menggunakan 1 kg sekam padi yang telah dibersihkan dengan air hingga bersih dan merendamkannya. Kemudian sekam padi yang telah tenggelam diambil sebab kandungan silikanya relatif tinggi dan direndam kembali dengan air panas selama 6 jam. Setelah itu, sekam padi yang telah di pisahkan tersebut di kering anginkan hingga benar-benar kering dan siap untuk diekstraksi. Proses ekstraksi dilakukan dengan melarutkannya sebanyak 50 g dengan larutan *KOH* 5% di dalam *beaker glass* dan diaduk hingga sekam padi tenggelam dalam larutan tersebut. Kemudian campuran tersebut dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit menggunakan kompor listrik dan tetap diaduk. Proses pelarutan dan pemanasan berguna untuk memperoleh hasil ekstraksi silika yang optimal, kemudian silika *sol* disaring dengan menggunakan saringan. Hasil penyaringannya (silika *sol*) dituangkan ke dalam *beaker glass* dan dilakukan proses penjenuhan (penuaan) selama 24 jam agar memperoleh silika *sol* ($\text{Si}(\text{OH})_4$) yang homogen.

2. Sintesis Nanokomposit Titania Silika

Pada proses sintesis nanokomposit titania-silika dilakukan dengan metode *sol-gel* dengan perbandingan molar titania dan silika yang bervariasi yaitu seperti pada Tabel 3.1. Proses sintesis nanokomposit titania-silika dilakukan dengan meneteskan sol silika yang diekstrak dari silika sekam padi dengan menggunakan pipet tetes yang berukuran 1 ml ke dalam *beaker glass* yang telah berisikan $TiCl_3$ 15%. Pada saat meneteskan sol silika dibarengi dengan penambahan $NaHCO_3$ 4% sebanyak 20 ml ke dalam $TiCl_3$ 15%. Kemudian pada setiap sampel dilakukan proses penuaan selama 24 jam. Kemudian dilakukan penyaringan, pembersihan dengan *bayclin*, pengeringan, dan penggerusan pada setiap sampel.

Tabel 3.1 Perbandingan sol TiO_2 dan sol SiO_2 dari sekam padi

Sampel	Perbandingan	Sol TiO_2 (ml)	Sol Silika (ml)	TiO_2/SiO_2 (gr)
I	1 : 1	20	40,620	
II	1 : 0,25	20	10,150	
III	1 : 0,20	20	8,120	
IV	1 : 0,10	20	4,060	
V	1 : 0,05	20	2,031	
VI	1 : 0,01	20	0,500	

4. *Pressing*

Sampel titania yang telah dipreparasikan kemudian dipellet dengan tujuan untuk merubah bentuk sampel dari serbuk menjadi padatan dan berbentuk pellet yang memiliki berat 1 g dengan diameter dan tingginya sebesar 3 mm untuk semua sampel. Pada proses *pressing* digunakan penekan hidrolik yang dapat diatur besar tekanannya. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses *pressing* adalah dengan menyiapkan sampel serbuk, alat *pressing*, dan cetakan (*die*) yang

berbentuk silinder dengan diameter 1,2 cm dan alat *press*, kemudian sampel bubuk sebanyak 1 g dimasukkan ke dalam cetakan (*die*) dan selanjutnya ditekan dengan alat *pressing* dengan skrup yang diputar ke dalam dengan berat beban sebesar 8 ton. Langkah terakhir adalah mengeluarkan pellet dari cetakan dan alat *pressing* dengan cara skrup diputar keluar untuk membuka alat cetak kemudian tuas dipompa untuk mengeluarkan pellet dari cetakan.

5. Kalsinasi

Pada proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan furnace Alat ini telah disediakan penyesuaian temperatur yang terkendali secara otomatis dengan sistem digital. Pada penelitian ini, kalsinasi dilakukan pada eman sampel pellet dengan temperatur 500°C dengan waktu penahanan selama 10 jam. Proses kalsinasi dilakukan sesuai dengan prosedur berikut:

1. Menyiapkan sampel pellet dan sampel serbuk ke dalam cawan tahan panas.
2. Setelah itu memasukkan ke dalam *furnace* dan menghidupkannya dengan saklar diputar dengan posisi hidup (ON).
3. Kemudian memberi kenaikan temperatur sebesar 3°C/menit dan menahannya selama 10 jam. Setelah selesai,
4. mematikan *furnace* dengan saklar diputar kembali pada posisi mati (OFF).
5. Mengeluarkan sampel pellet bersama cawan tahan panas dari *furnace*.

D. Karakterisasi Sampel

1 SEM-EDS

Proses karakterisasi SEM-EDS dilakukan untuk melihat dan mengetahui mikrostruktur dari sampel yang terbentuk serta untuk mengetahui komposisi senyawa atau unsur yang terbentuk.

Pada penelitian ini SEM-EDS dilakukan dengan prosedur percobaanya sebagai berikut:

1. Membersihkan sampel pellet dengan *ultrasonic cleaner* menggunakan media *acetone*.
2. Membuka pintu *specimen chamber* dengan cara mengklik tombol VENT kemudian gas nitrogen akan keluar dan membiarkannya beberapa menit (dengan tegangan tinggi keadaan “OFF”).
3. Memasukkan sampel pellet ke dalam sarung satu per satu dan menempelkannya ke *specimen holder* yang mana masing-masing ukuran sampel pellet akan diatur dengan tinggi ketebalan sekitar 10 mm dengan sebuah pendekatan kunci Allen. Selanjutnya memasukkan sampel pellet ke dalam *specimen chamber* dan menutup kembali pintu *specimen chamber* dengan cara mengklik tombol PUMP.
4. Mendapatkan sebuah gambar morfologi dari sampel pellet dapat dilakukan dengan cara melakukan *pre-check* (suatu analisis *image* manual yang dapat dikendalikan oleh pengguna melalui komputer), melepaskan tembakan elektron setelah proses vakum dengan tegangan 15 kV.

5. Melakukan pengamatan hasil *image* dari sampel pellet dengan cara mengatur fokus, kontras, dan kecerahan pada *software video control group*.
6. Mengeluarkan sample pellet berserta sarungnya di dalam *sepecimen chamber* kemudian itu menunggu keadaan vakum “OK”, kemudian mengklik “RPM 60%”.

2. XRD

Pengujian ini dilakukan untuk melihat fasa yang terbentuk pada komposit TiO₂-SiO₂ yang disintesis. Alat yang digunakan adalah Shimadzu XD 610, dengan prosedur sebagai berikut:

1. Mengatur tegangan anoda 30kV dan kuat arus 15 mA.
2. Meletakkan sampel yang akan dianalisis pada kaca dan memasangkan pada sampel holder dengan lilin perekat dan meletakkan pada sampel stand dibagian goniometer.
3. Memasukkan paramater pengukuran pada softwere komputer.
4. Memulai analisi dengan perintah *start* pada menu komputer.
5. Melihat dan mengambil hasil analisis.

3. Uji Foto Katalis

Pengujian ini dilakukan terhadap sampel A, B, C, D, E dan F yang diberi perlakuan yang sama:

1. Lima buah beaker glass 1000 mL masing-masing diisi dengan 500 mL aquades
2. kemudian menambahkan *methylene blue* dengan konsentrasi 0,001 gr dan distirer hingga homogen.
3. Mengambil 30 ml dari larutan tersebut kedalam gelas kimia.
4. Menambahkan 1 gr sampel $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ kedalam larutan *methylene blue* dan di stirer hingga homogen.
5. Menyinari dengan lampu UV Ultra Vitalux 230 E27 Osram.
6. Mengambil larutan setiap 20 menit penyinaran sebanyak 2 kali pengambilan.
7. Melakukan dengan metode yang sama di bawah sinar matahari pada pukul 10.00- 14.00 WIB.
8. Melakukan uji scan UV-Vis.

4. Uji Resistivitas

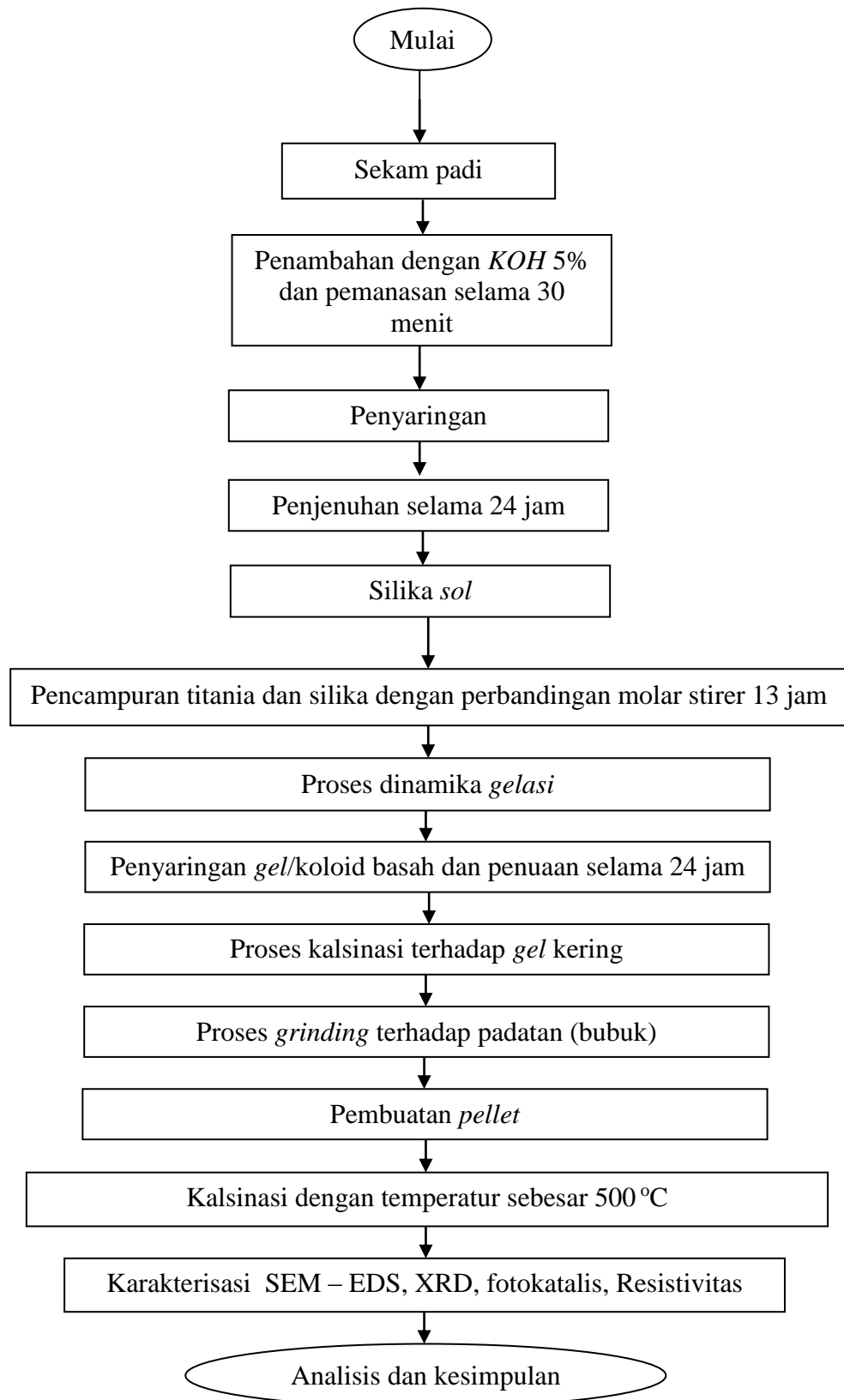
Metode yang digunakan dalam pengukuran resistivitas sampel adalah metode 4 titik yang dilakukan sebagai berikut

1. Meletakkan sampel pelet pada papan PCB.
2. Menghubungkan kawat tembaga dengan 4 buah elektroda pada sampel pelet dengan jarak antar kawat (A)
3. Menghubungkan dua elektroda terluar dengan ampere meter untuk mengetahui arus I yang mengalir ke sampel dan dua elektroda dalam dihubungkan dengan volt meter untuk mengetahui tegangan DC yang dihasilkan.

4. Mengukur besarnya arus yang mengalir dan tegangan pada ampere meter dan voltmeter sehingga didapatkan nilai resistivitas masing-masing.

E. Diagram Alir

Ringkasan penelitian ini dapat diwujudkan dalam diagram alir yang dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian.