

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilaksanakan selama dua bulan, yaitu pada bulan Oktober 2011 sampai bulan Desember 2011 di Laboratorium Fisika Inti, Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi sampel dilakukan di laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Pasteur Bandung.

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

##### **1. Alat**

Alat yang digunakan pada percobaan ini adalah: *neraca*, gelas ukur, labu ukur, *beaker glass*, kompor listrik, *spatula*, *magnetic stirrer*, botol semprot, pipet tetes (1 ml), *mortal* dan *pastel*, cawan tahan panas, pengayak, *furnace*, cetakan (*die*), penekan hidrolik, *power supply*, amperemeter, multimeter, papan PCB, dan kawat. Analisis struktur menggunakan difraksi sinar-X (**Merk Shimadzu XD 610**), *Scanning Electron Microscopy* dan *Energy Dispersive Spectrometry* (**JEOL JSM-6360LA**).

## 2. Bahan

Bahan awal yang digunakan adalah larutan titanium klorida ( $\text{TiCl}_3$ ), sekam padi, aquades, aquabides, natrium hidro trikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ), larutan KOH 5%. Bahan bantu lainnya berupa pasta perak, kertas saring, tisu, aluminium foil dan kertas label.

## C. Prosedur Kerja

### 1. Preparasi Silika *Sol* dari Sekam Padi

Untuk mendapatkan filtrat (silika *sol*) dari sekam padi dapat dilakukan proses ekstraksi. Namun sebelum melakukan proses tersebut, sekam padi terlebih dahulu dibersihkan dari senyawa-senyawa organik. Caranya dengan mencuci 1 kg sekam padi 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 pilihan siap untuk diekstraksi menjadi filtrat dengan cara melarutkannya sebanyak 50 g dengan larutan KOH 5% di dalam *beaker glass* dan diaduk hingga sekam padi tenggelam dalam larutan tersebut. Selama proses pengadukan, campuran tersebut perlu dilakukannya pemanasan selama 30 menit dengan menggunakan kompor listrik. Setelah pemanasan selesai, 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. Preparasi Nanotitania dari Titanium Triklorida

Sintesis nanotitania dapat dilakukan dengan metode *sol-gel* yang membutuhkan perbandingan mol  $\text{TiCl}_3$  15% dan *sol*  $\text{NaHCO}_3$  4% (Merck) sebesar 0,026:5,7. Larutan  $\text{NaHCO}_3$  4% disiapkan dengan cara melarutkan 8 g  $\text{NaHCO}_3$  ke dalam 100 ml aquabides. Kemudian  $\text{NaHCO}_3$  4% yang teraduk dengan pemutar magnet diteteskan dengan 10 ml  $\text{TiCl}_3$  15%. Pada saat penetesan, alat yang digunakan sebagai penetesnya adalah pipet tetes yang berukuran 1 ml yang juga berguna untuk menentukan laju pengendapan. Untuk menentukannya, 10 ml  $\text{TiCl}_3$  15% dapat dibagi dengan waktu proses *sol-gel* (jam). Preparasi ini dilakukan sebanyak 6 kali percobaan sehingga menghasilkan 6 sampel yang masing-masing simbol, nilai laju pengendapan dan nilai waktu prosesnya dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Formulasi berbagai sampel sebagai fungsi waktu proses *sol-gel*.

Sampel	Laju Pengendapan (ml/jam)	Waktu proses <i>sol-gel</i> (jam)
T-1	3,33	3
T-2	2,00	5
T-3	1,43	7
T-4	1,11	9
T-5	0,91	11
T-6	0,77	13

Dari Tabel 3.1, semua sampel tersebut berbentuk *gel*/koloid basah dengan keadaan yang lebih homogen apabila dijenuhkan selama 24 jam. Semua sampel tersebut diubah dalam bentuk serbuk padatan dengan cara penyaringan, pencucian dengan larutan oksidator kuat (*bayclin*), pembilasan, serta pengeringan dengan temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Langkah terakhir adalah menghomogenkan semua bubuk dengan proses melalui alat *mortal* dan *pastel*.

### 3. Sintesis Nanokomposit Titania-Silika

Sintesis nanokomposit titania-silika dapat dilakukan dengan metode *sol-gel* yang membutuhkan perbandingan massa titania dan silika sebesar 1,3:3,0. Proses sintesis nanokomposit titania-silika dapat dilakukan dengan meneteskan  $\text{TiCl}_3$  15% 10 ml dengan menggunakan pipet tetes yang berukuran 1 ml ke dalam *beaker glass* yang telah berisikan 275 ml silika *sol* dari ekstraksi sekam padi. Hasil dari lama proses yang terbaik dalam pembuatan sintesis nanotitania akan digunakan pada pencampuran dengan silika *sol*. Dengan proses titrasi asam-basa, campuran tersebut akan berbentuk *gel*/koloid basah dengan keadaan yang homogen apabila dijenuhkan selama 24 jam. Hal yang sama akan dilakukan penyaringan, pembersihan dengan *bayclin*, pengeringan, dan penggerusan, yang mana proses tersebut akan memperoleh serbuk komposit titania-silika. Kemudian serbuk ini diberi nama simbol T-S.

### 4. *Pressing*

Serbuk sampel titania yang telah dipreparasikan kemudian ditekan dengan tujuan untuk merubah bentuk sampel dari serbuk menjadi pelet yang memiliki massa 1 g dengan diameter dan tingginya sebesar 3 mm, serta berjumlah 7 buah. Alat yang digunakan dalam proses *pressing* adalah penekan hidrolik yang dapat diatur besar tekanannya. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses *pressing* adalah: menyiapkan sampel serbuk, alat *pressing*, dan cetakan (*die*) yang berbentuk silinder dengan diameter 1,3 cm; memasukkan sampel bubuk sebanyak 1 g ke dalam cetakan (*die*); dan selanjutnya menekan sampel dengan alat *pressing*

sebesar 221 MPa; langkah terakhir adalah mengeluarkan pelet dari cetakan dan alat *pressing*.

## **5. Kalsinasi**

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran atau *furnace*. Alat ini telah disediakan penyesuaian temperatur yang terkendali secara otomatis dengan sistem digital. Dalam penelitian ini, kalsinasi dilakukan pada temperatur 550°C dengan waktu penahanan selama 10 jam. Untuk melaksanakan proses kalsinasi tersebut, terdapat suatu prosedur yang dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel pelet yang akan dikalsinasi, lalu memasukkan sampel bubuk 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 hingga mencapai suhu 550°C dan menahannya selama 10 jam. Setelah selesai, mematikan *furnace* dengan saklar diputar kembali pada posisi mati (OFF).
4. Mengeluarkan sampel pelet bersama cawan tahan panas dari *furnace*.

## **6. Karakterisasi Sampel**

### **a. Karakterisasi XRD**

Pada penelitian ini, sampel pelet yang telah dikalsinasi dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X (XRD). Alat difraksi sinar-X yang digunakan

adalah **Shimadzu XD 610**. Prosedur kerja alat ini dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Mengatur tegangan anoda sebesar 30kV dan kuat arus sebesar 15 mA. Ini berguna untuk menghasilkan tembakan elektron pada target Cu.
2. Meletakkan sampel pelet yang akan dianalisis pada kaca dan memasangkannya pada lempengan tipis berbentuk bulatan (*sampel holder*) dengan lilin perekat.
3. Meletakkan sampel pelet yang telah disimpan pada *sampel holder* pada *sampel stand* di bagian *goniometer*.
4. Memasukkan parameter pengukuran *pad software* melalui komputer, yaitu *present time* pada 3 detik, *step counting* pada  $0,008^\circ$  dan rentang sudut difraksi  $2\theta$  pada  $10-80^\circ$ .
5. Mengoprasikan alat difraktometer dengan perintah “*start*” pada menu komputer.
6. Melihat dan mengambil hasil difraksi dari sampel pelet itu pada komputer dengan intensitas difraksi pada sudut  $2\theta$  tertentu yang mana hasil-hasilnya dapat dicetak oleh mesin *printer* dan dapat disimpan dalam bentuk *file.dat/file.xy*.

#### **b. Karakterisasi SEM dan EDS**

Karakterisasi SEM dan EDS dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur dan unsur suatu bahan. Pada penelitian ini SEM dan EDS yang digunakan bermerek **JEOL JSM-6360LA** dengan prosedur percobaanya sebagai berikut:

1. Membersihkan sampel pelet 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 *High Tension* keadaan “OFF”). Proses pemberian gas nitrogen bertujuan untuk membersihkan *specimen chamber* dari udara (proses vakum).
3. Memasukkan sampel pelet ke dalam sarung satu per satu sambil memoleskan sampel dengan cairan logam (*coating*) dan menempelkannya ke *specimen holder* dengan masing-masing ketebalan sampel pelet sebesar 10 mm yang diatur dengan kunci **Allen**. Selanjutnya memasukkan sampel pelet ke dalam *specimen chamber* dan menutup kembali pintu *specimen chamber* dengan cara mengklik tombol PUMP.
4. Mendapatkan sebuah gambar morfologi dan spektrum energi dari sampel pelet 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 dengan cara mengklik tombol abu-abu.
5. Melakukan pengamatan hasil *image* dari sampel pelet dengan cara mengatur fokus, kontras, dan kecerahan pada *software video control group*.
6. Membuka pintu *specimen chamber* seperti yang tertera pada prosedur **no 2**, kemudian mengeluarkan sample pelet beserta sarungnya di dalam *specimen chamber* secara perlahan-lahan dan menutup kembali pintu

*sepecimen chamber* sambil menekan tombol PUMP, setelah itu menunggu keadaan vakum “OK”, kemudian mengklik “RPM 60%”.

### c. Uji Resistivitas Sampel Titania

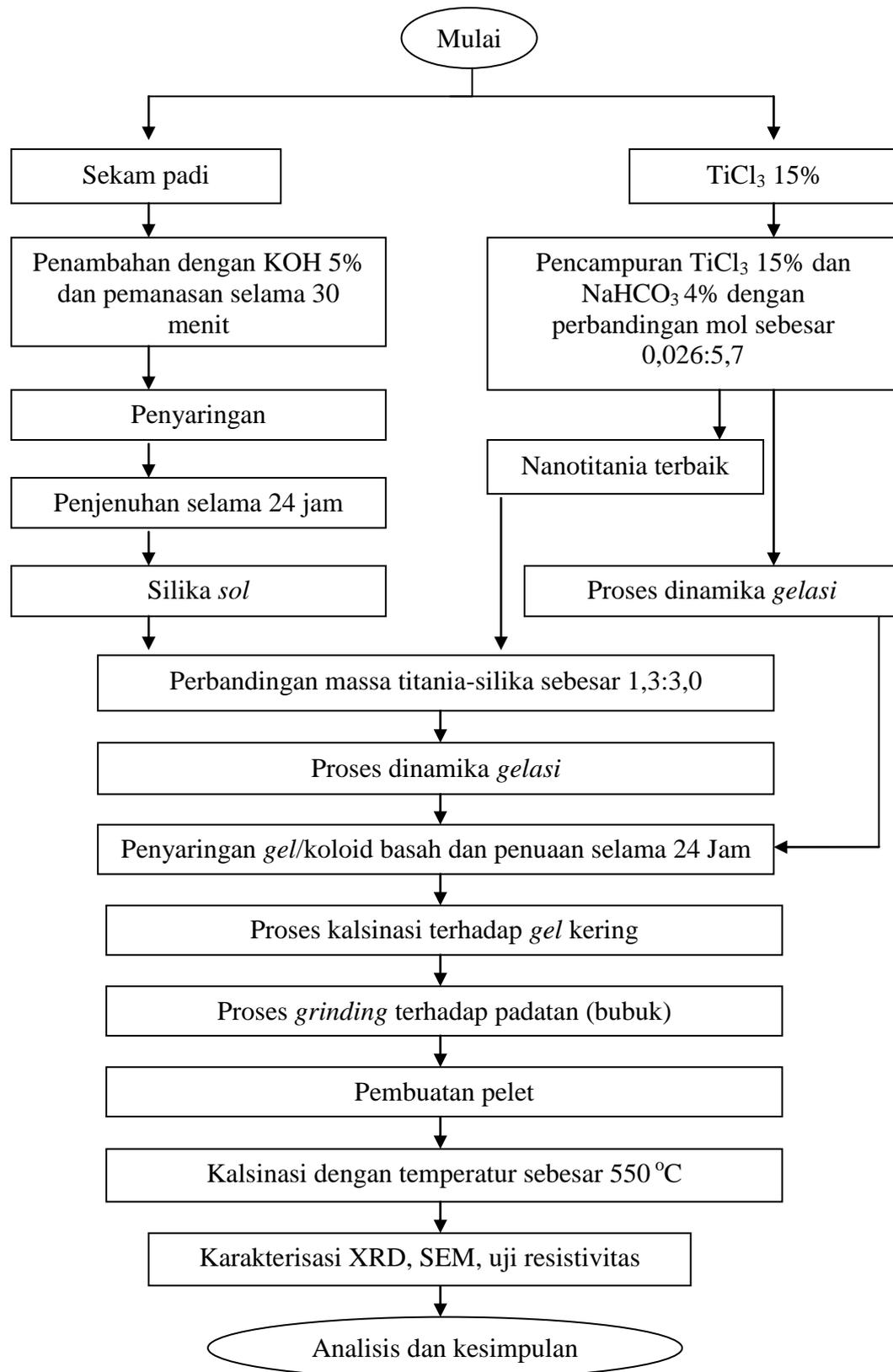
Metode yang digunakan untuk mengukur resistivitas sampel titania yang berupa pelet dapat dilakukan dengan cara 4 titik sebagai berikut:

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 teluar dengan amperemeter untuk mengetahui arus  $I$  yang mengalir ke sampel dan dua elektroda dalam dihubungkan dengan voltmeter untuk mengetahui tegangan DC yang dihasilkan.
4. Kemudian mengukur besarnya arus yang mengalir dan tegangan pada amperemeter dan voltmeter sehingga didapatkan nilai resistivitas masing-masing sampel dengan persamaan:

$$\rho = \frac{\Delta V}{I} (\Omega.cm) \quad (37)$$

## 7. Diagram Alir

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



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian.