

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni 2013 sampai dengan Oktober 2013.

Pembuatan sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Universitas Lampung, uji DTA/TGA dilakukan di Laboratorium Biomassa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Universitas Lampung, uji FTIR dan XRD dilakukan di Laboratorium Material Universitas Islam Negeri Jakarta dan uji SEM EDS dilakukan di Laboratorium Material Institut Teknologi Bandung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu terdiri dari neraca, oven, *beaker glass*, kompor listrik, pipet tetes, botol semprot, spatula, gelas ukur, alat penyaring, ayakan, *pressing*, *magnetic stirrer*, *furnace*, *mortar dan pestel*, *Forrier Transform Infrared (FTIR)* dengan tipe alat yang digunakan Perkin Elmer FTIR Spektrum One, *Differential Thermal Analysis/Thermogravimetry (DTA/TG)* dengan tipe alat yang digunakan Seiko Axtar TGA/DTA 7300, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dengan tipe alat yang digunakan Philip XL20 EDX XL 40,

dan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan tipe alat yang digunakan Shimadzu X-ray Diffractometer 7000.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu daun bambu, aquades, larutan KOH (Reagent for Laboratory 90 %) larutan HCl (Reagent for Laboratory 35-37 %), pemutih dan kertas saring.

C. Preparasi Sampel

1. Preparasi Daun Bambu

Pemetikan dan pemilihan daun bambu dari batangnya kemudian dibersihkan dari kotoran, debu-debu atau pasir yang menempel pada daun bambu satu persatu. Daun bambu diambil dari pohon bambu yang ada disekitar kampus Universitas Lampung.

Daun bambu yang telah dibersihkan selanjutnya dijemur dibawah sinar matahari hingga kering dan berwarna kecoklatan. Selama proses penjemuran daun bambu dipisahkan satu sama lain agar daun kering secara merata. Setelah pengeringan dengan sinar matahari, daun bambu kemudian dicuci dan dikeringkan kembali. Daun bambu yang telah bersih dan kering, dibuang tulang tengah daunnya secara satu persatu kemudian daun dipotong kecil-kecil dan dikeringkan kembali ke dalam oven dalam waktu 60 menit pada suhu 120 °C agar daun bambu benar-benar kering.

2. Preparasi Silika Sol

Preparasi silika sol dilakukan dengan cara merendam 50 gram daun bambu dengan larutan KOH 1,5% dalam *beaker glass*, campuran daun bambu dan KOH diaduk-aduk hingga daun bambu terendam seluruhnya dan selanjutnya campuran dipanaskan selama 60 menit dengan menggunakan kompor listrik. Selama proses pemanasan, dilakukan pengadukan agar silika yang terkandung dalam daun dapat terekstrak secara optimal. Setelah proses pemanasan selesai, filtrat (silika sol) dipisahkan dengan menggunakan penyaring. Selanjutnya filtrat (silika sol) didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penjenuhan (*aging*).

Filtrat (silika sol) yang telah dihasilkan pada proses preparasi silika sol kemudian diukur dengan menggunakan neraca. Pengukuran filtrat ini bertujuan untuk mengetahui volume dari silika sol.

3. Pembentukan Silika Gel

Filtrat sol yang telah dihasilkan dan yang telah diketahui massanya dimasukkan ke dalam *beaker glass*, filtrat kemudian ditambahkan HCL 10% secara perlahan-lahan dengan menggunakan pipet tetes dan distirer hingga terbentuk silika gel, silika gel kemudian didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penjenuhan (*aging*), silika gel kemudian disaring dan dicuci dengan menggunakan air hangat yang telah dicampur dengan pemutih, selanjutnya silika gel disaring dengan menggunakan kertas saring, hasil penyaringan kemudian dipanaskan menggunakan oven dengan temperatur pemanasan 110°C selama delapan jam hingga diperoleh silika dalam bentuk padat. Silika padat selanjutnya ditimbang

menggunakan neraca untuk diketahui massanya dan kemudian digerus selama 3 jam hingga diperoleh serbuk silika.

4. Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace* dan dilakukan pada *pellet* sampel dengan suhu kalsinasi 500 °C - 700 °C dalam waktu 180 menit. Proses kalsinasi ini dilakukan dengan memasukkan sampel kedalam *furnace*, *furnace* dihubungkan dengan jaringan listrik, mengatur suhu kalsinasi, setelah proses kalsinasi selesai *furnace* dimatikan dan sampel dikeluarkan.

D. Karakterisasi Sampel

Karakterisasi dilakukan pada sampel keramik silika yang telah dikalsinasi. Dimana keramik silika hasil sintesis ini kemudian dikarakterisasi menggunakan *Forrier Transform Infrared FTIR*, *Differential Thermal Analysis/Thermogravimetry (DTA/TG)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, dan *X-Ray Diffraction (XRD)* dengan perlakuan sebelum dikalsinasi dan setelah dikalsinasi.

1. FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Uji FTIR ini dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi silika yang terdapat pada sampel. Adapun langkah-langkah dalam uji FTIR ini adalah sebagai berikut:

- a. Menghaluskan kristal KBr murni dalam *mortar* dan *pestle* kemudian mengayak KBR tersebut.

- b. Menimbang KBr halus yang sudah diayak seberat $\pm 0,1$ gram, kemudian menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa $\pm 1\%$ dari berat KBr.
- c. Mencampur KBr dan sampel kedalam *mortar* dan *pestle* aduk sampai keduanya tercampur rata.
- d. Menyiapkan cetakan *pellet*.
- e. Mencuci bagian sampel, *base* dan *tablet frame* dengan *kloroform*.
- f. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
- g. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
- h. Meletakkan cetakan pada pompa hidrolis kemudian diberi tekanan ± 8 Gauge.
- i. Menghidupkan pompa vakum selama 1 menit.
- j. Mematikan pompa vakum. Menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara.
- k. Melepaskan *pellet* KBr yang sudah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada *tablet holder*.
- l. Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan komputer.
- m. Klik "*shortcut FTIR 8400*" pada layar komputer yang menandakan program interferometer.
- n. Menempatkan sampel dalam alat interferometer pada komputer klik FTIR 8400 dan mengisis data file.
- o. Klik "*Sample Start*" untuk memulai, dan untuk memunculkan harga bilangan gelombang klik "*clac*" pada menu, kemudian klik "*Peak Table*" lalu klik "*OK*".
- p. Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber arus listrik.

2. DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetry*)

Karakterisasi DTA/TG dilakukan untuk menganalisis sifat termal dan stabilitas bahan hidroksiapatit. Langkah-langkah yang dilakukan dalam uji DTA ini adalah sebagai berikut:

- a. Menyiapkan cawan platina kosong untuk digunakan sebagai sampel referensi dan memasukkan serbuk sampel ke dalam cawan platina sebagai sampel yang akan diuji.
- b. Meletakkan kedua cawan platina pada posisi vertikal di sampel holder dengan memutar posisi *furnace* ke arah sampel holder yang dilanjutkan dengan mengatur *setting* temperatur yaitu $T_{\text{start}} = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{pengukuran}} = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ *heating read* (kenaikan suhu = $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$).
- c. Kemudian menekan tombol power *furnace* pada posisi “ON” untuk pemanasan akan bekerja sesuai dengan program yang telah diatur, saat inilah grafik pada monitor komputer akan diamati sampai temperatur $T_{\text{pengukuran}}$ tercapai menurut program yang telah diatur. Apabila $T_{\text{pengukuran}}$ telah tercapai maka power *furnace* dapat dimatikan yaitu pada posisi “OFF” dan selanjutnya melakukan print hasil pengukuran.

3. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Uji SEM dilakukan untuk mengetahui karakteristik mikrostruktur pada sampel keramik silika yang hasil tampilannya berupa gambar dalam bentuk tiga dimensi. Adapun langkah-langkah dalam proses SEM ini adalah sebagai berikut:

- a. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis dan merekatkannya pada *specimen holder* (*dolite, double sticy tape*).

- b. Membersihkan sampel yang telah terpasang pada *holder* dengan *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 kedalam *specimen chamber*.
- e. Mengamati dan mengambil gambar pada layar SEM dengan mengatur pebesaran yang diinginkan.
- f. Menentukan spot untuk analisis layar SEM.

4. XRD (X-Ray Diffraction)

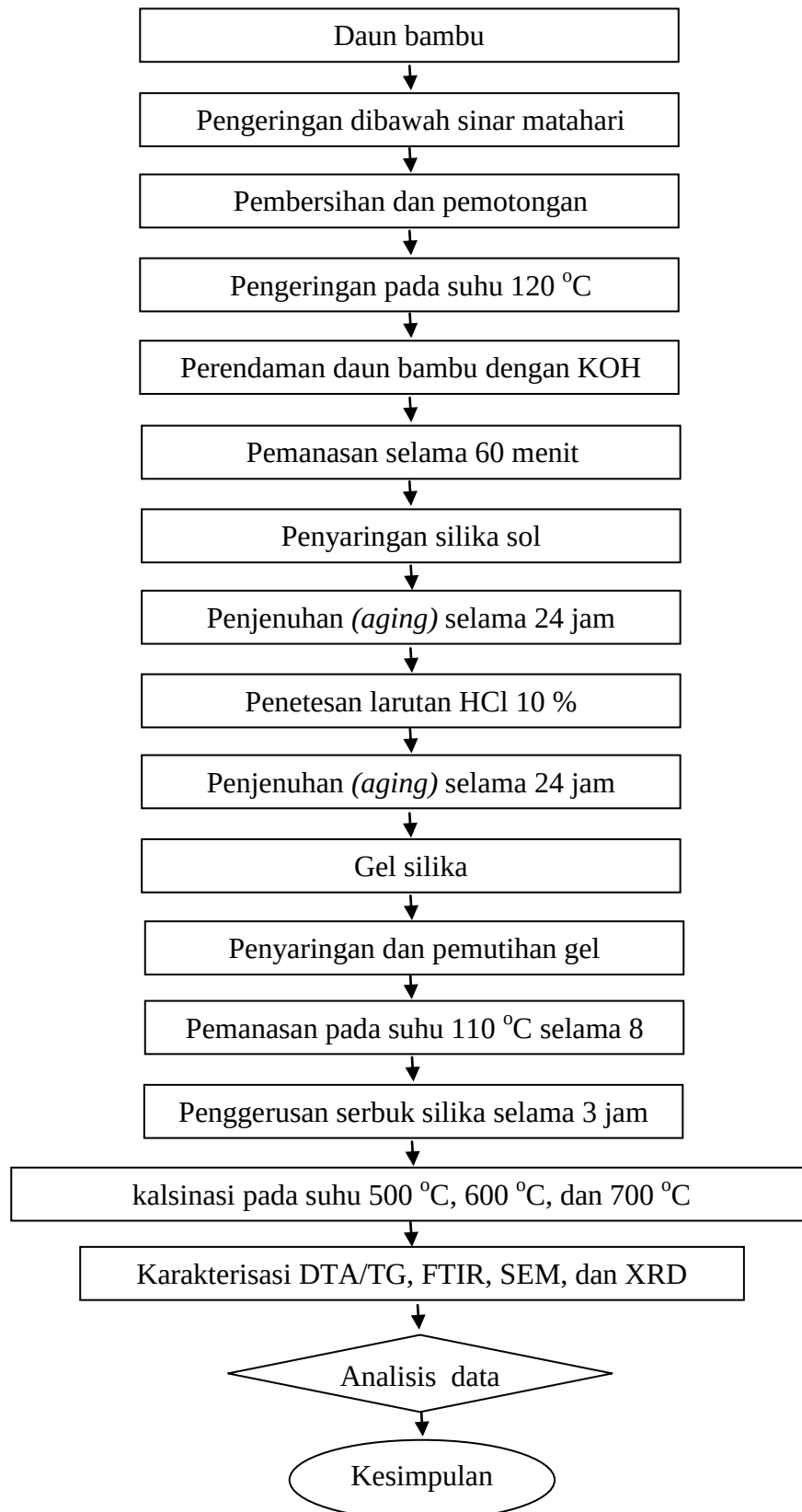
Uji XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur sampel dengan mengetahui komposisi dasar senyawa pada sampel. Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam uji XRD adalah sebagai berikut:

- a. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis dan merekatkannya pada kaca, kemudian memasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan lilin perekat.
- b. Memasang sampel yang disimpan pada sampel *holder* kemudian meletakkannya pada sampel *stand* dibagian *goniometer*.
- c. Memasukkan parameter pengukuran pada software pengukuran melalui komputer pengontrol yang meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dari nomor urut file data.

- d. Mengoprasikan 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.
- e. Mencetak hasil difraksi dan intensitas difraksi pada sudut 2θ .

E. Diagram Alir Penelitian

Secara garis besar, langkah kerja pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 5. Dimulai dari preparasi daun bambu, pembentukan sol silika, pembentukan gel silika, hingga karakterisasi dan analisis data sampel.



Gambar 5. Diagram alir penelitian.