

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli 2010 sampai Oktober 2010 di Laboratorium Fisika Material, Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Geologi P3GL Pasteur Bandung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat

Dalam penelitian ini alat yang digunakan antara lain *neraca*, gelas ukur, labu ukur, *beaker glass*, kompor listrik, *spatula*, *magnetic stirrer*, botol semprot, pipet tetes, *mortal* dan *pastel*, cawan tahan panas, pengayak, penekan *hidrolik*, *furnace*, serta analisis sampel menggunakan *Diffraction Sinar-X* (XRD) merk Shimadzu XD 610, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang dilengkapi dengan EDS merk Jeol JSEM seri 6360LA buatan Jepang.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi, aluminium nitrat ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$), aquades, larutan KOH 5%, kertas saring, tisu, aluminium foil dan kertas label.

C. Prosedur Kerja

Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam penelitian pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan struktur dan mikrostruktur keramik mullite berbasis silika sekam padi adalah preparasi sekam padi, ekstraksi silika sekam padi, hidrolisis alumina (Al_2O_3) sol, sintesis keramik mullite, *pressing*, *kalsinasi*, *sintering*, karakterisasi sampel dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk mengetahui struktur kristal dan karakterisasi *Scanning Electron Microscopy (SEM)* untuk mengetahui mikrostruktur sampel.

1. Preparasi Sekam Padi

Sekam padi yang digunakan pada penelitian ini berasal dari daerah Gedong Tataan Kabupaten Pesawaran, Propinsi Lampung. Sebelum sekam padi digunakan, sekam padi terlebih dahulu di cuci menggunakan air, agar kotoran yang terdapat dalam sekam padi seperti debu, tanah serta batang padi pada saat penggilingan dapat terlepas dari sekam padi, selanjutnya direndam. Sekam padi yang tenggelam pada saat perendaman dipisahkan untuk diproses ketahap selanjutnya, sedangkan yang mengapung tidak digunakan karena kandungan silikanya relatif rendah. Kemudian sekam direndam menggunakan air panas selama 6 jam lalu ditiriskan. Setelah itu, sekam padi dikeringkan dibawah sinar

matahari selama ± 6 jam. Pengeringan dapat dilakukan dengan menggunakan oven, tetapi pengeringan dibawah sinar matahari lebih efektif karena penyebaran panas berlangsung secara bertahap, sehingga sekam padi dapat kering secara menyeluruh. Pengeringan dilakukan untuk mengeliminasi kandungan air dalam bahan dengan menguapkan air dari permukaan bahan (Harsono, 2002). Untuk memperoleh keramik mullite dilakukan melalui ekstraksi sekam padi menjadi silika sol dan hidrolisis aluminium nitrat menjadi alumina sol.

2. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Sintesis Silika dilakukan dengan mengekstrak sekam padi yang telah dikeringkan. Sebanyak 50 gram sekam padi dicampur dengan 500 ml larutan KOH 5% ke dalam *beaker glass*, kemudian campuran sekam padi dan KOH 5% tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga sekam padi terendam seluruhnya dan dipanaskan selama 30 menit dengan menggunakan kompor listrik. Setelah proses pemanasan selesai, *filtrat* (silika sol) dipisahkan dengan menggunakan penyaring dan ditempatkan di *elemeyer*, kemudian *elemeyer* tersebut ditutup menggunakan aluminium foil serta didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penuaan (*aging*). Sebelum silika sol yang diperoleh yang digunakan sebagai bahan untuk mensintesis keramik *mullite* terlebih dahulu dilakukan pengukuran kandungan silika padat dalam bentuk silika sol.

3. Pengukuran Kandungan Silika Padat dalam Silika Sol

Pengukuran kandungan silika padat dalam silika sol bertujuan untuk mengetahui massa silika per satuan volume. Adapun proses pengukurannya adalah sebagai

berikut: 50 ml filtrat (silika sol) dituangkan ke dalam *beaker glass*, lalu filtrat (silika sol) tersebut ditambahkan *HCl* 10 % secara perlahan-lahan dengan menggunakan pipet tetes sampai terbentuk silika gel, setelah itu silika gel didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penuan (*aging*), kemudian dicuci dengan menggunakan air hangat dan pemutih, selanjutnya silika gel disaring dengan menggunakan kertas saring, hasil saringan (rendemen) dikalsinasi dengan menggunakan *furnace* dengan temperatur pemanasan 110 °C, hasil dari proses pemanasan tersebut selanjutnya ditimbang sehingga diketahui massanya.

4. Hidrolisis Alumina (Al_2O_3) Sol

Pada hidrolisis alumina ini merupakan proses pembuatan alumina (Al_2O_3) sol. Dalam penelitian ini, aluminium nitrat ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) padat digunakan sebagai sumber alumina. Aluminium nitrat dihidrolisis dengan menggunakan H_2O . Adapun proses pembuatannya sebagai berikut : 44,25 gram aluminium nitrat dimasukkan ke dalam labu ukur yang berisikan 30 ml H_2O . Labu ukur dikocok hingga terbentuk larutan, lalu dituangkan ke dalam *beaker glass* dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga berbentuk alumina (Al_2O_3) sol yang homogen.

5. Sintesis Keramik Mullite

Hasil ekstraksi silika sekam padi dan preparasi alumina yang menggunakan silika sol dan alumina sol digunakan sebagai bahan dasar dalam mensintesis keramik mullite. Dalam sintesis keramik mullite digunakan metode *sol-gel* dengan

perbandingan massa alumina (Al_2O_3) sol dengan silika (SiO_2) sol adalah 3:2. Proses sintesis keramik mullite sebagai berikut : mencampurkan alumina (Al_2O_3) sol dengan silika (SiO_2) sol kedalam *beaker glass*, kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit hingga campuran tersebut bersifat homogen. Campuran alumina (Al_2O_3) sol dengan silika sol kemudian didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penuaan (*aging*), selanjutnya campuran tersebut divakumkan menggunakan kertas saring hingga diperoleh *gel* (padatan). *Gel* (padatan) tersebut dikalsinasi menggunakan *furnace* hingga kering. Sampel yang diperoleh kemudian digerus hingga halus dan diayak sehingga didapatkan sampel berbentuk serbuk kemudian ditimbang. Selanjutnya dilakukan *pressing*, kalsinasi dan sintering dengan langkah-langkah sebagai berikut:

a. *Pressing*

Serbuk sampel mullite yang telah melalui proses preparasi kemudian dipress dengan tujuan untuk merubah bentuk sampel dari serbuk menjadi padatan dan berbentuk *pellet*, berjumlah 6 buah. Alat yang digunakan dalam proses *pressing* adalah penekan hidrolis yang dapat diatur besar tekanannya. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses *pressing* adalah menyiapkan sampel, alat *pressing*, dan cetakan (*die*) yang berbentuk silinder. Pada alat *press* dilakukan untuk menentukan berat beban sebesar 8 ton. Sekrup diputar kembali untuk membuka alat cetak dan tuas dipompa untuk mengeluarkan *pellet* dari cetakan.



Gambar 18. Alat cetak pompa hidrolik

b. Kalsinasi

Proses *kalsinasi* berfungsi untuk menghilangkan kadar uap air (H_2O). *Kalsinasi* dilakukan menggunakan tungku pembakaran, lama waktu *kalsinasi* 24 jam pada suhu $330^{\circ}C$. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses *kalsinasi* adalah sampel yang akan *dikalsinasi* disiapkan dan sampel dimasukkan kedalam tungku pembakaran. Kemudian, tungku pembakaran dialiri listrik. Lalu saklar diputar pada posisi “ON” untuk menghidupkan tungku, suhu diatur sesuai dengan keinginan, setelah itu saklar diputar kembali pada posisi “OFF” dan sampel dikeluarkan dari tungku pembakaran.

c. Sintering

Proses sintering dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran atau *furnace* yang dapat diatur sesuai dengan keinginan. Suhu yang digunakan pada penelitian ini adalah $1100^{\circ}C$, $1200^{\circ}C$, dan $1300^{\circ}C$ dengan waktu penahanan 4 jam, masing-masing sampel diberi simbol, M-1100, M-1200, M-1300 dan tanpa sintering (MT). Alat tungku



Gambar 19. Tungku pembakaran/*furnace*.

Langkah-langkah dalam proses *sintering* adalah sampel yang akan *disintering* disiapkan, lalu sampel dimasukkan kedalam tungku pembakaran. Kemudian tungku pembakaran dialiri listrik. Setelah itu saklar diputar pada posisi “*ON*” untuk menghidupkan *furnace*. Kemudian suhu diatur sesuai dengan keinginan dengan menaikkan 3°C / menit dan ditahan selama 4 jam. Setelah proses *sintering* selesai, saklar diputar kembali pada posisi “*OFF*” dan mengeluarkan sampel dari *furnace*. Sebagai pembanding ada sampel yang tidak diberi perlakuan *sintering*. Hal ini dilakukan untuk mengetahui persentase penyusutan (*shrinkage*).

6. Karakterisasi Sampel

a. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi difraksi sinar-x bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dengan komposisi dasar pembentuk senyawa keramik mullite setelah dilakukan proses *sintering*. Langkah-langkah untuk melakukan proses karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) adalah:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, yaitu sampel MT, M-1100, M-1200, dan M-1300 kemudian direkatkan pada kaca dan dipasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan lilin perekat.
2. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian diletakan pada *sampel stand* dibagian *goniometer*.
3. Memasukkan parameter pengukuran 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. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “*start*” pada menu komputer, dimana sinar-x akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang $1,5406 \text{ \AA}$.
5. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin *printer*.
6. Mengambil sampel setelah pengukuran cuplikan selesai.
7. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t).

Setelah data diperoleh analisis *kualitatif* dengan menggunakan *search match analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standard (data base PDF = *Power Diffraction File data base*).

b. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur keramik mullite untuk sampel tanpa sintering dan setelah sintering. Langkah-langkah dalam proses SEM adalah:

1. Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacuum column*, dimana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
2. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke satu titik di sampel.
3. sinar elektron tersebut akan dipantulkan ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat signal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.

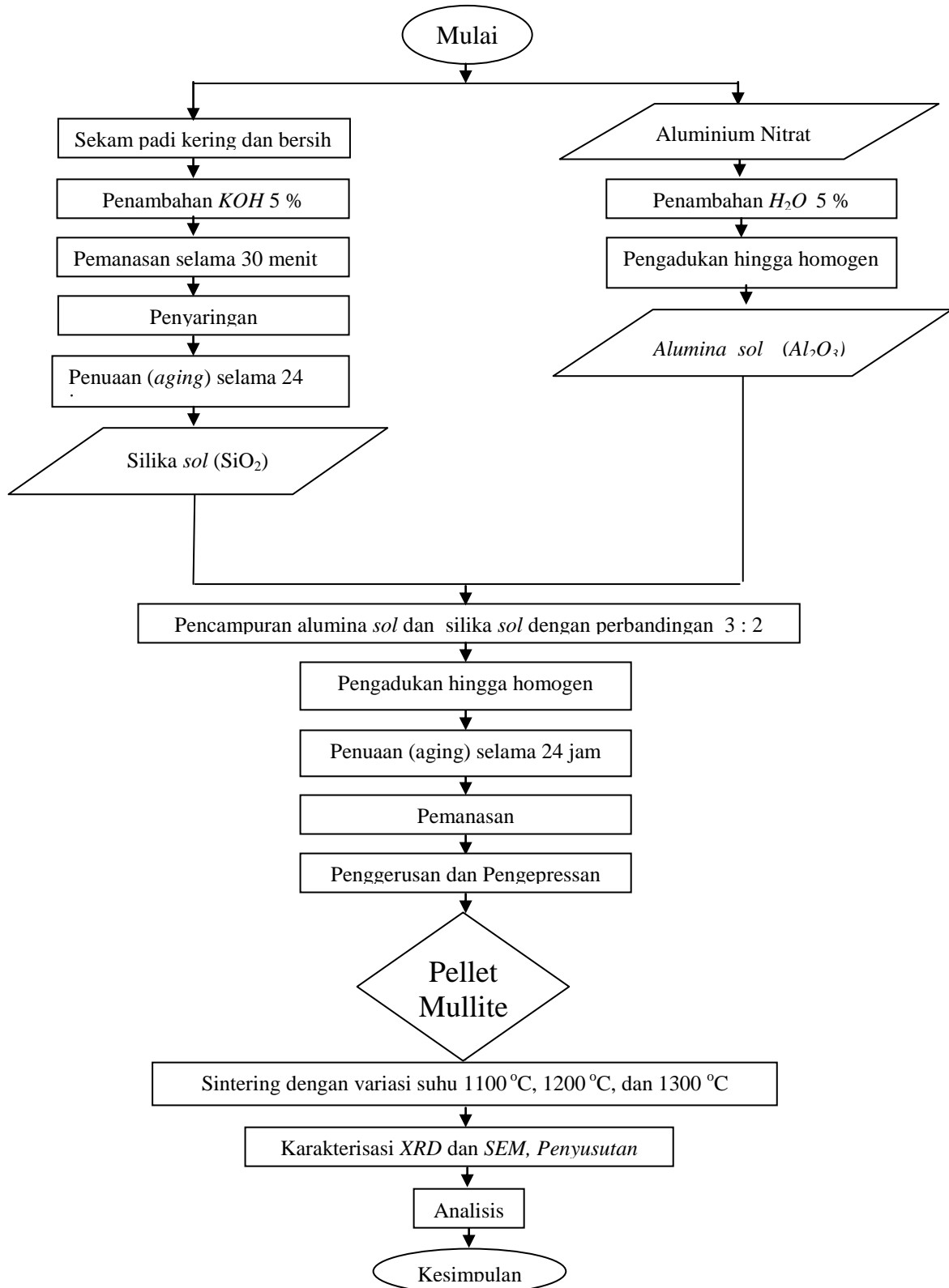
c. Penyusutan (*shrinkage*)

Penyusutan (*shrinkage*) merupakan persen (%) pengurangan massa dari padatan keramik sebelum di *sintering* (M_o) terhadap produk keramik sesudah di *sintering* (M), Penyusutan (S) terjadi karena proses pengurangan dan pepadatan pori setelah di *sintering*. Bahan yang di *sintering* akan mengalami penyusutan. Penyusutan pada keramik meliputi dimensi panjang, lebar, tebal, volume dan massa suatu bahan. Besarnya penyusutan dapat dihitung dengan persamaan berikut ini :

$$(\%) S = \frac{M_o - M}{M} \times 100\%$$

7. Diagram Alir

Garis besar proses penelitian yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 20.



Gambar 20. Diagram alir penelitian.