

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli sampai dengan Agustus 2015 di Laboratorium Fisika Material Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Instrumentasi Universitas Lampung, Laboratorium SMK SMTIN Bandar Lampung. Uji dan karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung dan Laboratorium Gedung 42 BATAN Puspitek Serpong.

B. Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

Sekam padi, larutan KOH 5%, larutan HCl 10%, aquades, alkohol 70%, *Magnesium Oxide* (MgO) Sigma-Aldrich *product of Israel* (63093-250G-F) dan *Aluminium Oxide* (Al₂O₃) Sigma-Aldrich *product of Germany* (11028-500G).

2. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

Kompur listrik, *beaker glass*, spatula, kertas saring, selang infus, pH meter, timbangan digital merk ACIS, *stirrer* merk PMC, oven pemanas, cawan kuarsa, mortar dan pastel, saringan 63 μ m, *tissue*, *aluminium foil*, kertas *press*, alat *press* GRASEBY SPECAC, *furnace* Bamstead Thermolyne 48000, jangka sorong, LCR HIOKI, dan SEM-EDS.

C. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Sampel

Preparasi sampel pada penelitian ini meliputi preparasi sekam padi, ekstraksi silika dari sekam padi, pembuatan bubuk cordierite, pembuatan bubuk cordierite dengan variasi penambahan alumina, dan pembentukan pelet.

a. Ekstraksi silika dari sekam padi

Sebelum digunakan sekam padi dicuci terlebih dahulu menggunakan air hingga bersih dan direndam selama 1 jam. Sekam padi yang terapung dibuang dan diambil yang tenggelam kemudian direndam dalam air panas selama 6 jam. Setelah perendaman, sekam padi ditiriskan dan dijemur di bawah sinar matahari sampai benar-benar kering. Sekam yang telah dicuci dan dikeringkan kemudian diekstraksi dengan langkah-langkah sebagai berikut:

Sekam padi sebanyak 50 gram dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambah larutan KOH 5% sebanyak 500 ml sesuai dengan prosedur sebelumnya (Suka dkk, 2008; Daifullah dkk, 2006) hingga sekam terendam seluruhnya. Campuran sekam padi dan larutan KOH dididihkan pada suhu 100°C menggunakan kompor listrik dengan daya 600 Watt selama 30 menit sambil terus diaduk agar pemanasan merata dan busa tidak tumpah. Setelah uap panasnya hilang, ampas sekam padi dipisahkan dari ekstrak sekam menggunakan corong *bucher* dan diperoleh filtrat silika yang terlarut (sol). Sol tersebut *diaging* dengan cara menutup sol silika menggunakan *aluminium foil* selama 24 jam. Sol yang telah *diaging* ditetesi larutan HCl 10% menggunakan selang infus untuk

memperoleh gel silika. Gel yang telah didapat *diaging* selama 24 jam kemudian dicuci menggunakan larutan pemutih dan dibilas dengan air hangat sampai berwarna putih bersih dan tidak berbau. Langkah selanjutnya adalah mengeringkan gel menggunakan oven pada suhu 110°C selama 7 jam, gel kering kemudian digerus menggunakan mortar sampai halus. Bubuk halus silika dioven kembali pada suhu 110°C selama 3 jam. Bubuk silika yang telah dikalsinasi diayak untuk mendapatkan ukuran yang homogen.

b. Pembuatan bubuk cordierite

Pembuatan bubuk cordierite dimulai dengan menimbang bahan baku MgO, Al₂O₃ dan SiO₂ dengan perbandingan mol 2 : 2 : 5 atau perbandingan persen massa 14 : 35 : 51. Komposisi bahan baku yang telah ditimbang kemudian dicampur dan diaduk menggunakan mortar selama 3 jam. Bubuk cordierite kemudian diayak menggunakan ayakan dengan ukuran lubang 63 μm agar ukuran butir cordierite menjadi homogen.

c. Pembuatan cordierite dengan penambahan alumina

Penambahan alumina pada penelitian ini adalah 0, 10, dan 15 wt% dari total massa campuran cordierite dan alumina. Cordierite dan alumina ditimbang sesuai presentasi massa masing-masing dalam paduan kemudian kedua bahan tersebut dicampur. Pencampuran dilakukan dengan melarutkan kedua bahan ke dalam larutan alkohol 70% dan diaduk dengan kecepatan 120 rpm selama 4 jam. Larutan yang telah *distirer* kemudian disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan cairan alkohol dari paduan cordierite-alumina. Paduan yang telah kering dioven pada suhu 70°C selama 3 jam dan kemudian digerus agar berbentuk

bubuk. Bubuk hasil penggerusan diayak menggunakan ayakan dengan ukuran lubang $63 \mu\text{m}$ untuk mendapatkan paduan cordierite-alumina yang homogen.

d. Pencetakan pelet

Bubuk paduan cordierite-alumina dengan variasi 0, 10, dan 15 wt% masing-masing ditimbang sebanyak 2 gram. Bubuk yang telah ditimbang kemudian dioven pada suhu 110°C sampai benar-benar kering. Bubuk hasil pengovenan tersebut langsung dituang dalam cetakan pelet yang terbuat dari *stainless steel* lalu dicetak menggunakan alat *press* dengan tekanan 50 ton untuk menghasilkan pelet.

e. Sintering

Pelet ditata di dalam cawan tahan panas dari bahan kuarsa kemudian dimasukkan ke dalam tungku *furnace*. Pembakaran pelet untuk proses sintering dilakukan pada suhu 1200°C dengan kenaikan suhu $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Setelah mencapai suhu 1200°C dilakukan penahanan selama 3 jam.

2. Karakterisasi Sampel

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah berupa pengukuran penyusutan, uji densitas dan porositas, pengukuran konduktivitas listrik, dan SEM-EDS. Pengkodean sampel cordierite dengan penambahan alumina 0, 10, dan 15 wt% berturut-turut adalah C_0 , C_{10} dan C_{15} .

a. Penyusutan

Pengukuran penyusutan pada sampel dilakukan dengan cara sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel C_0 , C_{10} , dan C_{15} .
2. Menimbang massa sampel C_0 , C_{10} , dan C_{15} sebelum dan sesudah proses sintering.
3. Menghitung besarnya penyusutan dengan persamaan (1).

b. Densitas dan Porositas

Uji densitas dan porositas dilakukan secara bersamaan dalam satu waktu menggunakan prinsip Archimedes dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel C_0 , C_{10} dan C_{15}
2. Menimbang sampel dengan neraca digital dalam keadaan kering untuk menentukan berat sampel kering (W_k) dan dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali.
3. Menyiapkan *beaker glass* yang diisi air, kemudian memasukkan sampel paduan cordierite-alumina ke dalamnya dan merebus sampel tersebut selama 5 jam.
4. Sampel hasil perebusan dидiamkan selama 24 jam agar sampel menjadi jenuh.
5. Setelah dijenuhkan selama 24 jam, sampel dilap dengan *tissue* dan dilakukan penimbangan untuk memperoleh berat sampel jenuh (W_j). Melakukan pengulangan penimbangan sebanyak tiga kali.
6. Mengikat sampel dengan benang kemudian menimbang sampel di tengahnya air pada gelas plastik yang sebelumnya sudah dikalibrasi untuk

memperoleh berat sampel basah (W_b). Melakukan pengulangan penimbangan sebanyak tiga kali.

7. Melakukan perhitungan densitas dan porositas dari data yang telah diperoleh menggunakan Persamaan (2) dan (3).

c. Konduktivitas Listrik

Untuk mengetahui nilai konduktivitas listrik sampel dilakukan pengukuran konduktivitas listrik menggunakan LCR. Langkah-langkah pengukuran adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel C_0 , C_{10} , dan C_{15}
2. Menyiapkan perangkat pengukuran konduktivitas listrik dengan program LCR pada komputer dan LCR *tester* dalam kondisi hidup.
3. Memasang sampel yang akan diukur konduktivitas listriknya pada *sample holder*.
4. Memasang kabel dari perangkat LCR *tester* yang terhubung langsung pada komputer dengan dua elektroda di kedua sisi *sample holder*.
5. Menjalankan program LCR pada frekuensi listrik yang diinginkan.
6. Mengambil data berupa nilai konduktivitas listrik dan grafik hubungan antara frekuensi listrik dengan konduktivitas listrik.

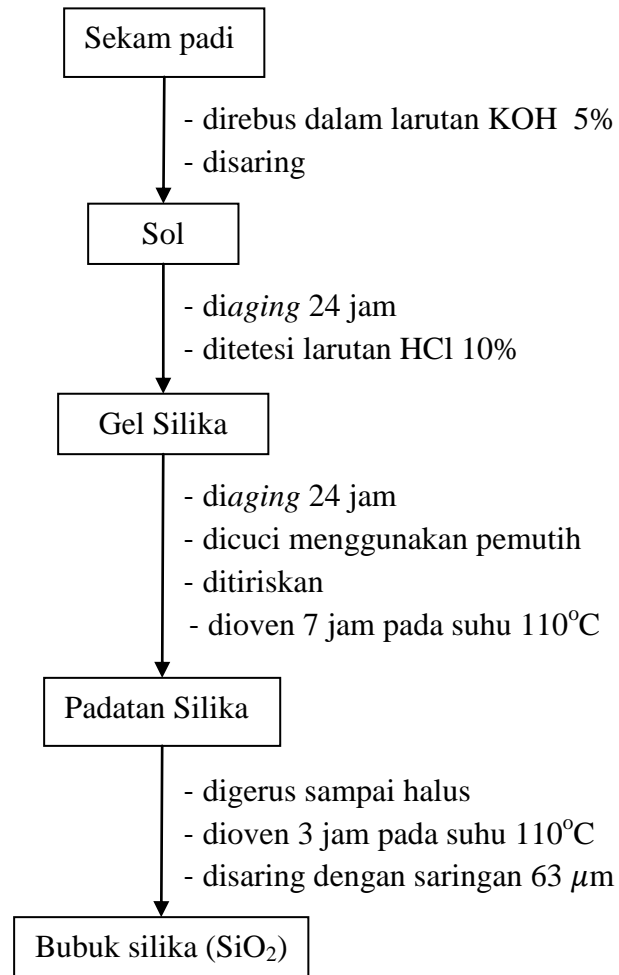
d. SEM-EDS

Pengujian sampel menggunakan SEM-EDS dilakukan untuk memperoleh gambaran mikroskopik sampel dan mengetahui komposisi senyawa yang terkandung didalamnya. Prosedur pengujian sampel pada SEM-EDS adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel C_0 , C_{10} , dan C_{15} yang telah mengalami proses pemolesan (*polishing*) dan pembersihan.
2. Menaruh sampel pada *specimen holder* dengan menggunakan *double sticky tip* dan mengatur posisi sampel.
3. Memberikan lapisan tipis (*coating*) dengan emas (Au) menggunakan mesin *ion sputter*.
4. Memasukkan sampel ke dalam *specimen chamber* untuk melakukan observasi pada spesimen uji sebelum dilakukan pemotretan.
5. Pemotretan dilakukan dengan perbesaran 1.000, 5.000, dan 10.000.
6. Diperoleh hasil pemotretan berupa gambar SEM yang kemudian dianalisis struktur mikronya.
7. Menentukan pengambilan titik yang akan ditembak EDS dengan hasil gambar SEM yang diperoleh. Hasil dari EDS yaitu tampilan grafik presentase berupa (*mass%*) dan (*atom%*) dari unsur yang terkandung didalam bahan.
8. Memilih unsur yang ingin ditampilkan pada grafik seperti yang dikehendaki.

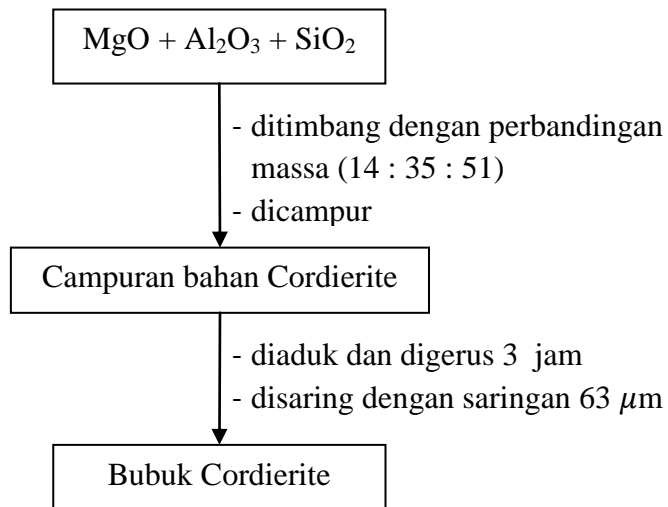
D. Diagram Alir

Proses ekstraksi silika dari sekam padi ditunjukkan oleh diagram alir pada Gambar 11.



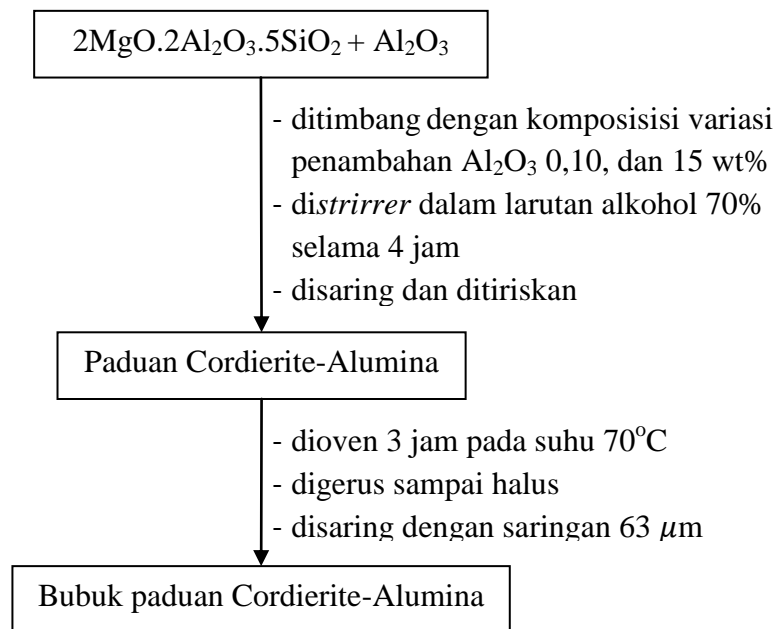
Gambar 11. Diagram alir pembuatan bubuk silika.

Pembuatan bubuk cordierite ditunjukkan oleh diagram alir pada Gambar 12.



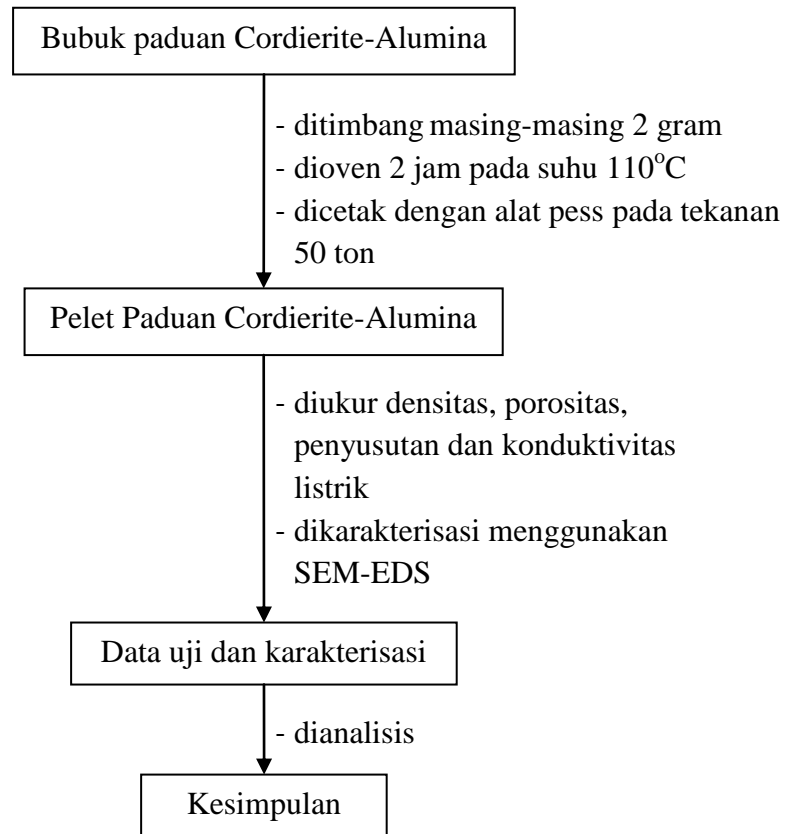
Gambar 12. Diagram alir pembuatan bubuk cordierite.

Proses pembuatan bubuk cordierite dengan penambahan alumina ditunjukkan oleh diagram alir pada Gambar 13.



Gambar 13. Diagram alir pembuatan bubuk paduan cordierite-alumina.

Pembuatan sampel cordierite dengan penambahan alumina dalam bentuk pelet hingga proses karakterisasi ditunjukkan oleh diagram alir pada Gambar 14.



Gambar 14. Diagram alir pembuatan dan karakterisasi sampel cordierite dengan penambahan alumina.