

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Penelitian dilaksanakan pada bulan Juni 2013 sampai selesai. Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Uji DTA/TGA dilakukan di Laboratorium Biomassa Kimia Universitas Lampung. Sintering dilakukan di PT Semen Baturaja Lampung. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Laut (P3GL) Bandung. Karakterisasi XRD dan FTIR dilakukan di Laboratorium Teknik Pertambangan ITB Bandung.

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

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca digital, gelas kimia, batang pengaduk/*spatula*, *aluminium foil*, *mortar* dan *peestel*, *magnetic stirrer*, oven, *furnace*, ayakan, *pressing* hidrolik, alat cetak/*die*, cawan, kertas label, plastic, *X-Ray diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Fourier Transform infra-Red* (FTIR), DTA/TGA, dan XRF. Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam sitrat, daun bambu, dan aquades.

### C. Prosedur Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode *leaching* menggunakan asam sitrat dengan teknik pengabuan dengan cara membakar bahan baku yaitu daun bambu yang kemudian akan dikarakterisasi..

Langkah-langkah yang dilakukan untuk mengekstrak silika dari daun bambu adalah sebagai berikut ;

1. Mengeringkan daun bambu yang baru di ambil dan masih berwarna hijau di bawah sinar matahari sampai warna daun bambu berubah menjadi kecoklatan;
2. Membersihkan daun bambu yang sudah kering dan mengeringkan daun bambu kembali dibawah sinar matahari selama kurang lebih 24 jam;
3. Memotong daun bambu dengan ukuran yang kecil kira-kira  $2\text{ cm}^2$  dan daun bambu yang sudah dipotong kecil-kecil di oven pada suhu  $120^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam;
4. Menyiapkan larutan asam sitrat 5% ke dalam aquades sebanyak 500 ml;
5. Menimbang 20 gram daun bambu yang sudah dioven lalu merendam daun bambu ke dalam larutan asam sitrat selama 30 menit pada suhu  $50^{\circ}\text{C}$  sambil di aduk;
6. Mencuci daun bambu yang sudah direndam asam sitrat dengan menggunakan aquades sebanyak 5 kali lalu ditiriskan;
7. Mengeringkan daun bambu yang sudah di rendam dan dicuci dalam oven selama 2 jam pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$ ;
8. Daun bambu yang sudah dikeringkan di dalam oven kemudian diblender hingga menjadi serbuk;

9. Serbuk daun bambu akan dianalisis dengan menggunakan DTA/TGA untuk mendeteksi pelepasan atau penerapan panas yang berhubungan dengan perubahan kimia dan sifat fisik pada daun bambu, sehingga dapat ditentukan suhu pembakaran terhadap daun bambu;
10. Membakar daun bambu pada rentang suhu 800–1000 °C dengan waktu penahanan 3 jam dalam *furnace*;
11. Silika dari daun bambu yang diperoleh dari hasil pembakaran digerus 2 jam atau sampai diperoleh serbuk yang halus;
12. Serbuk silika dari daun bambu kemudian dianalisis dengan menggunakan: XRD, SEM, dan FTIR.

#### **D. Sintering**

Proses sintering dilakukan menggunakan tungku listrik (*furnace*) yang diprogram sesuai dengan perlakuan yang diinginkan pada sampel, seperti terlihat pada Gambar 3.1. Dimana suhu yang digunakan adalah 800°C, 900°C dan 1000°C dengan waktu penahanan masing-masing 3 jam untuk tiap sampel. Sintering dapat meningkatkan kekuatan sampel karena terjadinya pertumbuhan butiran dan butir-butir tersebut melebur menjadi satu. Langkah-langkah untuk melakukan proses sintering adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan disintering;
2. Memasukkan sampel ke dalam tungku pembakaran dengan menggunakan cawan tahan panas;
3. Memutar saklar pada posisi “ON” untuk menghidupkan tungku;

4. Mengatur suhu pembakaran yang diinginkan dan pada puncaknya ditahan selama 3 jam;
5. Mematikan tungku setelah proses sintering selesai;
6. Mengeluarkan sampel dari tungku pembakaran.



Gambar 3.1. Tungku sintering (*furnace*).

#### **E. Karakterisasi**

Karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan alat *X-ray (XRD)*, *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)* dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Karakterisasi dilakukan pada sampel yang sudah disintering pada suhu  $800^{\circ}\text{C}$ ,  $900^{\circ}\text{C}$  dan  $1000^{\circ}\text{C}$ .

## 1. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi dengan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dengan komposisi dasar pembentuk senyawa pada sampel setelah proses sintering. Langkah-langkah yang dilakukan pada proses XRD adalah:

- a. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, yaitu sampel yang sudah disinterring pada suhu 800°C, 900°C dan 1000°C. Kemudian direkatkan pada kaca dan dipasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan lilin perekat;
- b. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian diletakkan pada *sampel stand* di bagian *goniometer*;
- c. Memasukkan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui computer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, member nama cuplikan dan member nomor urut file data;
- d. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah ”*start*” pada menu computer, dimana sinar-x akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å;
- e. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut  $2\theta$  tertentu dapat dicetak oleh mesin *printer*;
- f. Mengambil sampel setelah pengukuran cuplikan selesai;
- g. Data yang terekam berupa sudut difraksi ( $2\theta$ ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan per langkah (t).

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

## 2. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi silika dari daun bambu yang sudah disintering pada suhu 800°C, 900°C dan 1000°C.

Langkah-langkah yang dilakukan pada proses FTIR adalah:

- a. Menimbang sampel yang sudah halus;
- b. Menimbang sampel padat (bebas air);
- c. Mencampur KBr dan sampel ke dalam *mortar* dan mengaduk hingga keduanya rata;
- d. Menyiapkan cetakan *pellet*, mencuci bagian sampel, base dan tablet *frame* dengan kloroform;
- e. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*;
- f. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air;
- g. Meletakkan cetakan pompa hidrolik dan memberikan tekanan sebesar 8 *gauge*;
- h. Menghidupkan pompa vakum selama 15 menit;
- i. Mematikan pompa vakum, kemudian menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara;
- j. Melepaskan *pellet* KBr yang telah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada tablet *holder*;

- k. Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan computer;
- l. Mengklik “shortcut FTIR 8400” pada layar komputer yang menandakan program interferometer;
- m. Menempatkan sampel dalam alat interferometer, kemudian mengklik FTIR 8400 pada komputer dan mengisi data;
- n. Mengklik “*sampel start*” untuk memulai dan untuk memunculkan harga bilangan gelombang, mengklik “*clac*” pada menu, kemudian mengklik “peak table” kemudian mengklik “OK”;
- o. Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber listrik.

### **3. Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur silika dari daun bambu untuk sampel setelah disintering. Langkah-langkah pada proses SEM adalah:

- a. 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;
- b. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke satu titik di sampel;
- c. Sinar elektron tersebut akan dipantulkan ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat sinyal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar yang diinginkan.

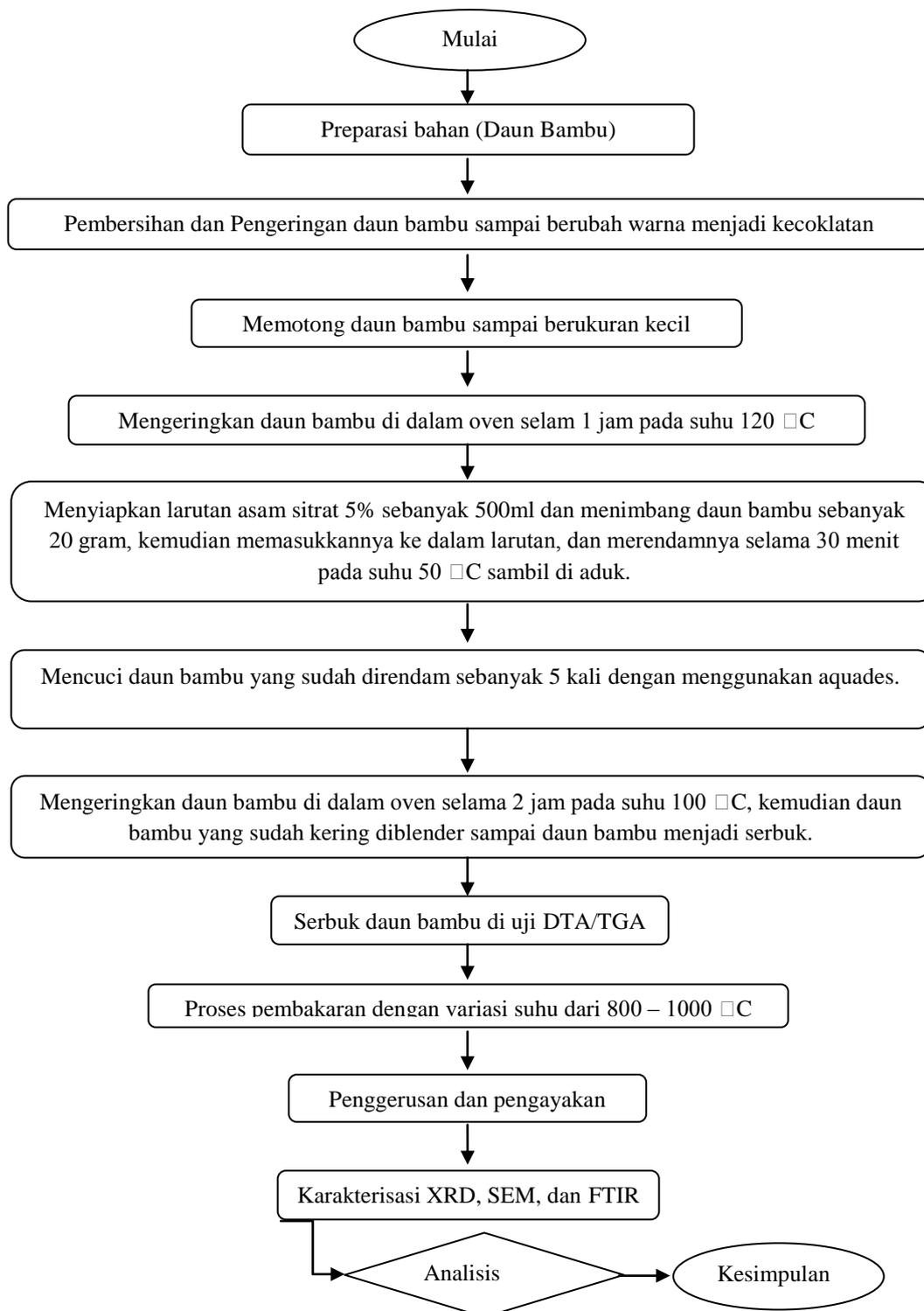
#### 4. *Differential Thermal Analysis (DTA)*

Karakterisasi menggunakan DTA (*Differential Thermal Analysis*) dilakukan untuk menganalisis sifat termal dan stabilitas silika dari daun bambu. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses DTA adalah:

- a. Menyiapkan cawan platina kosong untuk digunakan sebagai sampel referensi dan memasukkan serbuk sampel natrium karbonat 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  $T_{start} = 50^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{pengukuran} = 1300^{\circ}\text{C}$  *heating read* (kenaikan suhu =  $3^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ );
- 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 terlihat dan akan diamati sampai temperatur  $T_{pengukuran}$  tercapai menurut program yang telah diatur. Apabila  $T_{pengukuran}$  telah tercapai maka power furnace dapat dimatikan yaitu pada posisi “OFF” dan selanjutnya melakukan print hasil pengukuran.

## F. Diagram Alir

Diagram alir penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3.2.



Gambar 3.2. Diagram Alir Penelitian.