

**KARAKTERISTIK KEKERASAN DAN STRUKTUR KRISTAL  
*CORDIERITE* BERBASIS SILIKA SEKAM PADI DENGAN  
PENAMBAHAN ALUMINA (0, 20, 25, DAN 30 WT%)**

(Skripsi)

Oleh

**Nindy Elyta Mawarty**



**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

## ABSTRAK

### KARAKTERISTIK KEKERASAN DAN STRUKTUR KRISTAL CORDIERITE BERBASIS SILIKA SEKAM PADI DENGAN PENAMBAHAN ALUMINA (0, 20, 25, DAN 30 WT%)

Oleh

**Nindy Elyta Mawarty**

Telah dilakukan sintesis dan karakteristik struktur fasa dan kekerasan *cordierite* dengan penambahan alumina sebanyak 0, 20, 25, dan 30 wt%. Sintesis *cordierite* menggunakan bahan MgO dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berasal dari Sigma-Aldrich sedangkan bahan silika berasal dari sekam padi yang diekstraksi dengan metode alkalis menggunakan larutan KOH 5% dan HCl 10%. Sintesis *cordierite* dilakukan dengan metode padatan dan disintering pada suhu 1200 °C selama 3 jam. Pengujian kekerasan menggunakan alat Microhardness Tester dan untuk mengetahui struktur fasa menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Pada penelitian ini diperoleh nilai kekerasan sampel C<sub>0</sub>, C<sub>20</sub>, C<sub>25</sub>, dan C<sub>30</sub> masing-masing adalah 50,03, 52,44, 35,69, dan 50,46 Kgf/mm<sup>2</sup>. Nilai kekerasan ini semakin meningkat seiring dengan penambahan alumina. Hasil XRD menunjukkan fasa yang terbentuk yaitu *cordierite*, *corundum*, spinel, kristobalit, dan *periclase*.

Kata Kunci: *Cordierite*, Silika Sekam Padi, Kekerasan, Struktur Fasa.

## **ABSTRACT**

### **CHARACTERISTIC OF HARDNESS AND CRYSTAL STRUCTURE OF CORDIERITE BASED RICE HUSK SILICA WITH THE ADDITION OF ALUMINA (0, 20, 25, AND 30 WT%)**

**By**

**Nindy Elyta Mawarty**

The synthesis, phase structure and hardness analysis of cordierite ceramic has been done with addition of alumina 0, 20,25, 30 wt%. Magnesium and alumina from Sigma-Aldrich have been used as raw material while the silica was obtained from the extraction of rice husk used 5% KOH and 10% HCl with alkalis method. This cordierite synthesis used solid-state method and sintered at 1200 °C for 3 hours. Hardness analysis was determined by Microhardness tester while the phase structure was determined by XRD (X-Ray Diffraction). Hardness value that obtained for C<sub>0</sub>, C<sub>20</sub>, C<sub>25</sub>, and C<sub>30</sub> were 50.03, 52.44, 35.69, and 50.46 Kgf/mm<sup>2</sup> repeatedly. It was proved that excess alumina will increase the hardness value. The XRD patterns revealed that cordierite, corundum, spinel cristoballite, and periclase were formed in the samples.

Keyword: Cordierite, Rice Husk Silica, Hardness, Phase Structure.

**KARAKTERISTIK KEKERASAN DAN STRUKTUR KRISTAL  
CORDIERITE BERBASIS SILIKA SEKAM PADI DENGAN  
PENAMBAHAN ALUMINA (0, 20, 25, DAN 30 WT%)**

Oleh

**NINDY ELYTA MAWARTY**

**Skripsi**

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar  
**SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Lampung**



**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

Judul Skripsi

: **KARAKTERISTIK KEKERASAN DAN STRUKTUR KRISTAL *CORDIERITE* BERBASIS SILIKA SEKAM PADI DENGAN PENAMBAHAN ALUMINA (0, 20, 25, DAN 30 WT%)**

Nama Mahasiswa

: *Nindy Elyta Mawarty*

Nomor Pokok Mahasiswa : 1117041029

Program Studi

: Fisika

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Pembimbing II

*Prof. Simon Sembiring, Ph.D.*  
NIP 19611003 199103 1 002

*Rudy T. M. Situmeang, Ph.D.*  
NIP 19600616 198811 1 001

2. Ketua Jurusan Fisika

*Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng.*

NIP 19710909 200012 1 001

**MENGESAHKAN**

**1. Tim Penguji**

**Ketua : Prof. Simon Sembiring, Ph.D.**

**Sekretaris : Rudy T. M. Situmeang, Ph.D.**

**Penguji  
Bukan Pembimbing : Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.**

**2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

**Prof. Warsito, S.Si, DEA, Ph.D.**

**NIP. 197102121995121001**

**Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 28 Juni 2018**



*Simon Sembiring*  
.....  
*Rudy T. M. Situmeang*  
.....  
*Pulung Karo Karo*  
.....

## PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya orang lain yang sama persis. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis, kecuali yang diacu dalam naskah ini disebutkan dalam daftar pustaka. Saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan saya tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Juni 2018



Nindy Elyta Mawarty  
NPM 1117041029

## **RIWAYAT HIDUP**

Penulis bernama lengkap Nindy Elyta Mawarty, dilahirkan di Jakarta, pada tanggal 14 Oktober 1993 dari pasangan Bapak Gortap Nababan dan Ibu Elisabet Farida Sitorus sebagai anak pertama dari satu bersaudara.

Penulis menamatkan pendidikan Taman Kanak – Kanak di TK Purnama pada tahun 1999, Sekolah Dasar (SD) di SD Negeri 09 Pagi Penggilinga pada tahun 2005, Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMP Negeri 138 Jakarta pada tahun 2008, dan Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMA Negeri 59 Jakarta pada tahun 2011. Pada tahun yang sama penulis diterima sebagai mahasiswa di Universitas Lampung, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung sebagai Anggota Sains dan Teknologi, penulis juga pernah aktif dalam Unit Kegiatan Mahasiswa Kristen Universitas Lampung sebagai Anggota Divisi I periode 2012/2013 serta Ketua Divisi I (Kaderisasi dan Komunikasi) periode 2013/2015, dan Anggota Sie Acara Persekutuan Ouikumene Mahasiswa MIPA (POMMIPA). Penulis juga pernah menjadi asisten Praktikum Fisika Dasar I, asisten Praktikum Komposit untuk



mahasiswa Jurusan Fisika MIPA Universitas Lampung, dan Praktikum Fisika Inti untuk mahasiswa Jurusan MIPA Fisika Universitas Lampung. Penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Tanjung Bintang, Lampung Selatan pada tahun 2015 dengan judul **“Pemanfaatan Limbah Sleg Biji Besi dan Biji Nikel Sebagai Bata Tahan Api (Bata Refraktori)”**.

**MOTTO**

**“Cerdik Seperti Ular, Tulus Seperti Merpati”**

**“Apa pun juga yang kamu perbuat, perbuatlah dengan segenap hatimu seperti untuk Tuhan dan bukan untuk manusia”**

**(Kolose 3:23)**

**“Aku diberangkatkan bukan hanya untuk memulai tetapi juga untuk mengakhirinya dengan baik”**

**(John Steven)**

## **PERSEMBAHAN**

Segala hormat, puji, dan syukur ku ucapkan kepada Tuhan Yesus Kristus yang senantiasa menjadi kekuatan dan pengharapanku dalam segala sesuatunya

Kupersembahkan karya kecilku ini sebagai wujud tanggung jawab kepada:

Kedua orang tuaku,  
Bapa Gortap Nababan dan Mama Elisabet Farida Sitorus yang telah memberikan cinta kasih, pengorbanan, dukungan, dan doa untukku.

Pembimbing Penelitianku  
Bapak Prof. Simon Sembiring, Ph.D, Bapak Rudy T. M. Situmeang, Ph.D, dan  
Bapak Pulung Karo Karo, M.Si.

Sahabat dan Teman

Almamater Tercinta

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Karakteristik Kekerasan dan Struktur Kristal *Cordierite* Berbasis Silika Sekam Padi dengan Penambahan Alumina (0, 20, 25, dan 30 wt%)**”. Adapun tujuan penulisan skripsi ini adalah sebagai salah satu persyaratan untuk mendapatkan gelar S1 dan juga melatih mahasiswa untuk berpikir cerdas dan kreatif dalam menulis karya ilmiah.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam skripsi ini, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua.

Bandar Lampung,     Juni 2018  
Penulis,

**Nindy Elyta Mawarty**

## SANWACANA

Puji syukur penulis haturkan kepada Tuhan Yesus Kristus atas segala rahmat, kasih karunianya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi. Dengan segala kerendahan hati, penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah mendukung penulis dalam penyelesaian skripsi ini, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orangtuaku Bapa Gortap Nababan dan Mama Elisabet Farida Sitorus yang selalu memberikan cinta kasih, dukungan, pengorbanan dan doa untuk penulis.
2. Bapak Prof. Simon Sembiring, Ph.D., selaku Pembimbing pertama dan Pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan serta nasehat, motivasi, bantuan, dan saran dalam penelitian dan penyelesaian tugas akhir.
3. Bapak Rudy T. M. Situmeang, Ph.D., sebagai Pembimbing kedua yang memberikan masukan-masukan serta nasehat dalam menyelesaikan tugas akhir.
4. Bapak Drs. Pulung Karo Karo, M.Si., selaku Penguji atas segala kritik dan saran yang sangat membangun dalam penulisan skripsi ini.
5. Bapak Arif Sutono, M. Si., M. Eng., selaku Ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

6. Bapak Prof. Warsito, D.E.A., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Segenap dosen dan staf di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
8. Keluarga besar Nababan dan Sitorus atas segala dukungan dan doanya untuk penulis..
9. Sahabat Ayu Sevtia Anggraini S.Si., Dita Rahmayanti S.Si., dan Ratna Hudzaupah terimakasih untuk setiap ilmu, doa, motivasi, dukungan, dan kebersamaan yang telah diberikan kepada penulis.
10. Teman Penelitian penulis: Dita Rahmayanti S.Si., Shella Windy Oktivianty S.Si., Umi Rohmah S.Si., Nesya Tamalia S.Si., dan Nur Faizah S.Si atas bantuan, nasehat, dan saran kepada penulis.
11. Teman-teman dalam persekutuan POMMIPA; Abang Aventus Pande Samosir, Abang Togu Christian Situmorang, Ivan Halomoan Aritonang, S.Si., Jelita Purnamasari Saroinsong, S,Si, Marlina Sertiana Pakpahan, S.Si., dan yang tidak dapat saya sebutkan satu-persatu terimakasih atas dukungan, ilmu, bantuan diberikan.
12. Penghuni Wisma Dewi; Fauyiani, Ruli, Jennifer, Suwarni, dan Yunitri atas kebersamaan dan doa serta dukungan yang diberikan kepada penulis.
13. Teman-Teman Fisika 2011; Trunggana, Heri, Edward, Desty, Ulil, Laras, Nika dan yang tidak dapat saya sebutkan satu-persatu terimakasih atas dukungan, kebersamaan dan semangat yang kalian berikan.
14. Kakak-Kakak dan Adik-Adik Fisika MIPA Universitas Lampung.

Atas segala kebaikan yang telah diberikan, semoga Tuhan Yesus Kristus membalas segala kebaikan yang telah diberikan kepada penulis. Amin

Bandar Lampung, Juni 2018

Penulis,

Nindy Elyta Mawarty

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>ABSTRAK</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	v
<b>PERNYATAAN</b> .....	vi
<b>RIWAYAT HIDUP</b> .....	vii
<b>MOTTO</b> .....	ix
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	x
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	xi
<b>SANWACANA</b> .....	xii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xviii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xx
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang .....	1
B. Rumusan Masalah .....	3
C. Tujuan Penelitian .....	4
D. Batasan Masalah .....	4
E. Manfaat Penelitian .....	4
F. Sistematika Penulisan .....	5



## II. TINJAUAN PUSTAKA

A. <i>Cordierite</i> .....	6
1. Karakterisasi <i>Cordierite</i> .....	6
2. Pembentukan <i>Cordierite</i> .....	7
3. Aplikasi <i>Cordierite</i> .....	7
B. Silika .....	8
1. Sumber Silika .....	8
2. Karakterisasi Silika .....	8
3. Ekstraksi Silika Sekam Padi .....	9
4. Pemanfaatan Silika Sekam Padi .....	10
C. Proses Sol-Gel .....	10
D. Alumina .....	11
1. Karakterisasi Alumina .....	11
2. Aplikasi Alumina .....	12
3. Pengaruh Alumina Terhadap <i>Cordierite</i> .....	12
E. Sintering .....	13
F. Karakterisasi .....	15
1. XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	15
2. Analisis Rietveld.....	17
3. Kekerasan ( <i>Hardness</i> ) .....	23

## III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian .....	25
B. Alat dan Bahan .....	25
1. Alat .....	25
2. Bahan .....	26
C. Preparasi Sampel .....	26
1. Preparasi Sekam Padi .....	26
2. Ekstraksi Silika Sekam Padi .....	27
3. Pembuatan <i>Cordierite</i> .....	28
4. Pembuatan Paduan <i>Cordierite</i> Alumina .....	28
5. Pembuatan Pelet Paduan <i>Cordierite</i> -Alumina .....	28
D. Sintering .....	29
E. Karakterisasi .....	30
1. Karakteristik dengan XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	30
2. Kekerasan ( <i>Hardness</i> ) .....	35
F. Diagram Alir .....	36

## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Penghantar .....	40
B. Preparasi dan Hasil Ekstraksi Silika Sekam Padi .....	40
C. Hasil Pembuatan <i>Cordierite</i> dan Paduan <i>Cordierite</i> -Alumina .....	43
D. Karakterisasi .....	45
1. Analisis Kualitatif Data XRD .....	45

2. Analisis Kuantitatif Data XRD .....	48
3. Pengaruh Penambahan Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) Terhadap <i>Cordierite</i> ....	51
4. Kekerasan .....	53

## **V. KESIMPULAN DAN SARAN**

A. Kesimpulan .....	56
B. Saran .....	56

## **DAFTAR PUSTAKA**

## **LAMPIRAN**

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>	<b>Halaman</b>
1. Tahapan pembuatan silika dengan metode sol-gel .....	11
2. Tahapan-tahapan sintering pada pori .....	15
3. Skema dasar XRD .....	16
4. Metode pengujian <i>vickers</i> .....	23
5. <i>Microhardness Tester</i> .....	35
6. Diagram alir preparasi dan ekstraksi silika sekam padi .....	37
7. Diagram alir pembuatan bubuk <i>cordierite</i> .....	38
8. Diagram alir pembuatan paduan <i>cordierite</i> alumina .....	38
9. Diagram alir pembuatan sampel dan karakterisasi paduan <i>cordierite</i> alumina .....	39
10. Proses ekstraksi (a) sol silika; (b) gel silika .....	41
11. Keadaan gel silika (a) sebelum dicuci; (b) setelah dicuci .....	42
12. Bubuk silika .....	43
13. Bubuk <i>cordierite</i> .....	43
14. Bubuk paduan <i>cordierite</i> -alumina .....	44
15. (a) sampel sebelum sintering, (b) sampe setelah sintering .....	45
16. Pola difraksi sinar-x sampel C <sub>0</sub> , C <sub>20</sub> , C <sub>25</sub> , C <sub>30</sub> . Keterangan: C= <i>cordierite</i> , S= <i>spinel</i> , K= <i>kristobalit</i> , A= <i>corundum</i> , P= <i>periclase</i> .....	45

17.	Pola difraksi hasil refinement sampel C <sub>0</sub> .....	49
18.	Pola difraksi hasil refinement sampel C <sub>20</sub> .....	49
19.	Pola difraksi hasil refinement sampel C <sub>25</sub> .....	50
20.	Pola difraksi hasil refinement sampel C <sub>30</sub> .....	51
21.	Grafik fraksi massa fasa yang terbentuk. Keterangan: a: corundum, B: kristobalit, c: spinel, d: periclase, e: cordierite .....	51
22.	Grafik pengukuran nilai kekerasan .....	54

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
1. Karakteristik <i>cordierite</i> .....	6
2. Karakteristik silika.....	8
3. Bentuk kristal utama silika .....	9
4. Karakteristik $\alpha$ -alumina .....	12
5. Komposisi pencampuran <i>cordierite</i> -alumina .....	44
6. Hasil identifikasi struktur fasa sampel .....	46
7. Fraksi massa fasa yang terbentuk .....	52
8. Profile figure of merit .....	53
9. Hasil uji kekerasan .....	54

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

*Cordierite* merupakan salah satu jenis keramik dengan rumus kimia  $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ . *Cordierite* memiliki nilai konduktivitas listrik yang rendah yaitu  $10^{12}$  m (Harper, 2001; Kurama dan Kurama, 2006) serta nilai kekerasan yang tinggi yaitu 700-800 kgf/mm<sup>2</sup> (Harper, 2001). Berdasarkan sifat diatas, *cordierite* dapat diaplikasikan sebagai bahan *furnace* (Lin dan Wang, 1995) karena *cordierite* merupakan bahan yang berefraktori tinggi (Ganguli dan Chatterjee, 1997). *Cordierite* umumnya disintesis menggunakan metode padatan (Kurama dan Kurama, 2006) dan sol gel (Naskar dan Chatterjee, 2004).

Pembentukan *cordierite* dengan metode padatan seperti penelitian yang dilakukan oleh Kurama dan Kurama (2006) terjadi pada suhu 1350°C menggunakan bahan kaolin-alumina-talk. Penelitian lain oleh Chatterjee dan Naskar (2006) menunjukkan fase kristal *cordierite* terbentuk pada suhu 785°C yang mensintesis *cordierite* berbasis abu sekam padi dengan metode padatan. Mensintesis *cordierite* dengan metode sol gel dilakukan oleh Naskar dan Chatterjee (2004) dengan bahan magnesium nitrat, aluminium nitrat, TEOS, dan *fumed* silika yang menunjukkan terbentuknya *-cordierite* pada suhu 1300°C. Berdasarkan

penjelasan diatas, dalam mensintesis *cordierite* bergantung pada metode yang digunakan dan bahan yang digunakan.

Mineral *cordierite* dialam hanya ditemukan pada batuan yang telah mengalami metamorfosis seperti batuan lumpur, batuan vulkanik, dan batuan beku (Carey dan Novrotsky, 1992). Hipedinger dkk (2015) mensintesis *cordierite* berbasis magnesia-pospat melalui pencampuran *fumed* silika, alumina dan magnesium oksida. Penelitian lain oleh Sembiring dkk (2009) mensintesis *cordierite* dengan bahan dasar magnesium nitrat hidrat ( $(\text{MgO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6.12\text{H}_2\text{O})$ ), alumina nitrat hidrat ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9.15\text{H}_2\text{O}$ ) dan silika sol hasil ekstraksi sekam padi menunjukkan pada suhu  $700^\circ\text{C}$  terjadi proses kristalisasi pembentukan *cordierite* melalui *spinel*  $\text{MgAlO}_2$ . Senyawa terbesar dalam mensintesis *cordierite* adalah silika.

Sumber silika antara lain *fumed* silika, kaolin, TEOS (*tetraethylorthosilicate*), TMOS (*tetramethylorthosilicate*), dan sekam padi. TEOS dan TMOS sangat jarang untuk digunakan karena harga yang relatif mahal. Salah satu sumber silika yang sering digunakan adalah sekam padi karena mudah diekstraksi, harga yang relatif murah, serta mudah diperoleh dibanding mineral silika yang lainnya (Daifullah dkk, 2004). Penelitian oleh Della dkk (2002) menunjukkan tingkat kemurnian silika yang diperoleh dari hasil ekstraksi sekam padi mencapai 95%. Silika sekam padi memiliki stabilitas termal yang tinggi mencapai  $1414^\circ\text{C}$  dan bersifat amorf (Beltran dkk, 2006).

Penambahan oksida pada sintesis *cordierite* seperti alumina akan menghasilkan material paduan yang memiliki sifat dominan seperti sifat alumina tetapi termal ekspansi yang rendah menyerupai *cordierite* (Sijabat, 2007). Keramik alumina

tunggal memiliki titik lebur yang tinggi yaitu  $2000^{\circ}\text{C}$  dan kekerasan yang tinggi yaitu  $1120 - 1950 \text{ kgf/mm}^2$  (Schackelford dan Robert, 2008). Sijabat (2007) menunjukkan semakin besar komposisi alumina dalam paduan *cordierite* alumina akan meningkatkan nilai kekerasan. Penelitian lain oleh Wang dkk (2011) *cordierite*- $\text{Al}_2\text{O}_3$  terbentuk struktur  $\text{-Al}_2\text{O}_3$  pada nilai  $2\theta$  yaitu  $45,80^{\circ}$  dan  $66,9^{\circ}$  serta struktur *cordierite* pada nilai  $2\theta$  yaitu  $10,4^{\circ}$  dan  $29,6^{\circ}$ . Salwa dkk (2007) penambahan alumina 10% menyebabkan kenaikan nilai porositas dan penambahan alumina 30% hanya meningkatkan sedikit nilai porositas dan tidak mengubah nilai densitas.

Berdasarkan uraian diatas, penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan alumina terhadap karakteristik kekerasan dan struktur fasa *cordierite* berbasis silika sekam padi. Penambahan alumina pada *cordierite* sebesar 0, 20, 25, dan 30% berat. Karakteristik kekerasan dianalisis menggunakan alat *Microhardness Tester*. Analisis kualitatif struktur kristal menggunakan XRD dan analisis kuantitatif menggunakan program *Rietveld*.

## **B. Rumusan Masalah**

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Bagaimana pengaruh penambahan alumina pada *cordierite* terhadap karakteristik kekerasan.
- b. Bagaimana pengaruh penambahan alumina pada *cordierite* terhadap analisis kualitatif dan kuantitatif struktur kristal.
- c. Bagaimana kaitan antara pembentukn struktur fasa dan kekerasan pada paduan *cordierite*-alumina.



### C. Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Mengetahui pengaruh penambahan alumina pada *cordierite* terhadap nilai kekerasan.
- b. Mengetahui pengaruh penambahan alumina pada *cordierite* terhadap analisis kualitatif dan kuantitatif struktur kristal.
- c. Mengetahui kaitan antara pembentukan struktur fasa dan nilai kekerasan paduan *cordierite*-alumina.

### D. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini yaitu:

- a. Silika yang digunakan untuk mensintesis *cordierite* adalah silika berbasis sekam padi yang diekstraksi menggunakan metode *sol-gel* dengan KOH 5% dan HCl 10%.
- b. Variasi penambahan alumina pada *cordierite* yaitu 0, 20, 25, dan 30% berat.
- c. Paduan *cordierite*-alumina disintering pada suhu 1200°C dengan waktu tahan selama 3 jam.
- d. Analisis yang dilakukan meliputi *hardness*, XRD (*X-Ray Diffraction*), dan *Rietveld*.

### E. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini dapat dimanfaatkan sebagai berikut:

- a. Bahan referensi dalam hal mensintesis *cordierite* dengan bahan baku utama silika berbasis sekam padi menggunakan metode padatan.

- b. Memberikan informasi mengenai paduan *cordierite* dan alumina, karakteristik kekerasan, XRD serta sifat fisis.
- c. Dapat menjadi tambahan referensi di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, terutama Jurusan Fisika.

## **F. Sistematika Penulisan**

Sistematika penulisan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

### **BAB I PENDAHULUAN**

Menjelaskan tentang latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, manfaat penelitian dan sistematika penulisan.

### **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

Menjelaskan teori dasar tentang cordierite, silika, sekam padi, alumina serta teori pengujian yang dilakukan.

### **BAB III METODE PENELITIAN**

Menjelaskan tentang waktu dan tempat penelitian, alat dan bahan, prosedur penelitian serta diagram alir.

### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

Menjelaskan tentang analisis data yang diperoleh dari pengujian dan pembahasan untuk menarik kesimpulan.

### **BAB V KESIMPULAN**

Menjelaskan tentang kesimpulan dan saran terhadap hasil yang diperoleh dari seluruh tahapan yang telah dilakukan.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. *Cordierite*

#### 1. Karakteristik *Cordierite*

*Cordierite* merupakan salah satu jenis keramik dengan rumus kimia  $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ . *Cordierite* dapat terbentuk dengan mensintesis dengan bahan baku *fumed* silika, alumina, dan magnesium oksida (Hipedinger dkk, 2015) ataupun bahan teknis seperti MgO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , dan *fumed* silika (Johar dkk, 2009).

*Cordierite* terbentuk pada suhu 1300 - 1400°C melalui metode sol-gel (Sembiring dan Posman, 2009) dan melalui reaksi padatan pada suhu 1350°C (Kurama dan Kurama, 2006). Beberapa sifat yang dimiliki *cordierite* adalah mempunyai koefisien ekspansi termal yang rendah atau memiliki ketahanan pada suhu yang tinggi (Naskar dan Chatterjee, 2004) dan berbentuk padatan atau serbuk berwarna putih, biru muda, *violet*, dan kuning (Quakertown, 2007). Beberapa karakteristik *cordierite* ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Karakteristik *cordierite* (Harper, 2001)

Parameter	Nilai
Densitas ( $\text{gr/cm}^3$ )	2.3 – 2.5
Titik Lebur ( $^{\circ}\text{C}$ )	1365
Kuat Patah (MPa)	60 - 80
Kekerasan ( $\text{kgf/mm}^2$ )	700 – 900
Koefisien Termal Ekspansi ( $/^{\circ}\text{C}$ )	$(2-3) \times 10^{-4}$

## 2. Pembentukan *Cordierite*

*Cordierite* dapat disintesis dengan bahan-bahan mineral alam seperti talk [ $\text{Mg}_3\text{SiO}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ], *kaoline* [ $\text{Al}_2\text{SiO}_2(\text{OH})_4$ ], dan pasir kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) (Muljadi dan Sebayang, 2009). Penelitian lain oleh Naskar dan Chatterjee (2004) *cordierite* berbasis silika sekam padi dimulai dari silika yang terkristalisasi menjadi kristobalit pada suhu  $300^\circ\text{C}$ . Spinel ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) terbentuk pada suhu  $1040^\circ\text{C}$  melalui interaksi  $\text{AlO}_6$  dan  $\text{MgO}_6$ , di ikuti dengan pembentukan *cordierite* pada  $1365^\circ\text{C}$  dengan interaksi antara kristobalit dan spinel.

Pembentukan *cordierite* menggunakan silika sekam padi terjadi pada suhu yang rendah di banding menggunakan TEOS dan TMOS, hal ini disebabkan karena silika sekam padi adalah silika yang aktif, memiliki permukaan yang aktif dan amorf sehingga mudah bereaksi dengan energi aktivasi yang rendah (Kurama dan Kurama, 2006). Sembiring dan Posman (2009) menunjukkan bahwa pembentukan *cordierite* di ikuti dengan terbentuknya kristobalit, korundum, dan spinel pada suhu  $1300^\circ\text{C}$ .

## 3. Aplikasi *Cordierite*

*Cordierite* memiliki konduktivitas termal yang rendah sehingga banyak diaplikasikan sebagai material tahan suhu tinggi (refraktori) untuk tabung pemanas, filter gas buang (Sofyan, 2012), dan sebagai penukar panas, bahan *furnace*, dan bahan berlapis logam (Lin dan Wang, 1995).

## B. Silika

### 1. Sumber Silika

Silika merupakan material yang tersedia di alam dan secara kuantitatif memiliki jumlah yang banyak. Silika atau silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ) adalah senyawa yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen. Silika biasanya diperoleh melalui proses penambangan yang di mulai dari menambang pasir kuarsa sebagai bahan baku. Pasir kuarsa kemudian dipisahkan dan dilakukan proses untuk membuang kotoran, pasir inilah kemudian dikenal sebagai pasir silika.

Bahan baku pembuatan silika gel adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ). Silika terdapat dalam mineral seperti *kaoline*, zeolit, kristobalit, dan kuarsa. Kristobalit alam yang terdapat di Sabang mengandung silika yang sangat tinggi hingga mencapai 85% (Rahmi, 2002).

### 2. Karakteristik Silika

Silika merupakan golongan IV yang mempunyai stabilitas termal yang tinggi dan isolator yang baik. Silika yang di bakar hingga suhu 500 - 700°C selama 1-2 jam akan menghasilkan silika amorf dengan densitas 2.21 gr/cm<sup>3</sup> (Harsono, 2002).

**Tabel 2.** Karakteristik silika (Surdia dan Saito, 2000)

Nama Lain	Silikon Dioksida
Rumus Molekul	$\text{SiO}_2$
Berat Jenis (gr/cm <sup>3</sup> )	2.6
Bentuk	Padat
Daya Larut Dalam Air	Tidak Larut
Titik Cair (°C)	1610
Titik Didih (°C)	2230
Kekerasan (Mohs)	650
Struktur Kristal	Kristobalit, Tridimit, dan Kuarsa

Perbedaan ketiga kristal ini dapat terlihat pada Tabel 3.

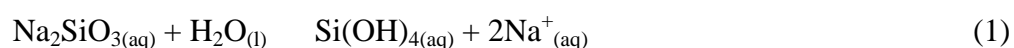
**Tabel 3.** Bentuk kristal utama silika (Smallman, 2000)

Bentuk	Rentang Stabilitas (°C)	Perubahan	Densitas (gr/cm <sup>3</sup> )
Kristobalit	1470 – 1723	- (kubik)	2.21
		- (tetragonal)	2.23
Tridimit	870 – 1740	- (heksagonal)	-
		-(orthorombik)	2.30
Kuarsa	< 870	- (heksagonal)	2.27
		-(trigonal)	2.60
			2.65

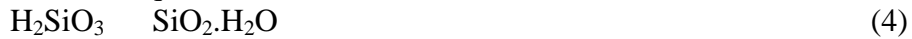
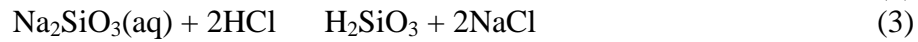
### 3. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Silika hasil ekstraksi sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah, biaya yang relatif murah, dan suhu yang rendah yakni dengan metode ekstraksi alkalis (Kalaphaty dkk, 2000). Silika yang diperoleh melalui ekstraksi adalah berupa larutan sol dimana silika pada fase larutan adalah fase amorf atau mudah reaktif terhadap zat lain (Khopkar, 1990).

Brinker dan Scherer (1990) proses sintesis silika gel dengan menggunakan bahan natrium silikat melalui tiga tahap yaitu pertama, pembentukan natrium silikat yang mereaksikan abu sekam padi dengan alkali yang mengandung natrium melalui proses peleburan pada suhu tinggi; kedua, reaksi pembentukan hidrosol hasil ekstraksi natrium silikat dengan asam; ketiga, reaksi pembuatan silika hidrosol dan pemanasan silika hidrogel menjadi silika gel kering.pembentukan silika dari natrium silikat yang berasal dari sekam padi menghasilkan reaksi persamaan sebagai berikut.



Sedangkan ekstraksi silika abu sekam padi menggunakan pelarut NaOH akan menghasilkan reaksi silika gel.

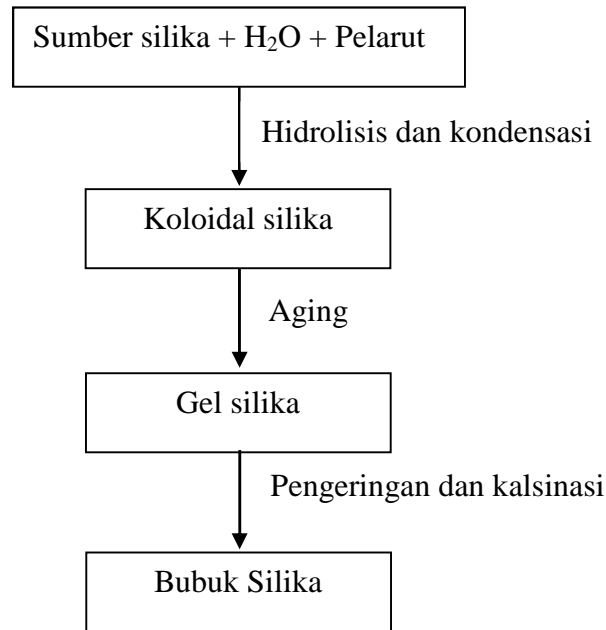


#### 4. Pemanfaatan Silika Sekam Padi

Pemanfaatan silika sekam padi telah cukup banyak ditemukan, contohnya; untuk pembuatan keramik (Sitorus, 2008), katalis (Pandiangan, 2013), berbagai material komposit (Suka dkk, 2009), serta adsorben (Amrulloh, 2014). Fatmasari dkk (2012) memanfaatkan silika sekam padi sebagai bahan membran silikat untuk proses desalinasi. Pemanfaatan silika yang demikian luas juga didukung oleh ketersediaan bahan serta kemudahan untuk memperoleh silika dari sekam padi yakni dengan cara pengabuan dan ekstraksi.

#### C. Proses Sol Gel

Proses sol gel merupakan proses kimia yang dapat digunakan untuk mensintesis mineral anorganik seperti keramik dan gelas (Rahaman, 1995). Pada metode sol gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fasa menjadi sol dan kemudian menjadi gel. Sol merupakan suatu sistem yang memungkinkan spesies kimia padat tersuspensi stabil dalam larutan, sedangkan gel adalah cairan yang terjebak dalam jaringan partikel padat. Tahapan dalam metode sol-gel dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Pembuatan Silika Metode Sol Gel (Rahman, 2002)

Proses ini dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya; konsentrasi dan tipe prekursor yang digunakan, temperatur, bentuk geometri, dan ukuran bejana serta ada atau tidaknya proses pengadukan. Keuntungan proses sol gel ini dapat menghasilkan material yang memiliki homogenitas dan kemurniaan yang tinggi dibanding material dengan metode yang lainnya (Sembiring, 2014).

## **D. Alumina**

### **1. Karakteristik Alumina**

Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) merupakan material yang banyak digunakan dalam industri dan laboratorium, karena memiliki sifat isolasi listrik yang baik dan tahan terhadap suhu tinggi. Karakteristik alumina dipelihatkan pada Tabel 4.



**Tabel 4.** Karakteristik -Alumina (Harper, 2001)

Parameter	Nilai
Densitas ( $\text{gr/cm}^3$ )	2.9 – 3.1
Titik Lebur ( $^{\circ}\text{C}$ )	2020
Kekerasan Vickers ( $\text{kgf/mm}^2$ )	1200-1600
Koefisien Termal Ekspansi ( $^{\circ}\text{C}$ )	$(7 - 8) \times 10^{-6}$
Konduktivitas Termal ( $\text{W/mK}$ )	25 – 30

Struktur fasa – alumina merupakan bentuk struktur yang paling stabil sampai suhu tinggi dan memiliki nama korundum. Struktur dasar kristal korundum adalah heksagonal (Worrall, 1982).

## 2. Aplikasi Alumina

Alumina dengan karakteristik densitas yang tinggi dan kemurniaan yang tinggi dapat diaplikasikan pada armor (jaket anti peluru, lapisan pelindung helikopter/*tank*) dan pada bidang elektronik (kapasitor dan resistor) (Boch dan Niepce, 2007).

## 3. Pengaruh Alumina Terhadap *Cordierite*

Pinero dkk (1992) menunjukkan paduan *cordierite* alumina yang disintering pada suhu  $1150^{\circ}\text{C}$  mempunyai nilai densitas  $0.98 \text{ gr/cm}^3$ . Penelitian oleh Sijabat (2007), penambahan persentasi 50% alumina pada suhu  $1300^{\circ}\text{C}$ , densitas mengalami penurunan meskipun nilai penurunannya kecil. Nilai porositas maksimal diperoleh sebesar 34.38%, sedangkan nilai densitas terkecil adalah  $2.77 \text{ gr/cm}^3$  pada penambahan 90% alumina.

Menurut penelitian Salwa dkk (2007) penambahan alumina terhadap *cordierite* efektif menurunkan nilai konstanta dielektrik sehingga bahan semakin isolator,

serta dapat menghambat pertumbuhan butir kristal *cordierite* yang menguntungkan dalam hal kekuatan mekanik.

Penelitian yang juga dilakukan oleh Pinero dkk (1992), berdasarkan hasil XRD menunjukkan bahwa pada suhu 850 - 980°C terdapat fasa  $\mu$ -*cordierite* (heksagonal) dan fasa *-cordierite* (ortorombik) pada suhu 980 - 1465°C. Penelitian lain oleh Salwa dkk (2007) menunjukkan adanya fase dominan  $\alpha$ -alumina pada suhu 1100°C dengan waktu tahan selama 3 jam. Sedangkan menurut Marghussian dkk (2009) dengan bertambahnya persentase alumina dan suhu sintering, akan muncul fase baru yaitu *mullite* pada suhu 1045 - 1055°C.

### **E. Sintering**

Sintering merupakan bagian penting pada proses pembuatan keramik dengan metode padatan. Saat sintering yang paling penting adalah waktu dan temperatur sintering untuk mendapatkan keramik dengan struktur dan butiran yang halus sehingga memiliki densitas yang tinggi. Tahapan-tahapan sintering adalah sebagai berikut.

a. Ikatan mula antar partikel

Ketika sampel mengalami proses sintering, akan terjadi pengikatan diri.

Proses ini meliputi difusi atom-atom yang mengarah kepada pergerakan dari batas butir. Ikatan ini terjadi pada tempat dimana terdapat kontak fisik antar partikel-partikel yang berdekatan.

b. Tahapan pertumbuhan leher

Tahap ini terjadi setelah proses pengikatan antar partikel yang menyebabkan terbentuknya daerah leher dimana selama proses sintering berlangsung leher akan terus berkembang menjadi besar. Pertumbuhan leher terjadi karena perpindahan massa, tetapi tidak mempengaruhi jumlah porositas dan tidak menyebabkan terjadinya penyusutan.

c. Tahapan penutupan saluran pori

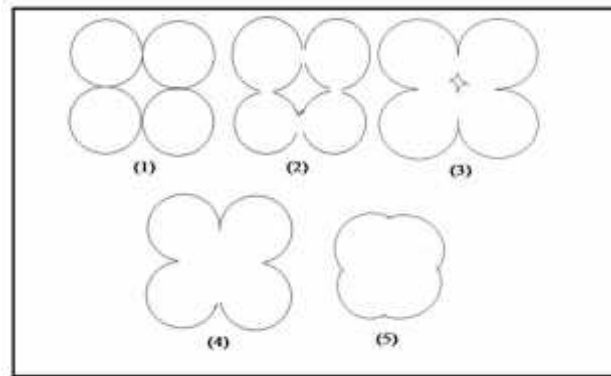
Proses penutupan saluran pori merupakan suatu perubahan yang berkaitan dengan pengangkutan cairan. Penyebab terjadinya perubahan ini adalah pertumbuhan butiran, pertumbuhan inilah yang menyebabkan terjadinya penyusutan pori.

d. Tahapan pembulatan pori

Setelah pertumbuhan leher, material dipindahkan di permukaan pori dan pori tersebut akan menuju daerah leher yang mengakibatkan permukaan dinding menjadi halus. Jika terjadi perpindahan massa secara terus menerus melalui daerah leher, maka pori disekitar permukaan leher akan mengalami proses pembulatan.

e. Tahapan penyusutan

Tahap ini berhubungan dengan proses pemadatan yang terjadi. Tahap penyusutan menyebabkan terjadinya penurunan *volume*, sehingga sampel menjadi lebih padat. Karena proses pemadatan pori akan meningkatkan sifat mekanis dari sampel tersebut (Sembiring, 2014).



**Gambar 2.** Tahapan-tahapan Sintering pada Pori

Proses sintering mengakibatkan perubahan struktur mikro seperti pengurangan jumlah dan ukuran pori, pertumbuhan butir, peningkatan densitas dan penyusutan (Reynen, 1979). Beberapa faktor yang mempengaruhi proses sintering yaitu jenis bahan, ukuran partikel, komposisi dan zat pengotornya, laju pemanasan, jangka waktu tahan, dan laju pendinginan (Vlack,1992).

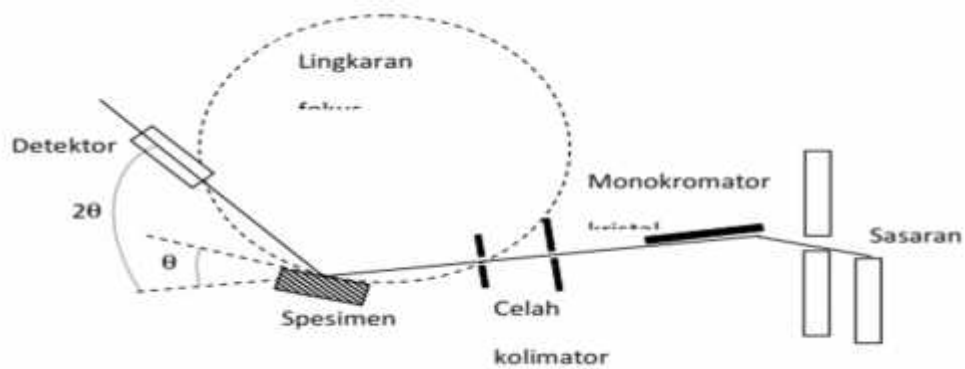
## **F. Karakterisasi**

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

Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan kristalin. XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 2000).

Sinar-X dihasilkan apabila elektron-elektron dengan laju tinggi menumbuk suatu bahan. Teknik difraksi sinar-x dapat digunakan untuk analisis struktur kristal, karena setiap unsur atau senyawa mempunyai pola yang sudah tertentu. Apabila dalam analisis ini pola difraksi unsur diketahui maka unsur tersebut dapat

ditentukan. Rancangan skematik spektrometer sinar-x yang didasarkan atas analisis Bragg Richardson (1989) seberkas sinar-x terarah jauh pada kristal dengan sudut  $\theta$  dan sebuah detektor diletakkan untuk mencatat puncak intensitas yang berkesesuaian dengan orde  $n$  yang divisualisasikan dalam difraktogram. Gambar 3 berikut merupakan skema dari instrumen XRD.



**Gambar 3.** Skema dasar XRD (Smallman, 2000)

Berkas difraksi diperoleh dari berkas sinar-x yang saling menguatkan karena mempunyai fase yang sama. Untuk berkas sinar-x yang mempunyai fase yang berlawanan maka akan saling menghilangkan. Syarat yang harus dipenuhi agar berkas sinar-x yang dihamburkan merupakan berkas difraksi maka dapat dilakukan perhitungan secara matematis sesuai dengan hukum Bragg.

Hukum Bragg menyatakan bahwa interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang, sehingga dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (5)$$

Pemantulan Bragg dapat terjadi jika  $\lambda < 2d$ , karena itu tidak dapat menggunakan cahaya kasat mata, dengan  $n$  adalah bilangan bulat = 1, 2, 3, .... (Beiser, 1992).

Pada  $d$  menyatakan jarak antar lapisan logam atau ion yang berdekatan,

menyatakan panjang gelombang radiasi sinar-x, dan  $n$  adalah urutan pantulan. Kristalinitas juga dapat ditentukan dengan XRD melalui perbandingan intensitas atau luasan *peak* sampel dengan intensitas atau luasan *peak* standar yang ditunjukkan pada persamaan:

$$\text{kristalinitas} = \frac{\text{intensitas } peak \text{ hkl sampel}}{\text{intensitas } peak \text{ hkl standar}} \times 100\% \quad (6)$$

Lebar *peak* XRD adalah fungsi dari ukuran partikel, maka ukuran kristal dinyatakan dalam persamaan Sherrer berikut (Richardson, 1989);

$$\text{ukuran kristal} = \frac{K \lambda}{(B^2 - b^2)^{1/2} \cos\left(\frac{2\theta}{2}\right)} \quad (7)$$

dimana:  $K = 1.000$

$B$  = lebar *peak* untuk jalur difraksi pada sudut  $2\theta$

$b$  = instrument *peak broadening* (0.10)

= panjang gelombang pada 0.154 nm

Suku  $(B^2 - b^2)^{1/2}$  = lebar *peak* untuk *corrected* intrumental *broadening* (Wolfovich dkk, 2004)

## 2. Analisis Rietveld

Analisis Rietveld yaitu membaca kembali secara detail struktur dan komposisi sampel polikristalin dari data difraksi sinar-x. Analisis Rietveld telah banyak digunakan sebagai alat untuk memperhalus struktur kristal berdasarkan data difraksi bubuk (Asmi dkk, 2007). Metode Rietveld digunakan pada teknik penghalusan parameter-parameter struktur berupa koordinat faktor, parameter isotropik/anisotropik, faktor kerja, dan lain-lain.pada proses penghalusan (*refinement*) dilakukan melalui metode *least square* menggunakan logaritma

Newton-Rapson. Keuntungan dari metode ini adalah dapat menangani puncak yang berhimpit (Smith, 1996). Metode ini juga dapat memberikan parameter kisi (*lattice parameter*) yang akurat, koordinat atom, parameter termal, faktor akupansi, ukuran partikel, dan perkiraan tegangan mikro (Kisi, 1994).

Analisis Rietveld dilakukan melalui sejumlah tahapan yang berdekatan. Pertama, adanya sejumlah data yang sesuai yang harus dikumpulkan. Kemudian model material yang dipelajari didirikan dari analisis data awal, kimia dari sampel dan informasi lain yang ada. Selanjutnya pola yang dihitung dibuat dengan menggunakan model struktur, fisika difraksi, dan pengetahuan empiris dari sinar-x atau optik neutron dari alat yang digunakan untuk mencatat data. Setelah itu, model dioptimalkan melalui *least square refinement* dengan berbagai parameter variabel hingga diperoleh kesesuaian antara data dan pola kalkulasi (Hunter, 2001).

Kemudian model dioptimalkan dengan penghalusan kuadrat terkecil (*least square*) dari variabel-variabel parameter hingga cukup cocok antara data pengamatan dan pola perhitungan yang diperoleh. Berikutnya, perhatian pada data yang dikumpulkan oleh alat atau instrumen yang mempunyai panjang gelombang tertentu, sebagian karena mereka melebihi *time-off flight* (TOF) dari instrumen (Kisi, 1994).

#### 1. Masukan (*Input*)

Struktur model yang spesifik adalah kira-kira dalam bentuk parameter unit sel, grup ruang (*space group*), dan set koordinat awal atom yang mana paling sedikit 78 - 80% benar. Metode ini juga memerlukan masukan yang terbatas dari data yang dikumpulkan (dalam  $2\theta$  atau  $d$ ) atau panjang

gelombang tertentu atau TOF dan lain-lain. Selanjutnya diperlukan perkiraan awal dari bentuk parameter puncak dan lebar untuk instrumen. Semuanya ini sudah didapat menggunakan data yang dikumpulkan dari spesimen standar pada kondisi yang sama.

## 2. Penghalusan (*Refinement*)

Penghalusan merupakan tahapan yang sangat penting untuk memperhalus atau untuk mengoptimumkan model dengan metode kuadrat terkecil (*least square*). Suatu model dianggap optimum bila jumlah kuadrat selisih pengamatan dengan perhitungan adalah minimum, yaitu jika:

$$R = \sum w_i (y_{io} - y_{ic})^2 \quad (8)$$

mempunyai nilai minimum. Dalam hal ini,  $R$  adalah *profile*,  $y_{io}$  adalah tahap intensitas pengamatan,  $y_{ic}$  adalah intensitas perhitungan, dan  $w_i$  adalah bobot statistik yang didapat dari setiap pengamatan (Young, 1995). Bobot biasanya berbanding terbalik antara varian  $1/\sigma_i^2$ , dimana  $\sigma_i$  adalah standar deviasi untuk perhitungan ke- $i$ .

Semua paramater-parameter yang diperhalus digunakan untuk membangun pola yang dihitung. Penghalusan tunggal sangat luas mulai dari faktor skala untuk setiap fasa, parameter untuk latar belakang (*background*), dan *diffractometer zero*. Jika informasi QPA (*Quantitative Phase Analysis*) yang akan dicari, maka semua parameter penghalusan yang meliputi parameter kisi, koordinat atom, parameter termal, dan detail bentuk puncak yang besarnya 50 atau 100 parameter untuk struktur yang besar. Dengan



demikian rentang data, intensitas, dan resolusi perlu dalam rentang yang lebar (Kisi, 1994).

### 3. Keluaran (*Output*)

Indeks kecocokan atau R adalah sangat luas digunakan dalam kristalografi untuk menilai sukses atau tidaknya prosedur penghalusan. Fungsi profil R tersebut adalah;

$$Rp = \frac{\sum W_i(Y_{io} - Y_{ic})}{\sum Y_{io}} \quad (9)$$

fungsi profil dengan pembebanan ( $R_{wp}$ ) (*weighted*),

$$Rwp = \left[ \frac{\sum W_i(Y_{io} - Y_{ic})^2}{\sum W_i Y_{io}^2} \right]^{1/2} \quad (10)$$

fungsi Bragg untuk integrasi intensitas refleksi,

$$R_B = \frac{\sum |I_{ko} - I_{kc}|}{\sum I_{ko}} \quad (11)$$

nilai harap (*expected*) untuk pencocokan,

$$R_{exp} = \left[ \frac{N-P}{\sum W_i Y_{io}^2} \right]^{1/2} \quad (12)$$

Nilai pencocokan terbaik ( $\chi^2$ ) atau *Goodness of Fitting* (GOF),

$$\chi^2 = \frac{\sum W_i(Y_{io} - Y_{ic})^2}{N-P} = \left[ \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right]^2 \quad (13)$$

Semakin kecil faktor R maka kecocokan antara pola difraksi dengan hasil perhitungan semakin baik. Faktor  $\chi^2$  juga menentukan nilai kesesuaian antara model dengan hasil pengamatan. Harga  $\chi^2$  idealnya haruslah satu (1).

Setelah proses penghalusan nilai  $\chi^2$  dapat lebih dari satu (1), tapi dalam kasus analisis fasa menurut Kisi (1994) menyarankan agar nilai  $\chi^2 < 4$ .

Dalam pemrograman analisis Rietveld terdapat parameter pendukung yang di gunakan;

a. Parameter Global

Parameter ini terdiri dari;

- i. *Zerro point error (Z)*, merupakan parameter yang berkaitan dengan penggeseran titik nol goniometer.
- ii. Parameter intensitas latar belakang (*background*), yakni parameter yang berhubungan dengan latar belakang  $B_0, B_1, B_2, B_3, B_4, B_5$ .

b. Parameter Bergantung Fasa

Parameter ini terdiri dari;

- i. Parameter yang berkaitan dengan tingginya intensitas yaitu faktor skala ( $s$ ) dan parameter orientasi terarah.
- ii. Parameter yang berkaitan dengan profil bentuk puncak yaitu parameter FWHM ( $u, v, w$ ), fungsi Gaussian ( $\sigma$ ), rasio FWHM ( $\gamma$ ) dan parameter asimetri ( $A$ ).
- iii. Parameter kisi ( $a, b, c$  dan  $\alpha, \beta, \gamma$ ) yang menentukan posisi puncak.
- iv. Parameter struktur kristal yakni fraksi koordinat tiap atom ( $X_j, Y_j, Z_j$ ), faktor pengisian atom ( $n$ ), parameter kristal global (*overall thermal parameter*), dan parameter termal isotropik (*isotropic thermal parameter*).

Keluaran kristalografi termasuk bagian dari kisi yang diperhalus. Meskipun metode memperhalus kesalahan nol 2 dari instrumen dan asimetri dari refleksi, parameter yang diperhalus biasanya cukup akurat. Kegunaan keakuratan parameter kisi termasuk pengumpulan data kristalografi berpengaruh pada persoalan zat padat, pengukuran tambahan konsentrasi dari penambahan konsentrasi dari persamaan konsentrasi parameter kisi yang diketahui dan untuk mengukur *uniform* dari rata-rata tegangan sisa (*residual strain*).

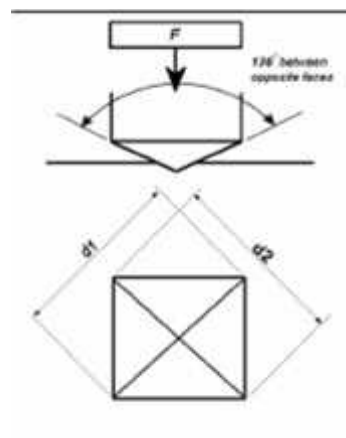
Data struktur kristal yang tersedia (jika dimasukkan dalam penghalusan) meliputi pertama, akurasi koordinat atom yang mungkin digunakan dalam perbandingan yang berhubungan dengan tipe-tipe struktur, perhitungan panjang ikatan dan untuk analisis yang teliti seperti perhitungan energi kisi. Kedua, penghalusan okupansi kecil (*fractional occupancy*) dan tempat kristal tertentu, pada prinsipnya yaitu memberikan nilai rata-rata faktor hamburan pada tempat itu. Rata-rata faktor hamburan ini bervariasi interpretasinya berkenaan dengan tempat (misalnya untuk kompensasi muatan dalam keterangan material keramik) atau sebagai substitusi oleh tambahan atom dari faktor hamburan yang berbeda. Ketiga, jika datanya bagus, cukup detail dengan parameter termal dapat dihitung. Kesemuanya memberikan rata-rata kuadrat pergeseran atom dari rata-rata posisinya, salah satunya sepanjang sumbu utama dari pergeseran *elipsoid* jika anisotropik atau sepanjang jari-jari spheris jika isotropik.

Keluaran lain yang awalnya hanya cukup menarik adalah detail dari bentuk puncak dan lebar informasi. Analisis Rietveld mulai digunakan secara lebih luas daripada untuk kerja kristalografi, hal ini menjadi nyata bahawa fungsi profil

sebaiknya di interpretasikan menggunakan teknik yang asli yang ditemukan oleh fotografer bubuk (*powder photograph*).

### 3. Kekerasan (Hardness)

Kekerasan didefinisikan sebagai ketahanan terhadap indentasi (lekukan) dan ditentukan dengan mengukur kedalaman indentasi tetap, yang artinya bila menggunakan gaya atau beban tetap saat indentor diberikan maka akan menghasilkan indentasi. Apabila indentasi yang dihasilkan semakin kecil, maka material tersebut semakin keras. Kekerasan sampel akan meningkat seiring pertambahan suhu sintering yang dilakukan, karena semakin merapatnya partikel-partikel dalam sampel (Vlack, 1994). Terdapat tiga jenis pengukuran kekerasan yang tergantung pada cara melakukan pengujian, yaitu (i) kekerasan goresan (*scratch hardness*), (ii) kekerasan lekukan (*indentation hardness*), (iii) kekerasan pantulan (*rebound*). Jenis kekerasan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kekerasan *vickers* yang ditemukan pada tahun 1924 oleh Smith dan Sandland pada sebuah perusahaan bernama Vickers Ltd di Inggris.



**Gambar 4.** Metode pengujian *vickers*

Pada uji kekerasan *vickers*, penekanan menggunakan piramida intan dengan dasar berbentuk bujur sangkar (George, 1987). Beban yang dapat digunakan berkisar antara 1 – 120 kg dengan sudut piramida yang berhadapan  $136^\circ$ . Angka kekerasan (HV) didefinisikan sebagai beban dibagi luas permukaan lekukan. Nilai kekerasan *vickers* (HV) dapat ditentukan dengan persamaan;

$$HV = 1.854 \frac{P}{d^2} \quad (14)$$

dimana; P = gaya tekan yang diberikan (kgf)

d = panjang diagonal indentor (mm)

HV = kekerasan *vickers* (kgf/mm<sup>2</sup>)

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari 2016 sampai dengan Mei 2016 di Laboratorium Fisika Material, Laboratorium Kimia Instrumentasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan di Balai Besar Pasca Panen (BBPP) Bogor dan karakterisasi kekerasan dilakukan di Laboratorium Gedung 42 BATAN Serpong Tangerang.

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

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

Adapun alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain: krusibel kuarsa, aluminium *foil*, *breaker glass*, *tissue*, pH indikator, kompor listrik, *plastic press*, batang pengaduk, neraca *digital*, spatula, ayakan 63  $\mu\text{m}$ , kertas saring, mortar dan pastel, oven, *furnace*, *press hidrolis*, *magnetic stirrer*, *microhardness tester*, dan XRD (*X-Ray Diffraction*).

## **2. Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: larutan KOH 5% sebagai media ekstraksi, HCl 10%, sekam padi, *aquades*, alkohol, Aluminium Oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) SIGMA-ALDRICH *product of germany* (11028-500G), dan Magnesium Oksida (MgO) SIGMA-ALDRICH (63093-250G-F).

## **C. Preparasi Sampel**

### **1. Preparasi Sekam Padi**

Preparasi sekam padi dilakukan untuk menghilangkan zat-zat pengotor yang terkandung pada sekam padi. Proses preparasi ini dilakukan dengan langkah-langkah antara lain: membersihkan sekam padi yang telah didapatkan dari pabrik penggilingan padi dan mencucinya dengan menggunakan air bersih yang kemudian direndam selama 1 jam. Sekam padi yang mengapung dibuang dan yang tenggelam diambil untuk proses preparasi selanjutnya. Sekam padi itu kemudian dimasukkan kedalam air panas dan direndam selama 6 jam, proses ini bertujuan untuk menghilangkan zat-zat pengotor yang menempel pada sekam padi. Setelah direndam, sekam padi ditiriskan dan dikeringkan dibawah sinar matahari selama kurang lebih 3 hari. Dalam proses penjemuran sekam padi diratakan untuk mendapatkan sekam padi yang kering secara merata.

## 2. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Ekstraksi silika sekam padi dilakukan dengan metode sol gel. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan serbuk silika sekam padi. Langkah-langkah metode sol gel antara lain sekam padi yang telah siap dipreparasi ditimbang seberat 50 gram kemudian dimasukkan ke dalam *breaker glass* dan diberi larutan KOH 5%. Setelah itu merebus dengan menggunakan kompor listrik dengan daya 60 watt selama 30 menit hingga mendidih sambil diaduk dengan menggunakan batang pengaduk agar panasnya merata dan busa tidak meluap. Kemudian didiamkan hingga uap panasnya menghilang, selanjutnya memisahkan ampas sekam padi dengan ekstraksi sekam menggunakan corong *bucher* yang dilapisi dengan kertas saring untuk mendapatkan hasil filtrat silika yang terlarut (sol). Silika sol yang telah didapatkan kemudian ditutup dengan menggunakan aluminium *foil* untuk proses penjenuhan (*aging*) selama 24 jam. Setelah selesai proses penjenuhan, sol silika tersebut ditetesi HCl 10% setetes demi setetes hingga terbentuk gel silika. Gel yang telah terbentuk kemudian disaring menggunakan kertas saring. Kemudian gel silika dicuci menggunakan air hangat dan pemutih hingga gel menjadi putih dan selanjutnya dicuci kembali menggunakan air hangat hingga tidak tercium bau pemutih yang selanjutnya disaring untuk memisahkan gel dengan air. Mengoven gel silika dengan suhu 110°C selama 7 jam untuk mendapatkan silika padatan. Menggerus silika padatan selama 3 jam menggunakan mortar dan pastel untuk mendapatkan serbuk silika, selanjutnya dikeringkan kembali dengan oven pada suhu 110°C selama 3 jam untuk menghilangkan zat sisa-sisa yang mudah menguap.



### 3. Pembuatan *Cordierite*

Preparasi *cordierite* dilakukan dengan menggunakan metode padatan. Bahan-bahan seperti MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan SiO<sub>2</sub> ditimbang menggunakan neraca digital dengan perbandingan perbandingan berat yaitu 14% : 34% : 52%. Bahan-bahan tersebut kemudian dicampur dan digerus menggunakan mortar dan pastel selama 3 jam. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan serbuk *cordierite* yang homogen. Setelah penggerusan, serbuk *cordierite* kemudian diayak menggunakan ayakan 63µm.

### 4. Pembuatan Paduan *Cordierite* Alumina

*Cordierite* yang telah siap dipreparasi selanjutnya ditambahkan alumina dengan presentase berat 0, 20, 25, dan 30% dari berat total 40 gram. Mencampur kedua paduan tersebut dengan *magnetic stirrer* selama 4 jam dengan bantuan larutan alkohol sebagai media pencampurannya. Setelah itu, dilakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat paduan *cordierite* - alumina dan larutan alkohol. Selanjutnya mengeringkan filtrat dengan suhu 70°C selama 2,5 jam. Kemudian menggerus dan mengayak filtrat untuk mendapatkan serbuk paduan *cordierite* alumina.

### 5. Pembuatan Pelet Paduan *Cordierite* Alumina

Pembuatan pelet ini menggunakan alat *Press Hidrolic*. Hal pertama yang dilakukan dalam proses ini yaitu menimbang sampel dengan berat 3 gram untuk masing-masing paduan. Setelah ditimbang, masing-masing sampel tersebut dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 110°C hingga sampel benar-benar

kering. Proses pengeringan bertujuan pada saat sampel dibentuk pellet tidak terjadi keretakan. Sampel ditekan dengan berat beban 5 ton.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses pressing yaitu:

- a. Menyiapkan sampel dan alat *pressing*.
- b. Memasukkan sampel ke dalam cetakan *press* yang berbentuk silinder.
- c. Memasang cetakan *press* ke dalam alat *pressing* kemudian menguncinya dengan memutar sekrup.
- d. Menekan tuas pompaan untuk mendapatkan berat beban sebesar 5 ton.
- e. Memutar sekrup untuk melepaskan cetakan *press*.
- f. Menekan tuas untuk mengeluarkan hasil pelet.

#### **D. Sintering**

Proses sintering dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran (*furnace*) listrik yang memiliki pengaturan suhu. Temperatur yang digunakan pada proses ini adalah 1200°C dengan kenaikan suhu 5°C per menit serta waktu tahan selama 3 jam.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses sintering ini adalah sebagai berikut:

- a. Menyiapkan sampel yang akan disintering.
- b. Memasukkan sampel ke dalam krusibel kuarsa kemudian memasukkan ke dalam tungku pembakaran.
- c. Menghubungkan aliran listrik dengan tungku pembakaran.
- d. Menghidupkan tungku pembakaran listrik dengan menekan skalar pada posisi "ON".

- e. Mengatur suhu yang diinginkan yaitu 1200°C dengan kenaikan suhu 5°C per menit dan waktu tahan selama 3 jam.
- f. Mematikan tungku pembakaran listrik setelah proses sintering selesai.
- g. Mengeluarkan sampel dari tungku pembakaran dan mendinginkannya hingga dingin.
- h. Menimbang massa sampel.

## **E. Karakterisasi**

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

Karakterisasi XRD dilakukan untuk menganalisis pengaruh penambahan persentasi Alumina terhadap struktur kristalografi, apakah bersifat amorf atau kristalin. Sumber radiasi menggunakan Cu. Langkah-langkah dalam melakukan analisis menggunakan XRD sebagai berikut:

- a. Menyiapkan dan merekatkan sampel yang akan dianalisis pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan malam (lilin perekat).
- b. Sampel yang disimpan dipasang pada sampel *holder* kemudian diletakkan pada sampel *stand* dibagian *geniometer*.
- c. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, member nama cuplikan, dan memberi nomor urut *file* data.

- d. 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 Å.
- e. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut  $2\theta$  tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.
- f. Sampel dari sampel *holder* diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

**a. Analisis fasa dengan metode pencocokan**

Analisis kualitatif data menggunakan metode *search match analysis*. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui fasa pada sampel dan parameternya. Adapun langkah-langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- a. Mengurutkan nilai  $2\theta$  dan intensitas relatif dari hasil data XRD (*X-Ray Diffraction*).
- b. Menentukan tiga nilai intensitas terbesar bernilai 100 pada nilai  $2\theta$  tertentu. Nilai tersebut disamakan pada kelompok nilai pada standar file (PDF) yang ada pada program PCPDFWIN 1997.
- c. Membandingkan data  $2\theta$  hasil percobaan dengan data  $2\theta$  pada tabel. Kemungkinan kesalahan relatif ( $\Delta 2\theta$ ) dalam setiap sampel nilai adalah sekitar 0.001.
- d. Membandingkan intensitas relatifnya dengan nilai yang ada pada tabel.
- e. Bila terdapat kesesuaian antara data hasil pola difraksi sinar-X dengan data tabel PCPDFWIN maka identifikasi selesai dilakukan.

### **b. Analisis struktur kristal dengan metode *Rietveld***

Analisis kuantitatif data XRD adalah penentuan sejumlah fasa yang berbeda dalam sampel multifasa. Analisis kuantitatif juga mencakup penentuan karakteristik tertentu dari fasa tunggal yang meliputi penentuan struktur dan bentuk kristal. Dalam analisis kuantitatif, suatu usaha dibuat untuk menentukan karakteristik struktur dan proporsi fasa dengan kecepatan numerik dari data eksperimennya sendiri. Walaupun pola standar dan data struktur digunakan sebagai titik awal (*starting point*), analisis kuantitatif yang paling sukses adalah mencakup pemodelan pola difraksi seperti pola yang dihitung yang merupakan duplikat hasil eksperimen.

Adapun metode-metode yang digunakan dalam analisis kuantitatif terdiri dari *absorption-diffraction method*, *internal standard method* (RIR), dan *Rietveld method*. Dalam penelitian ini, metode yang digunakan adalah *Rietveld method* dengan *software Rietica*. *Rietica* adalah salah satu program penghalusan struktur *Rietveld* dalam format Windows 95 atau versi yang lebih tinggi. Metode *Rietveld* digunakan untuk menganalisis data pola difraksi sinar-X. Metode ini didasarkan pada pencocokan pola difraksi secara keseluruhan yang melibatkan fungsi profil yang sesuai. Dua *file* yang diperlukan sebagai masukan yaitu:

#### a. File masukan data intensitas difraksi

Data ini adalah data hasil pola difraksi sinar-X terhadap sampel. *File* masukan data intensitas difraksi diolah terlebih dahulu pada program

Textpad dan disimpan dalam bentuk *file* .dat atau *file* .xy agar bisa dipakai pada analisis selanjutnya (metode *Rietveld*).

b. File masukan parameter

Masukan parameter diisikan pada menu-menu dalam program *Rietveld*, seperti: nama atom, jumlah atom, *space group*, parameter kisi (nilai a, b, c,  $\alpha$ ,  $\beta$ , dan  $\gamma$ ), dan lain-lain. Input masukan parameter disimpan dalam bentuk *file* .inp.

Program ini dimulai dengan masuk ke menu *file* kemudian pilih *new input* maka akan muncul histogram yang bisa diisi dengan berapa banyak fasa dan jumlah atom yang akan dihaluskan. Selanjutnya masuk ke menu *model* yang terdiri dari *general*, *phases*, *histogram*, dan *sample*. Nama sampel diisi pada menu *general*. Parameter kisi, nomor *space group*, nama dan jumlah atom serta parameter termal diisi pada menu *phases*. Pengisian *2-theta step scan*, panjang gelombang yang digunakan, nilai *zero point*, dan *background* dimasukkan pada histogram. Langkah terkakhir masuk ke menu *sample* untuk memasukkan parameter-parameter yang berhubungan dengan puncak (U, V, dan W) dan sebagainya. Setelah semuanya terisi pada menu *file* untuk menyimpan parameter-parameter yang sudah diisi tersebut dalam bentuk *file* .inp.

Selanjutnya masuk ke submenu *refine* melalui menu *rietveld* dan memulai proses penghalusan dengan membuka input parameter (sampel.inp) dan input data intensitas (sampel.dat atau sampel.xy) yang sebelumnya telah disimpan. Kemudian mengisi step, mengklik *dynamic plotting*, *start* dan *step*. Jika input

parameter yang diisikan sudah benar, maka akan muncul pola difraksi pada layar monitor dan akan muncul nilai  $R_p$ ,  $R_{wp}$ , dan  $\chi^2$ . Secara teori, nilai  $\chi^2$  (*Goodness of fitting* atau GOF) adalah 1. Jika belum benar, maka akan timbul *unstable* dan tidak ada pola difraksi yang teramati.

Hal-hal yang harus diamati dalam proses penghalusan adalah pertama jika intensitas pola difraksi perhitungan masih berbeda jauh atau selisihnya masih besar dibandingkan intensitas data pengamatan, maka yang perlu dilakukan adalah mengubah faktor skala yang ada pada menu *phases* dengan skala yang sesuai. Kedua, jika perhitungan pola difraksi kurang tepat dengan posisi pola data difraksi pengamatan maka perlu mengubah nilai parameter kisi dengan nilai yang sesuai. Ketiga, jika lebar puncak pola difraksi perhitungan belum sesuai dengan puncak pola data difraksi pengamatan, maka perlu mengubah parameter profilnya. Setelah pola difraksi perhitungan dan data pengamatan sesuai, proses penghalusan dapat dilakukan.

Proses *refinement* dimulai dengan terlebih dahulu memperhalus parameter global, faktor skala, parameter kisi, parameter FWHM, parameter struktur kristal, dan orientasi umum. Setiap tahapan penghalusan dilakukan secara bertahap dan selalu mengakhirinya dengan *update*. Setelah semua parameter telah diperhalus, akan dihasilkan nilai GOF yang diinginkan. Langkah selanjutnya yaitu mengklik *finish*. Untuk melihat *outputnya*, masuk pada menu *information* dan memilih submenu *view uotput*. Nilai *output* kemudian dibandingkan dengan analisis kualitatif yang telah dilakukan.

## 2. Kekerasan (*Hardness*)

Uji kekerasan dilakukan untuk mengetahui karakteristik fisis pada sampel paduan *cordierite*-alumina. Pengujian ini dilakukan menggunakan alat *Microhardness Tester* model HV-1000 serial No. 0002 dengan metode *Vickers hardness*.



**Gambar 5.** *Microhardness Tester*

Adapun langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis
2. Untuk mendapatkan permukaan sampel yang halus, maka dilakukan proses *polish* menggunakan amplas berukuran 600 serta *BUEHLER alpha micropolish alumina* (cairan serbuk alumina berukuran 1 $\mu$ m). Dilakukan gerakan berputaran membentuk angka delapan pada sampel agar mendapatkan permukaan yang halus.
3. Memberikan lapisan tipis menggunakan spidol berwarna biru pada permukaan sampel yang berwarna putih. Hal ini dilakukan agar bentuk identifikasi dapat terlihat.
4. Sampel diposisikan tegak lurus terhadap identer yang berbentuk *diamond pyramid* pada *microhardness tester*.

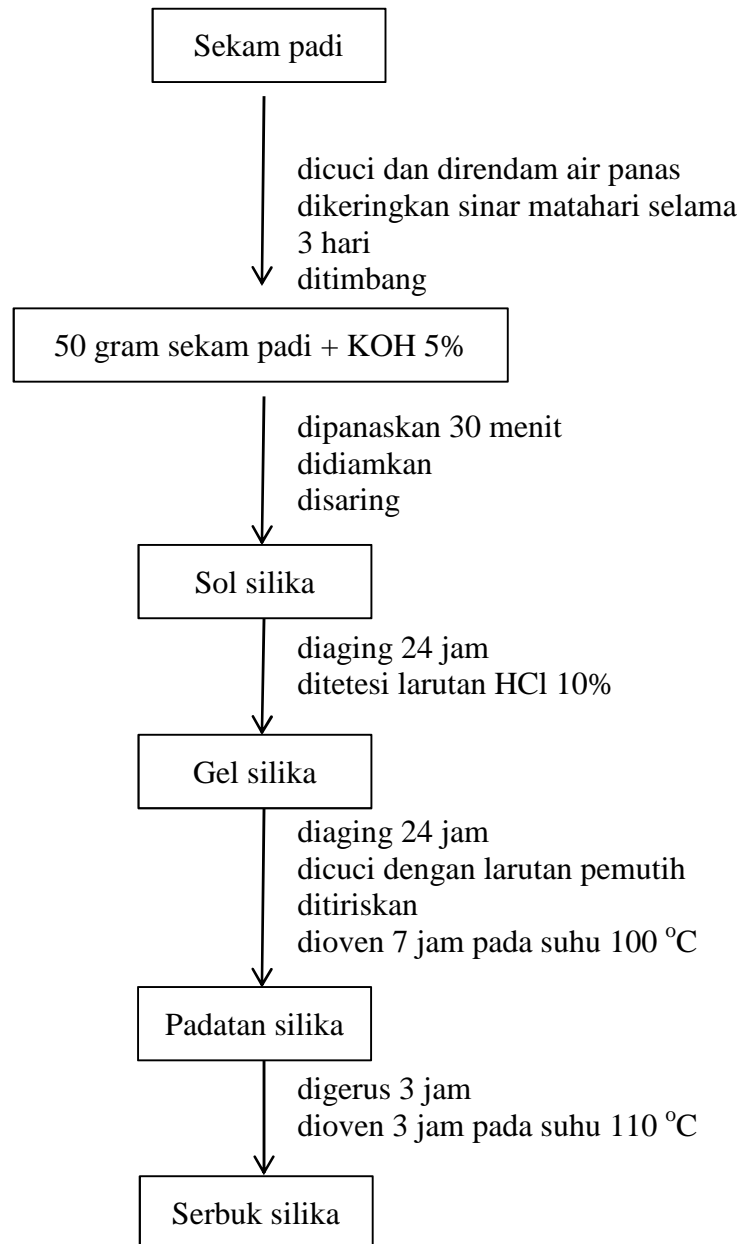


5. Mengatur beban sebesar 0,1 kgf yang akan diberikan pada sampel.
6. Memilih permukaan yang lebih halus pada sampel dengan mikroskop pada alat *microhardness tester*, dan menempatkan indentor diatas permukaan yang halus tersebut.
7. Menghidupkan alat *microhardness tester* dengan menekan tombol On
8. Mengamati indentitas yang terbentuk dengan mikroskop pada *microhardness tester* dan mengukur panjang kedua diagonal, yaitu  $d_1$  dan  $d_2$ .
9. Menghitung nilai kekerasan dengan rumus:

$$H_v = 1,8544 \times \frac{P}{d^2}$$

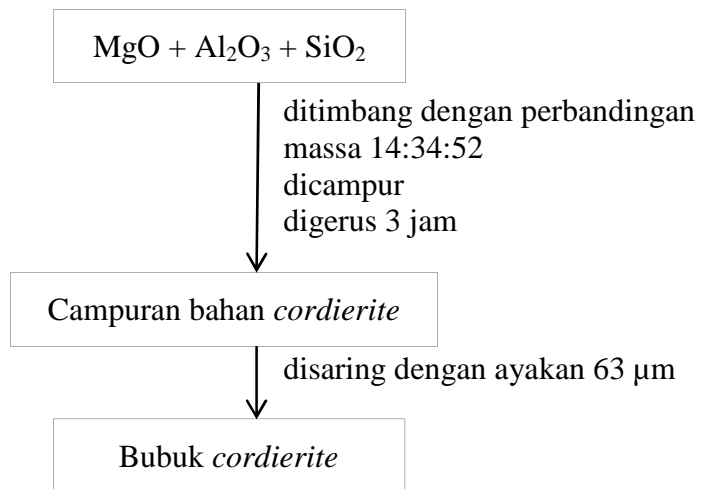
#### **F. Diagram alir**

Proses preparasi sekam padi dan ekstraksi silika sekam padi ditunjukkan pada diagram alir Gambar 6.



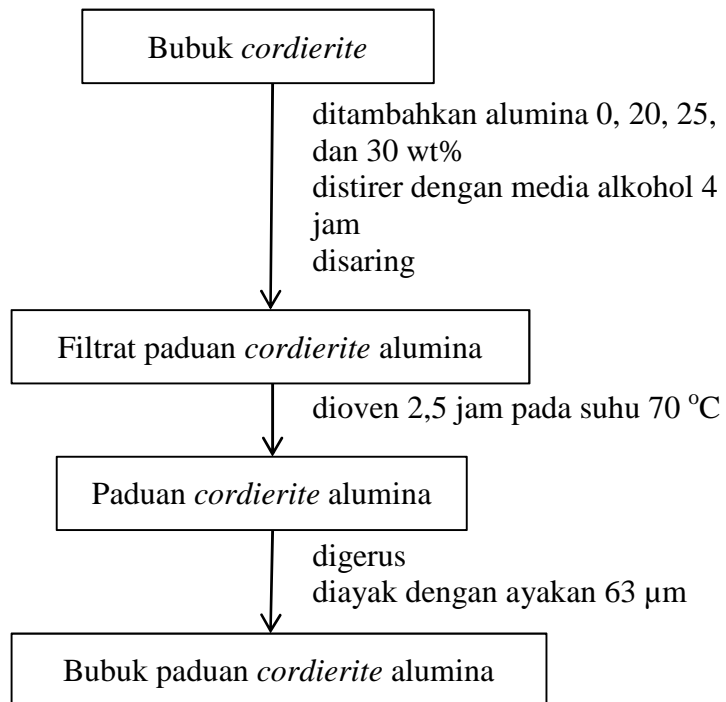
**Gambar 6.** Diagram alir preparasi dan ekstraksi silika sekam padi

Pembuatan bubuk *cordierite* ditunjukkan oleh Gambar 7.



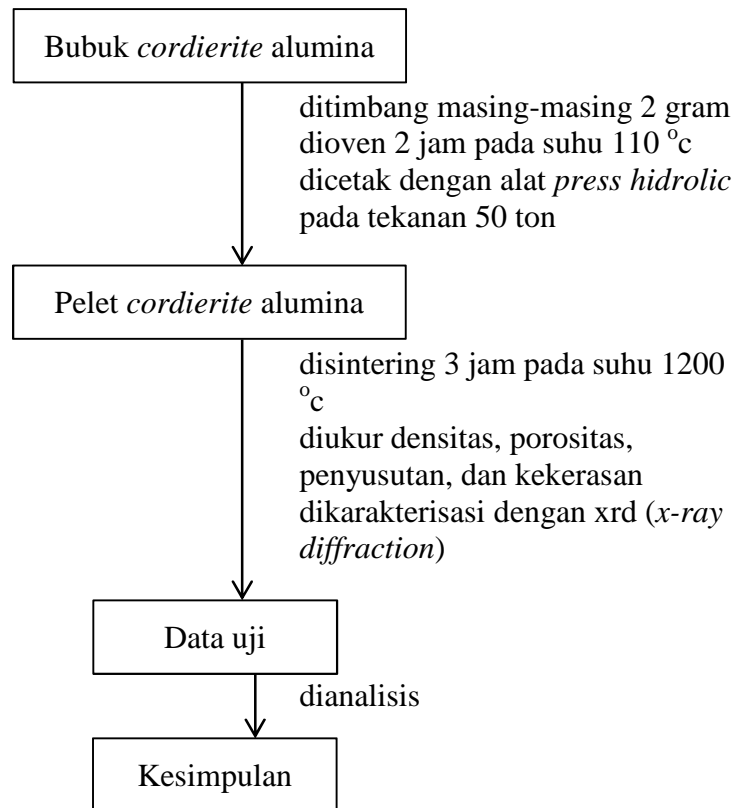
**Gambar 7.** Diagram alir pembuatan bubuk *cordierite*

Proses pembuatan bubuk *cordierite* dengan penambahan alumina ditampilkan pada diagram alir Gambar 8.



**Gambar 8.** Diagram alir pembuatan paduan *cordierite* alumina

Proses pembuatan sampel paduan *cordierite* alumina dalam bentuk pelet serta karakterisasinya ditunjukkan oleh diagram alir pada Gambar 9.



**Gambar 9.** Diagram alir pembuatan sampel dan karakterisasi paduan *cordierite* alumina

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil nilai kekerasan pada sampel paduan *cordierite*-alumina mengalami kenaikan pada sampel C<sub>0</sub> (50,02641 kgf/mm<sup>2</sup>) ke sampel C<sub>20</sub> (52,4385 kgf/mm<sup>2</sup>) namun mengalami penurunan pada sampel C<sub>25</sub> (35,68804 kgf/mm<sup>2</sup>) dan peningkatan kembali pada sampel C<sub>30</sub> (50,45986 kgf/mm<sup>2</sup>).
2. Hasil XRD penambahan alumina terjadi pada sampel C<sub>0</sub> didominasi oleh fasa kristobalit dan fasa *corundum*, sedangkan pada sampel C<sub>20</sub> hingga C<sub>30</sub> didominasi oleh fasa *corundum* diikuti oleh fasa kristobalit.
3. Hasil *refinement* penambahan alumina diperoleh nilai  $\chi^2$  untuk sampel C<sub>0</sub>, C<sub>20</sub>, C<sub>25</sub>, dan C<sub>30</sub> masing-masing sebesar 1,069, 1,071, 1,056, dan 1,055.
4. Kekerasan semakin meningkat dengan meningkatnya presentasi fraksi massa dari fasa *corundum*.

### B. Saran

Untuk penelitian tentang *cordierite* dengan penambahan alumina selanjutnya disarankan menggunakan bahan-bahan yang dapat disintesis dari alam mengingat

harga yang relatif murah. Lalu untuk suhu sintering harus dipastikan bahwa suhu pada alat stabil untuk mendapatkan hasil yang diinginkan. Kemudian selain senyawa doping, yang tak kalah penting adalah suhu sintering yang diharapkan mampu melakukan penelitian dengan pengaruh suhu sintering terhadap penambahan alumina pada *cordierite*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Amrulloh, Hanif. 2014. *Sintesis Zeolit Berbasis Silika Sekam Padi dengan Metode Elektrokimia Sebagai Absorben Rhodamin B*. (Skripsi). Departemen Kimia FMIPA Universitas Lampung. Bandar Lampung. Hal 41-66.
- Anonim A. 2016. *Periclase*. [www.mindat.org/min.3161.html](http://www.mindat.org/min.3161.html). Diakses Pada Tanggal 15 Mei 2016, Pukul 13.36 WIB.
- Anonim B. 2001. *Cristoballite*. Mineral Data Publishing. Version 1.2.
- Asmi, D., Low, I. M., and Connor, B. O. 2007. Quantitative Phase Compton Analysis of -Spodume ( $\text{Li}_2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 4\text{SiO}_2$ ) Modified  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CaAl}_2\text{O}_9$  Composites by Rietveld Method. *Jurnal Sains MIPA*. Vol. 13. Pp 8-12.
- Beiser, Arthur. 1992. *Konsep Fisika Modern Edisi Keempat*. Erlangga. Jakarta. Hal 234-256.
- Beltran, E. L., Phillippe, P., Christophe, B., Phillippe, B., Pierrick, B., Sebastien, L., Francois, G., Cedric, B., David, G., and Clement, S. 2006. Nanostructured Hybrid Solar Cells Based of Self. Assembled Mesoporous Titania Thin Films. *Journal Chemistry Materials*. Vol 18(26). Pp 6512-6156.
- Boch, P., and Jean, C. N. 2007. *Ceramic Materials: Process, Properties, and Application*. ISTE Ltd. London. Pp 200-202.
- Brinker, C. J., and George, W. S., 1990. *Sol-Gel Science: The Physic and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press, INC. San Diego. Pp 99-102.
- Carey, J. W., and Novrotsky, A. 1992. The Molar Enthalpy of Dehydration of Cordierite. *Journal American Mineralogist*. Vol. 77. Pp 930-936.
- Chatterjee, M., and Naskar, M. K. 2006. Sol Gel Synthesis of Lithium Aluminium Silicate Powder: The Effect of Silica Sources. *Journal Ceramic International*. Vol. 32. Pp 623-632.

- Daifullah, M. M., Awwad, N. S., and El-Reefy, S. A. 2004. Purification of Wet Phosphoric Acid from Ferric Ions Using Modified Rice Husk. *Journal Chemical Engineering and Processing*. Vol. 43. Pp 193-201.
- Della, V. P., Khun, I., and Hotza, D. 2002. Rice Husk Ash as an Alternate Source for Active Silica Production. *Journal Materials Letters*. Vol. 57. Pp 818-821.
- Fatmasari, S. R., A. Damayanti., dan E. Yuswarini. 2012. Pemanfaatan Silika Sekam Padi Sebagai Bahan Baku Pembuatan Membran untuk Desalinasi Air Laut. Scientific Conference of Environmental Technology IX. Surabaya. Hal 1-6.
- Finger, L. W., and Hazen, R. M. 1978. Crystal Structure and Compression of Ruby to 46 kbar p=0.001 kbar. *Journal of Applied Physics*. Vol. 49. Pp 5823-5826.
- Ganguli, D., and Chatterjee, M. 1997. *Ceramic Powder Preparation: Handbook. Central Glasses and Ceramic Research Institute*. India. Pp 150-152.
- Harper, A. C. 2001. *Handbook of Ceramic, Glasses, and Diamonds*. Mc Graw-Hill Companies. United States of America. Pp 5.15-5.18.
- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar FMIPA*. Universitas Jember. Jawa Timur. Hal 98-103.
- Hipedinger, N. E., Sciean, A. N., and Agleitti, E. F. 2015. Phase Development During Thermal Treatment of a Fast-Setting Cordierite-Mullite Refractory. *Procedia Material Science*. Vol. 9. Pp 305-312.
- Hunter, B. H., and Howard, C. J. 2001. *LPHM Manual, A Computer Program from Rietveld Analysis of X-Ray and Neutron Powder Diffraction Patterns. Lucas Height Research Laboratories*. Australian Nuclear Science and Technologi Organization. Australia. Pp 1-27.
- Johar, B., Masmaliza, M., and Zainal, A. A. 2009. Characterization and Phase Evolution of Cordierite Based Glasses Synthesis from Pure Oxide and Minerals. *Journal of Nuclear and Related Technologies*. Vol. 6(1). Pp 237-246.
- Kalaphaty, U. Proctor, A., and Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica From Rice Husk Ash. *Journal Bioresource Technology*. Vol. 73. Pp 257-262.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia. Jakarta.



- Kisi, E. H. 1994. Rietveld Analysis of Powder Diffraction Pattern. *Material Forum*. Vol. 18. Pp 135-153.
- Koepke, J., and Schulz, H. 1986. Single Crystal Structure Investigation Under High Pressure of Mineral Cordierite with an Improve High-Pressure Cell Sample  $p=2.2$  GPa Locality: Zabargad Island Red Sea. *Physics and Chemistry of Minerals*. Vol. 13. Pp 165-173.
- Kurama, S., and Kuama, H. 2006. The Reaction Kinetics of Rice Hush Based Cordierite Ceramic. *Journal Ceramic International*. Vol. 34. Pp 269-272.
- Lin, M. H., and Wang, M. C. 1995. Crystallization Behaviour of  $\beta$ -Spodume in the Calcination of  $\text{Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_3$  Gels. *Journal of Materials Science*. Vol. 30. Pp 2716-2721.
- Marghussian, V, K., Balazadegan, U., Eflekhari, Y, B. 2009. The Effect of BaO and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Addition on the Crystalline Behaviour of Cordierite Glass Ceramics in the Presence of  $\text{V}_2\text{O}_5$  Nucleant. *Journal of European Ceramic Society*. Vol. 29. Pp 39-46.
- Merli, M., Paseve, A., Ranzini, M. 2002. Study of Electron Density in  $\text{MgO}(\text{Mg}_{0.963}\text{Fe}_{0.037})\text{O}$  and  $\text{C}_4\text{O}_2$  by the Maximum Entropy Method and Multipole Refinement: Comparison Between Method Sample: Multipole Refinement. *Physics and Chemistry of Mineral*. Vol. 29. Pp 455-464.
- Muljadi, dan Sebayang, P. 2009. Pembuatan dan Karakterisasi Gelas Keramik Berbasis Sistem  $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ . *Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi*. Hal 426-430.
- Naskar, M. K., dan Chatterjee, M. 2004. A Novel Process for the Synthesis of Cordierite ( $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$ ) Powder from Rice Husk Ash and Other Sources of Silica and Their Comparative Study. *Journal of Europe Ceramic Society*. Vol. 24. Pp 3499-3508.
- Pahlepi, R., Simon, S., dan Kamisah, D. P. 2013. Pengaruh Penambahan MgO pada  $\text{SiO}_2$  Berbasis Silika Sekam Padi Terhadap Karakteristik Komposit  $\text{MgO-SiO}_2$  dan Kesesuaiannya Sebagai Bahan Pendukung Katalis. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. Vol. 1(02). Hal 161-169.
- Pandiangan, K. D., and Simanjuntak, W. 2013. Transesterification of Coconut Oil Using Dimethyl Carbonate and  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  Heterogeneous Catalyst. *Industry Journal of Chemistry*. Vol. 13(1). Pp 47-52.
- Peacor, D. R. 1973. High Temperature Single Crystal Study of the Crystoballite Inversion Note: Cell Has Been Corrected Sample  $T=210^\circ\text{C}$  Locality: Ellora Caved, Hyderabad State, India. *Zeitschrift for Kristallographie*. Vol. 138. Pp 274-298.

- Pinero, M., Atik, M., and Zarzeyki, J. 2009. Cordierite  $ZrO_2$  and Cordierite- $Al_2O_3$  Composites Obtained by Somocatalyc Method. *Journal of Non-Crystalline Solid*. Vol 147&148. Pp 523-531.
- Quarkertown, 2007. *High Precision Machining of Hard Materials*. Cordierite Information. Profided by Insaco. USA. 18951-9006.
- Rahaman, M. N. 1995. *Ceramic Processing and Sintering, Second Edition*. Departement of Ceramic Engineering. University Missorury-Rola. Rolla Missouri. Pp 214-219.
- Rahman, I., and Padavettan, V. 2012. Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size. Dependent Properties , Surface Modification and Application in Silica Polymer Nanocomposites. A Riview. *Journal of Nanomaterials*. Vol. 23. Pp 1-15.
- Reynen, P. 1979. The Impace of Sintering Theory on Powder Technology. *Proceeding of the 4<sup>th</sup> Yugoslov-German Meeting on material Science and Development*. Pp 66-95.
- Richardson, J. P. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York. Pp 586-589.
- Rohmah, U. 2016. *Karakteristik Mikrostruktur dan Konduktivitas Listrik Cordierite ( $2MgO.2Al_2O_3.5SiO_2$ ) Berbasis Silika Sekam Padi dengan Penambahan Alumina ( $Al_2O_3$ ) (0, 20, 25, 30 wt%)*. (Skripsi). Departemen Fisika FMIPA Universitas Lampung. Bandar Lampung. Hal 33-43.
- Salwa, A. M. Abdel, H., and Bakr, I. M. 2007. Effect of Alumina on Ceramic Properties of Cordierite Glass. Ceramic From Basalt Rock. *Journal of the Europe Ceramic Society*. Vol. 27. Pp 1893-1897.
- Sawada, H. 1995. An Electron Density Residual Study of Magnesium Alumunium Oxide. *Material Researc Bulletin*. Vol. 30(3). Pp 341-343.
- Sebayang, P., Muljadi., dan Hans, H. 2006. Pengaruh Komposisi MgO terhadap Sifat Fisis dari Bahan Keramik Teknik Berbasis MgO-SiO<sub>2</sub>, Bahan Konduktor Padat Indonesia. *Forum Bahan Konduktor Padat: Balai Besar Teknologi Energi*. Vol. 3(1). Hal 28-32.
- Sembiring, Simon. 2014. *Buku Ajar Preparasi dan Karakteristik Bahan*. Universitas Lampung. Bandar Lampung. Hal 45-48.
- Sembiring, S., dan Posman, M. 2009. Synthesis and Characterisation of Cordierite ( $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ ) Ceramic Based in the Rice Husk Silica. *Proceeding SN SMP 09*. Pp 417-423.

- Sembiring, S., Posman, M., dan Pulung, K. K. 2009. Pengaruh Suhu Tinggi Terhadap Karakteristik Keramik Cordierite Berbasis Silika Sekam Padi. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. Vol. 5(1). Pp 1-4.
- Sembiring, S., W., Simanjuntak., Rudy, S., Agus, R., and Kerista, S. 2016. Preparation of Refractory Cordierite using Amorphous Rice Husk Silica for Thermal Insulation Purposes. *Ceramics International*. Vol. 42. Pp 8431-8437.
- Shackelford, J. F., and Robert, H. D. 2008. *Ceramic and Glass Materials: Structure, Properties, and Processing*. Springer. New York. Pp 9-10.
- Sijabat, K. 2007. *Pembuatan Keramik Paduan Cordierite ( $2MgO.2Al_2O_3.5SiO_2$ ) – Alumina ( $Al_2O_3$ ) Sebagai Bahan Refraktori Dan Karakterisasinya*. (Tesis). Sekolah Pascasarjana Universitas Sumatera Utara. Hal 41-46.
- Sitorus, T. K. 2008. *Pengaruh Penambahan Silika Amorif dari Sekam Padi Terhadap Sifat Mekanis dan Sifat Fisis Mortar*. (Skripsi). Departemen Fisika Universitas Sumatera Utara. Medan. Hal 23.
- Smallman, R. E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern, Edisi Keempat*. PT. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta. Hal 137-140.
- Smith, W. F. 1990. *Principle of Materials Science and Engineering*. Mc Graw-Hill. United States of America. Pp 581.
- Sofyan, G. G. I. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Bahan Keramik Cordierite dari Abu Sekam Padi*. (Skripsi). Departemen Kimia Universitas Negeri Semarang. Semarang. Semarang. Hal 9-10.
- Suka, I. G., Wasinton, S., Simon, S., Evi, T. 2008. Karakterisasi Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *Jurnal MIPA*. Vol 37(1). Hal 47-52.
- Suka, O. M. G., Riyanto, A., dan Sembiring, S. 2009. Karakteristik Fungsionalitas Borosilikat Berbasis Sekam Padi Akibat Pengaruh Kalsinasi. *Prosiding SN SMAP*. Hal 72-75.
- Surdia, T., dan Saito, S. 1999. *Pengetahuan Bahan Teknik*. Pradnya Paramida. Jakarta. Hal. 134-135.
- Sutarno, M. 2007. Analisis Kehadiran Fasa Spinel  $MgAl_2O_4$  pada Sistem Komposit Keramik  $Al_2O_3$ - $MgO$ . *Jurnal Exacta*. Vol. V(2), Hal 90-94.
- Taylor, E. W. 1949. *Correlation of The Mohs's Scale of hardness with The Vickers's Hardness Number*. Messrs. Coke, Troughton&Simms, Ltd. New York. Pp 718-721.

- Vlack, V. 1992. *Ilmu dan Teknologi Bahan (Ilmu Logam dan Bukan Logam), Edisi Kelima*. Erlangga. Jakarta.
- Wang, T., Senghua, Y., Kai, S., and Xuefei, F., 2011. Preparation of Pt/Beta Zeolite – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cordierite Monolith for Automobile Exhaust Purifications. *Journal Ceramic International*. Vol. 37. Pp 621-626.
- Wolfovich, M. A., Landov, M. V., Brenner, A., and Herskowitz, M. 2004. Industry Engineering Chemistry. *Resonance*. Vol. 43, pp 5089-5097.
- Worrall, W. E. 1982. *Ceramic Raw Material*. Second Revised Edition. Institute of Ceramics Textbox Series. Oxford. Pp 94-95.
- Yalamac, E. 2004. *Preparation Of Fine Spinel And Cordierite Ceramic Powders By Mechano-Chemical Techniques*. (Thesis). Departement Materials Science and Engineering Izmir Institute Of Technology. Turkey. Pp 44-46.
- Young, R. A. 1995. *The Rietveld Method*. Oxford University Press. New York.