

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilakukan pada bulan Agustus - November 2012 di Laboratorium Fisika Material, Fisika Dasar, Kimia Instrumentasi, dan Kimia Fisik FMIPA Unila. Sedangkan karakterisasi sampel dengan alat X-Ray dilakukan di Laboratorium Institut Teknologi Surabaya dan karakterisasi sampel dengan alat SEM dilakukan di Laboratorium P3GL Bandung.

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

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

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: neraca *ohauss*, *beaker glass*, pipet tetes, kompor listrik, *oven*, spatula, labu kimia (*erlenmeyer*), gelas ukur, *aluminium foil*, alat penyaring (ayakan), alat *pressing*, *hot plate stirrer*, tungku pemanas, *mortar* dan *pastel*, cawan tahan panas, kertas saring, kertas *tissue*, alat cetak (*die*), XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

## **2. Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sekam padi, Aluminium Nitrat Hidrat ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), larutan KOH 5%, dan *aquades*.

## **C. Prosedur Penelitian**

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

Sekam padi yang diambil dari pabrik penggilingan dicuci hingga bersih dengan menggunakan air panas selanjutnya direndam sejenak. Sekam padi yang direndam akan menjadi 2 bagian, bagian yang mengapung dan bagian yang tenggelam, bagian yang tenggelam diambil untuk diproses ke tahap selanjutnya. Sekam padi yang telah dicuci kemudian direndam dengan menggunakan air panas selama 6 jam untuk menghilangkan kotoran-kotoran (zat organik) yang larut dalam air (Pandiangan dkk, 208), lalu tiriskan dan keringkan di bawah sinar matahari hingga kering. Selama proses penjemuran, sekam padi diratakan agar sekam dapat kering secara menyeluruh dan merata. Selain dikeringkan di bawah sinar matahari, pengeringan juga dapat dilakukan dengan menggunakan oven. Namun, dari kedua metode pengeringan, pengeringan yang menggunakan matahari adalah yang paling efektif karena penyebaran panas di dalam bahan berlangsung secara bertahap dan menyeluruh sehingga penyerapan air ke udara lebih merata (Harsono, 2002).

## 2. Pembuatan Sol Silika

Sekam padi yang telah dicuci dan dikeringkan ditimbang sebanyak 50 gram. Masukkan sekam padi ke dalam ke dalam *beaker glass* kemudian direndam dalam larutan KOH 5% sebanyak 500 ml sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya (Daifullah *et al.*, 2004; Nurhayati, 2006; Ginting, 2006; Sembiring, 2006). Sekam padi yang telah terendam tersebut dipanaskan dengan menggunakan kompor listrik sambil sesekali diaduk, jika telah dilakukan pemanasan selama 30 menit, campuran sekam dan KOH itu diangkat. kemudian mendinginkan sejenak untuk menghilangkan uap panasnya. Setelah uap panasnya hilang, rebusan sekam ditutup dengan menggunakan plastik *press* dan mendinginkannya selama 24 jam. Kemudian memisahkan ampas sekam dari ekstraknya dengan menggunakan corong *bucher*. Ekstrak yang diperoleh tersebut merupakan hasil silika yang berbentuk larutan (*sol*).

## 3. Pembuatan Larutan Aluminium Nitrat Hidrat

Menimbang bubuk Aluminium Nitrat Hidrat ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) sebanyak 44,25 gram. Lalu memasukkan bubuk tersebut ke dalam labu kimia (*erlenmeyer*). Bubuk Aluminium Nitrat Hidrat dihidrolisis dengan menggunakan *aquades* hingga volume yang terukur menunjukkan skala 250 ml. Larutan Aluminium Nitrat Hidrat dikocok hingga merata agar hasil larutan yang diperoleh akan homogen (seragam).

#### 4. Proses *Sol-Gel* Komposit Aluminosilikat $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$

Secara umum pembuatan sampel diawali dengan pembentukan larutan dari hasil ekstraksi, kemudian pembuatan *gel*. Pemanasan dilakukan untuk menghasilkan padatan. Pada penelitian perbandingan massa alumina dan silika adalah 3:2. Langkah-langkah antara lain: *sol* silika dimasukkan ke dalam gelas kimia (*erlenmeyer*) kemudian diaduk beberapa saat dengan *hot plate stirrer* 30 menit sampai bahan merata. Setelah diaduk biarkan campuran *sol* silika dan larutan aluminium nitrat hidrat selama 24 jam agar terjadi proses penuaan (*aging*). Setelah terlihat pisahan antara *sol* dan *gel*, keduanya mulai dipisahkan. Setelah itu, menyaring *gel* tersebut dengan menggunakan alat vakum yang telah dilapisi kertas saring. Hasil penyaringan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama 24 jam hingga kering. Sampel yang didapat selanjutnya digerus dan diayak hingga ukuran butiran  $125\ \mu\text{m}$ , sampel kemudian ditimbang. Sampel yang didapat selanjutnya digerus hingga halus dan diayak. Menimbang serbuk menggunakan neraca.

#### 5. Pencetakan sampel/pellet (*pressing*)

Pencetakan (*pressing*) dilakukan pada sampel aluminosilikat  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  yang telah diayak sehingga dihasilkan sampel padat berbentuk silinder yang selanjutnya digunakan pada proses sintering dan karakterisasi XRD dan SEM.

Prosedur kerja pencetakan sampel tersebut adalah sebagai berikut: Sebanyak 2 gram sampel ditimbang dengan neraca digital. Sampel dimasukan ke dalam tabung silinder baja sebagai cetakan. Tabung silinder baja yang telah berisi

sampel dimasukkan pada alat penekan (*Hydraulic*). Tekanan diberikan pada tabung silinder baja dengan alat penekan (*Hydraulic*) dengan beban 318,47 MPa. Sampel yang telah padat dikeluarkan dari rongga tabung silinder baja. Sampel disimpan dalam wadah tertutup.

## **6. Sintering**

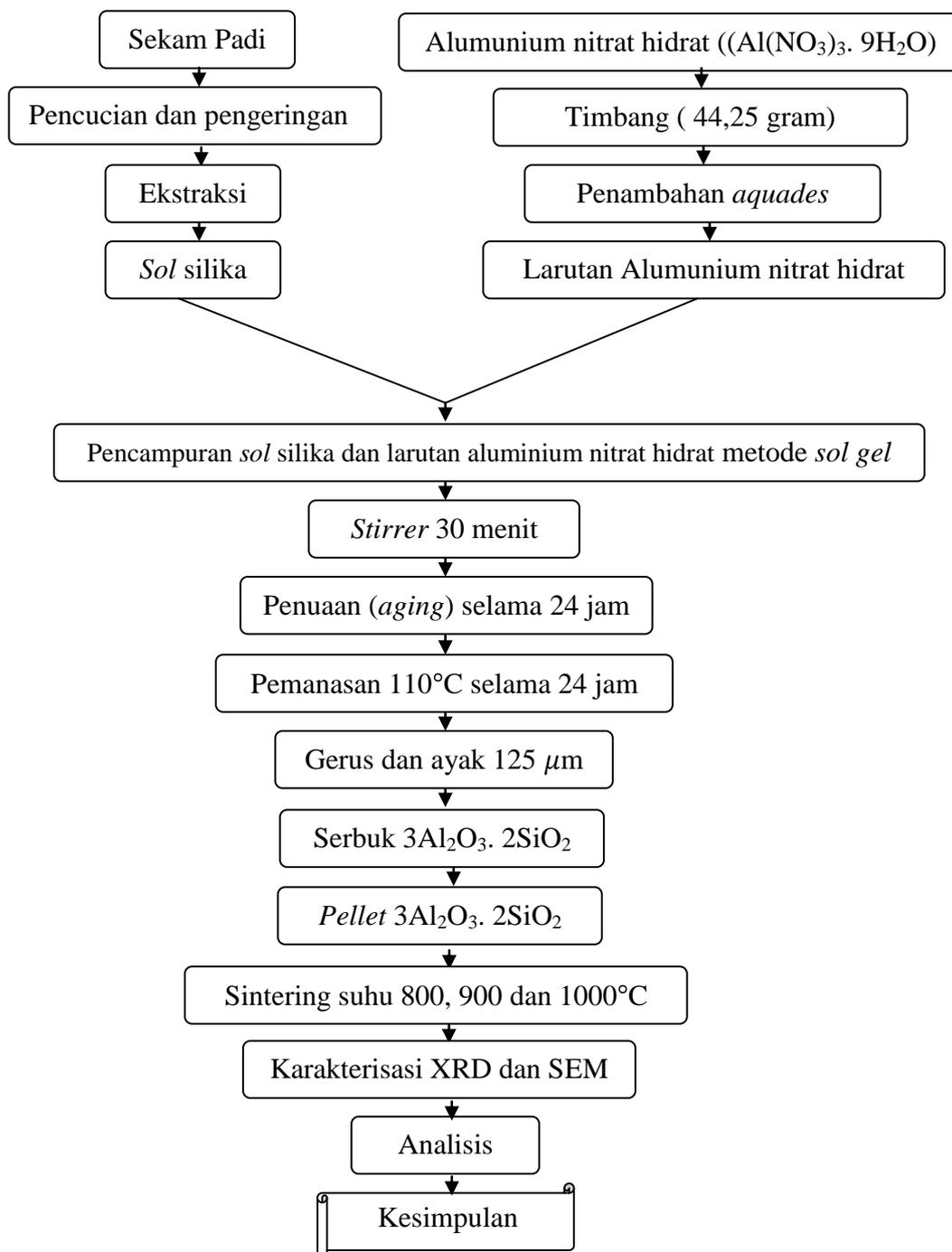
Sintering dilakukan pada sampel komposit aluminosilikat  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  berbentuk serbuk dengan variasi suhu 800, 900, dan  $1000^\circ\text{C}$  dengan suhu  $3^\circ/\text{menit} \pm 4$  jam. Sebagai pembandingan dalam penelitian ini ada satu sampel yang tidak diberi perlakuan sintering.

### **D. Karakterisasi**

Karakterisasi dilakukan pada sampel komposit yang disintering pada suhu 800, 900, dan  $1000^\circ\text{C}$  dan pada sampel yang tidak mendapat perlakuan suhu dengan menggunakan XRD dan SEM. Uji XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur sampel komposit aluminosilikat  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  dengan mengetahui komposisi dasar senyawa pada sampel. Uji SEM dilakukan untuk mengetahui karakteristik mikrostruktur pada sampel yang outputnya berupa gambar 3 dimensi seperti yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya (Rachmaini, 2010; Nurhayati; 2006).

### E. Diagram Alir Penelitian

Secara umum, tahapan percobaan yang dilakukan dalam penelitian ini ditunjukkan oleh diagram alir seperti pada Gambar 3.1 berikut.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian