

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober sampai dengan November 2014. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Unila, Laboratorium Kimia Biomassa Terpadu FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Analisis Fisika PT. Semen Baturaja (Persero) Tbk. Pabrik Panjang, Lampung. Karakterisasi sampel dilaksanakan Divisi Karakterisasi Material, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FT Institut Teknologi Sepuluh November, Laboratorium Teknik Kimia Institut Teknologi Bogor dan Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju BATAN.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Dalam penelitian ini alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain yaitu tungku pembakaran, tudung, pipa besi, pipa PVC 3 inci, pipa ½ inci, kompresor, *beaker glass*, gelas ukur, timbangan digital, cawan anti panas, corong, corong *bucher*, labu ukur, pipet tetes, oven, spatula, *mortar* dan *pastel*, *Thermolyne Furnance* 47900, *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Differential Scanning*

Calorymetri (DSC)/Thermogravimetry Analyzer (TGA), X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscopy(SEM)/Energy Dispersed Spectroscopy (EDS).

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tempurung kelapa, sekam padi, arang aktif, HCl 37% (asam klorida), *aquades*, NaOH teknis, alkohol 70%, kertas saring, tisu, kertas label, aluminium foil, plastik press.

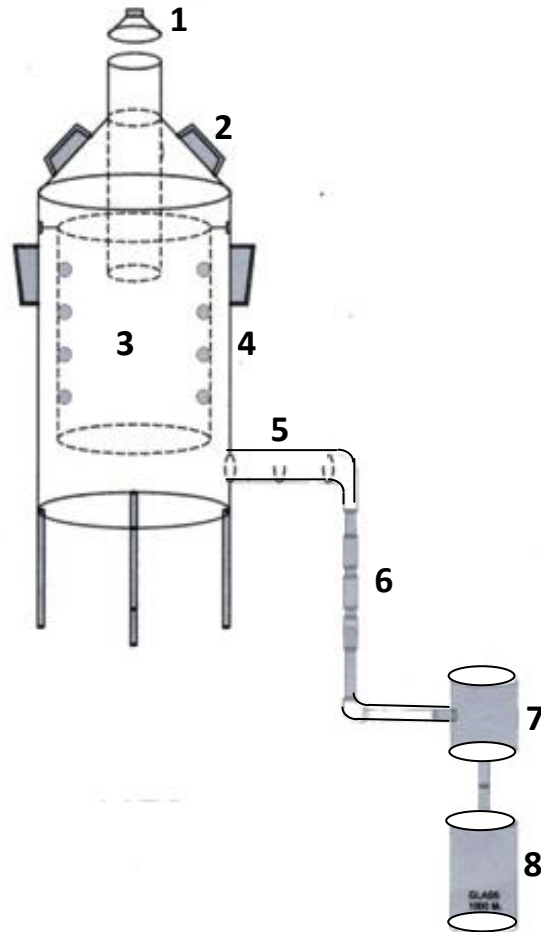
C. Prosedur Penelitian

Adapun langkah-langkah yang dilakukan adalah perancangan dan pembuatan alat pembakaran, preparasi tempurung kelapa, preparasi adsorben, preparasi larutan NaOH, sintesis Na_2CO_3 , kalsinasi sampel, sintering sampel dengan *Furnance*. Karakterisasi sampel dengan menggunakan *Fourier Thermal Infra Red (FTIR)* untuk mengetahui gugus fungsi, *Differential Scanning Calorymetri (DSC)* yang dilengkapi *Thermogravimetry Analyzer (TGA)* untuk mengetahui karakteristik sifat termal, *X-Ray Difrraction (XRD)* untuk mengetahui karakteristik struktur yang dianalisis, dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* yang dilengkapi *Energy Dispersed Spectroscopy (EDS)* untuk mengetahui mikrostruktur.

1. Perancangan dan Pembuatan Alat

Alat tungku pembakaran dirancang agar dapat menghasilkan gas CO_2 dan mengalirkannya melalui pipa besi menuju adsorben kemudian gas CO_2 yang

sudah diadsorpsi masuk ke dalam larutan NaOH. Skema alat ditampilkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema Alat Tungku Pembakaran

Berikut ini adalah keterangan komponen alat beserta fungsinya yang digunakan pada penelitian ini :

1. Kipas angin yang berfungsi untuk memberi udara pada proses pembakaran dan juga menahan asap yang keluar ke atas;

2. Tudung terbuat dari besi sebagai penutup dan bagian tengah diberi lubang untuk tempat kipas;
3. Drum kecil berfungsi sebagai tempat pembakaran tempurung kelapa, diberi lubang bagian selimutnya agar asap hasil pembakaran dapat keluar;
4. Drum besar berfungsi menampung drum kecil dan tempat pembakaran berlangsung;
5. Pipa penyalur yang berfungsi untuk mengeluarkan asap dari hasil pembakaran;
6. Pipa yang berisi adsorben arang aktif dan sekam padi untuk menyaring asap hasil pembakaran;
7. Kompresor yang berfungsi untuk menyedot asap dari hasil pembakaran;
8. *Beaker glass* berisi larutan NaOH sebagai tempat pereaksi CO₂.

2. Preparasi Tempurung Kelapa

Untuk mendapatkan Na₂CO₃, proses awal yang harus dilakukan adalah membersihkan sabut yang masih menempel di tempurung kelapa hingga bersih. Menjemur tempurung kelapa yang sudah bersih di bawah matahari hingga kering agar kadar air dalam tempurung berkurang. Kemudian memecah tempurung kelapa yang berukuran besar dengan menggunakan palu menjadi beberapa bagian agar luas permukaan pembakaran menjadi lebih luas dan proses pembakaran berjalan cepat. Menyusun tempurung kelapa yang telah dipecah menjadi beberapa bagian ke dalam tungku pembakaran.

3. Preparasi Adsorben

Adsorben yang digunakan antara lain sekam padi dan arang aktif. Adapun langkah yang dilakukan dalam preparasi adsorben adalah sebagai berikut :

a. Preparasi sekam padi

Sebelum digunakan sebagai adsorben, terlebih dahulu sekam padi dicuci hingga bersih dengan menggunakan air dan merendamnya dalam air selama 1 jam. Sekam padi yang mengapung dibuang sedangkan yang tenggelam diambil. Kemudian sekam padi direndam dengan menggunakan air panas selama 6 jam untuk menghilangkan pengotor organik lalu ditiriskan selanjutnya mengeringkan sekam padi selama 6 jam di bawah sinar matahari. Merendam sekam padi yang telah dibersihkan ke dalam larutan KOH dan dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit dan didiamkan selama 24 jam. Ampas dari sekam padi yang tidak digunakan tersebut diambil sebagai adsorben.

b. Preparasi arang aktif

Untuk membuat adsorben dari arang aktif terlebih dahulu dengan menggerus arang dari batok kelapa sisa pembakaran. Kemudian merendam arang yang telah digerus ke dalam HCl selama 24 jam. Hal ini bertujuan untuk memperluas permukaan dan memperbesar pori-pori arang agar kualitas arang menjadi semakin baik. Pada saat proses perendaman, arang ada yang mengambang dan ada yang tenggelam. Arang yang mengapung merupakan arang yang tidak teraktivasi, sedangkan arang yang tenggelam merupakan arang yang teraktivasi dan dapat digunakan sebagai adsorben. Setelah direndam, arang kemudian disaring menggunakan kertas saring sambil dibilas dengan aquades. Arang aktif yang sudah dibilas dikeringkan ke dalam oven pada suhu 110°C selama 10 jam agar kadar air yang ada di arang hilang.

4. Preparasi Larutan NaOH

Menyiapkan NaOH yang digunakan sebagai pereaksi dengan CO_2 untuk menghasilkan endapan Na_2CO_3 . Menimbang NaOH sebanyak 180 gram dengan neraca, melarutkan NaOH ke dalam *aquades* sebanyak 500 ml sampai NaOH benar-benar larut dan homogen.. Mengulang menimbang NaOH 200 gram dan melarutkan NaOH ke dalam *aquades* sebanyak 500 ml untuk mendapatkan konsentrasi NaOH 10 M.

5. Sintesis Na_2CO_3

Menyusun tempurung kelapa yang telah dipreparasi sebelumnya ke dalam tungku pembakaran. Selanjutnya menyusun adsorben di dalam wadah yang terbuat dari paralon dan memberi penyaring sebagai pemisah adsorben. Adsorben yang digunakan sekali pembakaran. Menyiapkan larutan NaOH sebanyak 180 gram/500 ml ke dalam *beaker glass*. Setelah semua persiapan selesai maka pembakaran tempurung kelapa dapat dimulai dengan melakukan pembakaran langsung di dalam tungku. Menutup tungku dengan tudung yang terbuat dari plat besi kemudian 15 menit kemudian meletakkan kipas angin di lubang tudung agar ada oksigen yang masuk ke dalam tungku pembakaran untuk membantu proses pembakaran.

Pembakaran dilakukan selama 6 jam. Asap akan mengalir melalui pipa kemudian asap akan masuk ke dalam adsorben untuk menyaring kotoran-kotoran yang tidak diharapkan seperti partikulat sehingga asap yang dihasilkan murni. Asap yang sudah disaring oleh adsorben kemudian mengalir ke dalam larutan NaOH, larutan tersebut akan bereaksi dan menghasilkan endapan Na_2CO_3 . Proses ini akan

berlangsung secara terus menerus hingga tidak ada lagi asap yang mengalir melalui pipa. Selanjutnya mengulangi lagi pembakaran seperti diatas dengan menggunakan NaOH sebanyak 200 gram/500 ml.

6. Pemisahan Na₂CO₃

Gas CO₂ yang masuk ke dalam larutan NaOH perlahan-lahan akan membentuk endapan. Kemudian endapan tersebut dibersihkan dengan alkohol 70% hingga berwarna putih. Hal ini bertujuan untuk memisahkan senyawa-senyawa organik yang ada pada endapan. Selanjutnya endapan tersebut disaring menggunakan kertas saring.

7. Kalsinasi

Endapan Na₂CO₃ yang berwarna putih kemudian dikalsinasi dengan suhu 110 °C. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan kadar air yang ada pada sampel. Kemudian menggerus sampel yang sudah dikalsinasi hingga halus. Memasukkan sampel yang sudah digerus ke dalam wadah. Kemudian menimbang sampel dengan timbangan digital.

8. Sintering

Sintering sampel dengan suhu 800, 825 dan 850 °C dengan *hold time* 3 jam menggunakan *Thermolyne Furnance* 47900.

9. Karakterisasi

a. FTIR (Fourier Transform Infra Red)

Karakterisasi pada sampel ini menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) Merk Varian Seri Scimitar 2000 series untuk mengetahui gugus fungsi

bahan natrium karbonat. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses FTIR adalah:

1. Menimbang sampel halus sebanyak $\pm 0,1$ gram
2. Menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa $\pm 1\%$ dari berat KBr.
3. Mencampur KBr dan sampel ke dalam *mortal* dan mengaduk hingga keduanya rata.
4. Menyiapkan cetakan *pellet*, mencuci bagian sampel, base dan tablet *frame* dengan kloroform.
5. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
6. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
7. Meletakkan cetakan pompa hidrolis dan memberikan tekanan sebesar ± 8 gauge.
8. Menghidupkan pompa vakum selama 15 menit.
9. Mematikan pompa vakum, kemudian menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara.
10. Melepaskan *pellet* KBr yang telah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada tablet *holder*.
11. Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan computer.
12. Menempatkan sampel dalam alat interferometer, kemudian menyalakan FTIR pada komputer dan mengisi data.
13. Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber listrik.

b. SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Electron Dispersed Spectroscopy*)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur Na_2CO_3 untuk sampel setelah sintering. Langkah-langkah dalam proses SEM adalah sebagai berikut:

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

c. XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi difraksi sinar-X bertujuan untuk mengetahui struktur kristal senyawa Na_2O . Langkah-langkah untuk melakukan proses karakterisasi XRD adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, kemudian merekatkannya pada kaca dan memasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sample holder*) dengan lilin perekat

2. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sample holder* kemudian meletakkannya pada *sample stand* dibagian *goniometer*.
3. Memasukkan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “*start*” pada menu komputer, dimana sinar-x akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin *printer*.
6. Mengambil sampel setelah pengukuran cuplikan selesai.
7. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t).
8. Setelah data diperoleh analisis *kualitatif* dengan menggunakan *search match analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standard (data base PDF = *Power Diffraction File data base*).

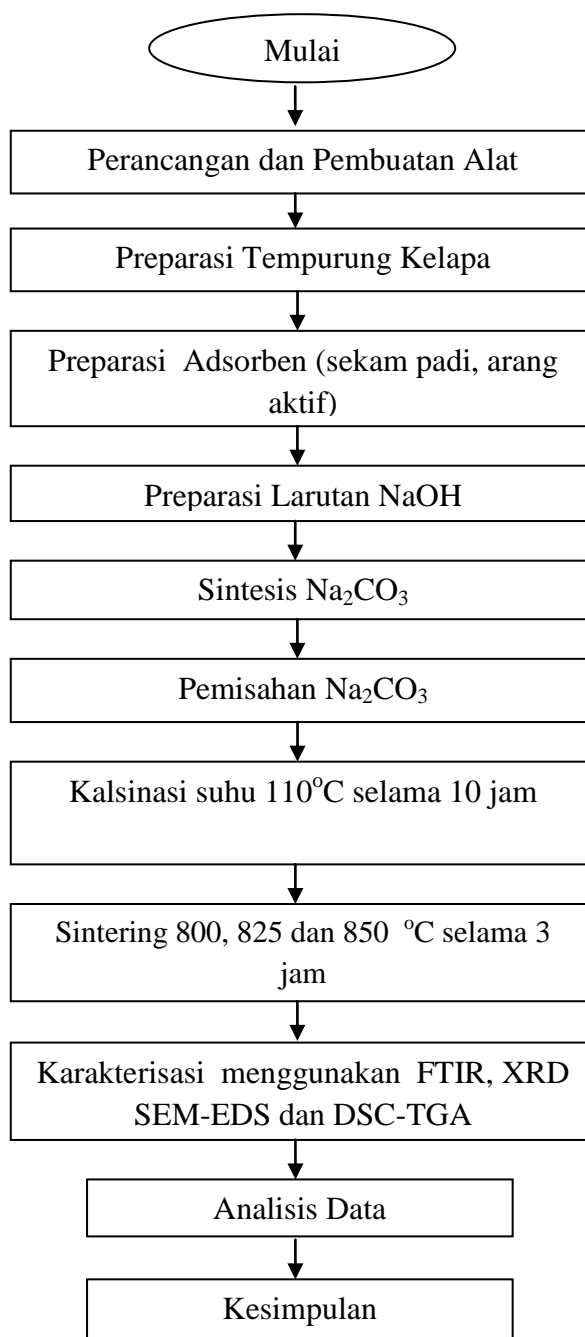
d. DSC-TGA(Differential Scanning Calorimetri-Thermogravimetry Analysis)

Karakterisasi menggunakan DSC dilakukan untuk mengetahui sifat termal dan perubahan fasa yang terbentuk berdasarkan penyerapan/pelepasan kalor pada sampel Na₂O. Sampel berupa serbuk yang telah halus diletakkan di dalam pan, sedangkan untuk sampel rubbery diletakkan pada plat kaca dan dikeringkan, kemudian film yang dihasilkan dipotong seukuran pan (diameter film sekitar 3-4

mm). Sampel dalam pan di crimping dengan tutup stainlesssteel menggunakan alat crimp. Alat DSC dihidupkan dengan mengalirkan gas nitrogen dan diatur kenaikan temperaturnya 2 °C/menit. Untuk kalibrasi temperatur dan panas DSC, pada alat diletakkan blanko berupa pan kosong dan sampel berisi zat pengkalibrasi yaitu indium dan/atau seng. Setelah kalibrasi selesai, sampel indium dan/atau seng diganti dengan sampel Na₂O yang diukur, dan pan blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat diatur 50 °C di bawah T_g sedangkan untuk sampel rubbery (T_g rendah), digunakan nitrogen cair untuk temperatur sangat rendah.

10. Diagram Alir

Tahapan dalam penelitian ini dapat dilihat pada diagram alir pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram Alir Penelitian