

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2014 hingga Desember 2014. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Biomassa FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Analisis Fisika PT. Semen Baturaja, Lampung, Divisi Karakterisasi Material Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS, Laboratorium Teknik Kimia ITB, Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju BATAN.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Dalam penelitian ini alat yang digunakan antara lain yaitu tungku pembakaran, tudung, pipa besi, pipa PVC, pipa $\frac{3}{4}$ inchi, kipas kecil, *beaker glass*, gelas ukur, neraca, cawan anti panas, corong, labu ukur, pipet tetes, kertas saring, aluminium foil, plastik press, oven, spatula, mortar dan pastel, pompa air, *furnace*, *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

2. Bahan

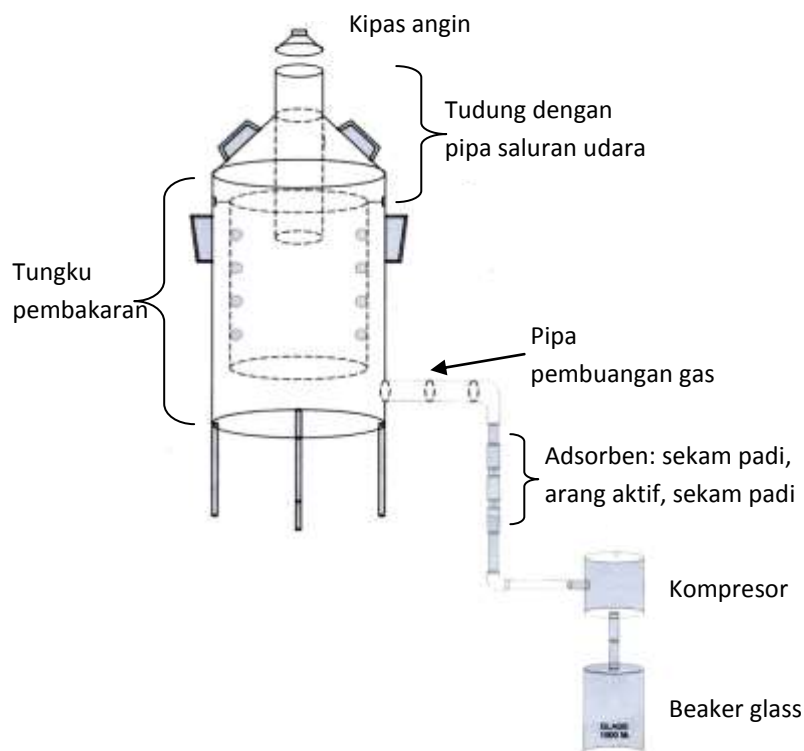
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tempurung kelapa, sekam padi, arang aktif, HCl 37% (asam klorida), aquades, NaOH teknis, alkohol 70%.

C. Prosedur Penelitian

Langkah-langkah yang dilakukan pada penelitian ini adalah pembuatan tungku pembakaran tempurung kelapa, preparasi tempurung kelapa, preparasi adsorben, preparasi larutan NaOH, sintesis Na_2CO_3 , kalsinasi, sintering, dan karakterisasi sampel dengan menggunakan FTIR, DTA, XRD dan SEM.

1. Perancangan Alat Pembakaran

Asap hasil pembakaran tempurung kelapa akan dialirkan melalui pipa-pipa yang sudah berisi adsorben yang kemudian diteruskan ke larutan NaOH. Skema alat pembakaran ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Skema alat pembakaran

2. Preparasi Tempurung Kelapa

Sebelum dilakukan pembakaran tempurung kelapa, langkah awal yang dilakukan yaitu membersihkan sabut kelapa hingga bersih. Untuk mengurangi kadar air dalam tempurung kelapa dilakukan penjemuran tempurung di bawah sinar matahari langsung. Selanjutnya, membelah tempurung kelapa menjadi bagian kecil yang homogen untuk memudahkan proses pembakaran pada tungku. Menyusun pecahan-pecahan tempurung kelapa pada tungku dan selanjutnya dilakukan pembakaran.

3. Preparasi Adsorben

Proses penyaringan asap hasil pembakaran tempurung kelapa menggunakan adsorben sekam padi dan arang aktif. Adapun langkah yang dilakukan dalam preparasi adsorben sebagai berikut:

a. Preparasi sekam padi

Mencuci sekam hasil penggilingan padi menggunakan air hingga bersih selama 1 jam dengan cara merendamnya. Sekam padi yang berada dibawah diambil dan bagian yang mengapung dibuang. Kemudian merendam sekam menggunakan air panas selama 6 jam dan mengeringkannya dibawah sinar matahari hingga kering merata. Memanaskan sekam pada larutan KOH menggunakan kompor listrik selama 30 menit, dan meng-*aging* selama 24 jam. Ampas hasil ekstraksi di ambil sebagai adsorben.

b. Preparasi arang aktif

Untuk adsorben dari arang aktif, yaitu dengan menggerus arang hasil pembakaran tempurung kelapa. 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. 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 5 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 80 gram dengan neraca. Melarutkan NaOH ke dalam aquades sebanyak 100 ml sampai NaOH benar-benar terlarut dan homogen.

5. Sintesis Na_2CO_3

Menyusun tempurung kelapa yang telah dipreparasi sebelumnya ke dalam tungku pembakaran, agar proses pembakaran tetap berlangsung maka pada bagian samping tungku diberikan sedikit lubang. 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 80 gram/100 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 yang telah disambungkan dengan pipa besi untuk mengalirkan asap. Pembakaran dilakukan selama 5 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.

6. Pemisahan Na_2CO_3

Gas CO_2 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 Na_2CO_3 yang berwarna putih kemudian dikalsinasi dengan suhu 110°C selama 8 jam. 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.

8. Sintering

Na_2CO_3 yang sudah digerus kemudian di sintering pada suhu 800, 825 dan 850°C selama 3 jam. Hal ini bertujuan untuk membentuk Na_2O dari Na_2CO_3 . Kemudian sampel digerus sampai halus.

9. Karakterisasi

a. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dilakukan 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 hidrolik 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 mengklik FTIR 8400 pada komputer dan mengisi data.
13. Mengklik "*sample star*" untuk memulai dan untuk memunculkan harga gelombang mengklik "Clac" pada menu, kemudian mengklik "peak table" kemudian mengklik "OK".
14. Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber listrik.

b. XRD (*X-Ray Diffraction*)

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

c. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

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

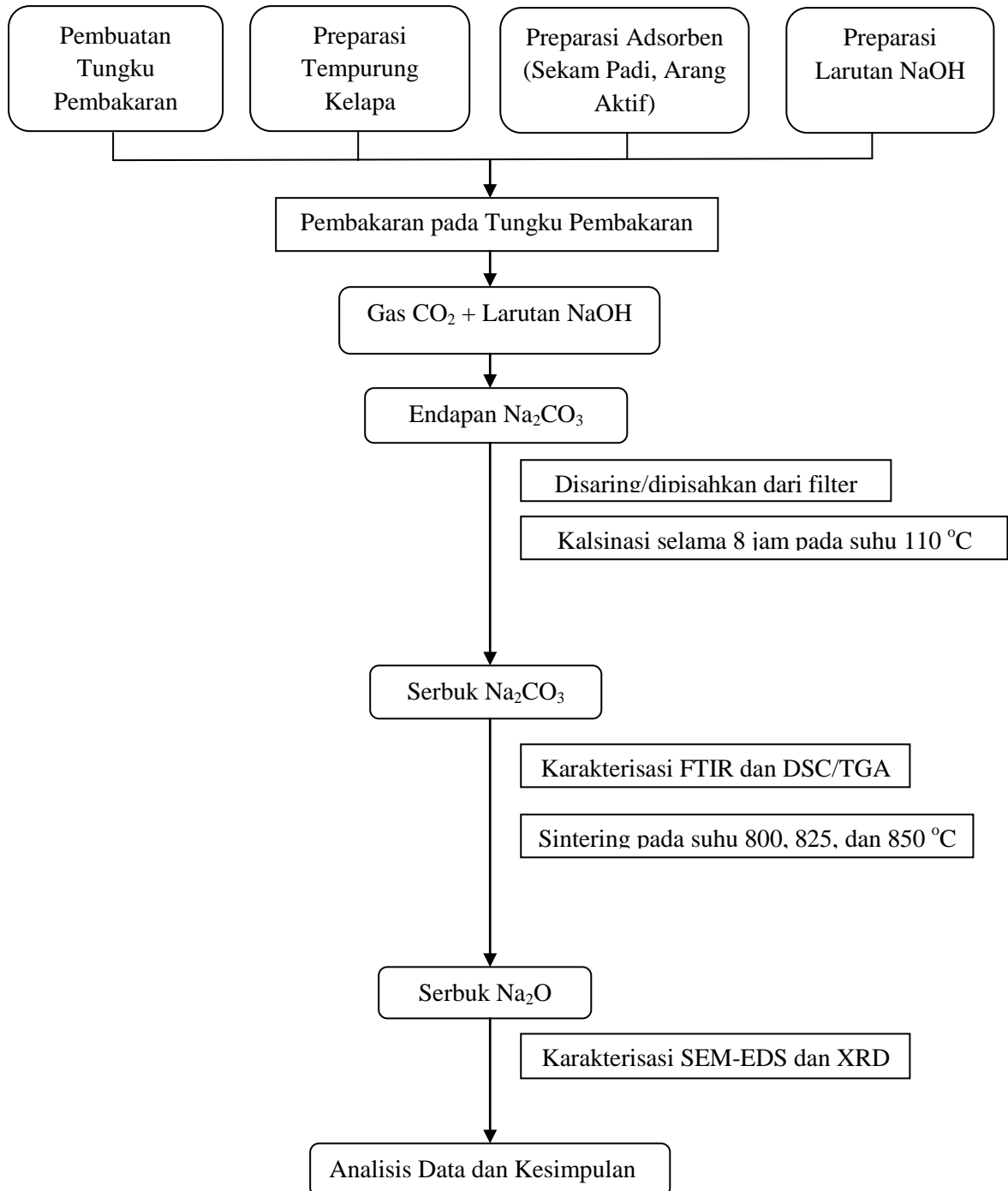
1. Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacuum column*, dimana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
2. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai 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.

d. DSC (*Differential Scanning Calorimetry*)

Pengukuran dengan DSC dilakukan untuk menganalisis sifat termal dan perubahan fasa yang terbentuk berdasarkan penyerapan maupun pelepasan kalor pada sampel Na_2O . Sampel uji diletakkan dalam pan, sedangkan sampel pembanding diletakkan pada plat kaca. Sampel dalam pan ditutup menggunakan stainlesssteel menggunakan alat crimp. Selanjutnya mengalirkan gas nitrogen dan mengatur kenaikan temperatur sebesar $2^\circ\text{C}/\text{menit}$.

D. Diagram Alir

Adapun langkah-langkah yang dilakukan pada penelitian ini dirangkum pada Gambar 8.



Gambar 8. Diagram Alir