

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Variabel-variabel Penelitian.

3.1.1. Variabel tetap.

- Jenis sekam padi
- Berat sekam padi

3.1.2. Variabel berubah.

- Temperatur pembakaran sekam padi
- Temperatur pembakaran campuran silika dan magnesium
- Lama pembakaran sekam padi
- Lama pembakaran campuran silika dan magnesium
- Komposisi campuran silika dan magnesium.

3.2. Alat dan Bahan.

3.2.1. Alat.

1. Neraca elektrik
2. Difraktometer Sinar-X
3. Tungku listrik
4. Gelas kimia dan batang pengaduk
5. Cawan porselin
6. Kompor listrik
7. Oven
8. Peralatan Gelas
9. Pompa Vacuum
10. Pengaduk Elektrik

11. Cawan teflon
12. Lempeng pemanas

3.2.2. Bahan.

1. Sekam padi
2. Magnesium
3. Asam fluorida (HF) 40%
4. Asam klorida (HCl) 32%
5. Akuades
6. Asam nitrat (HNO_3)
7. Asam perklorat (HClO_4)

3.3. Cara Kerja

Sekam padi yang digunakan pada penelitian ini adalah dari jenis padi IR 64 yang ditanam di Purwodadi Jawa Tengah. Sebagian tahapan pengerjaan mengikuti metode Irawan⁽¹⁴⁾

Cara kerja meliputi dua sasaran

1. Pengambilan silika, SiO_2 , dari sekam padi.
2. Pengambilan Si dari silika.

3.3.1. Pengambilan silika, SiO_2 , dari sekam padi.

A. Penentuan kondisi pembakaran sekam padi.

1. Beberapa gram sekam padi dicuci dengan air kira-kira 3-5 kali untuk menghilangkan kotoran terutama tanah liat.
2. Sekam padi dikeringkan dalam oven pengering pada

temperatur 100°C selama beberapa jam untuk menghilangkan kadar air sampai diperoleh berat yang tetap

3. Sekam padi sebanyak 50 gram ditimbang dalam cawan porselin yang telah diketahui beratnya, kemudian dibakar dalam tungku listrik pada temperatur 600, 700, 800 dan 900°C yang divariasasi lamanya pembakaran selama 1, 3, dan 6 jam
4. Diatur kenaikan temperatur sebelum mencapai kondisi pembakaran yang diinginkan supaya penguraian termal dari sekam berlangsung baik.
5. Tungku didinginkan setelah kondisi pembakaran tercapai
6. Abu sekam padi yang diperoleh dari hasil pembakaran di atas diamati warnanya.
7. Abu sekam padi yang diperoleh pada pembakaran di atas ditentukan kadar abunya.

B. Penentuan kadar silika.

Kadar silika (SiO_2) dalam abu sekam ditentukan secara gravimetri dengan menggunakan asam fluorida (HF) yang dibantu dengan pemanasan.

1. Abu sekam sebanyak 0,5 gram ditempatkan dalam cawan teflon yang telah diketahui beratnya.
2. Larutan HF 40% sebanyak 10 ml ditambahkan kedalam cawan, cawan diuapkan hingga kering dan hasilnya ditimbang.
3. Pengerjaan penguapan diulang hingga diperoleh berat yang tetap. Pengerjaan ini cukup dengan menggunakan 5 ml larutan HF 40%.

C. Pengambilan silika.

1. Abu sekam padi ditempatkan dalam gelas beker HClO_4 dan HNO_3 ditambahkan ke dalam gelas beker
Untuk 10 gr abu dibutuhkan : HClO_4 30 % 150 ml
 HNO_3 p 110 ml
2. Gelas beker glas dipanaskan sampai asap asam perchlorat keluar cukup banyak, kurang lebih selama 30 menit.
3. Akuades sebanyak 500 ml ditambahkan ke dalam beker glas kemudian dipanaskan kembali sampai mendidih, setelah dingin disaring dengan corong buchner.
4. Endapan dicuci dengan HCl encer sebanyak 2 x 100 ml untuk menghilangkan sisa pengotor, kemudian dicuci dengan akuades.
5. Endapan dikeringkan dalam oven sampai diperoleh berat yang tetap, kurang lebih selama 3 jam.
6. Setelah kering endapan ditimbang sebagai silika dan diidentifikasi dengan difraktometer sinar-X

3.3.2. Pengambilan Si dari Silika.

A. Penentuan kondisi pembakaran pengambilan silikon.

Silika yang digunakan adalah silika yang diperoleh dari suatu jenis kondisi pembakaran sekam padi pada 3.3.1. Sebagian pengerjaan mengikuti metode Partington⁽¹²⁾

1. Silika dicampurkan dengan magnesium dengan komposisi stokiometri .
2. Campuran tadi diaduk kurang lebih selama 2 jam sehingga

tercapai campuran yang merata.

3. Campuran tersebut ditempatkan dalam cawan porselen yang diketahui beratnya. Kemudian dibakar dalam tungku listrik.
4. Pembakaran dilakukan dengan variasi temperatur 400, 500, 600 dan 700 °C. Dan lama waktu pembakaran divariasasi 30, 60, dan 120 menit.
5. Untuk mencapai temperatur pembakaran yang diinginkan diperlukan kenaikan temperatur secara perlahan untuk mencegah pemanasan yang mendadak pada peralatan.
6. Setelah kondisi pembakaran tercapai tungku didinginkan.
7. HCl 32 % ditambahkan sedikit demi sedikit sambil dipanaskan di atas penangas air sampai tak terbentuk lagi gelembung lalu dicuci dengan air
8. HF 5% sebanyak 25 ml ditambahkan lalu dipanaskan selama satu jam diatas penangas air.
9. Campuran disaring dengan corong buchner dan residunya dicuci dengan air.
- 10 Residu dikeringkan dengan cara pemanasan pada suhu antara 80-100 °C selama 2 jam.
- 11 Residu didinginkan dan ditimbang.

B. Pengaruh komposisi bahan.

Untuk mempelajari komposisi optimum dari campuran silika dan magnesium.

1. Silika dicampurkan dengan magnesium dengan perbandingan seperti yang terangkum pada tabel 4.3.

2. Campuran dicampurkan secara homogen, kemudian dibakar dalam cawan
3. Selanjutnya dilakukan pengerjaan yang sama seperti pada 3.3.2.A.

3.3.3. Penentuan sistem dan fasa kristal.

Sistem dan fasa kristal dari tiap tahap pengerjaan diidentifikasi dengan metode difraksi sinar-X pada $2\theta = 10-50^\circ$.

