BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan analisis jenis mineral lempung dengan difraksi Sinar-X. Analisis kimia terhadap unsur-unsur Si, Al, Fe, Mg, Ca, K, dan Na serta pengujian sifat fisik dari genteng yang dihasilkan.

3.1 Persiapan Sampel

1. Sampel yang dipakai adalah lempung yang digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan genteng keramik yang diambil dari daerah Meteseh Kendal dan Soka Kebumen. Pengambilan sampel dilakukan pada tanggal 8 Juni 1997.
2. Sampel yang masih berupa gumpalan lempung dihancurkan sambil dibersihkan kotoran-kotorannya. Sampel yang sudah bersih dijemur di bawah terik matahari.
3. Sampel siap digunakan untuk penelitian.

3.2 Bahan dan Alat

3.2.1 Bahan

- HF p.a.
- $HClO_4$ p.a.
- HNO_3 p.a.
- H_2SO_4 p.a.
- $LiBO_2$ p.a.
- Kertas saring
- Aquades

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.2.1 Alat

- Neraca Elektrik
- Difraktometer Sinar-X tipe PW 3710 BASED
- Lumpang agat
- Spektrofotometer serapan atom Hitachi Polarized Zeemen
- Ayakan
- Gelas kimia dan pengaduk
- Cawan Platina
- Beker Teflon
- Jangka Sorong
- furnace

3.3 Metoda Kerja

3.3.1.Analisis Jenis Mineral Lempung

* Sampel yang lolos ayakan 325 mesh diletakkan pada kaca objek kemudian permukaan sampel diratakan.
* Sampel dianalisis dengan alat difraktometer Sinar-X.

3.3.2 Analisis Kimia

3.3.2.1. Analisis secara spektrofotometri serapan atom

Dalam analisis ini untuk menentukan unsur Al, Fe, Mg, K, Na, dan Ca.

* Sampel yang sudah dihaluskan ditimbang 200 miligram, dimasukkan ke dalam beker teflon. Ditambah 5 mL HF (48%) dan 3mL HNO_3 (65%) kemudian dibiarkan selama 1 jam.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

* Kemudian ditambah 3 ml. $HClO_4$ (70%) dan 1 ml HNO_3 (65%) diuapkan hingga volume kurang lebih 1mL.
* Ditambah 5 ml HNO_3 (65%) , dipanaskan sampai larut, kemudian ditambah 6-7 ml aquades, setelah itu dipanaskan lagi sampai hampir mendidih (suhu kurang lebih 80 ^{O} C).
* Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan aqudes sampai tanda batas, sampel dianalisis dengan AAS.

3.3.2.2. Analisis secara gravimetri

Analisis ini untuk menentukan kandungan unsur Si.

- Sampel sebanyak 0,2 gram dimasukkan ke dalam cawan platina yang berisi ± 1gram $LiBO_2$. Diaduk sampai rata.
- Cawan platina yang berisi sampel dimasukkan dalam tungku listrik dengan temperatur 900° C sampai terbentuk lelehan jernih (± 15 - 25 menit).
- Setelah dingin dipindahkan dalam piala teflon 200 mL kemudian ditambah 50 mL HNO_3 (4%) dan diaduk sampai larut. Hasil larutan diencerkan dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas.
- Hasil pelarutan $LiBO_2$ sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam bekker gelas 250 mL kemudian ditambah 10 mL H_2SO_4 (90%).
- Dipanaskan diatas hot plate sampai kering setelah didinginkan diencerkan dengan aquades sampai volume 50 mL.
- Dipanaskan diatas hot plate sambil diaduk sampai larutan homogen kemudian disaring dengan kertas saring whatman no. 40.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

- Endapan beserta kertas saringnya dipanaskan pada suhu 400° C selama kurang lebih 10 – 20 menit, sampai terbentuk abu putih. Setelah didinginkan lalu ditimbang (A gr).
- Hasil pemijaran dibasahi dengan air ditambah 1-2 tetes H_2SO_4 (90%) dan 5 mL HF (48%) diuapkan sampai kering. Kemudian dipanaskan pada suhu 100° C
- Setelah dingin ditimbang (B gr) perlakuan tersebut diulang hingga diperoleh berat penimbangan yang tetap.
- Kandungan SiO_2 dihitung dengan rumus berikut

$$\% \, SiO_2 = \frac{(A - B)\,V}{A} \; 100\%$$

Keterangan
A : berat sampel mula – mula
B : berat sampel setelah penambahan HF
V : volume pengenceran sampel

3.3.3 Pengujian Sifat Fisik

Sampel yang dianalisis terdiri atas lempung Soka Kebumen tanpa campuran pasir, lempung Soka Kebumen dengan campuran pasir, lempung Meteseh Kendal tanpa campuran pasir, dan lempung Meteseh Kendal dengan campuran pasir.

- Susut Kering

Sampel yang telah dicetak dikeringkan 1 hari di tempat yang teduh, kemudian dipindahkan pada tempat yang panas selama 1 hari. Setelah kering, diukur panjang sampelnya. Rumus susut kering adalah sebagai berikut:

$$SK(\%) = \frac{a - b}{a} \cdot 100\%$$

Keterangan SK(%) = Prosentase susut kering
a = panjang mula-mula
b = panjang setelah kering

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

- Susut Bakar

Sampel yang telah dikeringkan dibakar pada tungku pembakar dengan suhu sekitar 900-1100°C.selama 12 jam. Setelah dibakar genteng keramik didiamkan sampai dingin. Setelah dingin diukur panjangnya. Untuk menghitung prosentase susut bakar adalah sebagai berikut:

$$SB(\%) = \frac{b-c}{b} x100\%$$

Keterangan: SB(%) = Prosentase susut bakar
b = Panjang pada saat kering
c = Panjang setelah dibakar.

- Kuat Tekan

Pada genteng keramik yang telah dibakar dilakukan pengujian kuat tekan dengan menekan genting menggunakan mesin hidrolik hingga genteng pecah. Pada saat genteng pecah, mesin hidrolik akan menunjukkan skala kuat tekan.

- Peresapan Air

Peresapan air ditentukan dengan menimbang genteng keramik yang akan diuji kemudian genteng keramik dimasukkan ke bejana yang berisi air mendidih dan direbus selama 2 jam. Setelah air dalam bejana dingin genteng diangkat, dilap selanjutnya ditimbang lagi. Untuk menghitung prosentase peresapan air digunakan rumus sebagai berikut :

$$PA(\%) = \frac{A-B}{B} x100\%$$

Keterangan: PA(%) = Prosentase peresapan air
A = Berat genteng sebelum dicelup
B = Berat genteng setelah dicelup

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)