



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN
KERAMIK *CORDIERITE* DARI ABU SEKAM PADI**

Tugas Akhir II

Disusun dalam Rangka Penyelesaian Studi Strata 1

untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains Program Studi Matematika dan Ilmu
Pengetahuan Alam

oleh

Gayuh Ganata Imam Sofyan

4350406500

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2012**

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Tugas Akhir II ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Semarang, September 2012

Pembimbing I

Pembimbing II

M. Alauhdin, S.Si, M.Si
NIP. 19810108 200501 1 002

Drs. Eko Budi Susatyo M.Si
NIP. 19651111 199003 1 003

PENGESAHAN

Tugas Akhir II yang berjudul

Sintesis Dan Karakterisasi Bahan Keramik *Cordierite* Dari Abu Sekam Padi

disusun oleh

Gayuh Ganata I.S

4350406500

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II FMIPA
UNNES pada tanggal 27 September 2012

Panitia :

Ketua

Sekretaris

Prof. Dr. Wiyanto, M.Si
19631012 198803 1 001

Drs. Woro Sumarni, M.Si
19650723 199303 2 001

Ketua Penguji

Dra. Latifah, M.Si
19641205 199002 1 001

Anggota Penguji/
Pembimbing Utama

Anggota Penguji/
Pembimbing Pendamping

M. Alauhdin, S.Si, M.Si
19810108 200501 1 002

Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si
19651111 199003 1 003

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis dalam Tugas Akhir II ini benar-benar hasil karya sendiri, bukan jiplakan dari karya orang lain, baik sebagian maupun seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam Tugas Akhir ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, Agustus 2012

Gayuh Ganata I.S
4350406500

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto

Banyak kegagalan dalam hidup ini dikarenakan orang-orang tidak menyadari betapa dekatnya mereka dengan keberhasilan saat mereka menyerah.

(Thomas Alva Edison)

Sesungguhnya Allah tidak akan mengubah keadaan suatu kaum sehingga mereka mengubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri

(QS. Ar-Ra'Du : 11)

Persembahan:

Karya tulis ini saya persembahkan untuk :

1. Keluarga tercinta
2. Teman-teman baikku

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan nikmat dan karunia-Nya, serta kemudahan dan kelapangan, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir II dengan judul *”Sintesis dan Karakterisasi Bahan Keramik Cordierite dari Abu Sekam Padi”*. Tugas Akhir II ini disusun sebagai syarat untuk mencapai gelar sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Dalam Kesempatan ini, perkenankanlah penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan Tugas Akhir II ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang,
2. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang,
3. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang,
4. Ibu Dra. Latifah, M.Si sebagai Dosen Penguji yang telah banyak memberikan masukan, arahan, dan saran kepada penulis selama penyusunan Tugas Akhir,
5. Bapak M. Alauhdin, S.Si, M.Si dan Bapak Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si. Selaku Pembimbing I dan II yang telah memberikan petunjuk, ilmu dan bimbingan yang membangun dalam penyusunan Tugas Akhir ini,
6. Segenap Karyawan dan Staf Laboratorium Kimia UNNES yang telah memberikan pengalaman dan keterampilan kepada penulis,
7. Teman-teman Kimia khususnya angkatan 2006, serta semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, yang telah membantu dalam penelitian, penyusunan Tugas Akhir dan segala hal kepada penulis,

Semoga Tugas Akhir II ini dapat memberikan manfaat dan kontribusi bagi pembaca yang budiman.

Semarang, Agustus 2012

Penulis

ABSTRAK

Ganata I.S, Gayuh. 2012. **“Sintesis dan Karakterisasi Bahan Keramik Cordierite dari Abu Sekam Padi”**. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA UNNES. Dosen Pembimbing I: M. Alauhdin, S.Si, M.Si, Dosen Pembimbing II: Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si

Kata Kunci : Sintesis, Keramik *cordierite*, Abu sekam padi

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan keramik *cordierite* dari abu sekam padi. Keramik *cordierite* adalah material zat padat dengan fase kristal $MgO-Al_2O_3-SiO_3$. Penelitian ini bertujuan untuk membuat dan mengetahui karakter bahan keramik *cordierite* yang dihasilkan. Penelitian dilakukan melalui 3 tahap, yaitu pembuatan silika gel dari sekam padi, pembuatan bahan keramik *cordierite* serta karakterisasi. Pembuatan silika dilakukan dengan pengabuan arang sekam padi pada suhu $700^{\circ}C$ selama 5 jam dan dengan penambahan HNO_3 4M untuk pembentukan silika gel. Sintesis keramik dilakukan dengan perbandingan Mg, Al terhadap silika 1:4, 1:5 dan 1:6 dengan pengadukan dan pemanasan pada suhu $80^{\circ}C$ selanjutnya pengeringan pada suhu $100^{\circ}C$ dan kemudian dioven dengan suhu $200^{\circ}C$ selama 1 jam. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRD, SEM dan FTIR. Dari karakterisasi XRD puncak difraksi *cordierite* terlihat pada posisi $2\theta = 29,4569$ dengan kristalinitas tertinggi pada perbandingan Mg-Al dan Silika gel 1:6. Data ini juga di perkuat dengan spektrum FTIR pada serapan antara $3500-4000\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya Mg-O-Al serta kemunculan gugus Al pada serapan $350-500\text{ cm}^{-1}$. Karakterisasi SEM menunjukkan terbentuknya cluster-cluster akibat dari sintering dan terpecah kembali akibat adanya peningkatan perbandingan Mg-Al dan Silika gel, sehingga terlihat homogen pada perbandingan 1:6.

ABSTRACT

Ganata I.S, Gayuh. 2012. "**Synthesis and Characterization of Ceramic Materials cordierite from Rice Husk Ash**". Thesis. Department of Chemistry, Faculty UNNES. Supervisor I: M. Alauhdin, S.Si, M.Si, Lecturer II: Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si

Keywords: Synthesis, Ceramic cordierite, Abu rice husks

Have been made of materials synthesis and characterization of cordierite ceramics from rice husk ash. Cordierite ceramics is a solid material with a crystalline phase $MgO-Al_2O_3-SiO_3$. This study aims to create and determine the character of the resulting cordierite ceramic materials. The study was conducted through three stages, namely the manufacture of silica gel from rice husk, cordierite ceramics fabrication and characterization. Making silica done with rice husk charcoal incineration at 7000C temperature for 5 hours, and with the addition of 4M HNO_3 for the formation of silica gel. Synthesis of ceramics made by comparison of Mg, Al on silica 1:4, 1:5 and 1:6 with stirring and heating at a temperature of 800C subsequent drying at a temperature of 1000C and then oven with a temperature of 2000C for 1 hour. Characterization performed using XRD, SEM and FTIR. From the characterization of cordierite XRD diffraction peaks seen in the position $2\theta = 29.4569$ with the highest crystallinity ratio Mg-Al and silica gel 1:6. This data is also strengthened by the FTIR absorption spectra between 3500-4000 cm^{-1} indicating the presence of Mg-O-Al and the emergence of clusters of Al on the uptake 350-500 cm^{-1} . SEM characterization showed the formation of the clusters resulting from sintering and split again due to the increasing ratio of Mg-Al and silica gel, so it looks homogeneous at 1:6 ratio

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN.....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Keramik.....	4
2.2 Abu Sekam Padi.....	6
2.3 Sekam Padi.....	8
2.4 Keramik <i>Cordierite</i>	9
2.5 Silika Gel.....	10
2.6 Difraksi Sinar-X (XRD).....	11
2.7 Spektroskopi Infra Merah (FTIR).....	12
2.8 Scanning Elektron Mikroskopi (SEM).....	13

BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Penentuan Lokasi Penelitian	15
3.2 Variabel Penelitian	15
3.3 Rancangan Penelitian	16
3.4 Cara Kerja	17
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Abu Sekam Padi	22
4.2 Preparasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi	23
4.3 Analisis Silika Gel dengan Difraksi Sinar-X	26
4.4 Pembuatan Keramik <i>Cordierite</i>	28
4.5 Karakterisasi Struktur Keramik <i>Cordierite</i> Dengan XRD	29
4.6 Karakterisasi Gugus Fungsi Keramik <i>Cordierite</i> Dengan FTIR	31
4.7 Karakterisasi Mikrostruktur Bahan Keramik <i>Cordierite</i> Dengan SEM	33
4.8 Hasil Pengukuran <i>Shrinkage</i> , Porositas dan Densitas	35
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	38
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	43

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Pantulan sinar-X oleh bidang atom S_1S_1 dan S_2S_2 terpisah pada jarak d	12
Gambar 4.1 Difraktogram sinar-x silika gel hasil sintesis.....	28
Gambar 4.2 Difraktogram sinar-x keramik <i>cordierite</i> hasil sintesis a) 1:4, b) 1:5, dan c) 1:6 pada suhu oven 200°C selama 1 jam.....	30
Gambar 4.3 Spektra infra merah keramik <i>cordierite</i>	32
Gambar 4.4 Mikrostruktur keramik <i>cordierite</i> SEM dengan perbandingan a) 1:4, b) 1:5 dan c) 1:6 pada suhu oven 200°C	34

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Komponen Abu Sekam Padi.....	7
Tabel 4.1 Perbandingan Puncak Spektrum Gugus Fungsi <i>Cordierite</i> Hasil Penelitian.....	33
Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Porositas, Densitas dan Shrinkage Bahan Keramik <i>Cordierite</i>	36
Tabel 4.3 Difraktogram Sinax-X Silika Gel.....	50
Tabel 4.4 Difraktogram Sinar-X Keramik <i>Cordierite</i> Perbandingan 1:4.....	53
Tabel 4.5 Difraktogram Sinar-X Keramik <i>Cordierite</i> Perbandingan 1:5.....	54
Tabel 4.6 Difraktogram Sinar-X Keramik <i>Cordierite</i> Perbandingan 1:6.....	55
Tabel 4.7 Interpretasi FTIR Keramik <i>Cordierite</i>	58

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1. Skema Kerja Pembuatan Silika Gel dari Sekam Padi.....	43
2. Skema Kerja Pembuatan Keramik <i>Cordierite</i>	45
3. Dokumen Penelitian.....	48
4. Difraktogram Sinar-X Silika Gel.....	49
5. JCPDS Nomor 83-1833 Silika Gel.....	51
6. Difraktogram Sinar-X Keramik <i>Cordierite</i>	52
7. JCPDS Nomor 82-1884 Keramik <i>Cordierite</i>	56
8. SEM Keramik <i>Cordierite</i>	57
9. Spektra Infra Merah Keramik <i>Cordierite</i>	58
10. <i>Shrinkage</i> , Porositas dan Densitas.....	59
11. Standar Ferro-Ceramic Grinding Inc. Machines Over 15 Different Materials <i>Cordierite</i> Properties.....	59
12. Contoh Perhitungan.....	61

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Keramik *Cordierite* adalah material zat padat dengan fase kristal MgO-Al₂O₃-SiO₂. *Cordierite* murni dibuat melalui reaksi antara oksida-oksida MgO-Al₂O₃-SiO₂ pada temperatur 1450-1650°C. *Cordierite* merupakan jenis keramik oksida yang dibentuk dari tiga macam oksida yaitu MgO, Al₂O₃, dan SiO₂ dengan formula 2MgO.2Al₂O₃.5SiO₂. Mekanisme pembentukan *cordierite* melalui reaksi padatan oksida-oksida pada suhu tinggi sekitar 1100°C-1200°C Charles, (2001).

Sumber bahan oksida-oksida pembentuk *cordierite* banyak dijumpai pada bahan-bahan alam di Indonesia, seperti misalnya: sumber MgO dapat diperoleh dari bahan magnesit MgCO₃ atau dolomite, sumber Al₂O₃ dapat diperoleh dari alumina atau kaolinit, sedangkan SiO₂ dapat diperoleh dari pasir silika. Deposit dari bahan-bahan alam tersebut cukup banyak tersedia di bumi Indonesia, dan belum dimanfaatkan secara optimal.

Sintesis dan karakterisasi keramik *cordierite* dapat menggunakan bahan dasar silika mineral seperti *fumed* silika, *kaolinite*, maupun *tetraethylorthosilicate* (TEOS), dengan beberapa teknik diantaranya, teknik reaksi padatan (*solid-state reaction*), teknik *sol-gel*, teknik *melting* Kurama dan Kurama, (2006), Kobayashi, (2000), Kurama dan Ozel, (2004).

Pada proses pembakaran sekam padi, senyawa-senyawa seperti hemiselulosa, selulosa dan lain-lain akan diubah menjadi CO_2 dan H_2O . Abu hasil pembakaran sekam padi yang pada hakikatnya hanyalah limbah, ternyata merupakan sumber silika yang cukup tinggi, yaitu dengan kandungan silika sekitar 86,9% - 97,3% Soenardjo, (1991). Selain itu hal menarik lainnya adalah bahwa 15% berat abu akan diperoleh dari total berat sekam padi yang dibakar jadi abu sekam padi menjadi silika yang dapat dipakai untuk mensintesis keramik *cordierite*.

Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari karakteristik fungsional, dan mikrostruktur dan sifat fisis (shrinkage, densitas, porositas dan kekerasan) bahan keramik *cordierite* dengan memanfaatkan sekam padi sebagai sumber silika. Karakteristik fungsionalitas dianalisis dengan menggunakan *Fourier Transformed Infrared* (FTIR), sedangkan karakteristik mikrostruktur di karakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Selanjutnya dilakukan analisis sifat fisis meliputi pengukuran shrinkage, porositas, densitas.

1.2 Permasalahan

- a. Bagaimana cara pembuatan bahan keramik *cordierite* dari silika gel abu sekam padi?
- b. Bagaimana karakterisasi bahan keramik *cordierite* hasil sintesis?

1.3 Tujuan Penelitian

- a. Untuk mengetahui cara pembuatan bahan keramik *cordierite* dari silika gel abu sekam padi.
- b. Mengetahui karakterisasi bahan keramik *cordierite* hasil sintesis.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah :

- a. Mengetahui cara pembuatan bahan keramik *cordierite* dari silika gel abu sekam padi.
- b. Menentukan karakterisasi bahan keramik *cordierite* hasil sintesis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Keramik

Keramik adalah sejenis bahan dari sekam padi yang telah lama di gunakan, yaitu sejak 4000 SM. Barang barang yang di buat dari keramik adalah pot bunga dan bata. Dalam industri otomotif moderen, keramik telah di gunakan sejak berpuluh-puluh tahun yang lalu, yaitu untuk menghasilkan ignition park di dalam proses pembakaran otomotif dan keramik juga berfungsi sebagai isolator listrik. Dewasa ini bahan keramik menjadi bahan yang penting di dalam mesin, karena sifatnya yang kuat dan dapat merintangai kehausan pada temperatur yang tinggi sehingga bahan keramik ini baik digunakan di dalam komponen otomotif seperti bagian exzos, pelapis silinder, katup dan turbo charge.

Keramik mengandung beberapa unsur yang berlainan ukuran. Sehingga ada beberapa sifat keramik yang lebih baik dari pada logam, terutamanya kekerasannya dan sifat ketahanan panas dan listrik. Struktur kristal keramik bisa di peroleh dalam bentuk kristal tunggal atau struktur polikristal yang mempunyai banyak bijian.

Perbedaan dan kelebihan diantara keramik dengan logam dan bahan polimer adalah seperti berikut:

- a. Keramik: Bahan bukan organik, kuat, titik cair tinggi.

- b. Logam: Bahan-bahan organik, kekerasan dan kekuatan berbeda-beda, tidak stabil terhadap bahan kimia.

Keramik memiliki karakteristik yang memungkinkannya digunakan untuk berbagi aplikasi termasuk :

- a. Kapasitas panas yang baik dan konduktivitas panas yang rendah.
- b. Tahan korosi
- c. Sifat listriknya dapat isolator, semikonduktor, konduktor bahkan superkonduktor
- d. Sifatnya dapat magnetik dan non-magnetik
- e. Keras dan kuat, namun rapuh.

Bahan keramik dapat dibedakan menjadi dua: kristalin dan amorf (non kristalin). Dalam material kristalin terdapat keteraturan jarak dekat maupun jarak jauh, sedang dalam material amorf mungkin keteraturan jarak pendeknya ada, namun pada jarak jauh keteraturannya tidak ada. Beberapa keramik dapat berada dalam kedua bentuk tersebut, misalnya SiO_2 , Jenis ikatan yang dominan (ionik atau kovalen) dan struktur internal (kristalin atau amorf) mempengaruhi sifat-sifat bahan keramik. Sifat termal penting bahan keramik adalah kapasitas panas, koefisien ekspansi termal, dan konduktivitas termal. Kapasitas panas bahan adalah kemampuan bahan untuk mengabsorpsi panas dari lingkungan. Panas yang diserap disimpan oleh padatan antara lain dalam bentuk vibrasi (getaran) atom/ion penyusun padatan tersebut.

Keramik biasanya memiliki ikatan yang kuat dan atom-atom yang ringan. Jadi getaran-getaran atom-atomnya akan berfrekuensi tinggi karena ikatannya kuat maka getaran yang besar tidak akan menimbulkan gangguan yang terlalu banyak pada kisi kristalnya.

Hantaran panas dalam padatan melibatkan transfer energi antar atom-atom yang bervibrasi. Vibrasi atom akan mempengaruhi gerakan atom-atom lain di tetangganya dan hasilnya adalah gelombang yang bergerak dengan kecepatan cahaya yakni foton bergerak dalam bahan sampai terhambur baik oleh interaksi foton-foton maupun cacat kristal. Keramik amorf yang mengandung banyak cacat kristal menyebabkan foton selalu terhambur sehingga keramik merupakan konduktor panas yang buruk. Mekanisme hantaran panas oleh elektron, yang dominan pada logam, tidak dominan di keramik karena elektron di keramik sebagian besar terlokalisasi.

Contoh penggunaan keramik untuk insulasi panas adalah pada pesawat ruang angkasa. Hampir semua permukaan pesawat tersebut dibungkus keramik yang terbuat dari serat silika amorf. Titik leleh aluminium adalah 660°C . Ubin menjaga suhu tabung pesawat yang terbuat dari Al pada atau dibawah 175°C , walaupun eksterior pesawat mencapai 1400°C .

2.2 Abu Sekam Padi

Pada proses pembakaran sekam padi, senyawa-senyawa seperti hemiselulosa, selulosa dan lain-lain akan diubah menjadi CO_2 dan H_2O . Abu hasil

pembakaran sekam padi yang pada hakikatnya hanyalah limbah, ternyata merupakan sumber silika yang cukup tinggi, yaitu dengan kandungan silika sekitar 86,9% - 97,3% Soenardjo, (1991). Selain itu hal menarik lainnya adalah bahwa 15% berat abu akan diperoleh dari total berat sekam padi yang dibakar.

Komponen penyusun abu sekam padi seperti pada tabel 2.1 di bawah ini

Tabel 2.1. Komponen abu sekam padi

Komponen	Prosentase (%)
SiO ₂	89,9 - 97,9
K ₂ O	0,58 - 2,50
Na ₂ O	0,0 - 1,75
CaO	0,20 - 1,50
MgO	0,12 - 1,96
Fe ₂ O ₃	0,0 - 0,54
P ₂ O ₅	0,20 - 2,84
SO ₃	0,10 - 1,13
Cl ₂	0,0 - 0,41

Houston dalam Soenardjo, (1991)

Perubahan bentuk struktur pada pembakaran sekam padi dinyatakan oleh Seleng tahun 1994 sebagai berikut :

1. Suhu pembakaran 500 °C
 Sekam padi → (Na₂O)_m(SiO₂)_n
 (amorf)

2. Suhu $500^{\circ}\text{C} - 700^{\circ}\text{C}$
 $(\text{Na}_2\text{O})_m(\text{SiO}_2)_n \rightarrow \text{Na}_2\text{SiO}_3$ atau $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$

(kristal silikat)

3. Suhu di atas 700°C
 $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2$

2.3 Sekam Padi

Sekam padi merupakan lapisan keras yang meliputi *kariopsis* Winarno, (1985), yang terdiri dari dua belahan yang disebut *lemma* dan *palea* yang saling bertautan. Komposisi sekam padi dilaporkan bervariasi antara analisis yang satu dengan yang lain. Perbedaan tersebut disebabkan oleh perbedaan varietas, latar belakang agronomi, daerah dan cara penyediaan sampel serta cara analisisnya. Menurut Winarno, (1985), sekam padi mempunyai kerapatan jenis 125 kg/m^3 , energi 330 kkal/1kg sekam, dan kadar air biasanya 10%.

Pada proses penggilingan beras sekam akan terpisah dari butir beras dan menjadi bahan sisa atau limbah penggilingan. Sekam dikategorikan sebagai biomassa yang dapat digunakan untuk berbagai kebutuhan seperti bahan baku industri, pakan ternak dan energi atau bahan bakar.

Sekam padi adalah bagian terluar dari butir padi, yang merupakan hasil sampingan saat proses penggilingan padi dilakukan. Sekitar 20 % dari bobot padi adalah sekam padi dan kurang lebih 15 % dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar Nuryono, (2006).

Nilai paling umum kandungan silika dari abu sekam adalah 94 - 96 % dan apabila nilainya mendekati atau di bawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh

sampel sekam yang telah terkontaminasi dengan zat lain yang kandungan silikanya rendah.

2.4 Keramik *Cordierite*

Keramik *Cordierite* adalah material zat padat dengan fase kristal $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$. *Cordierite* murni dibuat pada temperatur 1450-1650°C tergantung pada macam dan komposisi bahan baku yang digunakan. Bahan baku alam yang dapat dipakai untuk *Cordierite* antara lain : Kaoline [$\text{Al}_2\text{SiO}_5(\text{OH})_4$], Talk [$\text{Mg}_3(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_2$], Kwarsa (SiO_2) serta bahan-bahan lain yang dapat dibeli di pasaran, seperti $\text{Al}(\text{OH})_3$, Al_2O_3 , MgCO_3 dan aerosol.

Cordierite merupakan jenis keramik oksida yang dibentuk dari tiga macam oksida yaitu MgO , Al_2O_3 , dan SiO_2 dengan formula $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$. mekanisme pembentukan *Cordierite* melalui reaksi padatan oksida-oksida pada suhu tinggi sekitar 1100°C-1200°C Charles, (2001).

Sifat-sifat keramik *cordierite* secara umum adalah tahan temperatur tinggi, tahan korosi terhadap bahan kimia, memiliki kekerasan yang tinggi sehingga tahan abrasi, bersifat isolator listrik, dan bersifat getas (brittle). Keramik *cordierite* mempunyai keunggulan dibandingkan dengan keramik lainnya yaitu : nilai koefisien termal akspansinya jauh lebih rendah, yaitu sekitar $2 \times 10^{-6} - 3 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

Keramik *cordierite* memiliki keunggulan dalam sifat termalnya sehingga material *cordierite* banyak digunakan sebagai material tahan suhu tinggi (*refraktori*) untuk kelengkapan tungku pembakaran, sebagai filter gas buang dan

sebagai bahan penyangga katalis untuk filter gas beracun. Disamping itu juga *cordierite* memiliki sifat isolator listrik yang baik sehingga dapat dipergunakan sebagai substrat elektronika dan bahan penyangga heating element.

2.5 Silika Gel

Silika gel merupakan adsorben anorganik yang banyak digunakan dalam laboratorium kimia, terutama untuk fasa diam kromatografi kolom atau kromatografi lapis tipis. Silika gel merupakan bahan kimia bersifat inert, tidak beracun dan merupakan material yang tersusun atas silikon dioksida amorf. Silikon dioksida terdiri dari globula-globula ion $(\text{SiO}_4)^{4-}$ tetrahedral yang tersusun secara tidak teratur dengan beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar ($\pm 1\text{-}25 \mu\text{m}$), luas permukaan bidang silika gel mencapai $700\text{-}800 \text{ m}^2$ tiap gramnya. Rumus kimia silika gel secara umum adalah $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. pada dasarnya struktur satuan mineral silika gel mengandung kation Si^{4+} yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion O^{2-} , namun susunan ion $(\text{SiO}_4)^{4-}$ pada silika gel tidak beraturan Kaim and Schwederski dalam Anggraeni, (2006). Susunan ini terbentuk karena kondensasi asam orto silikat atau asam monosilikat (silika yang larut) dan umumnya ditulis sebagai H_4SiO_4 , $\text{Si}(\text{OH})_4$ atau $\text{SiO}_2 \cdot (\text{OH})_2$.

Matriks partikel silika gel primer adalah inti yang terdiri atom silikon yang terikat bersama silikon lain oleh adanya atom oksigen dengan ikatan siloksan (Si-O-Si) sehingga pada permukaan tiap partikel primer terdapat gugus -OH yang tidak terkondensasi yang berasal dari monomer asam silikat. Gugus -OH pada

silika gel dikenal dengan nama gugus silanol, gugus tersebut memberikan sifat polar pada silika gel dan merupakan sisi aktif dari silika gel.

Menurut Brinker dalam Anggraeni, (2006) struktur kerangka tiga dimensi dari koloid silika gel bersifat kaku. Silika gel dapat digolongkan menjadi tiga yaitu :

1. Hidrogel yaitu silika gel yang pori-porinya terisi oleh air.
2. Serogel yaitu silika gel kering yang dihasilkan dengan mengeringkan fase air dalam pori-pori melalui proses evaporasi.
3. Aerogel yaitu silika gel yang dihasilkan dengan mengeringkan air dalam pori-pori melalui proses ekstraksi superkritikal.

2.6 Difraksi Sinar-X (XRD)

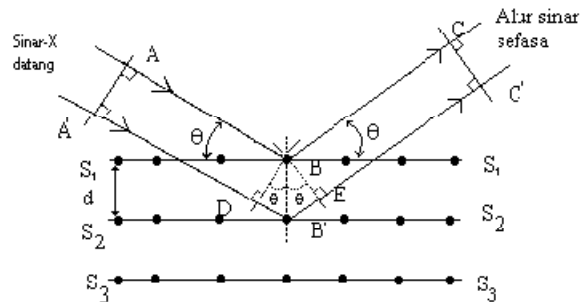
Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X (mempunyai $\lambda = 0,5-2,5 \text{ \AA}$ dan energi $\pm 10^7 \text{ eV}$), yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal Tri Wahyuni, (2003). Penghambatan sinar-X oleh unit-unit padatan kristalin, akan menghasilkan pola-pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan Chang, (1998).

Kegunaan metode ini adalah :

1. Penentuan struktur kristal yaitu bentuk dan ukuran sel satuan kristal, pengindeksan bidang kristal dan jumlah atom persel satuan.

2. Analisis kimia, yaitu identifikasi kristal, penentuan kemurnian hasil sintesis dan deteksi senyawa baru. Dasar dari analisis kimia adalah bahwa setiap jarak antar bidang kristal (d) karakteristik untuk materi tertentu.

Difraktometer menggunakan prinsip difraksi. Ada 3 jenis difraktometer yang dikenal. Penamaan difraktometer ini ditentukan oleh sumber radiasi yang digunakan yaitu difraktometer neutron, sinar-x dan elektron.



Gambar 2.1 Pantulan sinar-X oleh bidang atom S_1S_1 dan S_2S_2 terpisah pada jarak d

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1.1)$$

$$s = \frac{K\lambda}{D \cos \theta} \quad (1.2)$$

D adalah sudut garis difraksi di setengah tinggi maksimum difraksi, θ , sudut Bragg, K konstanta (~ 1) dan λ panjang gelombang sinar-X yang digunakan.

2.7 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektroskopi FTIR adalah suatu instrumen yang digunakan untuk mengukur serapan radiasi infra merah pada berbagai panjang gelombang antara

1400-4000 cm^{-1} (2,3-7,1 μm). Spektroskopi FTIR mempunyai sistem optik yang serupa dengan spektrometri sinar laser. Sinar IR mempunyai energi yang rendah, maka tabel sel yang dipakai lebih tipis daripada untuk spektrofotometer yang lainnya. Hendayana, (1994).

Prinsip kerja FTIR adalah energi inframerah diemisikan dari sumber dan berjalan melalui bagian optik dari spektrometer. Gelombang sinar tersebut melewati interferometer, sinar tersebut dipisahkan dan digabungkan kembali untuk menghasilkan suatu pola interferensi. Setelah itu gelombang sinar ditransformasikan diukur oleh detektor. Hasil dari detektor adalah suatu interferogram, yaitu suatu daerah waktu yang menggambarkan pola interferensi. Analog Digital Converter (ADC) akan mengubah pengukuran tersebut menjadi suatu format digital.

FTIR digunakan untuk menganalisis senyawa yang dalam proses vibrasinya mengalami perubahan momen dipol. Energi yang diperlukan untuk tereksitasi pada tingkat energi ini bersifat khas untuk gugus fungsi tertentu. Oleh karena itu, metode tersebut digunakan untuk analisis kualitatif suatu senyawa Mulyana, (1997).

2.8 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning electron microscopy (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menganalisis gambar sampel permukaan dengan pemindaian menggunakan energi tinggi, elektron dalam raster dapat dilihat sebagai gambaran permukaan. Elektron yang berinteraksi dengan atom yang membentuk sampel menghasilkan sinyal

yang berisi informasi tentang sampel dari permukaan topografi, komposisi dan properti lainnya seperti daya konduksi listrik.

Analisa struktur mikro dari suatu bahan dapat dilakukan dengan menggunakan SEM. Prosedur preparasi sampel dan pemotretannya adalah sebagai berikut :

1. Sampel yang akan dianalisa dengan SEM harus dipoles dengan *diamond paste* mulai dari ukuran yang paling kasar hingga $0,25\ \mu\text{m}$, dimana permukaannya menjadi halus dan rata.
2. Pembersihan permukaannya dari lemak dan pengotor lainnya dengan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 2 menit dan menggunakan bahan alkohol.
3. Pelapisan permukaan sampel dengan bahan emas dan selanjutnya di foto bagian-bagian yang diinginkan dengan pembesaran tertentu.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Penentuan Lokasi Penelitian

1. Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Fisik Jurusan Kimia FMIPA UNNES untuk sintesis silika gel dan keramik *cordierite*.
2. Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia FMIPA UGM untuk karakterisasi keramik *cordierite*.

3.2 Variable Penelitian

1. Variabel bebas (*Independent Variable*)

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah perbandingan 1:1 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, silika gel dan suhu oven.

2. Variabel terikat (*Dependent Variable*)

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah sintesis silika gel dari abu sekam padi dan karakteristik dari bahan keramik *cordierite*.

3. Variabel pengendali

Variabel pengendali yang digunakan dalam penelitian ini adalah massa abu sekam padi, dan ukuran abu sekam padi.

3.3 Rancangan Penelitian

1. Alat dan Bahan

a. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Magnetik Stirrer merk *Cimers 2 Thermolyne*, Oven Pemanas merk *Memert*, Mortal dan Alu, Ayakan, Cawan Porselen, Tungku Penangas, Muffle Furnace, Pengaduk Magnetik, Timbangan Analitik, Autoclave yang dilapisi Teflon, pH meter, peralatan gelas yang lazim (wake pyrex), XRD merk Philips type X'Pert, SEM merk JSM-6360, dan FTIR merk Shimadzu 8201 PC.

b. Bahan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi, asam sulfat p.a (H_2SO_4), asam nitrat p.a (HNO_3), natrium hidroksida p.a (NaOH), natrium karbonat p.a (Na_2CO_3), kertas saring whatman GF-42, aquades, pelarut air bebas ion (aquademin), NH_3 0,1 M, Magnesium nitrat hydrate ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \cdot \text{H}_2\text{O}$), Aluminium nitrat hydrate ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

3.4 Cara Kerja

1. Pembuatan Silika Gel dari Sekam Padi :

a. Pengabuan Sekam Padi

Sekam padi dibersihkan dari kotoran padat, kemudian dicuci dengan air dan dikeringkan di bawah sinar matahari. Sekam padi yang telah kering, kemudian dilakukan pembakaran sampai terbentuk arang yang berwarna hitam. Arang sekam padi diabukan dalam tungku pemanas (furnace) pada temperatur 700°C selama 5 jam dengan cawan porselin. Abu digerus dan diayak dengan ukuran 150 mesh, kemudian abu sekam padi dicuci dengan larutan H_2SO_4 5% melalui pengadukan selama 30 menit, kemudian disaring dengan kertas whatman GF-42 dan dibilas dengan aquades sampai netral ($\text{pH}=7$). Filtrat cucian yang netral diuji keberadaan kation pengotornya dengan cara membagi dua filtrat tersebut dan menambahkan masing-masing filtrat dengan natrium karbonat (untuk menguji adanya kation Ca^{2+} dan Mg^{2+}) serta menambahkan ammonia pekat (untuk menguji adanya kation Fe^{3+}). Abu sekam padi hasil cucian diatas dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C selama 2 jam dan hasilnya disebut ASP.

b. Pembuatan Larutan Natrium Silikat (Na_2SiO_3)

Dua puluh gram ASP dicampurkan dengan 120 ml NaOH 1 M, kemudian direfluks selama 2 jam. Selanjutnya larutan di diamkan pada suhu kamar selama 24 jam, kemudian larutan yang terbentuk disaring dengan kertas whatman GF-42. Residu dicuci dengan aquades hingga didapat residu yang tidak licin jika dipegang. Munayyiroh, (2006)

c. Pembuatan Silika Gel

Enam puluh ml larutan natrium silikat ditambahkan larutan asam nitrat 4 M, menggunakan pipet tetes sampai gel mulai terbentuk atau terjadi kondensasi larutan natrium silikat dengan larutan asam, kemudian didiamkan selama 24 jam. Selanjutnya dilakukan pengeringan pada temperatur 100°C selama 2 jam. Kemudian gel digerus dan diayak dengan ayakan 100 mesh. Munayyiroh, (2006)

d. Metode Analisis Data

Karakterisasi serbuk silika gel hasil sintesis dengan menggunakan Difraktometer Sinar-X (XRD).

2. Pembuatan Keramik *Cordierite*

Untuk mendapatkan keramik *cordierite* digunakan dengan bahan dasar $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dan silika gel dengan perbandingan tertentu.

a. Sintesis Magnesium Alumina

Campuran $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan 1:1 diaduk dengan magnetik stirrer dengan menggunakan mediator air bebas ion 10 ml hingga konsentrasi 1M dengan harapan pembentukan ion-ion Mg dan Al melalui penambahan secara bertahap NH_3 0,1 M, lalu dipanaskan pada suhu 80°C sekaligus diaduk dengan magnetik stirrer hingga sol kelihatan jernih dan transparan. Hasil campuran ini menghasilkan komponen magnesium-alumina.

b. Sintesis Keramik Cordierite

Komponen Mg-Al dan silika gel dengan masing-masing perbandingan 1:4, 1:5, dan 1:6 dicampur dan diaduk dengan magnetik stirrer diikuti dengan pemanasan pada suhu 80°C hingga campuran berubah menjadi gel yang jernih dan tranparan.

c. Karakterisasi Keramik Cordierite

Gel yang diperoleh dikeringkan pada suhu 100°C selama 8 jam untuk mendapatkan gel dalam bentuk serbuk dan digerus dengan ukuran butir 100 mesh. Sampel dioven pada suhu 200°C selama 1 jam. Selanjutnya dikarakterisasi dengan *Fourier Transformed Infrared* (FTIR) untuk melihat karakterisasi gugus fungsional. Karakterisasi perubahan mikrostruktur dikarakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microcopy* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

Karakteristik fisik dilakukan dengan penentuan Shrinkage, Densitas, dan Porositas.

d. Densitas dan Porositas

Pengukuran densitas dan porositas dapat mengacu pada standar ASTM C.373-72. Prosedur kerja untuk menentukan besarnya densitas (g/cm^3) suatu bahan berbentuk pellet sebagai berikut:

1. Pellet yang telah dioven pada suhu 200°C selama 1 jam hingga kering dan ditimbang massa basahanya (W_b)
2. Timbang massa kawat penggantung (W_k)
3. Pellet diikatkan dengan kawat penggantung dan timbang massanya (W_g), dimana pastikan posisi pellet tenggelam seluruhnya di dalam air.
4. Pellet dikeringkan di dalam oven pada suhu 200°C selama 1 jam dan timbang massanya (W_s)

Dengan cara yang sama seperti pengukuran densitas maka besarnya nilai porositas juga dapat dihitung.

e. *Shrinkage*

Untuk menentukan nilai shrinkage (cm) dapat dilakukan dengan cara mengukur persentase penyusutan. Sampel yang terbentuk pellet diukur diameter pelletnya kemudian sampel disinterring pada suhu

200⁰C selama 1 jam. Setelah proses sintering selesai, pellet diukur kembali diameternya. Nilai shrinkage didapatkan dari mengurangi diameter pellet sebelum sintering dengan diameter setelah sintering dibagi dengan diameter pellet sebelum sintering dikali 100%. Dapat dilihat rumus dibawah ini.

Pengukuran *Shrinkage*, Porositas dan Densitas :

$$\%P = \frac{Wb - Ws}{Wb - (Wg - Wk)} \times 100\%$$

$$\rho = \frac{Ws}{Wb - (Wg - Wk)} \times \rho \text{ air}$$

$$S = \frac{d_o - d}{d_o} \times 100\%$$

Dimana :

- Ws = massa sampel kering (gram)
- Wb = massa sampel setelah direndam air (gram)
- Wg = massa sampel digantung didalam air (gram)
- Wk = massa sampel kawat penggantung (gram)
- d_o = ukuran sampel sebelum sintering (cm)
- d = ukuran sampel sesudah (cm)
- S = Shrinkage (cm)
- P = Porositas (%)
- ρ = Densitas (g/cm³)
- ρ air = 1 g/cm³

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis bahan keramik *cordierite* dari silika abu sekam padi, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ pada berbagai konsentrasi. Untuk mengetahui perbedaan dilakukan karakterisasi terhadap silika gel abu sekam padi dan keramik *cordierite* hasil sintesis dengan metode Difraksi Sinar-X (XRD), Spektroskopi Infra Merah (FTIR), Scanning Elektron Microscopy (SEM), Shrinkage, Densitas dan Porositas.

4.1 Preparasi abu sekam padi

Pada preparasi ini, sekam padi dicuci dengan air untuk menghilangkan kotoran terutama tanah liat, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari dilanjutkan dengan oven pengering pada suhu 100°C . Pengeringan dilakukan untuk mengeliminasi kandungan air dalam sekam dengan menguapkan air dari permukaan sekam. Ketika sekam mulai dikenai energi panas dari oven bersuhu 100°C laju pengeringan sangat cepat, hingga pada saat masih tersisa sejumlah kandungan air, laju pengeringan mulai menurun.

Untuk membuat abu sekam padi, terlebih dahulu dilakukan pembakaran sekam padi di atas api. Proses pembakaran merupakan proses karbonasi yang bertujuan untuk mengubah sekam padi menjadi arang sekam padi dan menghilangkan komponen-komponen organik seperti hemiselulosa, selulosa dan lain-lain. Komponen tersebut diubah menjadi karbondioksida dan H_2O yang ditandai dengan perubahan warna sekam padi menjadi hitam. Arang sekam padi

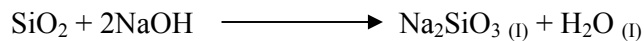
yang terbentuk diabukan dalam tungku pemanas (*furnace*) pada suhu 700°C selama 5 jam. Pemilihan suhu ini didasarkan pada penelitian terdahulu yang dilakukan (Yunita, 2008) yang memberikan hasil bahwa pengabuan pada suhu 700°C menghasilkan abu dalam bentuk amorf, sedangkan jika pengabuan pada suhu di atas 800°C terjadi perubahan struktur silika dari amorf menjadi kristal yang stabil. Abu dalam bentuk amorf ini mempunyai kereaktifan paling tinggi dibanding bentuk kristal dan kwarsa, sehingga silika dalam bentuk amorf ini lebih mudah bereaksi dengan NaOH daripada bentuk kristal dan kwarsa. Abu yang diperoleh berupa abu yang berwarna putih, menunjukkan hidrokarbon telah teroksidasi secara sempurna menjadi CO_2 dan H_2O yang menguap sehingga yang tersisa adalah bahan anorganik terutama SiO_2 dan impuritas lainnya (Nuryono, 2006).

4.2 Preparasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi

Abu sekam padi sebelum direfluks, terlebih dahulu dicuci dengan H_2SO_4 5%. Pencucian dengan H_2SO_4 menghilangkan oksida-oksida logam dan non logam dari dalam abu sekam padi, sebab H_2SO_4 akan mengikat oksida-oksida logam seperti CaO , Fe_2O_3 , dan MgO menjadi senyawa sulfat dan oksida non logam, kecuali silika diubah menjadi asamnya (Nuryono, 2006). Untuk menguji adanya oksida logam yang larut dalam pencucian dengan H_2SO_4 maka filtrat cucian terakhir (pH netral) direaksikan dengan natrium karbonat untuk menguji adanya Mg^{2+} dan Ca^{2+} dan ammonia untuk menguji adanya Fe^{2+} (Vogel, 1990).

Natrium silikat diperoleh dari abu sekam padi sebagai sumber silika dengan cara mengekstrak abu sekam padi dengan menggunakan NaOH 1M. Ekstraksi dilakukan dengan metode refluks selama 2 jam. (Munayyiroh, 2006)

Fungsi larutan NaOH adalah untuk melarutkan atau mereaksikan SiO₂ yang terdapat dalam abu sekam padi karena SiO₂ hanya larut dalam alkali hidroksida dan leburan-leburan karbonat (Handoyo, 1996). Ekstraksi silika gel dari abu sekam padi dengan larutan NaOH akan menghasilkan natrium silikat.

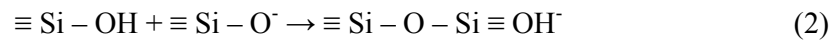


Reaksi pembentukan silika dari larutan natrium silikat dilakukan dengan menggunakan asam nitrat. Hal ini disebabkan jika kemungkinan dalam larutan natrium silikat (Na₂SiO₃) masih ada pengotor (Mg, Ca dan Fe) diharapkan dalam pembentukan silika gel dengan penambahan asam nitrat (HNO₃) tidak akan mengendapkan pengotor yang akan berpengaruh pada kemurnian silika gel hasil sintesis.

Silika akan membentuk gel pada pH di bawah 10 karena kelarutannya yang rendah (Isizhaki, 1998), sehingga untuk mendapatkan silika gel dari natrium silikat maka pH sistem harus diturunkan. Dalam penelitian ini pembentukan gel dilakukan pada pH=7 sebab pada kondisi mendekati netral konsentrasi gugus siloksi dan silanol terdeprotonasi seimbang dalam jumlah yang relatif banyak (Anggraeni, 2006).

Laju pembentukan gel tidak hanya bergantung pada keasaman larutan, tetapi juga konsentrasi asam, dimana Na⁺ akan digantikan oleh H⁺. Menurut

(Husing, 2002), pembentukan gel akan berlangsung cepat dengan meningkatnya konsentrasi asam pada kisaran pH 2 - 7. Pada kondisi ini terjadi proses kondensasi sebagai berikut :



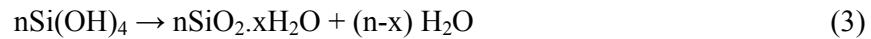
Dalam penelitian ini dilakukan pembuatan silika gel dengan waktu reaksi 2 jam dan konsentrasi asam 4M.

Pada kondisi awal saat larutan sangat basa pembentukan gel tidak terjadi, sedangkan kondisi asam dan kondisi masih bersifat basa pembentukan gel berlangsung lambat. Hal ini dikarenakan pada pH di atas titik isoelektrik, kondensasi terjadi melalui mekanisme pembentukan ikatan siloksan (Si-O-Si) antara Si-O⁻ (silanol terdeprotonasi) dengan Si-OH sesuai persamaan (2).

Pembentukan silika gel pada konsentrasi asam 4M menghasilkan gel yang kaku, hal ini disebabkan pembentukan berjalan cepat sebagai akibat proses polimerisasi kondensasi yang berjalan cepat sehingga ikatan siloksan yang terbentuk semakin banyak dan menyebabkan gel bersifat kaku.

Alkogel yang terbentuk kemudian didiamkan selama 24 jam. Pendiaman pada suhu kamar dilakukan agar monomer-monomer yang terbentuk melakukan polimerisasi kondensasi, selanjutnya kondensasi antara bola-bola polimer terus berlangsung dan terjadi penyusutan volume alkogel yang diikuti dengan pelepasan garam-garam natrium sehingga dihasilkan gel kaku yang disebut hidrogel. Untuk

memantapkan struktur silika, hidrogel yang terbentuk kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100⁰C selama 1 jam sehingga diperoleh silika gel berupa padatan putih silika gel yang memiliki tekstur berbeda-beda. Pemanasan tersebut menyebabkan hidrogel mengalami dehidrasi sehingga akan terbentuk silika gel (SiO₂.xH₂O) yang memiliki kandungan air bervariasi. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Untuk menghomogenkan ukuran serbuk silika gel yang dihasilkan maka dilakukan penggerusan menggunakan mortal lalu diayak dengan ayakan 100 mesh.

4.3 Analisis Silika Gel Dengan Difraksi Sinar-X

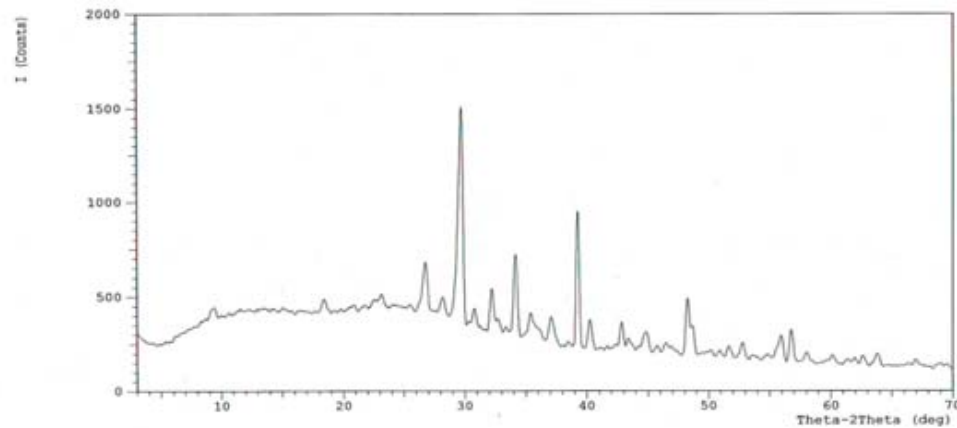
Karakterisasi silika gel hasil sintesis dilakukan menggunakan Difraksi Sinar-X untuk menguji kristalinitas dari silika gel hasil sintesis.

Analisis menggunakan XRD ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristalin dari silika gel. Analisis kualitatif ini dilakukan dengan panjang gelombang 1,54060 Å. Kondisi operasi melibatkan radiasi Cu, Step size 0.0200 derajat, tegangan 40.0 kV dan arus 30.0 mA. Sampel *discan* dari daerah pengamatan antara 3,0000 - 70,0000 derajat. Data yang diperoleh berupa jarak antar bidang, intensitas dan besar sudut (2θ) yang kemudian dicocokkan dengan data pola difraksi sinar – X JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) atau hasil penelitian lain yang telah dilakukan sehingga senyawa yang

terdapat dalam sampel dapat diidentifikasi, difraktogramnya disajikan pada Gambar 4.1.

Pola difraksi untuk silika gel menunjukkan puncak yang melebar dengan pusat puncak $2\theta = 29,6261$. Menurut (Kalaphaty, 2000) bentuk puncak yang lebar dengan pusat puncak disekitar $2\theta = 22$ menunjukkan bahwa silika bersifat amorf. Dalam silika amorf penyusunan atom terjadi secara acak atau dengan derajat keteraturan yang rendah (Kalaphaty, 1999)

Pada difraktogram untuk silika muncul puncak tajam pada $2\theta = 29,6261$; $2\theta = 39,2260$, dan $2\theta = 34,1332$. Puncak tajam pada $2\theta = 29,6261$ menunjukkan bahwa silika gel mengandung senyawa SiO_2 dalam bentuk mineral kristobalit. Dari pola difraktogram yang telah diperoleh meskipun di dalam silika gel terbentuk fasa kristalin tetapi fasa amorf lebih banyak. Hal tersebut ditunjukkan dengan terbentuknya puncak yang tidak terlalu tajam dengan intensitas yang relatif rendah. Sehingga, dapat diketahui bahwa silika gel memiliki fasa campuran yaitu antara fasa kristalin dan fasa amorf dengan fasa amorf yang lebih banyak. Silika dalam fasa amorf lebih mudah larut jika dibandingkan dengan fasa kristalin (Barrer dalam Nur, 2001). Puncak tajam silika gel $2\theta = 29,6261$ dibandingkan dengan JCPDS nomor 83-1833 ternyata hampir sama.



Gambar 4.1. Difraktogram Sinar-X Silika Gel Hasil Sintesis

4.4 Pembuatan Bahan Keramik *Cordierite*

Untuk mendapatkan bahan keramik *cordierite* digunakan bahan dasar $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dan silika gel dengan perbandingan 1:4, 1:5 dan 1:6.

Karakterisasi mikrostruktur bahan keramik *cordierite* hasil sintesis dilakukan menggunakan XRD, FTIR dan SEM untuk karakterisasi gugus fungsional dan perubahan mikrostruktur. Karakterisasi bahan fisis keramik *cordierite* meliputi shrinkage, porositas dan densitas.

Campuran $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dengan perbandingan 1:1 melalui pemanasan dan pengadukan pada media air bebas ion dan penambahan NH_3 dan pengadukan bertujuan untuk menghomogenkan larutan yang terbentuk, sedangkan penambahan NH_3 bertujuan sebagai pembentuk gel di dapatkan residu berwarna putih.

Komponen Mg-Al dan silika gel dengan perbandingan 1:4, 1:5 dan 1:6. Campuran tersebut kemudian dipanaskan pada suhu 80⁰C dan di stirrer. Terbentuk larutan berwarna bening jernih setelah beberapa waktu pemanasan, larutan mengeras membentuk gel transparan. Selanjutnya gel dipanaskan dan di oven pada suhu 200⁰C selama 1 jam. Didapatkan serbuk putih yang selanjutnya di karakterisasi.

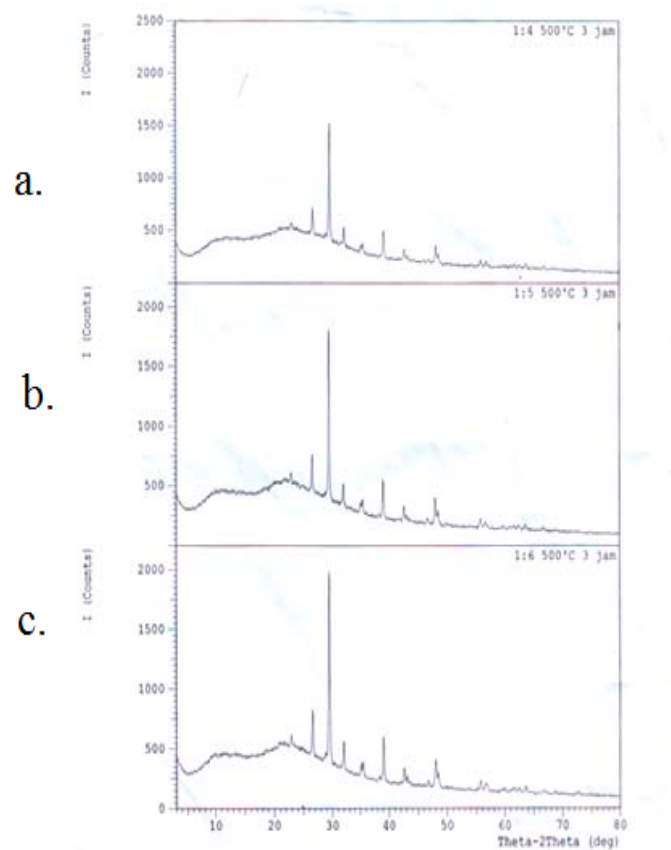
4.5 Karakterisasi Struktur Bahan Keramik *Cordierite* Dengan

XRD

Difraktogram Bahan keramik *cordierite* hasil pemanasan pada suhu 200⁰C, ditunjukkan pada Gambar 4.2. Pembentukan struktur Bahan keramik *cordierite* semakin meningkat seiring dengan peningkatan perbandingan 1:6. Hal ini dapat dilihat dengan jelas Gambar 4.2 pada puncak difraksi pada $2\theta = 29.4569$.

Dilihat dari Gambar 4.2, difraktogram terlihat adanya peningkatan kristalinitas sebagai akibat dari peningkatan jumlah silika gel yang ditambahkan. Peak yang terlihat mengalami peningkatan cukup dominan yaitu pada $2\theta = 29, 39$ dan 29. Dapat disimpulkan bahwa dengan adanya penambahan silika akan mempengaruhi pembentukan kristal *cordierite* dan tingkat kristalinitas, sehingga peak pengotor yang menghalangi kemunculan peak yang sebelumnya terdistribusi merata semakin hilang. Dibandingkan dengan hasil JCPDS nomor 82-1884 puncak tajam 10.448 dengan hasil penelitian ini 29.4569 ternyata beda jauh dikarenakan terlalu sedikitnya jumlah penambahan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ pada sintesis, sehingga tidak berpengaruh terhadap perubahan

pada difraksi jika dibandingkan dengan pola difraksi silika gel. Suhu temperatur 200⁰C hanya meningkatkan tingkat kristalinitas Kristal SiO₂ dimungkinkan tidak terjadi perubahan struktur Kristal, dan hanya terjadi pengurangan jumlah peak pengotor, sehingga pembentukan keramik cordierite belum berhasil dilakukan. Keramik cordierite mungkin dapat terbentuk apabila dilakukan penambahan jumlah perbandingan Mg(NO₃)₂.6.H₂O dan Al(NO₃)₃.9.H₂O berdasarkan perbandingan mol.



Gambar 4.2 Difraktogram Sinar-X Bahan Keramik *Cordierite* Hasil Sintesis

a) 1:4, b) 1:5 dan c) 1:6 pada suhu oven 200⁰C selama 1 jam

4.6 Karakterisasi Gugus Fungsi Bahan Keramik *Cordierite* Dengan FTIR

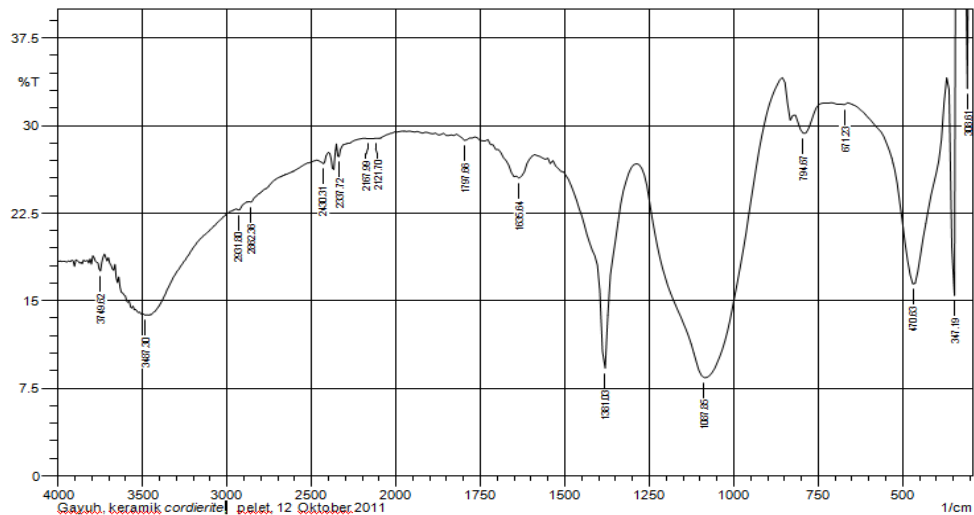
Spektroskopi FTIR merupakan metode yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam suatu molekul. Pada penelitian ini, spektroskopi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada sampel *cordierite* yang dihasilkan sampel dianalisis dengan FTIR pada bilangan gelombang antara $500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ yang disajikan pada Gambar 4.3. Hasil analisis mengindikasikan beberapa gugus fungsi silika atau gugus fungsi pembentukan *cordierite*. Secara lebih terperinci hasil identifikasi gugus fungsi untuk semua sampel *cordierite* dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Munculnya pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1600 cm^{-1} yang disebabkan oleh adanya gugus silanol yang ditandai dengan -OH dari Si-OH .

Keberadaan gugus siloksan ditunjukkan oleh munculnya pita serapan pada bilangan gelombang sekitar $1000\text{-}1110\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan Si-O dari Si-O-Si , sedangkan Mg-O-Al tampak pada daerah 500 cm^{-1} . Adanya gugus tersebut diperkuat oleh munculnya pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 2400 cm^{-1} yang disebabkan adanya gugus NaOH yang ditandai dengan adanya Na-OH . Munculnya pita serapan pada bilangan gelombang sekitar $2000\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan C-O . Daerah serapan antara $350\text{-}310\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus Al yang mengakibatkan oleh Al_2O_3 .

Adanya serapan pada $1381,03\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bahwa adanya ikatan C-H dari pengotor senyawa organik. Munculnya pengotor organik ini disebabkan

pengabuan yang kurang sempurna sehingga senyawa-senyawa organik belum semuanya menjadi CO₂ dan H₂O. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil keramik *cordierite* juga memiliki fungsional.



Gambar 4.3 Spektra Infra Merah Keramik *Cordierite*

Puncak yang terdeteksi dari hasil FTIR pada bilangan gelombang 1635,64 cm⁻¹, 1381,03 cm⁻¹, dan 1087,85 cm⁻¹ merupakan gugus fungsi yang masih berkaitan dengan gugus fungsi silika, nitrat dan silika-oksida-logam.

Dari hasil pengamatan perbandingan antara *cordierite* dengan hasil kristal *cordierite* sintesis terlihat kemiripan kemunculan gugus fungsi yaitu dimulai dari identifikasi gugus sekitar 2.400 cm⁻¹ sampai dengan gugus fungsi sekitar 400 cm⁻¹ terjadi kemiripan ditunjukkan pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Perbandingan Puncak Spektrum Gugus Fungsi *Cordierite* Hasil Penelitian.

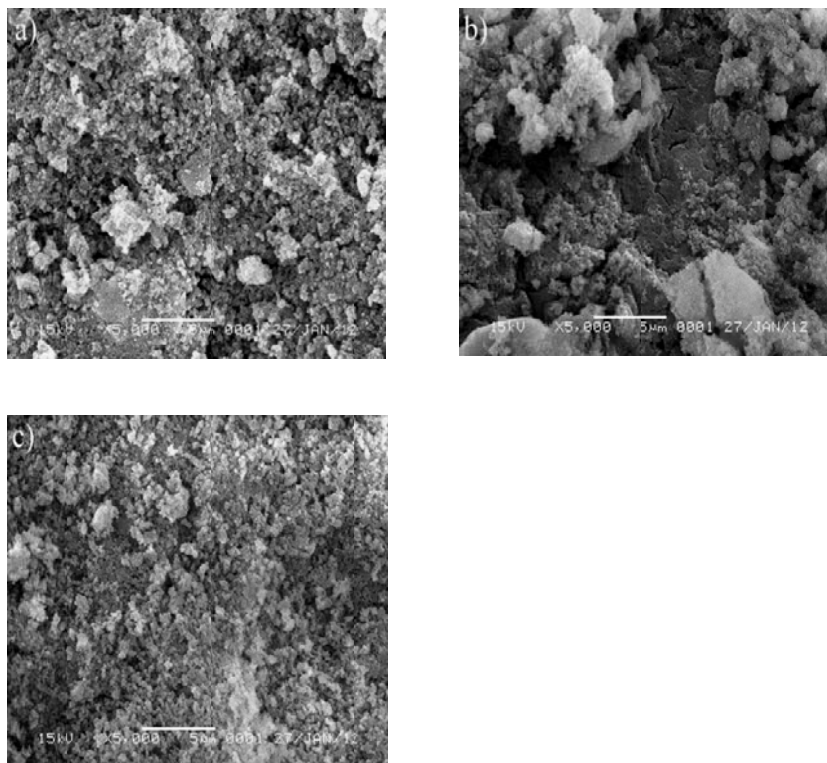
<i>Cordierite</i> pada suhu 500 ⁰ C (Sembiring,2008)	<i>Cordierite</i> hasil sintesis pada suhu 200 ⁰ C
2426,3 (cm ⁻¹)	2430,31
	2337,72
	2167,99
	2121,70
1789,8	1797,66
1639,4	1635,64
1384,8	1381,03
1027,2	1087,85
832	794,67
447	470,63

Terdapat beberapa perbedaan dengan munculnya peak pada 2337,72; 2167,99; dan 2121,70. Puncak dengan bilangan gelombang tersebut merupakan interaksi antara gugus OH dengan NaOH didalam selulosa. Peak tersebut akan hilang apabila pemanasan atau sintering dilakukan pada suhu diatas 500⁰C (Sembiring, 2008)

4.7 Karakterisasi Mikrostruktur Bahan Keramik *Cordierite* Dengan SEM

Karakteristik mikrostruktur sampel bahan keramik *cordierite* dioven pada suhu 200⁰C ditunjukkan pada Gambar 4.4. Morfologi permukaan sampel bahan

keramik *cordierite*, pada perbandingan 1:4 menunjukkan bahwa permukaan kelihatan tidak homogen dan memiliki pori, terdiri dari butiran-butiran kecil (*granular*), membentuk gumpalan (*cluster*), kasar (*rough*) dengan ukuran dan bentuk partikel yang berbeda, serta terdistribusi tidak merata. Pada perbandingan 1:5 menunjukkan terjadinya proses sintering yang mengakibatkan penggabungan beberapa partikel sehingga terlihat seperti *cluster-cluster* yang tidak merata. *Cluster-cluster* tersebut akan terpecah kembali dengan pemanasan atau penambahan konsentrasi silika gel yang di tunjukkan pada Gambar 4.4, yang menunjukkan kehomogenan ukuran dan bentuk partikel.



Gambar 4.4 Mikrostruktur bahan Keramik *Cordierite* SEM dengan Perbandingan
a) 1:4, b) 1:5 dan c) 1:6 Pada Suhu oven 200⁰C

4.8 Hasil Pengukuran Porositas, Densitas dan *Shrinkage*

Hasil pengukuran densitas dari keramik *cordierite* yang telah dioven pada suhu 200⁰C menunjukkan bahwa suhu oven terjadi oleh karena ikatan partikel-partikel dan berlangsungnya proses densifikasi. Nilai densitas yang diperoleh antara 0.98-0.85 g/cm³.

Hasil pengukuran porositas dari keramik *cordierite* yang telah dioven pada suhu 200⁰C menunjukkan bahwa suhu oven terjadinya densifikasi dan eliminasi pori sepanjang batas butir, sehingga peran dari silika gel sebagai aditif untuk menghasilkan pori tanpa mengurangi sifat-sifat keramik *cordierite* awalnya sudah berlangsung. Nilai porositas yang diperoleh antara 60.37-62.20 %.

Hasil pengujian terhadap shrinkage yang telah dilakukan maka didapatkan data seperti pada Tabel 4.2. Dari tabel dibawah ini bahwa silika gel yang ditambahkan ke dalam sampel bahan keramik *cordierite* maka shrinkage cenderung semakin meningkat. Hal ini dapat disebabkan karena setiap bahan keramik *cordierite* yang telah mengalami proses oven akan mengalami penyusutan. Terjadinya penyusutan disebabkan karena hilangnya kandungan air melalui reaksi dehidrasi dan terurainya zat-zat yang mudah terbakar melalui reaksi disosiasi.

Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Porositas, Densitas dan *Shrinkage* Bahan Keramik *Cordierite*

Sampel.	Perbandingan Mg, Al dan Silika Gel	Suhu oven (⁰ C)	<i>Shrinkage</i> (cm)	Densitas (g/cm ³)	Porositas (%)
1 A	1:4	200	0.9803	0.98	60.37
2 A	1:5	200	0.4878	0.90	61.31
3 A	1:6	200	0.9661	0.85	62.20

Dari sumber Ferro-Ceramic Grinding Inc. machines over 15 different materials *Cordierite* Properties pada ASTM C.20, nilai apparent density dari keramik *cordierite* adalah 2.60 g/cm³. Besarnya nilai densitas dari keramik *cordierite* hasil sintesis adalah berkisar antara 0.85-0.98 g/cm³.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Bahan keramik *cordierite* dari silika gel abu sekam padi dapat disintesis dengan asam nitrat dan waktu reaksi 2 jam merupakan waktu optimum untuk pembuatan silika gel dengan konsentrasi HNO_3 4M
2. Difraktogram Sinar-X menunjukkan bahwa struktur silika gel berbentuk amorf, Spektrogram FTIR menunjukkan adanya gugus silanol dalam bahan keramik *cordierite*, karakterisasi mikrostruktur bahan keramik *cordierite* dengan SEM menunjukkan adanya permukaan tidak homogen dan memiliki pori.
3. Hasil pengukuran densitas menunjukkan bahwa pada suhu 200°C terjadi ikatan partikel-partikel dan berlangsungnya proses densifikasi. Hasil pengukuran porositas menunjukkan bahwa pada suhu 200°C terjadi densifikasi dan eliminasi pori sepanjang batas butir, sehingga peran dari silika gel sebagai aditif untuk menghasilkan pori tanpa mengurangi sifat-sifat keramik *cordierite* awalnya sudah berlangsung.

5.2 Saran

Beberapa saran yang dapat dikemukakan dari hasil penelitian, pembahasan dan kesimpulan yang telah diuraikan adalah :

1. Pada penelitian selanjutnya perlu dilakukan variasi terhadap konsentrasi asam dengan kisaran lebih luas untuk menentukan kondisi pembentukan gel yang optimal dan variasi suhu pada pembuatan keramik *cordierite*.
2. Perlu dilakukan karakterisasi dengan menggunakan FTIR untuk menunjukkan gugus silanol dan siloksan dalam silika gel dan DTA untuk menunjukkan sifat termal dan struktur dalam keramik *cordierite* dan uji kekerasan.
3. Melakukan variasi suhu sintering lebih banyak sehingga memperoleh hasil simulasi yang lebih detail tentang hubungan suhu sintering dengan sifat keramik *cordierite*.

DAFTAR PUSTAKA

- Aji, Aman B. 2003. *Pembuatan Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Suhu Pengabuan, Kadar Na₂CO₃ dan Suhu Refluks*. Tugas Akhir 2. Jurusan Kimia FMIPA-UNNES.
- Anggraeni, Septy, 2006. *Sintesis Silika Gel Menggunakan Molekul Pengarah Ammonium Karbonat*. Tugas Akhir 2. Jurusan Kimia FMIPA-UNDIP
- Barrer. R. M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolit*. London: Academic Press.
- Cheng, J.M and Chang, F.W 1991, "The Chlorination Kinetics of Rice Husk", *Indian Engineering Chemical Research* 30, 2241-2247.
- Charles A.H, 2001, *Handbook of Ceramic glasses, and Diamonds*, Mc Graw Hills Company Inc, USA.
- Chatterjee, M and Naskar M.K 2006. "Sol-Gel Synthesis of Lithium Aluminium Silicate Powders; The Effect of Silica Sources", *Ceramic International*, 32, 623-632.
- Ganguli, D and Chatterjee, M 1997. "Ceramic Powder Preparation", *Handbook*, Boston, p 150-152.
- Handoyo, Kristian. 1996. *Kimia Anorganik*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press
- Harsono, Heru. 2002. *Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi*. Jurusan Fisika Universitas Brawijaya. Malang
- Houston, D.F. 1972. *Rice Chemistry and Technology*. Vol IV. American Association of Cereal Chemist, inc, st Paul, Minnesota, USA
- Hendayana, Sumar, Ph.D. 1998. *Kimia Analisis Intrumen*. Edisi Satu. IKIP Semarang Press
- Ishizaki, K.1998. *Porous Material Process Technology and Application*. Kluwer academic Publisher. Dordrecht
- Kalpathy. 2000. *A Simple Method for Production of Silica from Rice Hull Ash*. Bioresource Technology
- Karmakar, B, Kundu, P, Jana, S, Dwiredi, R.N, 2002, "Crystallisation Kinetics and Mechanism of Low expansion magnesium-alumina-silicate glass Ceramics by Dilatometry", *Am. Ceram. Soc* ,85 (10) 2572-2574
- Kurama, S and Kurama, H 2006, "The Reaction Kinetics of Rice Husk Based Cordierite Ceramic", *Ceramic International*, 1-4.

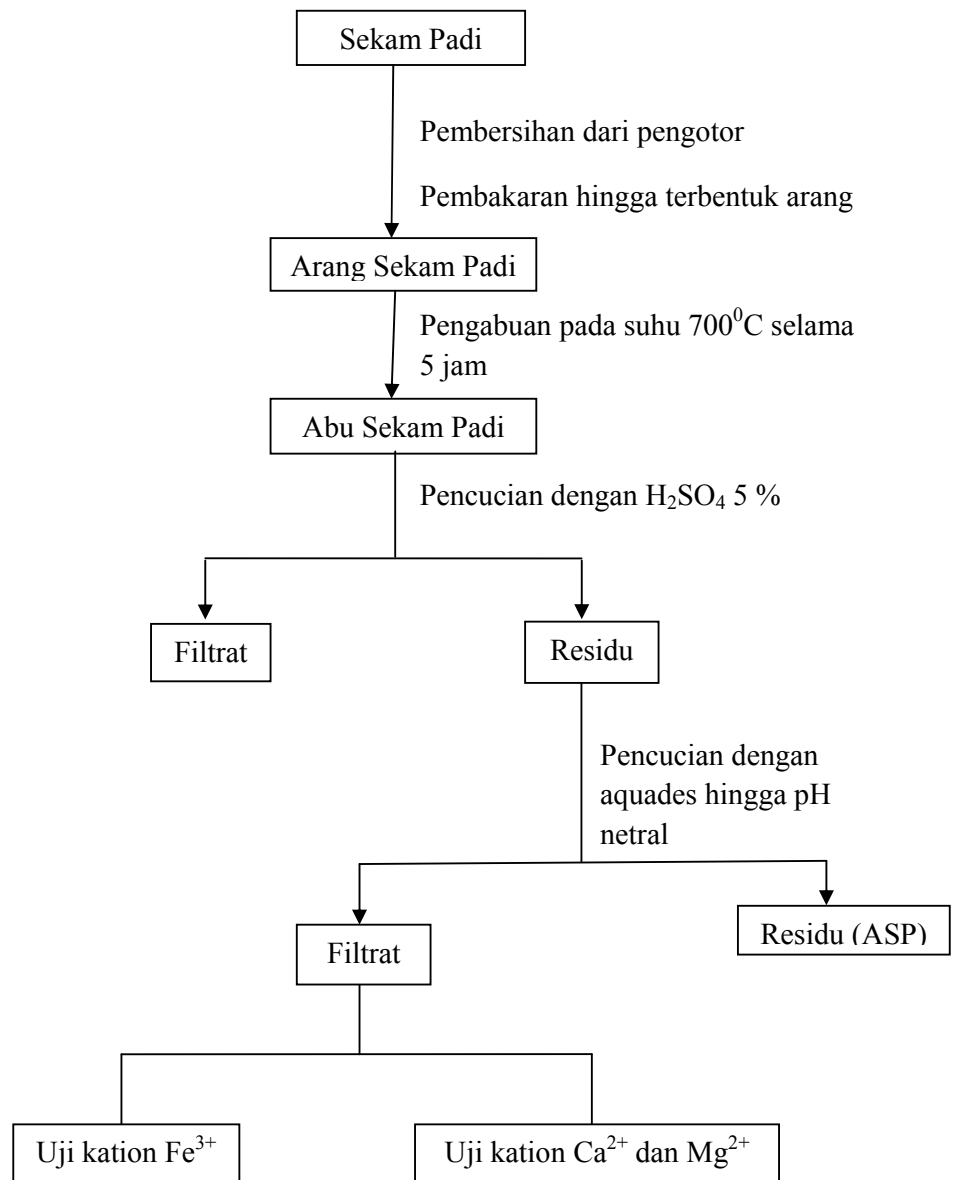
- Kurama, S and Ozel, N 2004, "Synthesis and Sintering of Cordierite at Low Temperature from Kaolinite and Magnesium hydroxide", *Key Engineering Materials*, 925-928.
- Kobayashi, Y; Sumi, K; Kato, E 2002, "Preparation of Dense Cordierite Ceramic from Magnesium Compounds and Kaolinite Without Additive", *Ceramic International*, 26, 739-743.
- Lichenstein, B, Jones, R.O, de Gironcoli, Baroni, S, 2000, "Anisotropic Thermal Expansion in Silicates: a Density Functional Study of β eucryptite and related Materials, *Phys. Rev. B*, 62 (17) 11487-11493
- Lin, M.H and Wang, M.C, 1995, "Crystallitation Behaviour of β -Spdumene in the Calnication of Magnesium-alumina-silicate gels", *Mater.Sci.* 30(10) 2716-2721.
- Nuryono, 2006. *Pembuatan dan Karakteristik Silika Gel Dari Abu Sekam Padi dengan Asam Sitrat dan Asam Klorida*. Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. Jurusan Kimia FMIPA UNNES. Semarang
- Nur, Hadi. 2001. Direct synthesis of NaA Zeolite from Rice Husk and Carbonaceous Rice Husk Ash. *Indonesian Journal of Agricultural Sciences*. Green Digital Press
- Munayyiroh, Siti. 2009. *Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Abu Sekam Padi*. Tugas Akhir 2. Jurusan Kimia FMIPA-UNNES
- Musler, B.H and Shaler, M.W (1984), "Preparation and Properties of Mullite Cordierite Composites", *Ceramic Bull* 63, 705-710
- Mulyana. 1997. *Karya Utama Sarjana Kimia*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA UI. Jakarta
- Sembiring, simon. 2008. *Karakterisasi Keramik Cordierite Berbasis Silika Sekam Padi Pada Temperature Rendah (Low Temperature)*. Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung. Lampung
- Soenardjo, edi. 1991. *Padi Buku 3*. Bogor. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian
- Shulka, B.D, Pojha, T, Gupta, S.P, 1985, "Agricultural Mechanisation in Asia, Africa and Latin America", 16(6) 53-56.
- Tan, K.H. 1991. *Dasar-Dasar Kimia Tanah*, Yogyakarta: Gadjah Mada University
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Edisi Kelima. Jakarta: Kalman Media Pustaka

- Winarno. 1985. *Teknologi Pengolahan Padi Terintegrasi Berwawasan Lingkungan*. Jakarta : Bulog
- Yunita, Isti. 2008. *Pengaruh Waktu Reaksi Pada Sintesis Zeolit Dari Abu Sekam Serta Aplikasinya Sebagai Penukar Ion*. TA II. Jurusan Kimia FMIPA UNNES. Semarang.

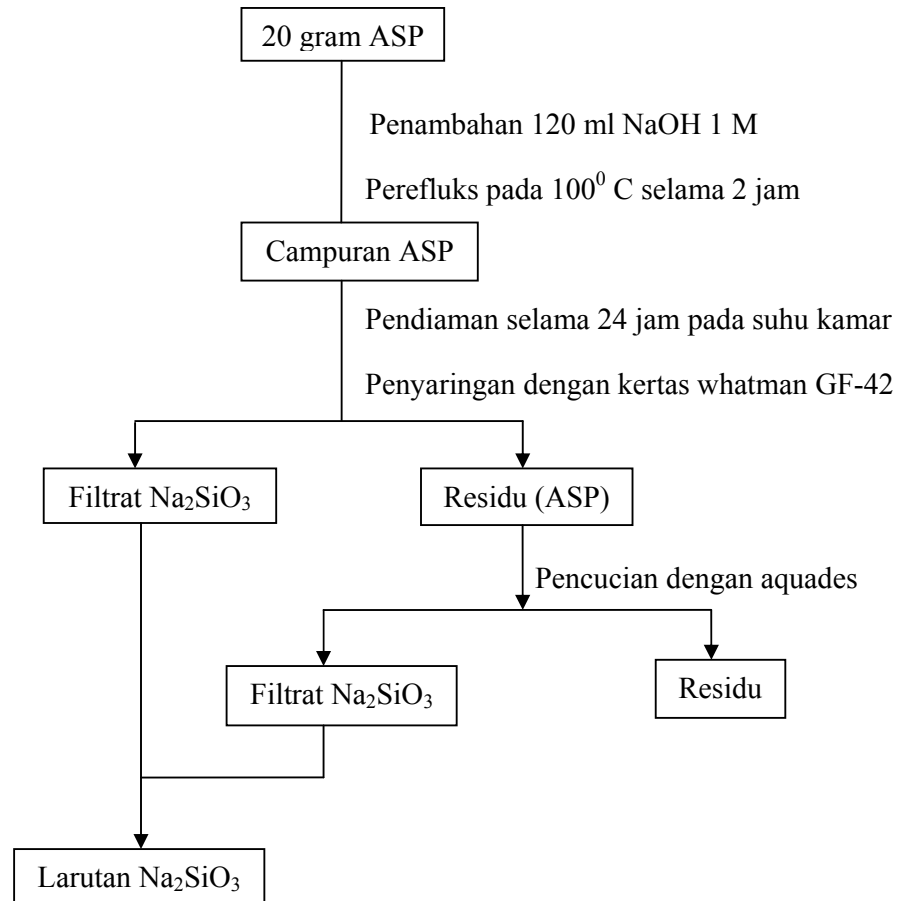
Lampiran A. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Silika Gel dari Sekam Padi

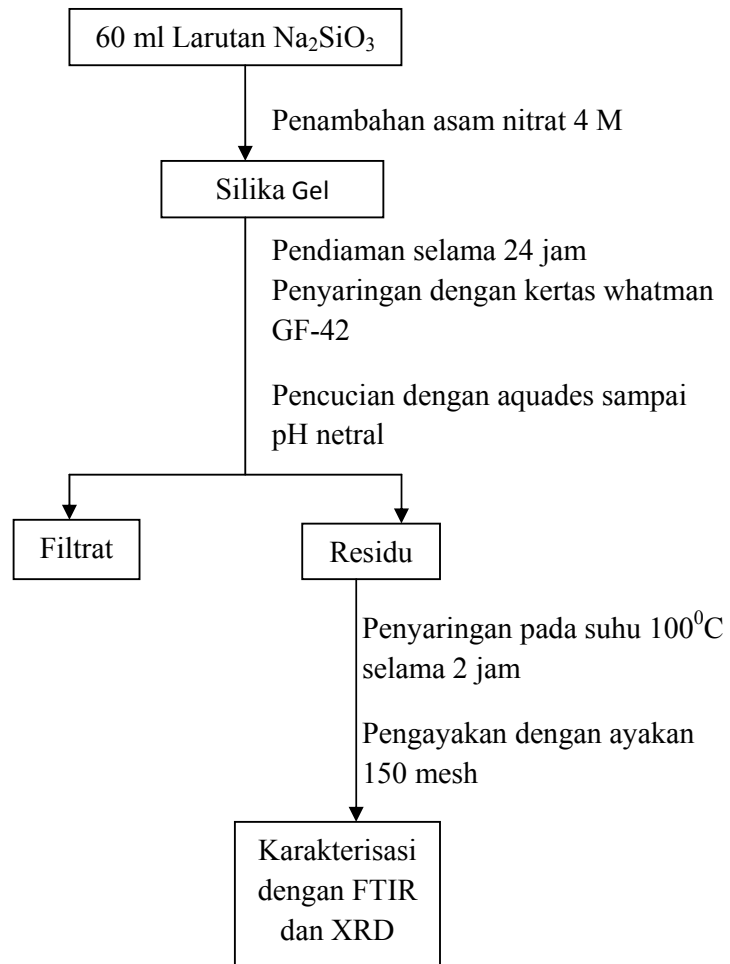
a. Pengabuan Sekam Padi



Skema Kerja 1. Preparasi Abu Sekam Padi

b. Pembuatan Natrium Silikat

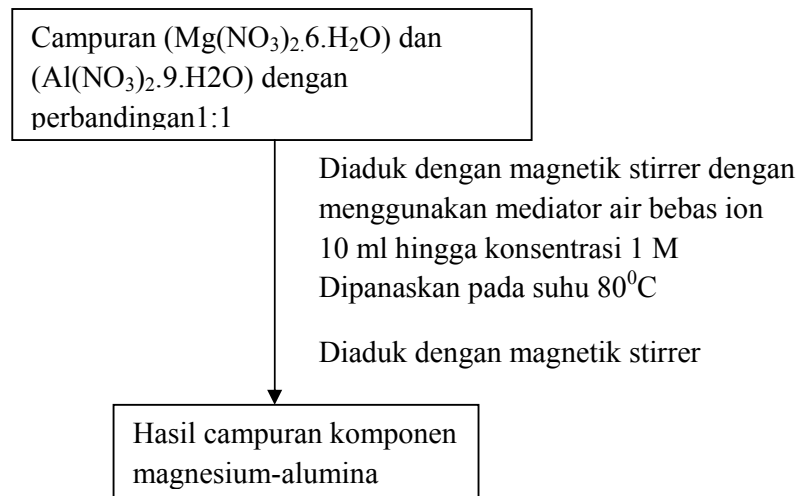
Skema Kerja 2. Pembuatan Natrium Silikat

c. Pembuatan Silika Gel

Skema Kerja 3. Pembuatan Silika Gel

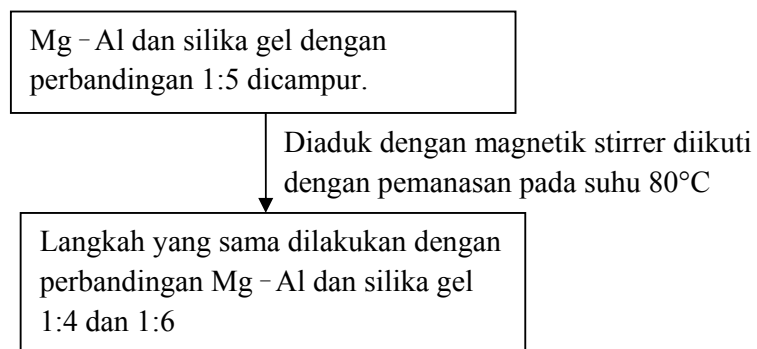
2. Pembuatan Keramik *Cordierite*

a. Sintesis Magnesium Alumina

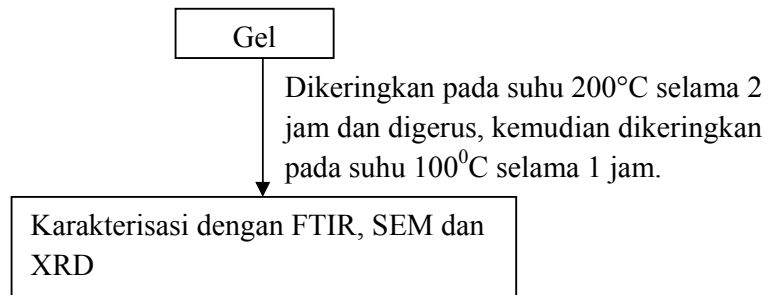


Skema Kerja 1. Sintesis Magnesium Alumina

b. Sintesis Magnesium Alumina - Silika Gel



Skema Kerja 2. Sintesis Magnesium Alumina – Silika Gel

c. Karakterisasi Keramik

Skema Kerja 3. Karakterisasi Keramik

Lampiran B. Dokumentasi Penelitian



Abu Sekam Padi



Pembuatan Natrium Silikat dengan Metode Refluks



Hasil Sintesis Keramik Cordierite Dengan Perbandingan 1:4, 1:5, dan 1:6

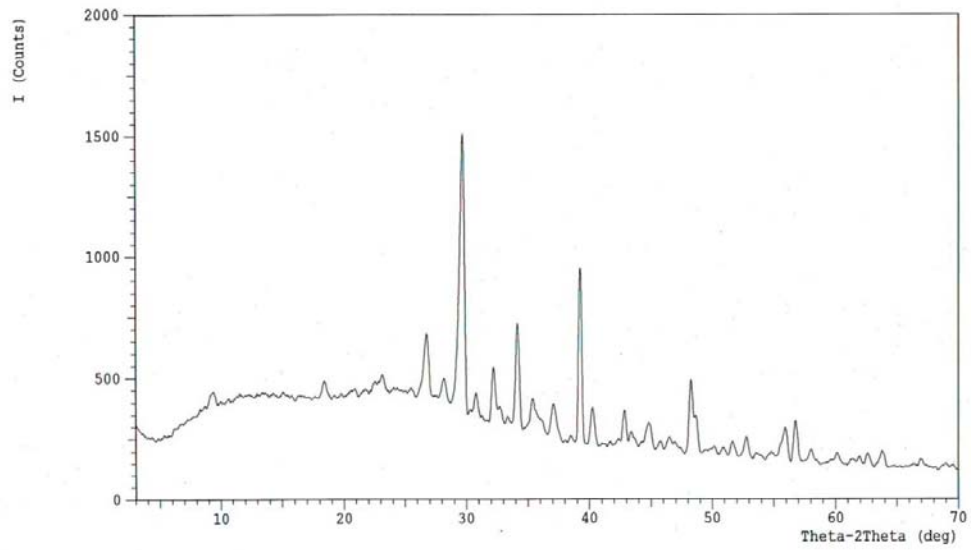


Larutan Natrium Silikat dengan waktu reaksi 2 jam

Lampiran C. Data Karakterisasi Silika Gel dan Keramik

Cordierite

1. Difraktogram Sinar-X Silika Gel

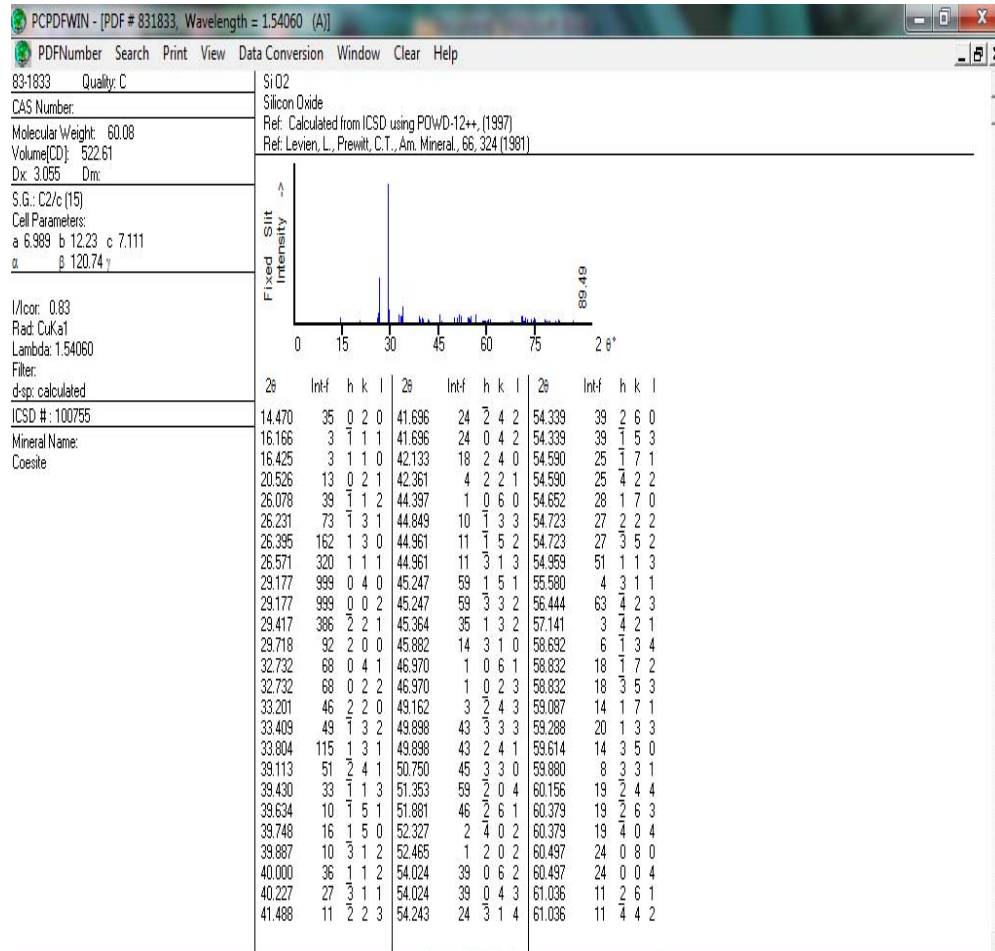


Tabel 4.3 Difraktogram Sinar-X Silika Gel

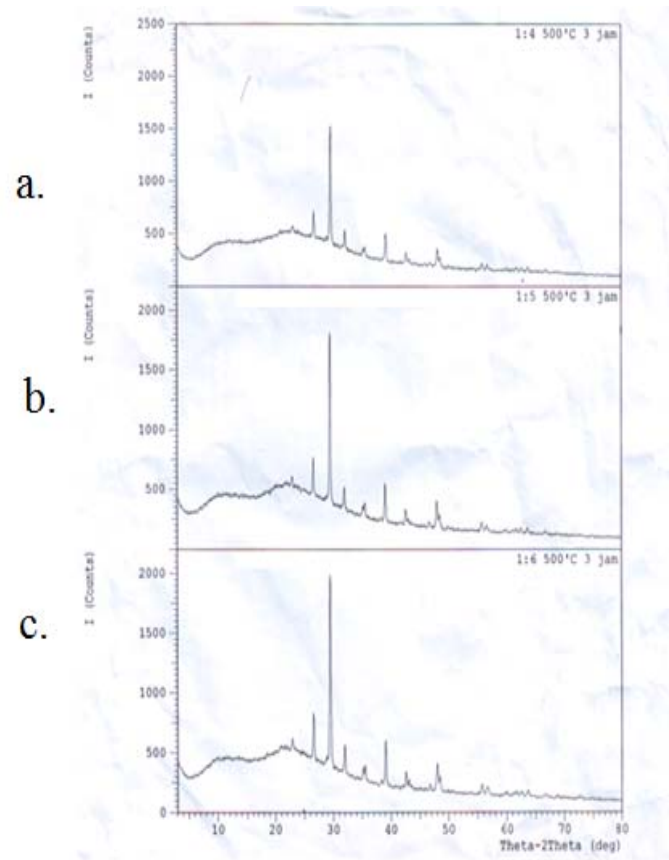
Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	19	29.6261	3.01292	100	0.44370	779	18423
2	28	39.2260	2.29485	65	0.29330	510	7642
3	23	34.1332	2.62468	37	0.33080	288	5110

Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	8.3000	10.64423	3	0.32000	25	1013	
2	8.6800	10.17907	4	0.00000	29	0	
3	9.2707	9.53178	8	0.64140	60	1995	
4	10.0200	8.82061	3	0.56000	26	610	
5	10.5600	8.37073	3	0.48000	25	553	
6	11.3200	7.81039	4	0.58000	29	778	
7	11.5800	7.63560	4	0.00000	33	0	
8	12.0400	7.34489	3	0.00000	24	0	
9	12.3000	7.19021	3	0.52000	27	668	
10	13.0000	6.80458	3	0.48000	24	375	
11	13.4000	6.60234	3	0.97000	25	1888	
12	18.3840	4.82211	6	0.32800	45	834	
13	22.5600	3.93806	4	0.50000	35	1094	
14	23.0685	3.85239	7	0.52700	53	1602	
15	26.1800	3.40116	3	0.18000	25	372	
16	26.7132	3.33447	23	0.44360	181	4258	
17	28.1438	3.16814	9	0.42100	70	1845	
18	28.8600	3.09113	3	0.16000	24	613	
19	29.6261	3.01292	100	0.44370	779	18423	
20	30.7757	2.90294	8	0.31720	66	1261	
21	32.1847	2.77900	20	0.34180	153	2606	
22	32.7000	2.73637	6	0.35000	46	1074	
23	34.1332	2.62468	37	0.33080	288	5110	
24	35.4000	2.53361	11	0.44360	88	2064	
25	35.7200	2.51164	6	0.00000	44	0	
26	36.1000	2.48607	5	0.38660	37	1037	
27	37.0771	2.42276	12	0.44570	92	2247	
28	39.2260	2.29485	65	0.29330	510	7642	
29	40.2406	2.23929	14	0.35470	112	2142	
30	42.8170	2.11032	13	0.32200	103	1953	
31	43.3864	2.08394	5	0.32710	42	614	
32	43.6600	2.07151	3	0.21340	24	250	
33	44.7800	2.02227	9	0.52000	67	2004	
34	46.4500	1.95338	4	0.38000	34	720	
35	46.8900	1.93607	3	0.34000	25	500	
36	48.2251	1.88554	28	0.33190	216	3322	
37	48.6000	1.87187	14	0.36000	112	2051	
38	50.8600	1.79386	3	0.29340	24	630	
39	51.6190	1.76926	6	0.30200	46	783	
40	52.7275	1.73464	8	0.34500	60	1374	
41	54.8100	1.67356	3	0.26000	27	634	
42	55.5400	1.65328	7	0.28000	52	724	
43	55.8410	1.64508	12	0.48200	95	1764	
44	56.7245	1.62153	17	0.29310	129	2023	
45	57.9900	1.58912	5	0.32000	40	739	
46	60.1000	1.53828	5	0.30000	36	837	
47	61.8993	1.49781	4	0.25470	28	556	
48	62.5766	1.48322	5	0.28670	37	569	
49	63.7600	1.45851	6	0.40000	45	937	
50	66.9300	1.39692	4	0.30000	34	890	
51	68.9625	1.36063	3	0.33500	23	914	

2. JCPDS Nomor 83-1833 Silika Gel



3. Difraktogram Sinar-X Keramik *Cordierite*



Tabel 4.4 Difraksi Sinar-X Keramik *Cordierite* Perbandingan 1:4

Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	12	29.6297	3.01256	100	0.21130	807	8147
2	20	39.1987	2.29638	25	0.21750	200	2507
3	9	26.7196	3.33369	22	0.19760	174	2082

Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	11.6700	7.57692	3	0.16000	25	382	
2	13.8811	6.37458	3	0.05230	25	129	
3	20.9064	4.24566	5	0.08850	39	343	
4	21.3474	4.15894	4	0.08340	29	274	
5	22.9000	3.88036	4	0.10220	35	260	
6	23.1035	3.84664	7	0.27700	55	622	
7	23.3671	3.80384	3	0.11710	24	251	
8	24.1510	3.68211	4	0.05790	34	173	
9	26.7196	3.33369	22	0.19760	174	2082	
10	28.9555	3.08115	4	0.21770	30	382	
11	29.4000	3.03557	13	0.13000	106	1209	
12	29.6297	3.01256	100	0.21130	807	8147	
13	29.9400	2.98204	4	0.14220	34	566	
14	30.9993	2.88251	3	0.15000	28	283	
15	32.1170	2.78470	16	0.20170	131	1788	
16	35.2977	2.54071	7	0.18450	56	599	
17	35.6160	2.51873	10	0.20000	78	678	
18	35.7600	2.50892	4	0.11500	29	230	
19	38.8200	2.31791	4	0.09720	29	296	
20	39.1987	2.29638	25	0.21750	200	2507	
21	42.7675	2.11265	11	0.19500	90	1139	
22	43.2586	2.08980	5	0.25070	38	639	
23	46.8991	1.93571	3	0.39030	25	825	
24	48.1620	1.88786	16	0.22400	129	1657	
25	48.5778	1.87267	9	0.23570	69	925	
26	55.8655	1.64441	7	0.18100	54	724	
27	56.7336	1.62129	7	0.18070	53	542	
28	57.0576	1.61285	3	0.13130	24	248	
29	61.8100	1.49976	3	0.18000	24	320	
30	63.7493	1.45873	4	0.19860	33	416	
31	66.8680	1.39806	4	0.21600	34	558	

Tabel 4.5 Difraksi Sinar-X Keramik *Cordierite* Perbandingan 1:5

Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10	29.4696	3.02856	100	0.20290	1027	10793
2	15	39.0417	2.30525	24	0.23000	243	2916
3	7	26.5532	3.35420	22	0.21090	223	2771

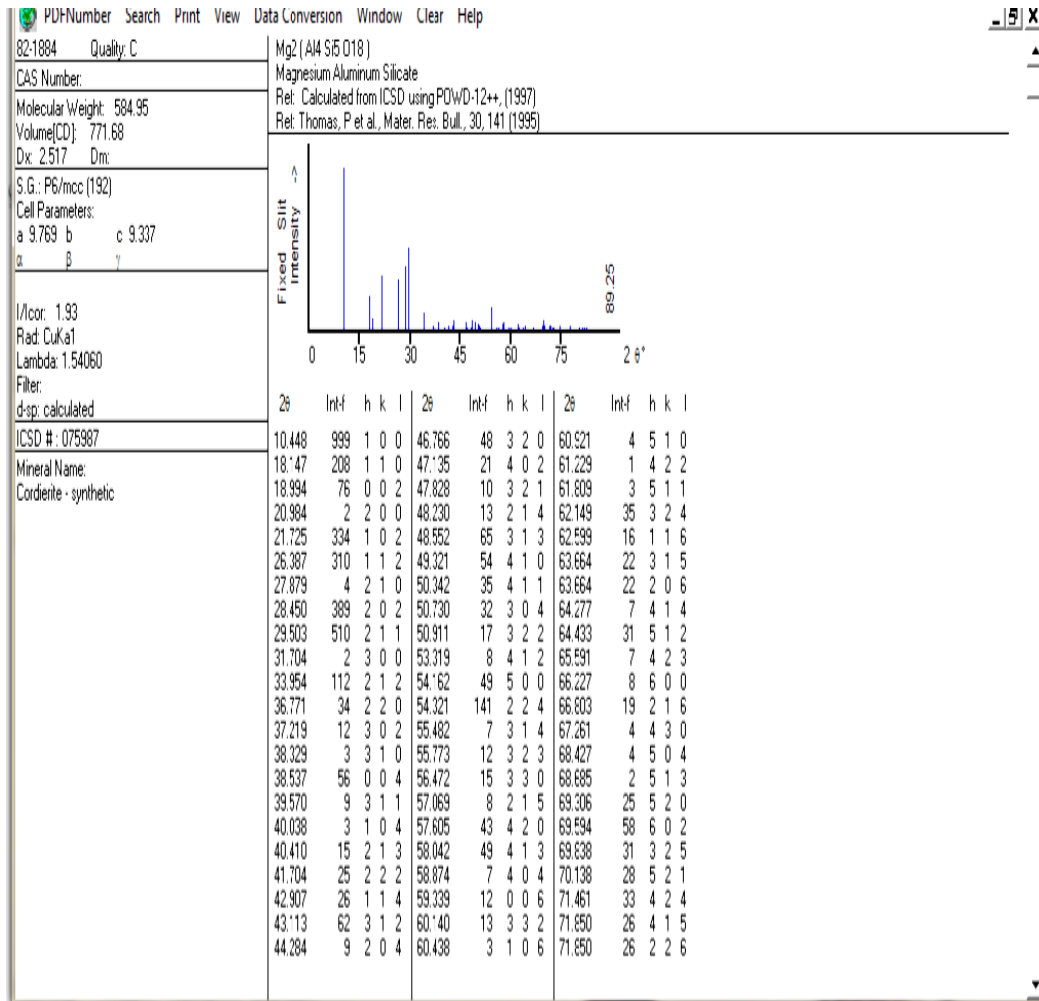
Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	19.2682	4.60278	4	0.11360	38	488	
2	20.0212	4.43133	3	0.19750	35	691	
3	20.2280	4.38649	4	0.12940	36	412	
4	21.8660	4.06146	3	0.18800	33	565	
5	22.0983	4.01929	3	0.19670	33	445	
6	22.8841	3.88302	7	0.24170	68	1090	
7	26.5532	3.35420	22	0.21090	223	2771	
8	29.0400	3.07238	3	0.10000	35	349	
9	29.2400	3.05182	11	0.12800	116	1313	
10	29.4696	3.02856	100	0.20290	1027	10793	
11	31.9634	2.79773	13	0.20280	136	1818	
12	35.1607	2.55030	6	0.20860	65	827	
13	35.4762	2.52834	9	0.23750	89	1119	
14	38.7600	2.32136	3	0.10800	35	241	
15	39.0417	2.30525	24	0.23000	243	2916	
16	42.6146	2.11988	10	0.19730	100	1208	
17	43.0781	2.09814	4	0.20960	40	612	
18	46.6970	1.94362	4	0.17400	40	482	
19	47.9969	1.89397	17	0.20800	177	2168	
20	48.4362	1.87781	9	0.27250	92	1532	
21	55.7284	1.64813	6	0.20090	58	791	
22	56.5875	1.62513	4	0.18500	45	668	
23	62.4360	1.48622	3	0.27200	31	486	
24	63.5995	1.46180	4	0.17910	42	514	

Tabel 4.6 Difraksi Sinar-X Keramik *Cordierite* Perbandingan 1:6

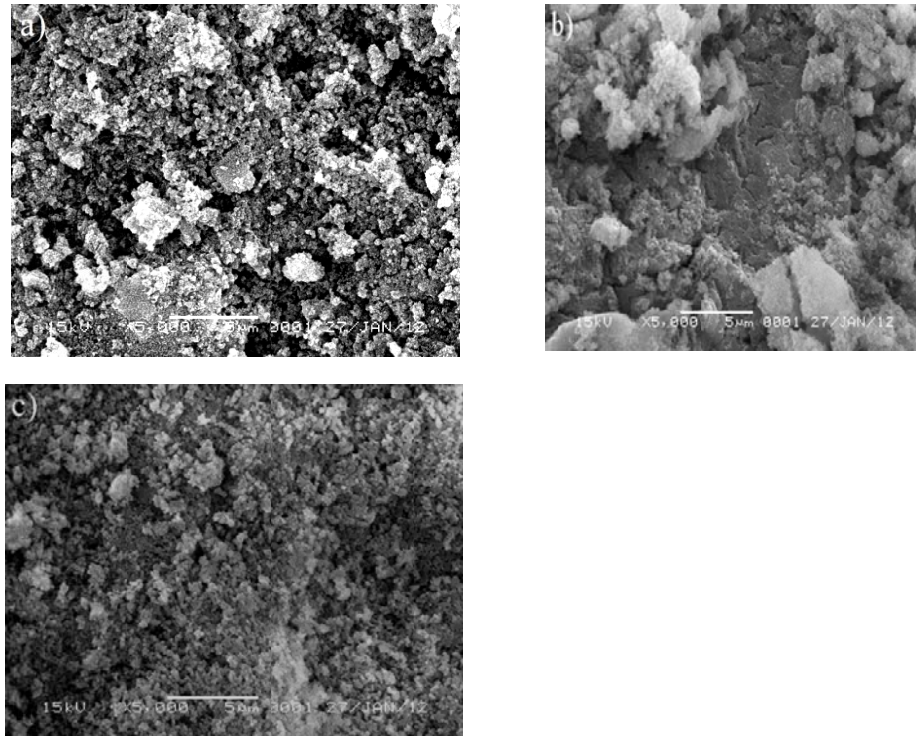
Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	8	29.4569	3.02984	100	0.23310	1143	14665
2	14	39.0448	2.30508	25	0.23030	285	4080
3	6	26.5416	3.35564	24	0.23410	276	3763

Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	Int
1	20.8041	4.26631	3	0.30170	35	719	
2	21.1150	4.20419	3	0.31000	34	500	
3	21.6201	4.10709	3	0.10880	40	357	
4	22.0495	4.02807	3	0.19910	35	515	
5	22.9037	3.87974	6	0.27250	74	1603	
6	26.5416	3.35564	24	0.23410	276	3763	
7	28.8295	3.09433	5	0.20090	55	1127	
8	29.4569	3.02984	100	0.23310	1143	14665	
9	29.8600	2.98985	3	0.13140	39	582	
10	31.7200	2.81864	3	0.15420	38	416	
11	31.9615	2.79789	15	0.23310	176	2052	
12	35.1372	2.55195	7	0.20250	77	859	
13	35.4784	2.52819	8	0.19440	95	1035	
14	39.0448	2.30508	25	0.23030	285	4080	
15	42.6050	2.12033	9	0.22340	106	1430	
16	43.0970	2.09726	5	0.16600	62	763	
17	46.7513	1.94149	3	0.31070	39	668	
18	47.9934	1.89410	15	0.26450	173	2551	
19	48.4361	1.87782	8	0.25720	94	1352	
20	55.6960	1.64901	6	0.23200	66	979	
21	56.6500	1.62349	4	0.42000	48	921	
22	61.6876	1.50244	3	0.16870	34	464	
23	63.6466	1.46083	4	0.21330	42	609	

4. JCPDS Nomor 82-1884 Keramik *Cordierite*

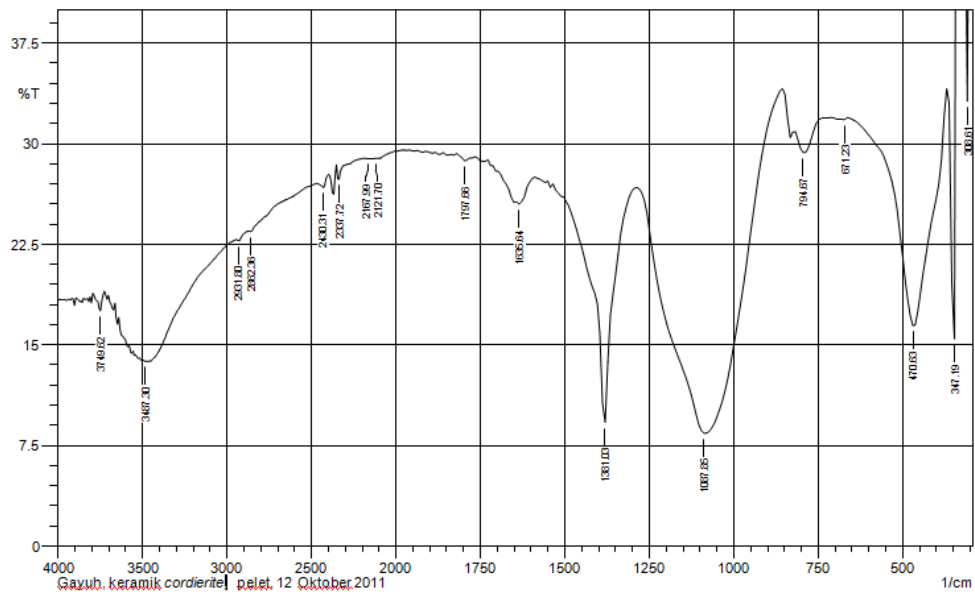


5. SEM Keramik *Cordierite*



Gambar 4.4 Mikrostruktur Keramik *Cordierite* SEM dengan Perbandingan a) 1:4 b) 1:5, dan c) 1:6 Pada Suhu oven 200⁰C

6. Spektra Infra Merah Keramik *Cordierite*



Tabel 4.7 Interpretasi FTIR Keramik *Cordierite*

No	Keramik <i>Cordierite</i>	Gugus Fungsi
1.	1635.64	Si-OH
2.	1381.03	C-H
3.	1087.85	Si-O-Si
4.	794.67	Si-O-Si
5.	470.63	Mg-O-Al
6.	2430.31	NaOH
7.	1797.66	C-O
8.	347.19	Al ₂ O ₃
9.	308.61	Al ₂ O ₃

7. *Shrinkage*, Porositas dan Densitas

Sampel	Perbandingan Mg, Al dan Silika Gel	Suhu Sintering (⁰ C)	<i>Shrinkage</i> (cm)	Densitas (g/cm ³)	Porositas (%)
1 A	1:4	500	0.9803	0.98	60.37
2 A	1:5	500	0.4878	0.90	61.31
3 A	1:6	500	0.9661	0.85	62.20

8. Standar Ferro-Ceramic Grinding Inc. Machines Over 15 Different Materials Cordierite Properties

Properties	Units	Test	Value
Physical			
Chemical Formula	-	-	2MgO-2Al ₂ O ₃ -5SiO ₂
Density, ρ	g/cm ³	ASTM C20	2.60
Color	-	-	Tan
Crystal Structure	-	-	Orthorhombic
Water Absorption	% @R.T.	ASTM C373	0.02 - 3.2
Hardness	Moh's	-	7
Hardness	knoop (kg/mm ²)	Knoop 100g	--
Mechanical			
Compressive Strength	MPa @ R.T.	ASTM C773	350
Tensile Strength	MPa @ R.T.	ACMA Test #4	25.5
Modulus of Elasticity (Young's Mod.)	GPa	ASTM C848	70
Flexural Strength (MOR)	MPa @ R.T.	ASTM F417	117
Poisson's Ratio, ν	-	ASTM C818	0.21
Fracture Toughness, K _{Ic}	MPa x m ^{1/2}	Notched Beam Test	--

Thermal			
Max. Use Temperature (* denotes inert atm.)	°C	No load cond.	1371
Thermal Shock Resistance	ΔT (°C)	Quenching	500
Thermal Conductivity	W/m-K @ R.T.	ASTM C408	3.0
Coefficient of Linear Thermal Expansion, α_l	$\mu\text{m/m}\cdot^\circ\text{C}$ ($\sim 25^\circ\text{C}$ through $\pm 1000^\circ\text{C}$)	ASTM C372	1.7
Specific Heat, c_p	cal/g-°C @ R.T.	ASTM C351	0.35
Electrical			
Dielectric Constant	1MHz @ R.T.	ASTM D150	4.7
Dielectric Strength	kV/mm	ASTM D116	5.11
Electrical Resistivity	Ωcm @ R.T.	ASTM D1829	10^{14}

Lampiran D. Contoh Perhitungan

1. Preparasi Larutan H₂SO₄ 5%, HNO₃ 4M, dan NaOH 1M

- a. Pembuatan 200 mL Larutan H₂SO₄ 5%

$$\rho = 1,41 \text{ kg/L} = 1410 \text{ g/L}$$

$$M_r \text{ H}_2\text{SO}_4 = 98,08 \text{ g/mol}$$

Menghitung molaritas H₂SO₄ 5% :

$$M = \frac{\rho}{BM} \times \% \text{ H}_2\text{SO}_4$$

$$M_1 = \frac{1410 \text{ g/L}}{98,08} \times 97\% = 13,9447M$$

$$M_2 = \frac{1410 \text{ g/L}}{98,08} \times 5,00\% = 0,72 M$$

Pengenceran H₂SO₄ 65% menjadi 5% :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 13,9447 = 200 \text{ mL} \times 0,72M$$

$$= 10,32 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat 200 mL H₂SO₄ 5% dibutuhkan 10,32 mL H₂SO₄ 97%

- b. Pembuatan 200 mL Larutan HNO₃ 4 M

HNO₃ yang tersedia adalah 65 %

$$\rho = 1,41 \text{ kg/L} = 1410 \text{ g/L}$$

$$M_r \text{ HNO}_3 = 63 \text{ g/mol}$$

Menghitung molaritas HNO₃ 4 M :

$$M = \frac{\rho}{BM} \times \% \text{ HNO}_3$$

$$M = \frac{1410 \text{ g/L}}{63} \times 65 \% = 14,548 \text{ M}$$

Pengenceran HNO₃ 14,548 M menjadi HNO₃ 4 M :

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$V1 \times 14,548 \text{ M} = 200 \text{ mL} \times 4 \text{ M} = 55 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat 200 mL HNO₃ dibutuhkan 55 mL HNO₃ 65%

c. Pembuatan Larutan NaOH 1 M

NaOH = 4 gram/mol

Larutan NaOH 1 M = 1 mol/L

Jadi untuk membuat larutan NaOH 1 M sebanyak 100 mL diperlukan 15 gram NaOH.

2. Densitas, Porositas dan *Shrinkage*

a. Densitas untuk suhu 200⁰C dari keramik *cordierite*

$$\rho = \frac{W_s}{W_b - (W_g - W_k)} \times \rho_{\text{air}} = \frac{4.1072}{6.6398 - (2.4999 - 0.0549)} = 0.98 \text{ cm}^3$$

b. Porositas untuk suhu 200⁰C dari keramik *cordierite*

$$P = \frac{W_b - W_s}{W_b - (W_g - W_k)} \times 100\% = \frac{6.6398 - 4.1072}{6.6398 - (2.4999 - 0.0549)} \times 100\% = 60.37\%$$

c. *Shrinkage* untuk suhu 200⁰C dari keramik *cordierite*

$$S = \frac{d_o - d}{d_o} \times 100\% = \frac{2,04 - 2,02}{2,04} \times 100\% = 0.9803$$

Data Pengukuran Densitas, Porositas dan Shrinkage Dengan Perbandingan dan Suhu Sintering.

Sampel	Perbandingan Mg, Al dan Silika Gel	Suhu oven (⁰ C)	Ws (g)	Wb (g)	Wk (g)	Wg (g)	ρ (g/cm ³)	P (%)	<i>Shrinkage</i> (cm)
1 A	1:4	200 ⁰ C	4.1072	6.6398	0.0549	2.4999	0.98	60.37	0.9803
2 A	1:5	200 ⁰ C	4.1341	6.94	0.0549	2.4181	0.90	61.31	0.4878
3 A	1:6	200 ⁰ C	4.112	7.1348	0.0549	2.3301	0.85	62.20	0.9661