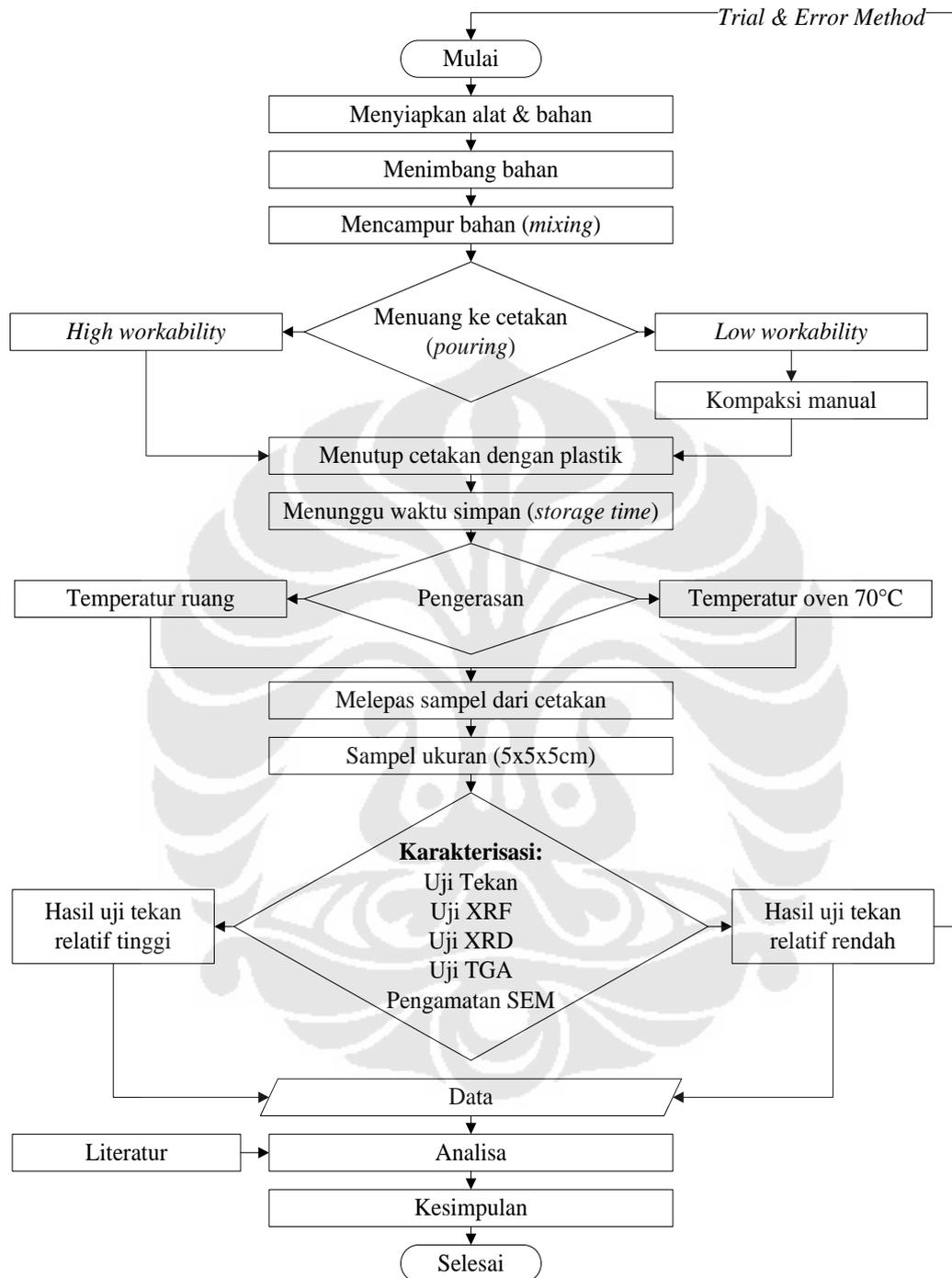


## BAB 3 METODE PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Untuk mempelajari sintesis geopolimer maka dibuat sampel yang selanjutnya akan dikarakterisasi dimana langkah pembuatan dan pengujiannya tertera pada diagram alir penelitian (Gambar 3.1). Hal yang pertama dilakukan adalah menyiapkan alat dan bahan lalu dapat dilanjutkan dengan penimbangan bahan. Kemudian dilanjutkan dengan pencampuran seluruh bahan diikuti dengan proses pengadukan hingga adonan homogen. Setelah itu adonan dapat dituang ke dalam cetakan logam yang telah dilapisi dengan plastik. Hal yang harus diamati saat penuangan adonan adalah *workability* adonan yaitu kemampuan adonan dalam melarutkan satu sama lain menjadi adonan yang homogen dan kemampuan adonan dalam mengalir mengisi ruang cetakan. Jika *workability* adonan baik maka adonan langsung dapat ditutup dengan lapisan plastik untuk mencegah penguapan air yang berlebihan, sedangkan untuk adonan dengan *workability* rendah harus dibantu dengan kompaksi manual terlebih dahulu agar dapat mengisi ruang cetakan. Kompaksi disini hanya bertujuan agar adonan dapat mengisi ruang cetakan bukan untuk mendapatkan kekuatan mekanik. Selanjutnya sampel dikeraskan. Setelah itu sampel siap dikarakterisasi untuk mendapatkan data yang selanjutnya dapat dianalisa untuk mendapatkan jawaban dari penelitian ini. Analisa data penelitian ini juga ditunjang dengan studi literatur penelitian-penelitian geopolimer terdahulu.



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

### 3.2 Alat & Bahan

#### 3.2.1 Alat

- Timbangan digital
- Gelas kimia
- Spatula
- Cetakan logam kubus (5x5x5cm)
- Perlatan kompaksi manual
- Plastik tahan panas untuk menutup cetakan
- Dapur Nabertherm

#### 3.2.2 Bahan

- Abu terbang dalam keadaan kering
- Larutan Natrium silikat
- Natrium hidroksida
- Air



**Gambar 3.2** Bahan Penyusun Sampel Semen Geopolimer

### 3.3 Metode Perhitungan Campuran

Sampel yang dibuat dalam penelitian ini merupakan sampel geopolimer berbahan dasar abu terbang yang ditujukan untuk aplikasi bahan bangunan seperti batako dan beton. Penelitian ini menitikberatkan pada pembuatan semen

geopolimer untuk aplikasi sebagai batako. Pasta geopolimer ini memiliki kemiripan fungsi dengan batako sehingga dapat diaplikasikan sebagai batako jika memenuhi kuat tekan tertentu.

Metode yang digunakan untuk mendapatkan komposisi optimum dari sampel pasta geopolimer ini adalah dengan membuat desain campuran dimana perbandingan atom Al/Na = 1 kemudian dilanjutkan dengan metode coba-coba (*trial and error*) agar diperoleh campuran dengan *workability* yang memadai dan kuat tekan yang diinginkan. Semen geopolimer terdiri dari abu terbang, natrium hidroksida, natrium silikat, dan air. Variasi dari perbandingan persentase berat ke empat bahan penyusun tersebut merupakan faktor yang diteliti untuk mendapatkan hasil yang optimum dalam penelitian ini. Penilaian utama suatu sampel dianggap mendekati optimum dalam penelitian ini adalah berdasarkan nilai kuat tekannya yang dianggap sangat relevan dengan *workability*. Pembahasan penelitian ini akan lebih dititikberatkan kepada proses kimiawi yang terjadi selama sintesis geopolimer. Selain faktor teknis seperti hal tersebut, faktor ekonomis juga turut diperhitungkan.

### 3.4 Prosedur Pembuatan Sampel

Hal yang pertama-tama dilakukan adalah menyiapkan semua alat dan bahan. Khusus untuk cetakan logam harus dilapisi terlebih dahulu dengan lapisan plastik agar nantinya sampel tidak menempel pada cetakan. Kemudian ke empat bahan penyusun sampel yaitu abu terbang, natrium hidroksida, natrium silikat, dan air dapat ditimbang satu persatu menggunakan timbangan digital dengan ketelitian 3 angka dibelakang koma sesuai dengan komposisi yang direncanakan.

Ada dua tipe pencampuran yang digunakan dalam pembuatan sampel. Adapun teknik pencampuran tipe I, natrium silikat, natrium hidroksida, dan air secara berturut-turut dicampur hingga rata di dalam suatu gelas kimia kemudian larutan tersebut dituang ke dalam gelas kimia yang berisi abu terbang dan diaduk hingga rata. Sedangkan teknik pencampuran tipe II dilakukan dengan mencampurkan natrium silikat dan natrium hidroksida terlebih dahulu dalam suatu gelas kimia kemudian di gelas berbeda abu terbang dicampur dengan air yang selanjutnya ditambahkan larutan campuran natrium silikat dengan natrium

hidroksida yang telah dicampur sebelumnya, aduk rata hingga membentuk adonan yang homogen.

Setelah tercampur secara homogen, *workability* menjadi perhatian dari adonan tersebut. Jika *workability* baik maka adonan langsung dapat dituang ke cetakan dan jika sebaliknya maka adonan tersebut membutuhkan kompaksi manual untuk dapat mengisi ruang dalam cetakan. Kompaksi manual dilakukan dengan melakukan ketukan palu terhadap pelat lapis plastik persegi (5x5cm) yang diletakkan di atas adonan yang telah dimasukkan ke dalam cetakan sebanyak empat kali. Setelah itu, cetakan segera ditutup dengan lapisan plastik untuk menghindari penguapan air berlebihan sebagaimana diketahui air merupakan senyawa penting dalam proses polimerisasi. Penutupan dengan plastik juga bertujuan untuk menghindari kontak permukaan sampel dengan udara dalam hal ini karbondioksida sebelum pengerasan sempurna. Adapun kode sampel dan komposisi campurannya dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Beberapa sampel dibiarkan berada pada temperatur ruang hingga waktu uji tekan dan sebagian disimpan beberapa jam terlebih dahulu dalam oven dengan temperatur 70°C. Saat dimasukkan dalam oven, sampel tetap dilapisi dengan plastik tahan panas guna mencegah penguapan air yang berlebihan. Setelah secara visual sampel dianggap telah melampaui pengerasan maka sampel tersebut siap untuk dikarakterisasi.

**Tabel 3.1** Kode Sampel dan Komposisi Campuran

Kode Sampel	Komposisi (%Berat)			
	Abu Terbang	NaOH	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O
1A	31	7	41	21
1B	31	7	41	21
2	31.25	7.5	40.25	21
3A	36	7	37	20
3B	32	6	40	22
3C	32	5	41	22

Kode Sampel	Komposisi (%Berat)			
	Abu Terbang	NaOH	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O
3C (Tr)	32	5	41	22
3D	33	3	41.25	22.25
3D (Tr)	33	3	41.25	22.25
3E	33.75	1.5	42	22.75
3F	34	0	43	23
4A	33.75	3.25	40.25	22.75
4B	34.25	3.25	39.25	23.25
4C	35	3.25	38.25	23.5
4D	35	3.25	37.25	24
4E	36	3.5	36	24.5
5A	40	2.5	13	44.5
5A(Tr)	40	2.5	13	44.5
5B	40	2.5	13	44.5
5B(Tr)	40	2.5	13	44.5
6A	40	11.42	20	28.57
6B	40	11.42	20	28.57
7	39.93	0.15	19.96	39.93
8	40.2	12.58	15.73	31.46
9A	37.85	18.02	9.01	35.11
9C	37.5	17.86	8.93	35.71

### 3.5 Proses Karakterisasi Sampel

#### 3.5.1 Uji Tekan

Berdasarkan aplikasi yang hendak dituju dari penelitian ini dimana sampel pasta geopolimer diharapkan dapat diaplikasikan sebagai bahan bangunan, maka sebagaimana kita ketahui kuat tekan memegang peranan penting dalam struktural. Oleh karena itu untuk membuktikan sifat mekaniknya dilakukan melalui pengujian kuat tekan (*compressive test*).

Pengujian kuat tekan dilakukan di Laboratorium Uji Konstruksi, Pusat Penelitian Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (PUSPIPTEK) Serpong. Pengujian dilangsungkan pada temperatur ruang menggunakan mesin uji tekan SCHENCK TREBEL (Gambar 3.3) dengan laju penekanan sebesar 3 mm/menit. Adapun persiapan sampel adalah memastikan ukuran dimensi dari sampel kubus (5x5x5cm) dengan pengukuran ulang menggunakan jangka sorong. Selain itu yang harus diperhatikan adalah kerataan bidang permukaan sampel dan kesejajarannya satu sama lain untuk proses penekanan. Jika ada permukaan yang kurang rata maka perataannya dapat dibantu dengan proses pengamplasan. Selanjutnya sampel diletakkan di mesin uji tekan dan siap diberi pembebanan seperti dapat dilihat pada Gambar 3.3. Pembebanan dilakukan mulai dari beban yang rendah hingga beban maksimum yang dapat diterima hingga sampel tersebut retak. Retakan sampel disimpan kembali untuk karakterisasi selanjutnya.

Data yang didapatkan secara langsung dari pengujian ini adalah grafik uji tekan dimana beban maksimum yang dapat diterima sampel dapat terbaca sebagai puncak pada grafik. Beban maksimum dapat dikalkulasi menjadi kuat tekan dalam satuan  $\text{kg/cm}^2$  dengan mensubstitusikannya ke dalam persamaan 3.1 berikut:

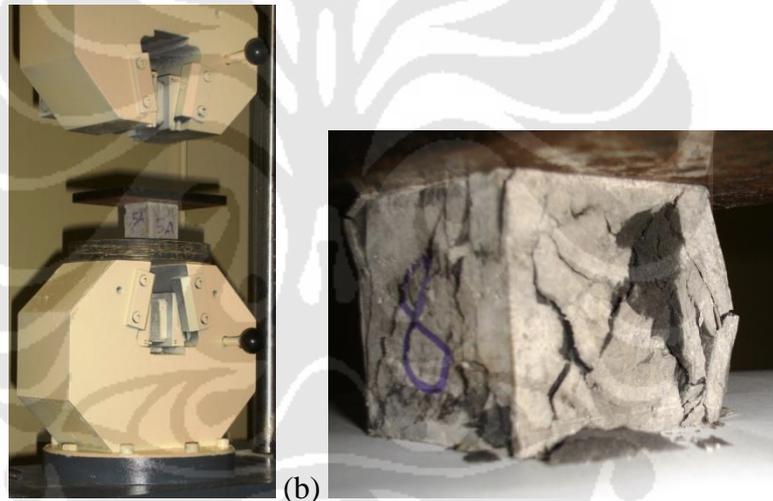
$$\sigma = \frac{F_{\max} \times 1000}{A \times 9,81}$$

Keterangan:  $\sigma$  : kuat tekan ( $\text{kg/cm}^2$ )  
 $F_{\max}$  : beban maksimum (skala puncak pada grafik)  
 $A$  : luas permukaan sampel ( $\text{cm}^2$ )

(3.1)



**Gambar 3.3** Mesin Uji Tekan



**Gambar 3.4** (a) Peletakan Sampel Kubus (5x5x5cm) Pada Mesin Uji Tekan; (b) Contoh Sampel Ditekan Hingga Retak

### 3.5.2 Uji XRF

Pengujian ini digunakan untuk mengetahui komposisi kimia. Analisis unsur kimia terhadap sampel akan lebih teliti bila dilakukan dengan teknik XRF. Dengan XRF kita dapat menganalisa unsur-unsur apa saja yang membangun material yang kita amati, walaupun untuk unsur ringan tidak dapat diamati. Kelemahan dari metode XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan kita teliti.

Dan kita tidak dapat menentukan struktur dari atom yang membentuk material itu. Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena metode ini cepat dan tidak merusak sampel, metode ini dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. Tergantung pada penggunaannya, XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi.

Apabila terjadi eksitasi sinar-X primer yang berasal dari tabung X-ray atau sumber radioaktif mengenai sampel, sinar-X dapat diabsorpsi atau dihamburkan oleh material. Proses dimana sinar-X diabsorpsi oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit yang lebih dalam disebut efek fotolistrik. Selama proses ini, bila sinar-X primer memiliki cukup energi, elektron pindah dari kulit yang di dalam menimbulkan kekosongan. Kekosongan ini menghasilkan keadaan atom yang tidak stabil. Apabila atom kembali pada keadaan stabil, elektron dari kulit luar pindah ke kulit yang lebih dalam dan proses ini menghasilkan energi sinar-X yang tertentu dan berbeda antara dua energi ikatan pada kulit tersebut. Emisi sinar-X dihasilkan dari proses yang disebut *X-Ray Fluorescence* (XRF). Proses deteksi dan analisa emisi sinar-X disebut analisa XRF. Pada umumnya kulit K dan L terlibat pada deteksi XRF. Jenis spektrum X ray dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda [26].

Pengujian dilakukan di Program Studi Ilmu Material Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Salemba. Sebelum melakukan pengujian XRF, terlebih dahulu material di press dengan mesin press, jumlah sampel yang dipress 1 buah.

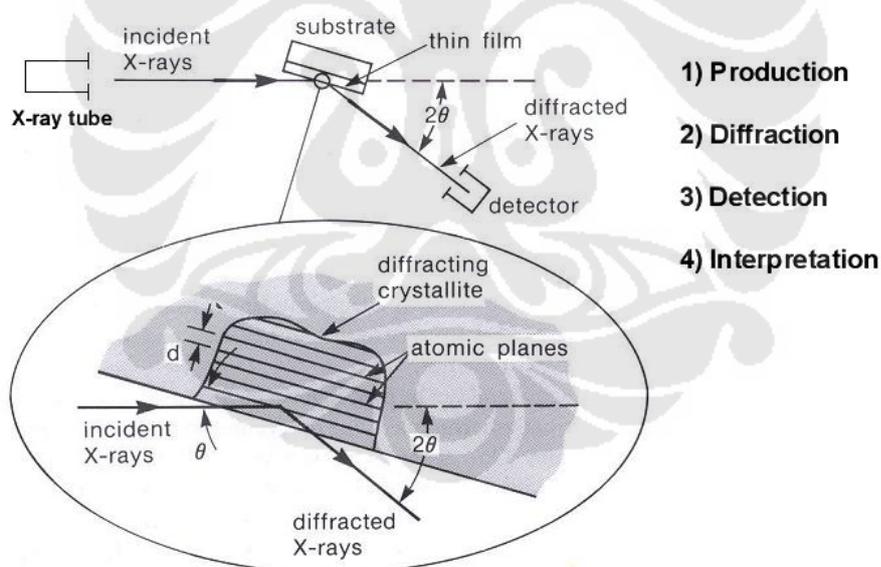
### 3.5.3 Uji XRD

Pengujian XRD melalui teknik *wide angle X-ray scattering* (WAXS) digunakan untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan identifikasi fasa secara kualitatif dari sampel [27]. Pengujian dilakukan di Departemen Metalurgi & Material FTUI menggunakan PHILIPS X-Ray Diffractometer dengan radiasi monokromatik Cu K $\alpha$  ( $\lambda=1,54056\text{\AA}$ ). *Scanning* dilakukan bertahap setiap  $0,02^\circ$

dengan waktu setiap tahapan selama 1,00 sekon. Fasa kristal yang muncul diidentifikasi menggunakan perangkat lunak PCPDF-WIN dan APD. Puncak-puncak Cu  $K\alpha_2$  dikurangi dan rasio intensitasnya diatur sebesar 0,5.

Pada waktu suatu material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merupakan perumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi [26].

### Basic Features of Typical XRD Experiment



**Gambar 3.5** Skema Teknik Analisa XRD [28]

Sampel berupa serbuk ditempelkan pada tempat pengujiannya yang kemudian siap diuji coba sebagai sampel uji pada mesin XRD. Sampel yang digunakan dalam pengujian ini adalah sampel retakan hasil uji tekan yang selanjutnya dihaluskan menjadi bubuk menggunakan penumbuk dan lesung untuk

analisa XRD. Spesimen serbuk lebih menguntungkan karena berbagai arah difraksi dapat diwakili oleh partikel-partikel yang halus tersebut. Ukuran partikel harus lebih kecil dari 10 mikron agar intensitas relatif sinar difraksi dapat dideteksi dengan teliti. Kalau ukuran partikelnya besar, maka akan timbul efek penyerapan linear seperti halnya permukaan yang kasar pada spesimen pelat.

Selanjutnya didapatkan grafik dengan axis berupa  $2\theta$  dan ordinat berupa intensitas melalui perangkat lunak. Suatu senyawa memiliki  $2\theta$  dan intensitas spesifik sehingga untuk mengetahui senyawa apakah yang berada pada puncak suatu grafik XRD dapat dilakukan dengan mencocokkan data grafik tersebut dengan *database* yang dirangkum oleh International Centre for Diffraction Data.

#### 3.5.4 Uji TGA

TGA merupakan teknik analisa kuantitatif yang dapat digunakan untuk mengetahui perubahan berat material baik sebagai akibat fungsi kenaikan temperatur maupun pada temperatur isothermal sebagai fungsi waktu dalam atmosfer nitrogen, helium, udara, gas lainnya atau dalam susunan vakum [29]. Pengujian ini diharapkan dapat mengetahui jumlah kandungan air yang berikatan secara kimia atau disebut sebagai hidrat didalam sampel. Dengan kenaikan temperatur dapat diketahui jumlah hidrat yang hilang. Penggunaan laju pemanasan yang rendah dapat menghasilkan data yaitu pada temperatur berapa ikatan hidrat terlepas dari ikatan kimiawinya.

Pengujian TGA dilakukan di Sentra Teknologi Polimer, Kawasan PUSPIPTEK Serpong menggunakan TGA Mettler Tuledo TGA/SDTA851°. Pengujian ini dilakukan sesuai dengan ASTM D 1131-98, *Thermal analysis using TGA*. Jenis cawan (*crucible*) yang digunakan adalah 40  $\mu$ L keramik dalam jangkauan nitrogen cair. Sample yang digunakan adalah sampel retakan hasil uji tekan yang selanjutnya dihaluskan menjadi bubuk. Sample bubuk tersebut kemudian diletakkan didalam cawan keramik (inert) kemudian dimasukkan ke dalam mesin TGA yang telah bertemperatur awal sebesar 95°C kemudian ditahan selama 20 menit. Selanjutnya temperatur terus dinaikkan hingga temperatur akhir 950°C dimana setiap sampai pada temperatur berikut secara berturut-turut selalu

ditahan selama 20 menit yaitu 110, 150, 200, dan 300°C. Laju pemanasan yang digunakan sebesar 5°C/menit dan gas nitrogen digunakan sebagai atmosfer inert.

### 3.5.5 Pengamatan SEM

Teknik SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan atau dari lapisan yang tebalnya sekitar 20  $\mu\text{m}$  dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan gambar topografi dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. Kata kunci dari prinsip kerja SEM adalah *scanning* yang berarti bahwa berkas elektron “menyapu” permukaan spesimen, titik demi titik dengan sapuan membentuk garis demi garis, mirip seperti gerakan mata yang membaca. Sinyal elektron sekunder yang dihasilkanpun adalah dari titik pada permukaan, yang selanjutnya ditangkap oleh detektor *secondary electron* dan kemudian diolah dan ditampilkan pada layar CRT (TV). *Scanning coil* yang mengarahkan berkas elektron bekerja secara sinkron dengan pengarah berkas elektron pada tabung layar TV, sehingga didapatkan gambar permukaan spesimen pada layar TV [26].

Permukaan spesimen harus bersifat konduktif. Oleh karena itu permukaan spesimen perlu dilapisi karbon terlebih dahulu. Adanya material yang tidak konduktif, misalnya serat kertas atau kotoran di permukaan spesimen akan menyebabkan terjadinya efek *charging* yang kelihatan berwarna sangat terang pada gambar SEM. Oleh karena itu permukaan spesimen harus bersih dari kotoran dan tidak terkontaminasi oleh keringat. Pengamatan ini menggunakan SEM-EDX LEO 420i di Departemen Metalurgi & Material FTUI.