

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan April sampai bulan Agustus 2012. Penelitian dilakukan di beberapa tempat yaitu preparasi sampel dan uji fisis dilakukan di laboratorium Fisika Material FMIPA Unila. Sintering dilakukan di Laboratorium Teknik Material ITB Bandung. Karakterisasi FTIR dilakukan di laboratorium Biomas Kimia FMIPA Unila. Karakterisasi SEM dilakukan di laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Laut (P3GL) Bandung. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Pertambangan ITB Bandung.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca digital, gelas kimia, batang pengaduk/*spatula*, *aluminium foil*, *mortar* dan *paste*, *magnetic stirrer*, oven, *furnace*, ayakan, *pressing* hidrolik, alat cetak atau *die*, ayakan 38 μm , cawan, kertas label, wadah tertutup (*container*), plastik, *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*. Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk alumina (Al_2O_3), pasta perak, cangkang telur, etanol dan aquades.

3.3 Prosedur Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen dengan mengacu pada dua aspek utama dalam prinsip penelitian dan pengembangan material baru yang saling berinteraksi satu sama lain. Dua aspek utama tersebut meliputi fabrikasi dan karakterisasi keramik kalsium aluminat.

3.3.1 Fabrikasi kalsium aluminat

Proses fabrikasi bahan keramik kalsium aluminat menggunakan metode reaksi padatan. Adapun proses fabrikasi bahan keramik kalsium aluminat sebagai berikut:

1. Mempersiapkan alat dan bahan yang akan digunakan.
2. Membersihkan dan mencuci peralatan gelas.
3. Menimbang dengan teliti massa Al_2O_3 dan CaCO_3 dari cangkang telur yang diperlukan sesuai perhitungan dengan menggunakan neraca digital (perhitungan terlampir).
4. Mencampur Al_2O_3 dan CaCO_3 dari cangkang telur yang telah ditimbang, selanjutnya memasukkan campuran ke dalam gelas kimia 500 ml.
5. Melarutkan Al_2O_3 dan CaCO_3 dari cangkang telur dengan ethanol hingga 200 ml.
6. Menyetirer campuran tersebut sampai 5 jam pada suhu ruang.
7. Membiarkan campuran tersebut secara terbuka selama beberapa waktu sampai seluruh ethanol menguap.
8. Mengeringkan sampel didalam oven dengan suhu 100°C selama 24 jam.
9. Menggerus sampel yang telah kering menggunakan mortal dan pastel alumina selama 1 jam.

10. Mengayak sampel dengan ayakan berukuran $38\mu\text{m}$.

3.3.2 *Pressing* (Pencetakan)

Serbuk sampel keramik kalsium aluminat yang telah melalui proses preparasi kemudian *dipress* dengan tujuan untuk merubah bentuk sampel dari serbuk menjadi padatan dan berbentuk *pellet*. Alat yang digunakan dalam proses *pressing* adalah penekan hidrolik yang dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Alat cetak pompa hidrolik.

langkah-langkah yang dilakukan dalam proses *pressing* adalah:

1. Menimbang sampel sebanyak 2 gram dengan menggunakan neraca digital.
2. Memasukkan sampel kedalam tabung silinder baja sebagai cetakan.
3. Memasukkan tabung silinder baja yang telah berisi sampel ke dalam alat penekan (hidrolik).
4. Memberikan tekanan pada tabung silinder baja dengan menggunakan alat penekan (hidrolik) dengan beban 2 ton.
5. Mengeluarkan sampel yang telah padat dari rongga tabung silinder.

6. Menyimpan sampel dalam wadah tertutup.

Sampel padat kalsium aluminat yang berupa *pellet*, selanjutnya akan digunakan pada proses sintering.

3.3.3 Sintering

Proses sintering dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran atau *furnace* yang dapat diatur sesuai dengan keinginan. Suhu yang digunakan pada penelitian ini adalah 1100°C, 1200°C, 1300°C dan 1400°C dengan waktu penahanan 5 jam, masing-masing sampel diberi simbol KA 1100°C, KA 1200°C, KA 1300°C dan KA 1400°C yang dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Kode sampel keramik kalsium aluminat dari bahan dasar kalsium karbonat (CaCO_3) dari cangkang telur dan alumina (Al_2O_3) komersial.

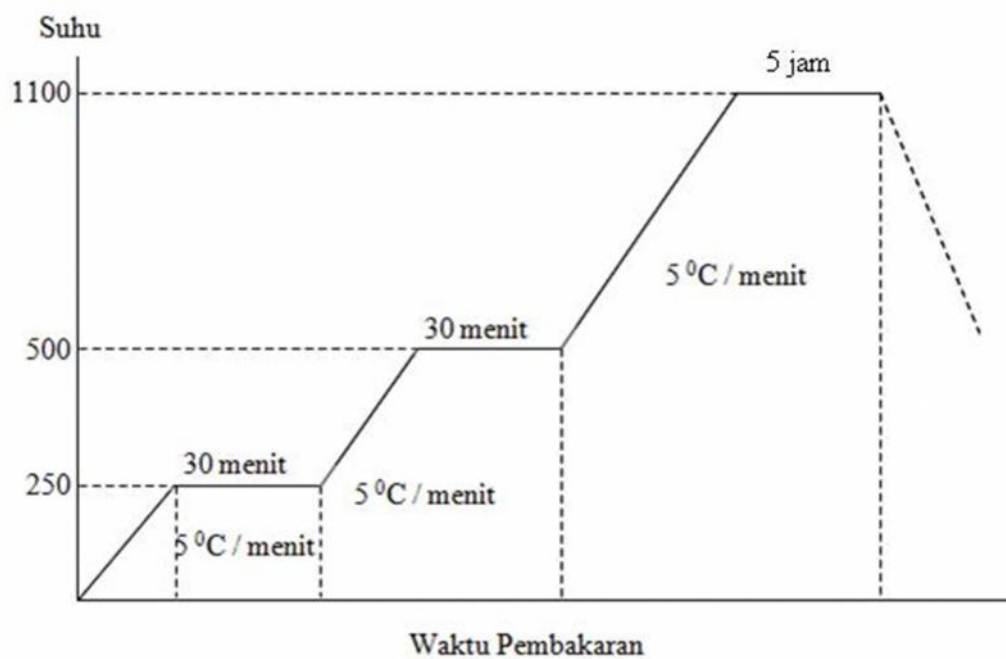
Sampel	Keterangan
KA 1100	Sampel bahan keramik kalsium aluminat sintering 1100°C
KA 1200	Sampel bahan keramik kalsium aluminat sintering 1200°C
KA 1300	Sampel bahan keramik kalsium aluminat sintering 1300°C
KA 1400	Sampel bahan keramik kalsium aluminat sintering 1400°C

Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses sintering adalah:

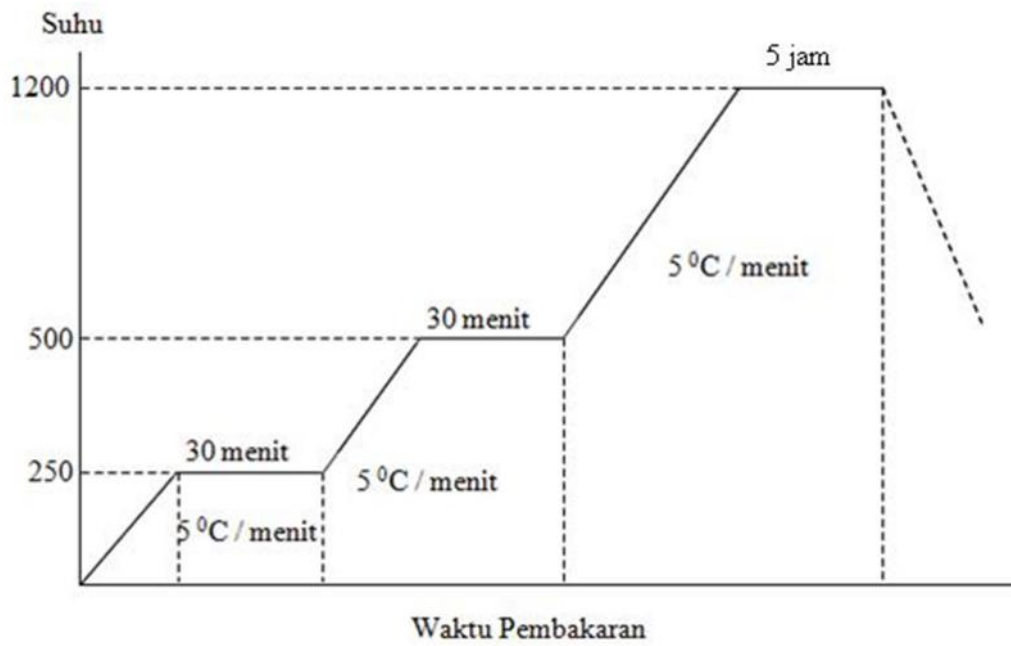
1. Menyiapkan sampel yang akan disintering dengan memberi label pada sampel untuk mempermudah pengambilan data, yang dapat dilihat pada Tabel 2.
2. Memasukkan sampel ke dalam *furnace* (tungku pembakaran) menggunakan cawan.
3. Menghidupkan *furnace* dengan menekan tombol ON.

4. Mengatur suhu yang diinginkan dengan menaikkan $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan ditahan selama 5 jam.
5. Menekan tombol OFF setelah proses sintering.
6. Memutuskan aliran listrik dari *furnace*.
7. Mengeluarkan sampel dari *furnace*.
8. Menyimpan sampel pada wadah tertutup.

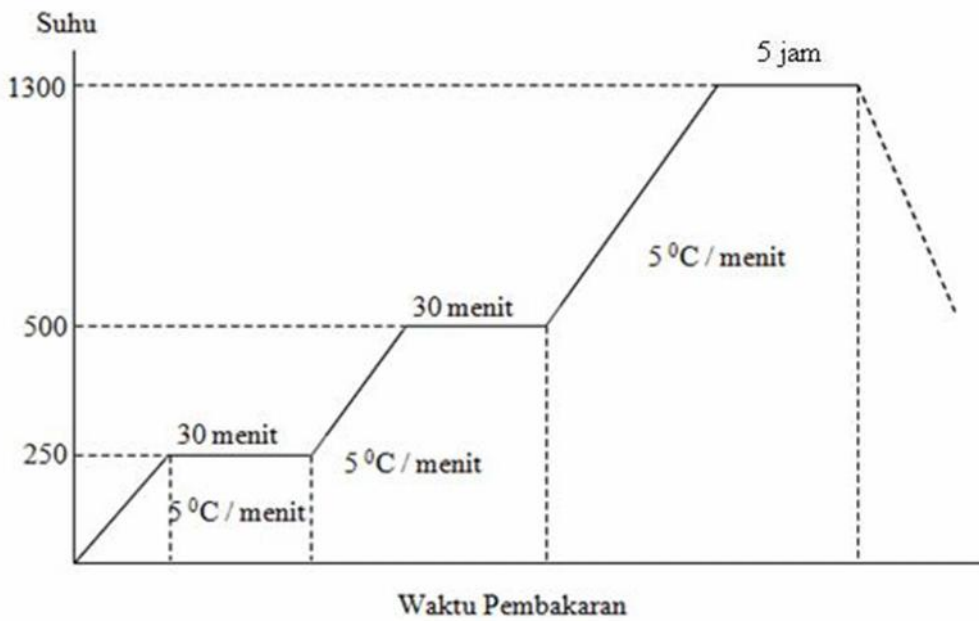
Proses sintering dapat dilihat pada Gambar 12, 13, 14 dan 15.



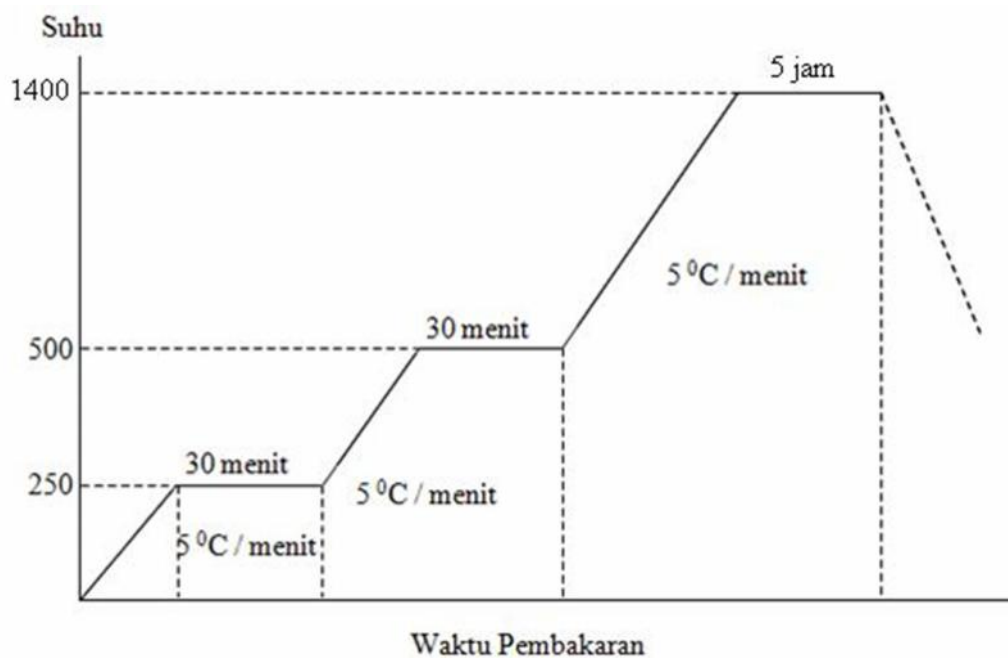
Gambar 12. Grafik proses sintering kalsium aluminat pada suhu 1100°C .



Gambar 13. Grafik proses sintering kalsium aluminat pada suhu 1200°C.



Gambar 14. Grafik proses sintering kalsium aluminat pada suhu 1300°C.



Gambar 15. Grafik proses sintering kalsium aluminat pada suhu 1400°C.

3.4 Karakterisasi

Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan alat *X-ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Karakterisasi dilakukan pada sampel kalsium aluminat yang disintering pada suhu 1100°C, 1200°C, 1300°C dan 1400°C.

3.4.1 *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dengan komposisi dasar pembentuk senyawa keramik kalsium aluminat pada setiap sampel setelah proses sintering. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses karakterisasi XRD adalah:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, yaitu sampel KA₁₁₀₀, KA₁₂₀₀, KA₁₃₀₀ dan KA₁₄₀₀. Kemudian direkatkan pada kaca dan dipasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan lilin perekat.
2. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian diletakan pada *sampel stand* dibagian *goniometer*.
3. Memasukkan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Mengoprasikan alat difraktometer dengan perintah “*start*” pada menu komputer, dimana sinar-x akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin *printer*.
6. Mengambil sampel setelah *pengukuran* cuplikan selesai.
7. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t).

Setelah data diperoleh analisis *kualitatif* dengan menggunakan *search match analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standard (data base PDF = *Power Diffraction File data base*).

3.4.2 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi bahan keramik kalsium aluminat pada sampel KA₁₁₀₀, KA₁₂₀₀, KA₁₃₀₀ dan KA₁₄₀₀. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses FTIR adalah:

1. Menimbang sampel halus sebanyak $\pm 0,1$ gram
2. Menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa $\pm 1\%$ dari berat KBr.
3. Mencampur KBr dan sampel ke dalam *mortal* dan mengaduk hingga keduanya rata.
4. Menyiapkan cetakan *pellet*, mencuci bagian sampel, base dan tablet *frame* dengan kloroform.
5. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
6. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
7. Meletakkan cetakan pompa hidrolik dan memberikan tekanan sebesar ± 8 gauge.
8. Menghidupkan pompa vakum selama 15 menit.
9. Mematikan pompa vakum, kemudian menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara.
10. Melepaskan *pellet* KBr yang telah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada tablet *holder*.
11. Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan computer.
12. Mengklik "shortcut FTIR 8400" pada layar komputer yang menandakan program interferometer.
13. Menempatkan sampel dalam alat interferometer, kemudian mengklik FTIR 8400 pada komputer dan mengisi data.

14. Mengklik “*sampel star*” untuk memulai dan untuk memunculkan harga bilangan gelombang mengklik”Clac” pada menu, kemudian mengklik “peak table” kemudian mengklik”OK”.
15. Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber listrik.

3.4.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur keramik kalsium aluminat untuk sampel setelah sintering. Langkah-langkah dalam proses SEM adalah:

1. Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacuum column*, dimana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
2. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke satu titik di sampel.
3. sinar elektron tersebut akan dipantulkan ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat signal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.

3.5 Pengujian Sifat Fisis Keramik

Pengujian sifat fisis bahan keramik kalsium aluminat meliputi pengujian densitas, porositas, penyusutan dan resistivitas.

3.5.1 Pengujian Densitas

Langkah-langkah dalam melakukan pengujian densitas pada sampel sebagai berikut:

1. Menimbang massa sampel kering hasil pembakaran dan mencatat sebagai M .
2. Menghitung volume sampel setelah pembakaran dan mencatat sebagai V .
3. Menghitung besarnya nilai densitas dengan menggunakan persamaan (2.7).

3.5.2 Pengujian Porositas

Langkah-langkah dalam melakukan pengujian porositas pada sampel sebagai berikut:

1. Menimbang massa sampel kering hasil pembakaran dan mencatat sebagai m_k .
2. Merebus sampel selama 12 jam kemudian mendinginkannya selama 24 jam.
3. Mengukur massa basah di udara dan mencatat sebagai m_b .
4. Menghitung besarnya nilai porositas dengan menggunakan persamaan (2.8).

3.5.3 Pengujian Penyusutan (*shrinkage*)

Langkah-langkah dalam melakukan pengujian penyusutan (*shrinkage*) sebagai berikut:

1. Mengukur dimensi sampel sebelum dibakar.
2. Mengukur volume sampel keramik sebelum pembakaran sebagai V_0 .
3. Melakukan pendinginan pada sampel yang telah disintering hingga mencapai suhu ruang.
4. Mengukur dimensi sampel yang telah disintering.
5. Menghitung volume sampel setelah pembakaran sebagai V .
6. Menghitung besarnya nilai penyusutan volume dengan menggunakan persamaan (2.9).

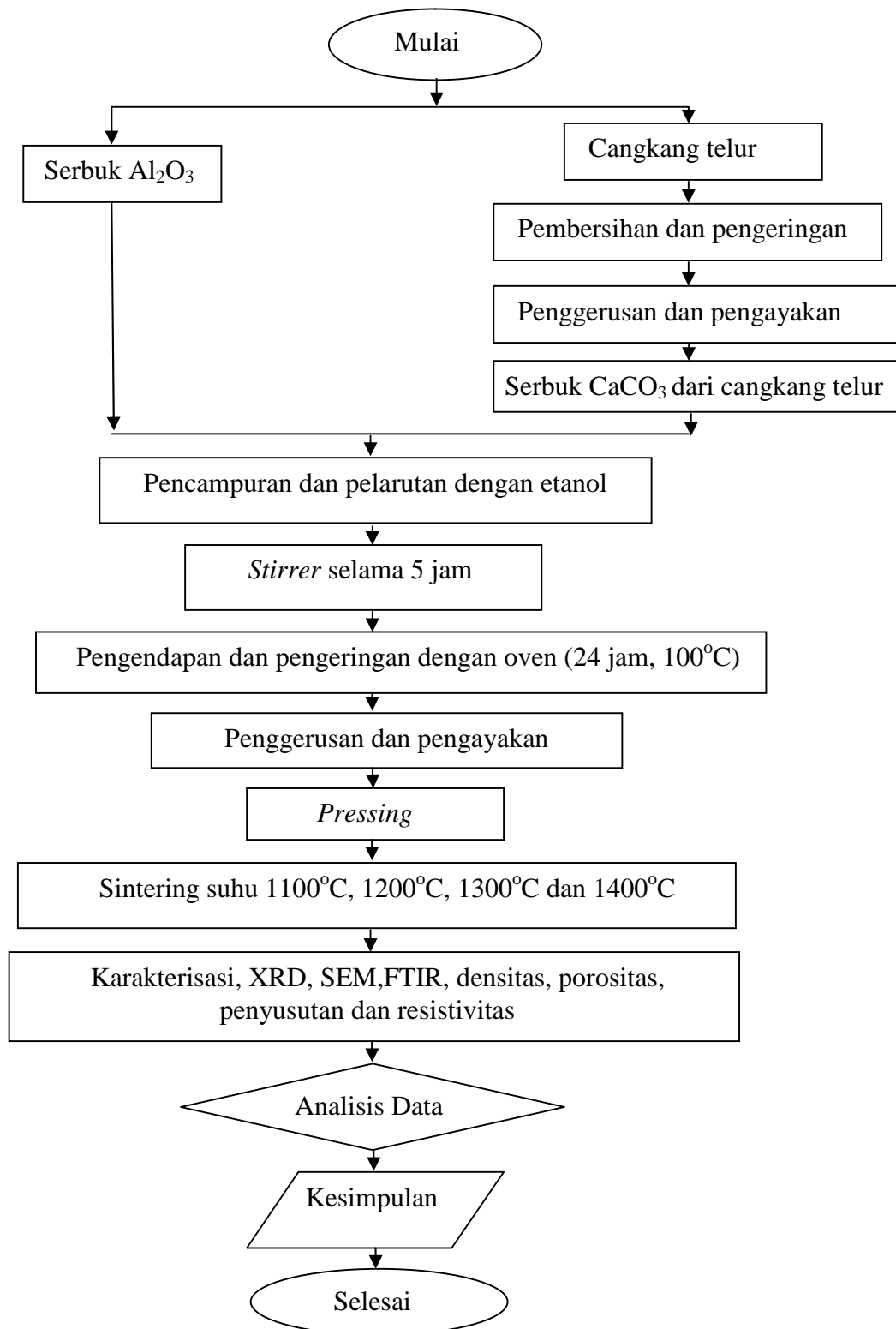
3.5.4 Pengujian Resistivitas

Uji resistivitas dilakukan dengan tujuan mengetahui pengaruh sintering terhadap resistivitas keramik kalsium aluminat. Pengujian dilakukan menggunakan metode pengukuran empat titik (*four probe*). Pada metode ini probe diletakkan pada garis lurus sejajar diatas permukaan sampel, dengan mengalirkan arus I melalui dua elektroda terluar dan tegangan V diukur melalui dua elektroda terdalam. Langkah-langkah pengukuran resistivitas sebagai berikut:

1. Empat buah kawat tembaga diletakkan sejajar pada permukaan sampel menggunakan pasta perak.
2. Empat buah kawat tersebut dihubungkan dengan empat buah elektroda pada papan PCB.
3. Dua elektroda terluar dihubungkan dengan sumber tegangan dan ampermeter untuk mengetahui arus I yang mengalir dan dua elektroda terdalam dihubungkan dengan voltmeter untuk mengetahui tegangannya.

3.6 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian bahan keramik kalsium aluminat dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Diagram alir penelitian.

