III. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Tempat penelitian dilakukan di beberapa tempat yang berbeda yaitu : preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Sintering dilakukan di Laboratorium Teknik Material Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Geologi Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Laut (P3GL) Bandung, Jawa Barat. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Biomass Kimia FMIPA Universitas Lampung. Uji fisis dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Waktu pelaksanaan penelitian dimulai pada bulan Februari 2012 sampai April 2012.

3.2 Peralatan dan Bahan

3.2.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah neraca analitik, gelas kimia, spatula, *stirrer magnetik,* oven, *mortar* dan *pestle*, ayakan *size* 38 mikron, tisu, *alumunium foil*, *furnace, pressing* hidrolik*,* alat cetak *die*, *blender,* wadah tertutup (*tupperware*), plastik, kertas label, jangka sorong, papan PCB, multimeter digital, kawat tembaga, FTIR, XRD, SEM (lihat Lampiran).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah cangkang telur, bubuk silika (SiO_2), pasta perak dan etanol 96% (lihat Lampiran).

3.3 Pelaksanaan

Dalam penelitian ini cangkang telur dan silika harus melalui proses preparasi terlebih dahulu. Adapun langkah-langkah pelaksanaannya yaitu: preparasi $CaCO_3$ dari cangkang telur, pembuatan kalsium silikat, preparasi pembentukan dan pembakaran produk keramik kalsium silikat.

3.3.1 Preparasi Cangkang Telur

Langkah-langkah yang dilakukan pada tahap ini antara lain:

1. Mencuci cangkang telur hingga bersih.
2. Merendam cangkang telur yang telah bersih menggunakan air panas, agar kulit cangkang telur yang kotor mengelupas.
3. Mengeringkan cangkang telur menggunakan oven hingga kering.
4. Mem*blender* atau menghancurkan cangkang telur yang telah kering.
5. Menghaluskan cangkang telur menggunakan *pestle* dan *mortar* selama 1 jam.
6. Mengayak cangkang telur yang telah digerus menggunakan ayakan ukuran 38 mikron sehingga didapatkan serbuk kalsium karbonat ($CaCO_3$) yang berasal dari cangkang telur.

3.3.2 Pembuatan Kalsium Silikat

Langkah-langkah yang dilakukan pada tahap ini antara lain:

1. Mempersiapkan alat dan bahan yang akan digunakan.
2. Membersihkan/mencuci peralatan gelas.
3. Menimbang dengan teliti bubuk $CaCO_3$ dan SiO_2 yang akan digunakan sesuai hitungan menggunakan neraca analitik.
4. Memasukkan bubuk $CaCO_3$ dan SiO_2 yang telah ditimbang ke dalam gelas kimia.
5. Melarutkan bubuk $CaCO_3$ dan SiO_2 dengan etanol 96% secukupnya.
6. Menyetirer larutan hingga homogen menggunakan *stirrer magnetik* pada suhu 30 ^oC dan 30 rpm dengan menutup sebagian gelas kimia.
7. Mengendapkan larutan hingga terendap sempurna dan membiarkan gelas kimia terbuka agar etanol menguap.
8. Mengeringkan endapan dengan oven pada suhu 100 ^oC.
9. Menggerus hasil pengeringan menggunakan *pestle* dan *mortar* selama 1 jam.

3.3.3 Pembuatan Keramik Kalsium Silikat

Langkah-langkah yang dilakukan pada tahap ini antara lain:

1. Menyiapkan alat dan bahan yang akan digunakan.
2. Menimbang 1 gram sampel ke dalam cetakan yang berbentuk silinder.
3. Mengunci alat *pressing* hidrolik dengan memutar sekrupnya.
4. Memompa untuk menentukan ukuran beban sekitar 1 ton.
5. Membuka sekrup untuk membuka alat celah.
6. Memompa tuas untuk mengeluarkan pelet dari cetakan.

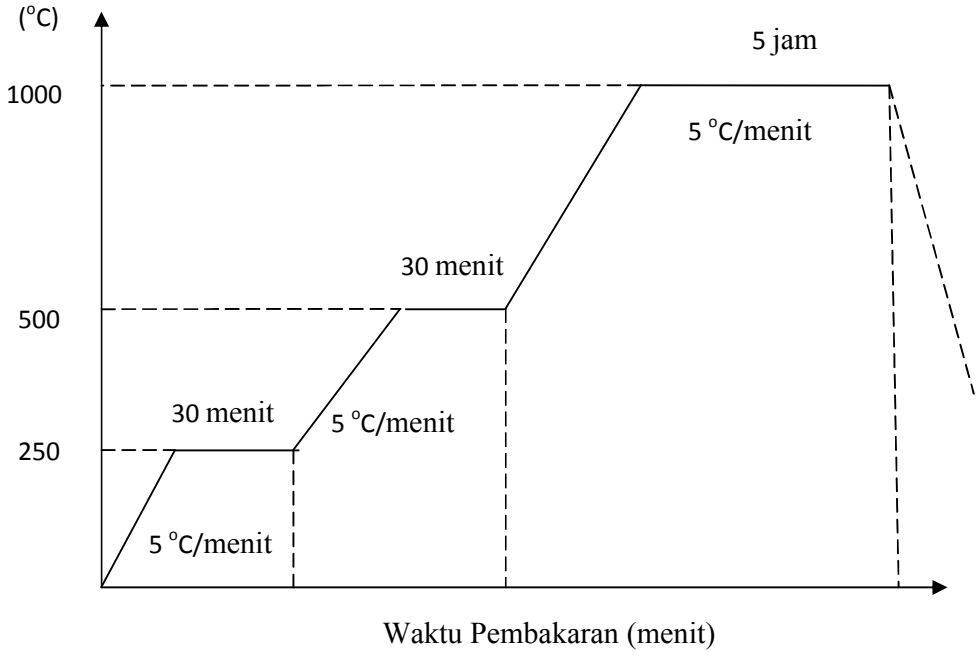
3.3.4 Pembakaran Keramik Kalsium Silikat

Sebelum melakukan proses sintering, terlebih dahulu memberi label pada sampel-sampel yang bertujuan mempermudah pengambilan data dan mencegah tertukarnya sampel, yang dapat dilihat pada Tabel 3.

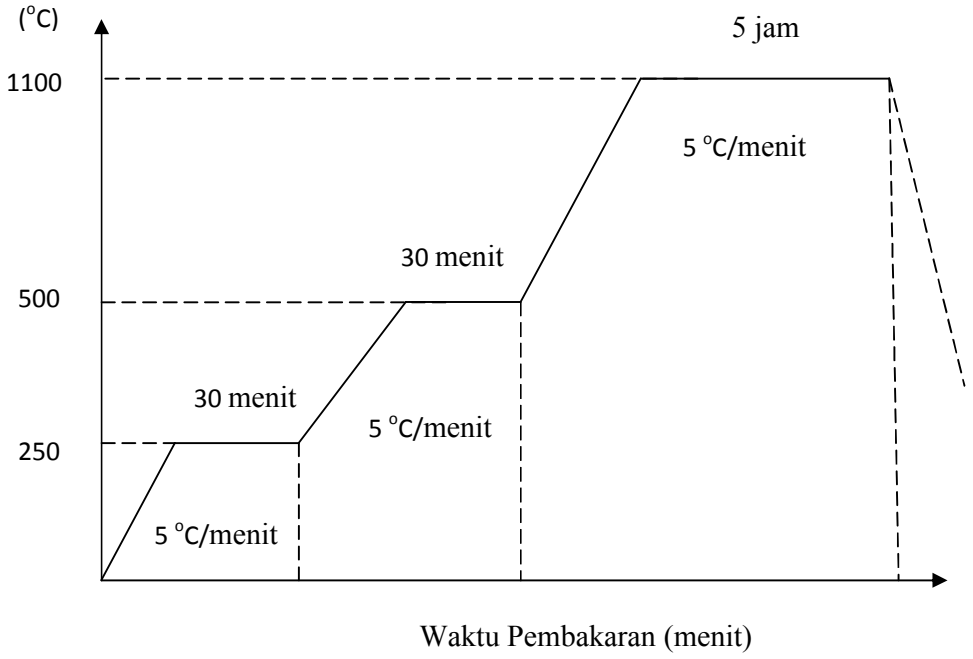
Tabel 3. Kode sampel keramik kalsium silikat.

Sampel	Keterangan
cs1000	Keramik kalsium silikat yang disintering pada suhu 1000 ^{o}C
cs1100	Keramik kalsium silikat yang disintering pada suhu 1100 ^{o}C
cs1200	Keramik kalsium silikat yang disintering pada suhu 1200 ^{o}C
cs1300	Keramik kalsium silikat yang disintering pada suhu 1300 ^{o}C

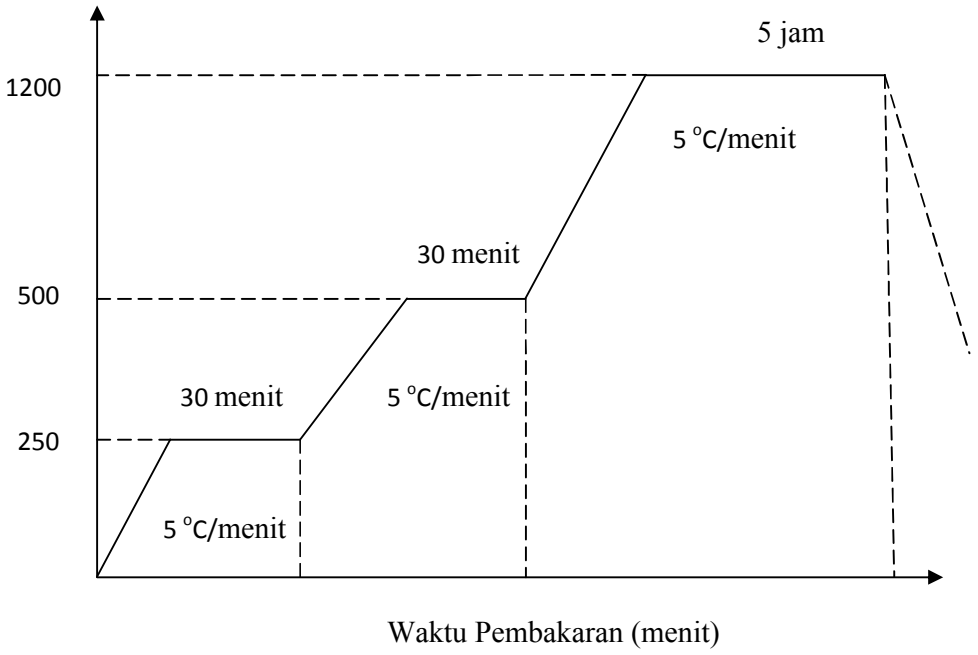
Sampel disintering menggunakan *furnace*, proses sintering pada suhu 1000 ^{o}C, 1100 ^{o}C, 1200 ^{o}C dan 1300 ^{o}C dapat dilihat di bawah ini.



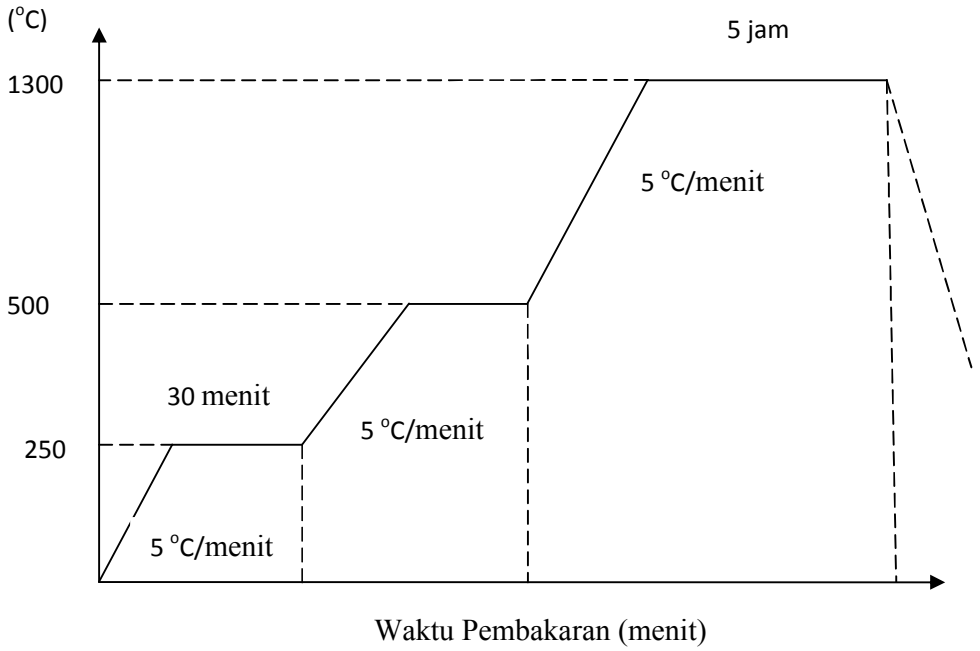
Gambar 7. Grafik proses sintering pada suhu 1000 ^{o}C.



Gambar 8. Grafik proses sintering pada suhu 1100 °C.



Gambar 9. Grafik proses sintering pada suhu 1200 °C.



Gambar 10. Grafik proses sintering pada suhu 1300 °C.

3.4 Karakterisasi Produk Kalsium Silikat

Karakterisasi dilakukan pada sampel serbuk kalsium silikat yang telah disintering pada suhu 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C dan 1300 °C. Karakterisasi pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) merk Philips PW1710 BASED dengan 2θ dari 10° sampai 90°, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) merk JEOL/EO JSM-6360, dan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merk Schimatzu Varian/Scimitar 2000 serta uji sifat-sifat fisis.

3.4.1 FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Uji FTIR dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi kalsium silikat yang terdapat pada sampel. Adapun langkah-langkah dalam uji FTIR ini adalah sebagai berikut:

1. Menghaluskan kristal KBr murni dalam *mortar* dan *pestle* kemudian mengayak KBr tersebut.
2. Menimbang KBr halus yang sudah diayak seberat ± 0,1 gram, kemudian menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa ± 1% dari berat KBr.
3. Mencampurkan KBr dan sampel kedalam *mortar* dan *pestle* aduk sampai keduanya tercampur rata.
4. Menyiapkan cetakan *pellet*.
5. Mencuci bagian sampel, *base* dan *tablet frame* dengan *kloroform*.
6. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
7. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
8. Meletakkan cetakan pada pompa hidrolik kemudian diberi tekanan ± 8 Gauge.
9. Menghidupakan pompa vakum selama 1 menit.
10. Mematikan pompa vakum.
11. Menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara.
12. Melepaskan *pellet* KBr yang sudah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada *tablet holder*.
13. Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan komputer.
14. Klik "*Shortcut* FTIR 8400" pada layar komputer yang menandakan program interferometer.
15. Menempatkan sampel dalam alat interferometer pada komputer klik FTIR 8400 dan mengisi data file.

16. Klik "*Sample Start*" untuk memulai, dan untuk memunculkan harga bilangan gelombang klik "*Clac*" pada menu, kemudian klik "*Peak Table*" lalu klik "OK".
17. Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber arus listrik.

3.4.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Uji SEM dilakukan untuk mengetahui karakteristik mikrostruktur pada sampel kalsium silikat yang hasil tampilannya berupa gambar dalam bentuk tiga dimensi. Adapun langkah-langkah dalam proses SEM ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis dan merekatkannya pada *specimen holder* (*dolite*, *double sticy tape*).
2. Membersihkan sampel yang telah terpasang pada *holder* dengan *hand blower*.
3. Memasukkan sampel dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa gold-poladium selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Memasukkan sampel ke dalam *specimen chamber*.
5. Mengamati dan mengambil gambar pada layar SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Menentukan spot untuk analisis layar SEM.

3.4.3 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Uji XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur sampel kalsium silikat dengan mengetahui komposisi dasar senyawa pada sampel. Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam uji XRD adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis dan merekatkannya pada kaca, kemudian memasangnya pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan lilin perekat.
2. Memasang sampel yang disimpan pada sampel *holder* kemudian meletakkannya pada sampel *stand* dibagian *goniometer*.
3. Memasukkan parameter pengukuran pada software pengukuran melalui komputer pengontrol yang meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Mengoperasikan 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. Mencetak hasil difraksi dan intensitas difraksi pada sudut 2θ.

3.5 Pengujian Sifat Fisis Keramik

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

3.5.1 Pengujian Densitas

Langkah-langkah melakukan pengujian densitas dengan mengacu pada Australian Standard No.1774.5 (199) yaitu melakukan prosedur sebagai berikut:

1. Menimbang massa sampel hasil pembakaran dan ditulis sebagai m.
2. Menghitung volume sampel dan ditulis sebagai V .
3. Menghitung besarnya nilai densitas dengan menggunakan persamaan (2.4).

3.5.2 Pengujian Porositas

Langkah-langkah melakukan pengujian porositas dengan proses sebagai berikut:

1. Menghitung densitas sampel.
2. Menghitung besarnya nilai porositas dengan menggunakan persamaan (2.5).

3.5.3 Pengujian Penyusutan Volume (*shrinkage*)

Langkah-langkah melakukan pengujian penyusutan volume dengan proses sebagai berikut:

1. Mengukur dimensi sampel keramik sebelum dibakar.
2. Menghitung volume sampel keramik sebelum pembakaran dan menulis sebagai V_0.
3. Membakar sampel pada suhu 1000 ^oC, 1100 ^oC, 1200 ^oC dan 1300 ^oC.
4. Melakukan pendinginan sampai suhu ruang.
5. Mengukur dimensi sampel keramik setelah pembakaran.
6. Menghitung besarnya volume setelah pembakaran dan menulis sebagai V.
7. Menghitung besarnya nilai penyusutan volume dengan menggunakan persamaan (2.6).

3.5.4 Pengujian Resistivitas

Bahan yang digunakan dalam pengujian resistivitas sampel yaitu sampel, pasta perak, dan timah. Alat yang digunakan adalah mikrometer sekrup, multimeter digital, PCB *(printed circuit board)*, kawat tembaga sebagai elektroda dan kabel. Langkah-langkah yang digunakan adalah sebagai berikut:

1. Meletakkan sampel di atas papan PCB dan meletakkan dua kawat tembaga sebagai elektroda menggunakan pasta perak ke permukaan sampel.
2. Mengikat ujung kawat tembaga yang lain pada kabel dan menghubungkannya dengan multimeter digital.
3. Mengatur posisi multimeter digital yang digunakan untuk mengetahui besar tegangan dan arus sampel.
4. Menghitung besarnya nilai resistivitas dengan menggunakan persamaan (2.7).

3.6 Diagram Alir Penelitian

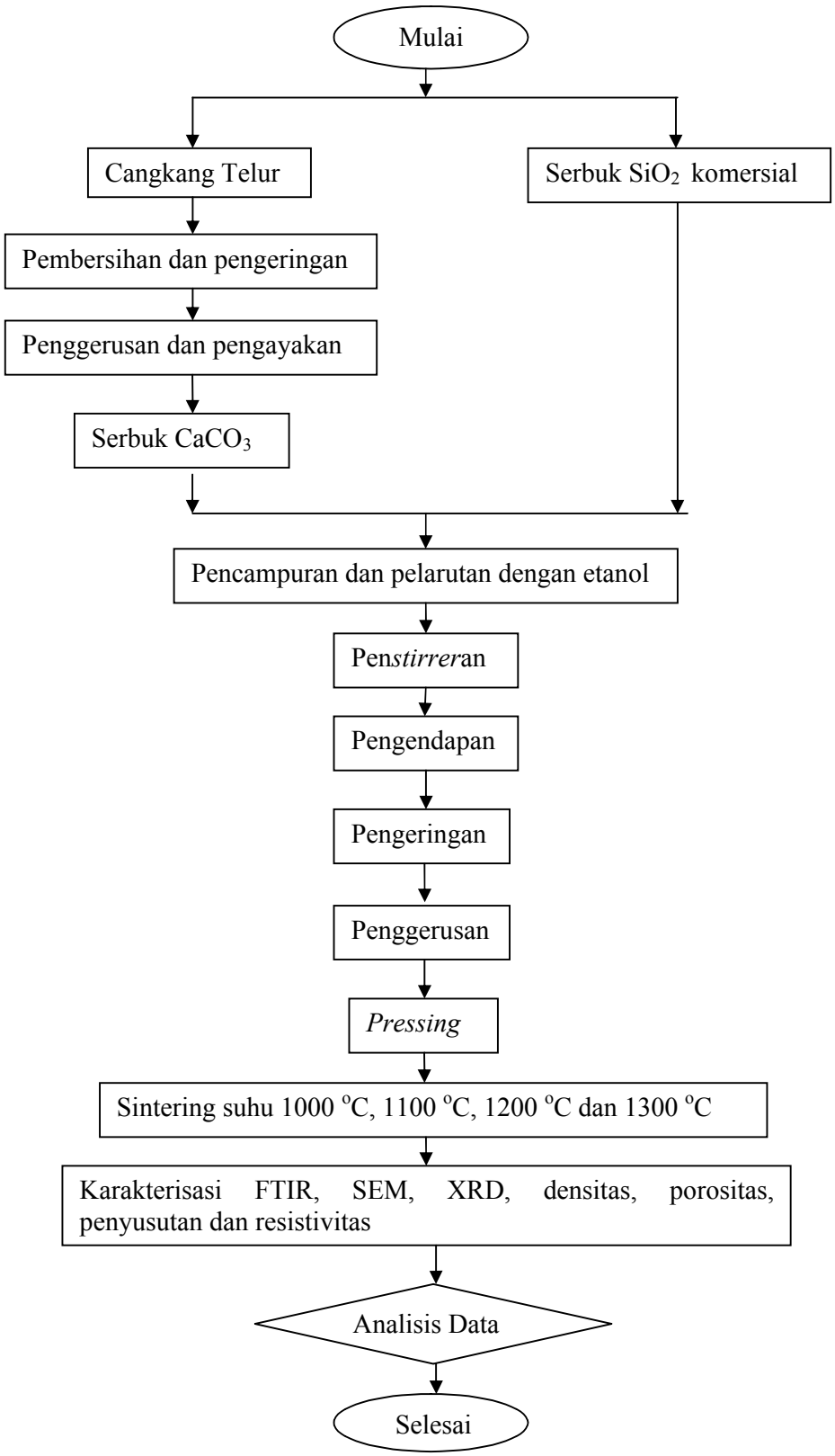
Secara garis besar, langkah kerja pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 11. Memulainya dengan preparasi cangkang telur yang melewati proses pembersihan dan pengeringan, kemudian penggerusan dan pengayakan untuk mendapatkan serbuk $CaCO_3$ dari cangkang telur.

Pembuatan kalsium silikat melewati proses pencampuran dan pelarutan $CaCO_3$ dan SiO_2 dengan etanol. Kemudian dilanjutkan dengan pen*stirrer*an dengan suhu 30 ^oC dan 30 rpm dan pengendapan pada larutan. Setelah itu dilakukan proses pengeringan dan penggerusan sehingga didapatkan kalsium silikat.

Setelah kalsium silikat diperoleh, selanjutnya dilakukan proses *pressing* dan sintering. Pada proses *pressing* dilakukan pengambilan sampel kalsium silikat seberat 1 gram dengan tekanan 1 ton. Kemudian dilanjutkan dengan proses sintering. Proses sintering akan dilakukan dengan variasi suhu 1000 ^oC, 1100 ^oC, 1200 ^oC dan 1300 ^oC dengan waktu penahanan selama 6 jam serta kenaikan

temperatur 5 ^{o}C/menit dimana pada sampel untuk setiap variasi suhu sintering diberi label secara berurutan cs1000, cs1100, cs1200, dan cs1300.

Hasil sintering dilanjutkan dengan melakukan karakterisasi yaitu: FTIR, SEM, XRD, densitas, porositas, penyusutan dan resistivitas. Kemudian menganalisis data.



Gambar 11. Diagram alir penelitian.