

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Februari sampai April 2012. Penelitian dilakukan di beberapa tempat yaitu preparasi sampel dan uji fisis dilakukan di laboratorium Fisika Material FMIPA Unila, karakterisasi FTIR di laboratorium Biomass Kimia Unila, karakterisasi SEM dilakukan di laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Laut (P3GL) Bandung, serta *sintering* dan karakterisasi XRD dilakukan di laboratorium Teknik Geologi ITB Bandung.

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca digital, gelas kimia 500 ml, batang pengaduk (spatula), *aluminium foil*, *mortar* dan *pestle*, *stirrer magnetik*, *pressing* hidrolik, alat cetak *die*, *furnace*, oven, ayakan 38  $\mu\text{m}$ , kertas label, tisu, wadah tertutup (*container*), jangka sorong, plastik, PCB (*printed circuit board*), mikrometer sekrup, multimeter digital, kawat tembaga, kotak transparan dengan tutup dan kabel, FTIR (*fourier transform infra-Red*), SEM (*scanning electron microscopy*), dan XRD (*X-ray diffraction*). Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kalsium oksida (CaO) komersial, silika (SiO<sub>2</sub>) komersial, etanol 96%, KBr, serta pasta perak.

#### 3.3 Prosedur Penelitian

##### 3.3.1 Fabrikasi Keramik Kalsium Silikat (CaSiO<sub>3</sub>)

Fabrikasi keramik kalsium silikat menggunakan metode reaksi padatan. Adapun proses fabrikasi keramik kalsium silikat sebagai berikut:

1. Mempersiapkan alat dan bahan yang akan digunakan.
2. Membersihkan dan mencuci peralatan gelas.
3. Menimbang dengan teliti massa CaO dan SiO<sub>2</sub> yang diperlukan sesuai perhitungan dengan menggunakan neraca digital.
4. Mencampur CaO dan SiO<sub>2</sub> yang telah ditimbang, selanjutnya memasukkan campuran ke dalam gelas kimia 500 ml.
5. Melarutkan CaO dan SiO<sub>2</sub> dengan etanol hingga 250 ml.
6. Menyetirer campuran tersebut hingga 5 jam pada suhu ruang.
7. Membiarkan campuran tersebut secara terbuka selama beberapa waktu hingga seluruh etanol menguap.
8. Mengeringkan sampel didalam oven dengan suhu 100 °C selama 24 jam.
9. Menggerus sampel yang telah kering menggunakan *mortar* dan *pestle* alumina selama 1 jam.
10. Mengayak sampel dengan ayakan berukuran 38 μm.

### **3.3.2 Pencetakan Sampel (*pressing*)**

Pencetakan (*pressing*) dilakukan pada sampel kalsium silikat yang telah diayak menggunakan alat *pressing* bertekanan 1 ton,

Prosedur kerja pencetakan sampel sebagai berikut:

1. Menimbang sampel sebanyak 1 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 dengan beban 1 ton.
5. Mengeluarkan sampel yang telah padat dari rongga tabung silinder.
6. Menyimpan sampel dalam wadah tertutup.

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

### 3.3.3 Sintering

Proses *sintering* pada sampel kalsium silikat yang berbentuk *pellet* menggunakan *furnace* (tungku pembakaran). Suhu yang digunakan dalam proses *sintering* ini adalah 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C, dan 1300 °C. Langkah–langkah yang dilakukan pada proses *sintering* yaitu:

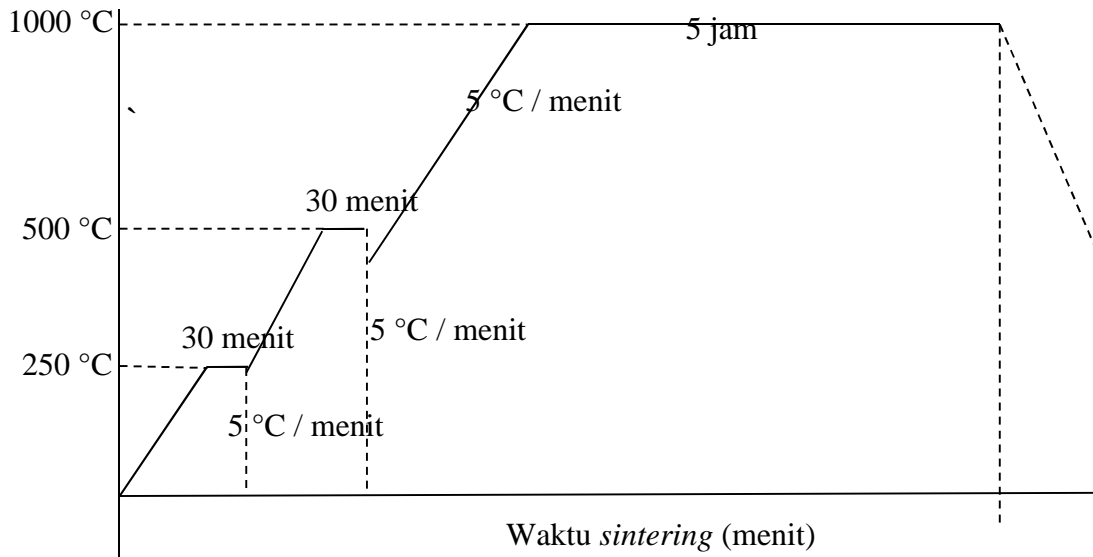
1. Menyiapkan sampel yang akan disintering dengan memberi label pada sampel untuk mempermudah pengambilan data
2. Memasukan sampel ke dalam *furnace* menggunakan cawan.
3. Menghidupkan *furnace* dengan menekan tombol ON.
4. Mengatur suhu yang diinginkan dengan kenaikan 5°/menit.
5. Menekan tombol OFF setelah proses *sintering*.
6. Memutuskan aliran listrik dari *furnace*.
7. Mengeluarkan sampel dari *furnace*.

Tabel 4. Kode Sampel Bahan Keramik Kalsium Silikat.

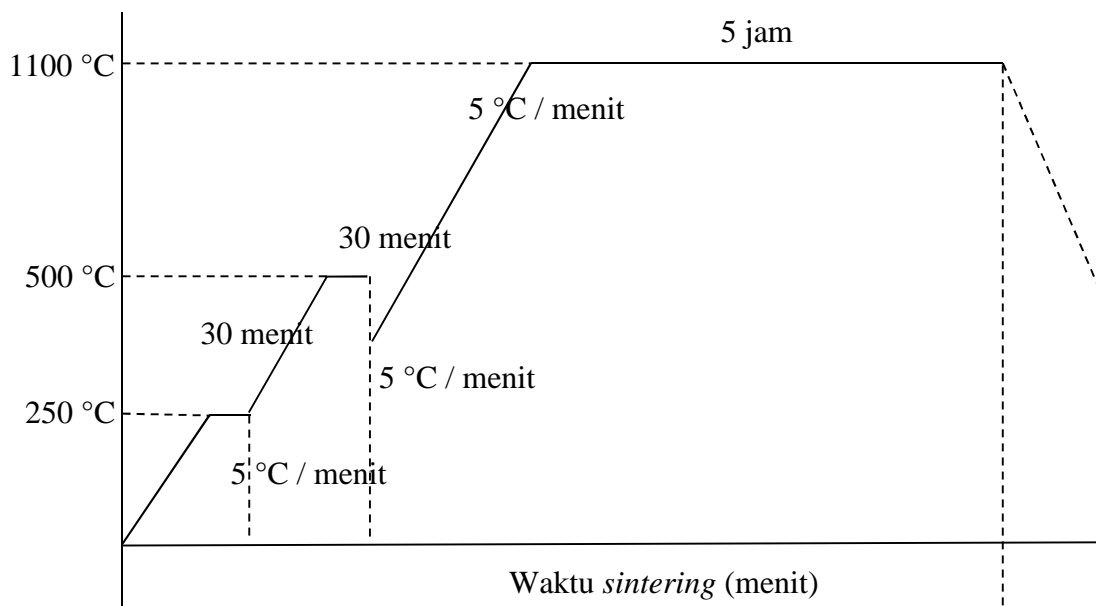
<b>Sampel</b>	<b>Keterangan</b>
ks0000	Sampel bahan keramik kalsium silikat sebelum <i>sintering</i>
ks1000	Sampel bahan keramik kalsium silikat <i>sintering</i> 1000 °C

ks1100	Sampel bahan keramik kalsium silikat <i>sintering</i> 1100 °C
ks1200	Sampel bahan keramik kalsium silikat <i>sintering</i> 1200 °C
ks1300	Sampel bahan keramik kalsium silikat <i>sintering</i> 1300 °C

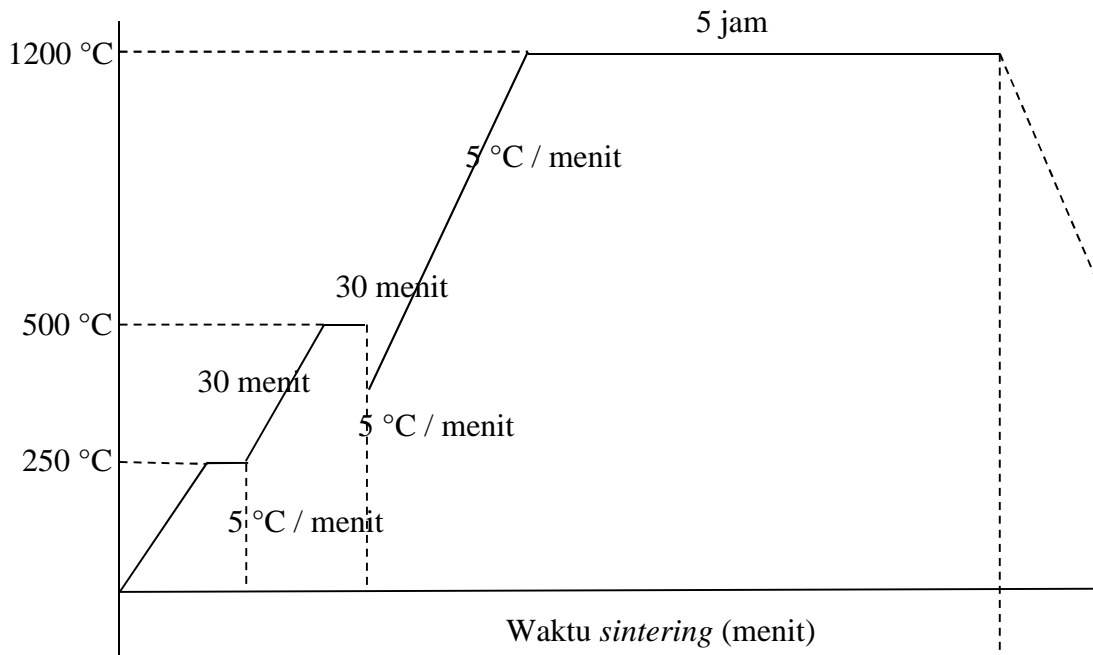
Sampel disintering menggunakan *furnace*, grafik proses *sintering* dapat dilihat pada gambar 7, 8, 9 dan 10.



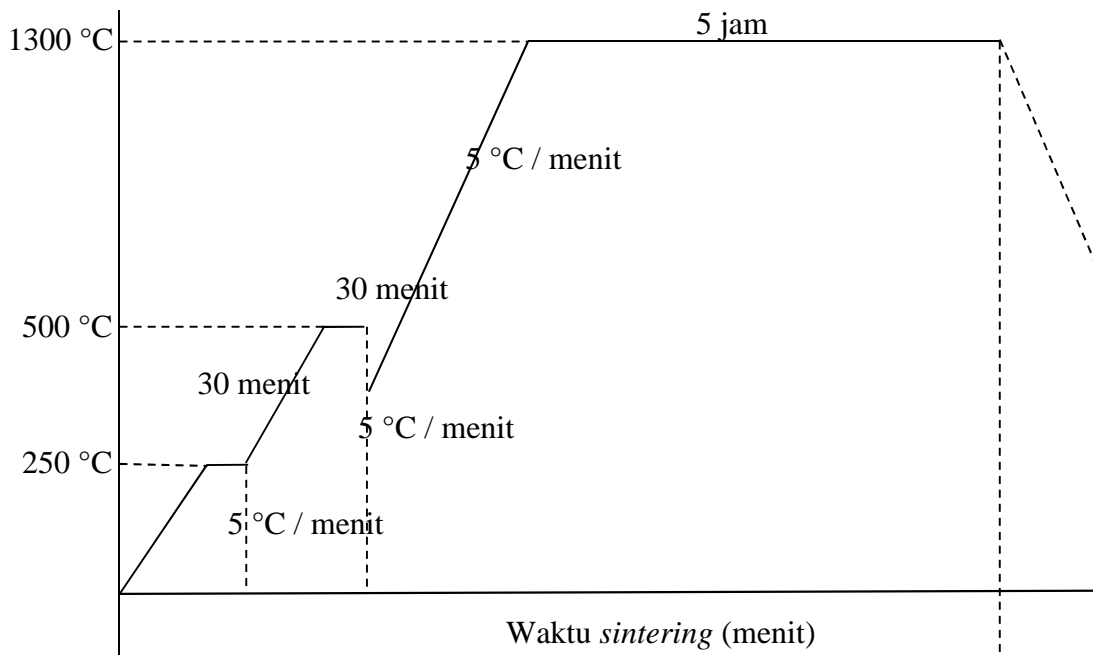
Gambar 7. Grafik proses *sintering* pada suhu 1000 °C.



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

Pada penelitian menggunakan 3 buah karakterisasi yaitu FTIR tipe Varian/Scimitar 2000, SEM tipe JEOL/EO JSM-6360, dan XRD tipe Philips PW1710 BASED dengan 2 dari 10° sampai 90°. Karakterisasi dilakukan pada sampel kalsium silikat yang disintering pada suhu 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C, dan 1300 °C.

#### 3.4.1 FTIR

Gugus fungsi dari sampel kalsium silikat dapat diketahui dengan melakukan uji FTIR.

Langkah – langkah yang dilakukan dalam uji FTIR sebagai berikut:

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 kedalam *mortar* 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  $\pm 8$  *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 komputer.

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.

### **3.4.2 SEM**

Karakteristik mikrostruktur pada sampel kalsium silikat dapat dilihat dengan melakukan uji SEM. Langkah – langkah yang dilakukan dalam proses uji SEM sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel dan merekatkan pada *specimen holder*.
2. Membersihkan sampel yang telah dipasang pada *holder* dengan menggunakan *hand blower*.
3. Memasukkan sampel dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-polodium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Memasukkan sampel dalam *specimen chamber*.
5. Melakukan pengamatan dan pengambilan gambar layar SEM dengan mengatur perbesaran yang diinginkan.
6. Menentukan *spot* untuk analisis EDS pada monitor SEM.
7. Memotret gambar SEM/EDS.

### **3.4.3 XRD**

Struktur sampel kalsium silikat dapat diidentifikasi dengan menggunakan uji XRD. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses uji XRD dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis.
2. Merekatkan pada kaca dan memasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan bantuan lilin perekat.
3. Memasangkan sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian meletakkan pada *sampel stand* dibagian goniometer.
4. Memasukan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberikan nama cuplikan dan member nomor *file* data.
5. 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.
6. Mengamati hasil difraksi pada monitor komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2 tertentu dan gambarnya akan dicetak oleh mesin *printer*.

### **3.5 Pengujian Sifat Fisis Keramik**

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

#### **3.5.1 Pengujian Densitas**

Langkah-langkah melakukan pengujian densitas pada sampel sebagai berikut:

1. Menimbang massa sampel setelah pembakaran dan mencatatnya sebagai m.
2. Menghitung volumesampel dan mencatatnya sebagai v.



3. besarnya nilai densitas dengan menggunakan persamaan 4.

### **3.5.2 Pengujian Porositas**

Langkah-langkah melakukan pengujian porositas pada sampel sebagai berikut:

1. Menghitung densitas sampel.
2. Menghitung besarnya nilai porositas dengan menggunakan persamaan 5.

### **3.5.3 Pengujian Penyusutan**

Langkah-langkah melakukan pengujian penyusutan pada sampel sebagai berikut:

1. Mengukur dimensi sampel keramik sebelum dibakar.
2. Menghitung volume sampel keramik sebelum pembakaran sebagai  $v_o$ .
3. Menghitung volume sampel setelah pembakaran sebagai  $v_t$ .
4. Menghitung besarnya nilai penyusutan volume dengan menggunakan persamaan 6.

### **3.5.4 Pengujian Resistivitas**

Langkah-langkah melakukan pengujian resistivitas pada sampel 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 tahanan sampel.
4. Menghitung besar nilai resistivitas menggunakan persamaan 7.