

### **III. METODE PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli 2012 sampai bulan November 2012 di Laboratorium Fisika Inti, Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Pasteur Bandung dan Laboratorium Biomas Kimia Universitas Lampung.

#### **B. Alat dan Bahan Penelitian**

##### **1. Alat**

Dalam penelitian ini alat yang digunakan adalah neraca, *gelas* ukur, labu ukur, beaker glass, kompor listrik, spatula, magnetic stirrer, pipet tetes, lesung (mortal) dan alu (pastel), cawan tahan panas, pengayak, penekan hidrolik, tungku (furnace), kertas saring, tisu, aluminium foil dan kertas label. Analisis sampel (XRD) Merk Shimadzu XD 610, (SEM XL30 Philips).

## **2. Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $ZrCl_4$  dengan kemurnian 98% dari Merck,  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3HNO_3$  dengan kemurnian 99,5%, Merck, asam sitrat atau  $C_6H_8O_7$ , etilen glikol atau  $HOCH_2CH_2OH$ , KOH dan aquabides.

## **C. Prosedur Kerja**

Adapun langkah-langkah yang dilakukan adalah preparasi serbuk  $ZrO_2$ , preparasi serbuk  $CuO$ , sintesis komposit tenorit-zirkonia.

### **1. Preparasi $ZrO_2$ - $CuO$ Sol**

Pembuatan serbuk  $ZrO_2$ - $CuO$  diawali dengan pencampuran bahan zirconium klorida dengan kemurnian 98%, aquabides. Pencampurannya dengan cara melarutkan 12 gr  $ZrCl_4$  kedalam 25 ml aquabides sambil dilakukan pengadukan menggunakan stirer. Setelah itu dimasukkan  $Cu(NO_3)_2$  kedalam larutan  $ZrO_2$  sambil dilakukan stirrer. Dalam penelitian ini dibuat sampel 6 buah dengan variasi waktu yang berbeda-beda dengan perbandingan komposisi yang sama yaitu 1:1 seperti ditunjukkan dalam Tabel 3.1.

**Tabel 3.1.** Komposisi  $ZrO_2$  dan  $Cu(NO_3)_2$  dengan perbandingan 1:1 dan waktu proses stirrer yang bervariasi

No	Nama Sampel	Waktu proses(jam)	$ZrCl_4$ (gr)	$Cu(NO_3)_3$ (gr)
1	A	7	12	9
2	B	8	12	9
3	C	9	12	9
4	D	10	12	9
5	E	11	12	9
6	F	12	12	9

## 2. Sintesis Komposit $ZrO_2$ -CuO

Sintesis komposit  $ZrO_2$ -CuO dilakukan dengan metode sol gel dimana  $ZrO_2$ -CuO dicampur dengan perbandingan 1:1 sebanyak satu sampel. Zirkonia sol dihasilkan dari pencampuran bahan zirkonium klorida dengan aquabides 25 ml. Pencampurannya dilakukan dengan perbandingan molar 1:1.  $ZrO_2$  sol yang dihasilkan kemudian ditambahkan  $Cu(NO_3)_2$  sambil distirrer dengan waktu yang berbeda-beda yaitu 7, 8, 9, 10, 11 dan 12 jam. Selama perlakuan stirrer dilakukan pencampuran asam sitrat dan etilen agar pembentukan gel lebih bagus. Setelah distirrer selama waktu yang ditentukan kemudian perlahan ditetesi KOH sampai berbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian didiamkan selama 24 jam agar mengalami penuan (aging) dan dipanaskan pada suhu 110 °C selama 12 jam. Setelah dilakukan pengeringan bahan yang didapat kemudian ditumbuk sampai halus dan dilanjutkan dengan proses pressing 200 MPa dan sintering. Proses

kalsinasi berfungsi untuk menghilangkan zat-zat lain yang terdapat pada serbuk ZrO-CuO. Sintering dilakukan menggunakan tungku pembakaran selama 9 jam pada suhu 700 °C.

### **3. Pressing**

Sampel uji yang masih berupa bubuk kemudian dijadikan bentuk pellet, yaitu dengan melakukan pemadatan sampel yang telah melewati proses preparasi menggunakan dengan alat tekan hidrolik, dengan tujuan untuk merubah bentuk sampel dari bubuk menjadi padatan. Tekanan yang digunakan dalam proses penekan terhadap sampel sebesar 200 MPa prosesnya adalah menimbang dengan berat masing-masing sampel sebanyak 1,3 gr. Alat yang digunakan dalam proses pressing adalah penekanan (hidrolik) yang dapat diatur besar tekanannya.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses penekanan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel dan alat tekan.
2. Memasukkan sampel ke dalam cetakan (*die*) yang berbentuk silinder.
3. Mengunci alat tekan dengan memutar skrup.
4. Memompa tuas untuk menentukan berat beban.
5. Memutar skrup untuk membuka alat cetak.
6. Memompa tuas untuk mengeluarkan pellet.
7. Menyimpan sampel dalam wadah tertutup.

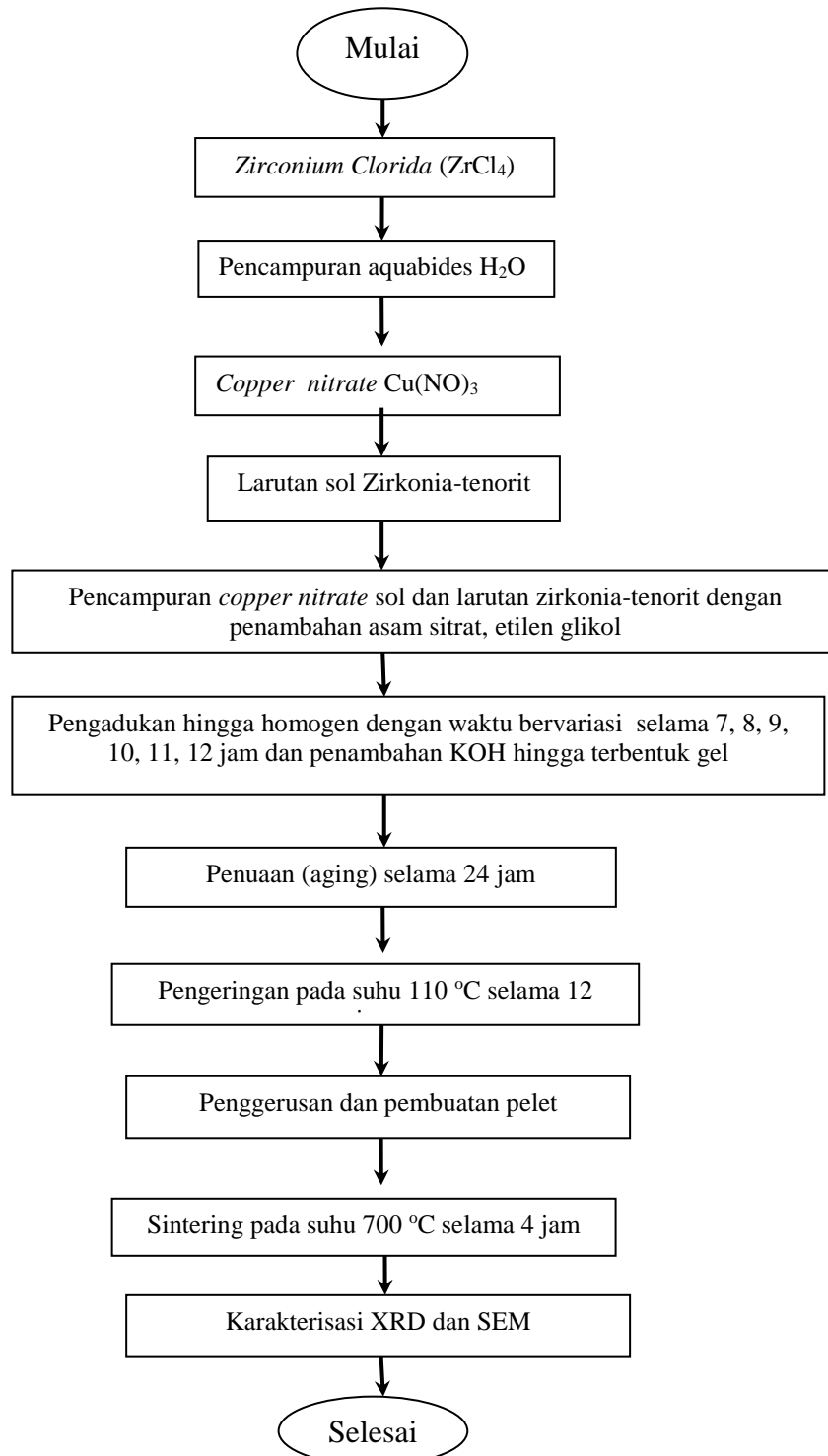
#### 4. Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran atau furnace. Alat ini telah disediakan penyesuaian temperatur yang terkendali secara otomatis dengan sistem digital. Dalam penelitian ini, kalsinasi dilakukan pada temperatur 700°C dengan waktu penahanan selama 4 jam. Untuk melaksanakan proses kalsinasi tersebut, terdapat suatu prosedur yang dapat dijelaskan berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan dikalsinasi, lalu memasukkan sampel bubuk kedalam cawan tahan panas.
2. Setelah memasukkan ke dalam furnace dan menghidupkannya dengan saklar diputar dengan posisi (ON).
3. Mengatur suhu yang diinginkan dengan memulai dari suhu kamar 27°C dengan kenaikan suhu 300°C selama 1 jam, selama suhu 300°C dilakukan penahanan 2 jam. Selanjutnya suhu dinaikkan menjadi 700°C dilakukan penahan 1 jam dan pada puncaknya ditahan selama 4 jam.
4. Memutar saklar pada posisi OFF setelah proses kalsinasi selesai.
5. Mengeluarkan sampel dari furnace dan menyimpan sampel yang telah disinterring dalam wadah tertutup.

## 2. Diagram Alir

Adapun proses penelitian yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1.** Proses penelitian.