

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus 2012 sampai dengan Februari 2013 di Labotarium Fisika Material Jurusan Fisika. Proses pencetakan dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumentasi, sementara kalsinasi dilakukan di Laboratorium Ilmu Tanah Fakultas Pertanian Universitas Lampung. Karakterisasi sampel untuk XRD dilakukan di laborarium Pusat Survey Geologi Bandung sedangkan SEM dilakukan di Laboratorium Biomass FMIPA Universitas Lampung.

B. Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk zirkonium (IV) klorida ($ZrCl_4$) (98%) dari Merck dan serbuk tembaga nitrat ($Cu(NO_3)_2$) (99,5%) dari Merck, etilen glikol ($HOCH_2CH_2OH$), asam sitrat ($C_6H_8O_7$), KOH dan air.

2. Alat

Peralatan yang digunakan adalah neraca, timbangan digital, *oven*, *furnace*, penekan hidrolik, tabung cetakan, magnetik *stirrer*. Gelas ukur, labu ukur, gelas

beaker, spatula, cawan tahan panas, mortal dan alu, *aluminium foil*, plastik *pressing*, kertas label, pipet tetes. Kemudian menggunakan seperangkat komputer, perangkat lunak Balls and Sticks, perangkat lunak Rietica, serta karakterisasi sampel menggunakan XRD dan SEM yang dilengkapi dengan EDS.

C. Prosedur Kerja

Adapun langkah-langkah yang dilakukan adalah preparasi ZrO_2-CuO dengan metode sol-gel, *pressing*, kalsinasi, karakterisasi sampel dengan XRD untuk mengetahui struktur kristal dan karakterisasi SEM untuk mengetahui mikrostruktur sampel.

1. Sintesis ZrO_2-CuO

Preparasi sampel diawali dengan penimbangan serbuk zirkonium (IV) klorida ($ZrCl_4$) dan tembaga nitrat ($Cu(NO_3)_2$) dengan komposisi masing-masing bahan yang telah disiapkan. Sintesis ZrO_2-CuO dilakukan dengan metode sol-gel dimana serbuk $ZrCl_4$ dan serbuk $Cu(NO_3)_2$ dicampur dengan perbandingan molar 1 : 1, 1 : 4, 1 : 5, 1 : 6, 1 : 7, 1 : 8. Setelah penimbangan bahan $ZrCl_4$ dilarutkan dengan 50 ml air dalam gelas *beaker* kemudian barulah dimasukkan bahan $Cu(NO_3)_2$. Selanjutnya semua bahan yang telah dicampur diaduk dengan pengaduk magnetik selama 10 jam pada temperatur ruangan dan seraya diaduk dengan menambahkan bahan etilen glikol 1 ml dan asam sitrat 1 gr. Dalam hal ini etilen glikol bias berfungsi sebagai kompensasi panas yang timbul pada saat pemanasan atau pelarutan sedangkan asam sitrat berfungsi sebagai katalis yang

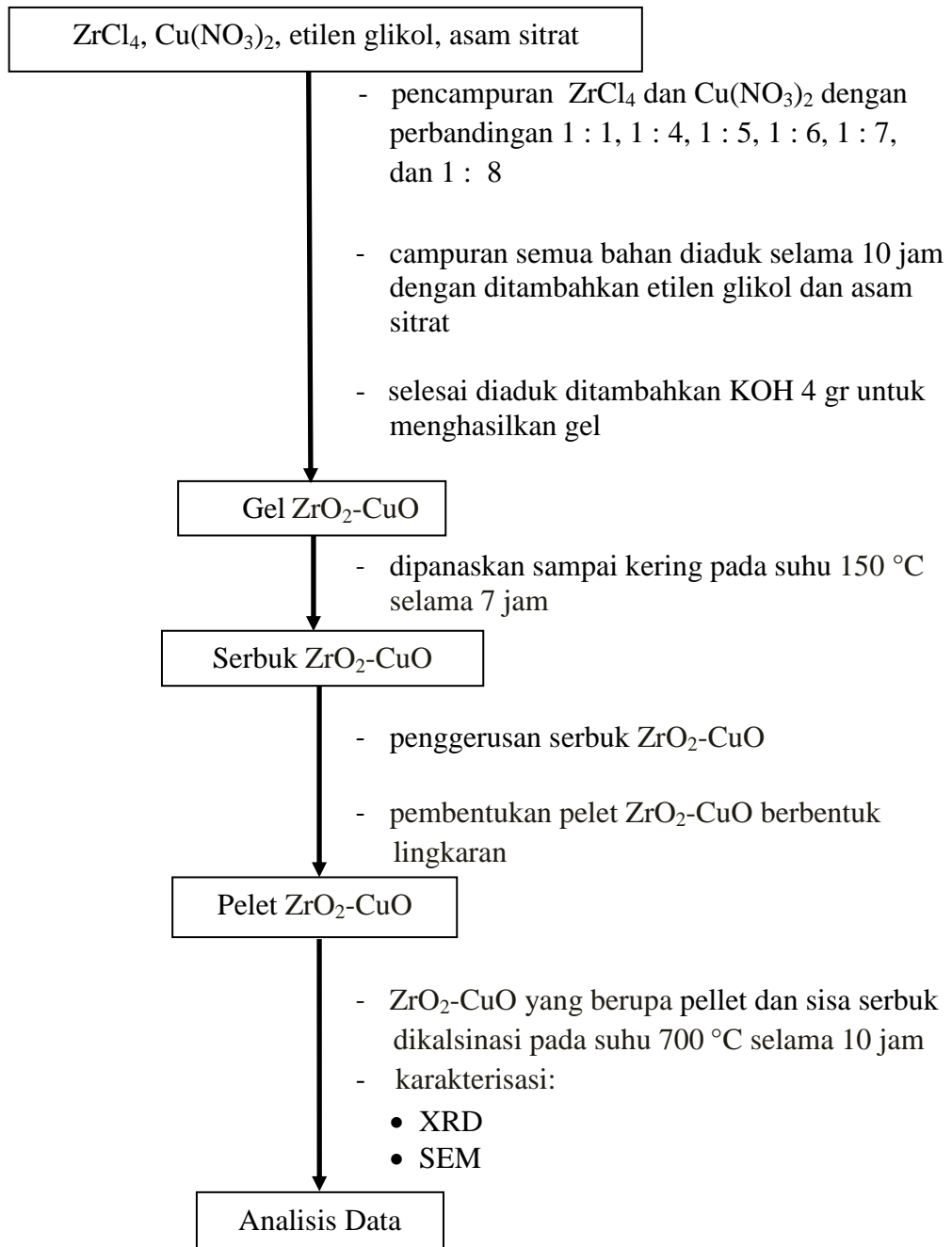
artinya untuk merangsang campuran reaksi. Setelah diaduk selama 10 jam kemudian ditambahkan KOH sebanyak 4 gr untuk mendapatkan gelnya dan dipanaskan sampai kering pada suhu 150 °C selama 7 jam. Setelah dikeringkan material ditumbuk sampai halus dan dilanjutkan dengan proses pencetakan dan kalsinasi. Tahap pencetakan menggunakan *die pressing*, serbuk ditekan dengan cetakan (*die*) berbentuk silinder dengan tekanan 100 MPa. Proses kalsinasi berfungsi untuk menghilangkan zat-zat lain yang terdapat pada serbuk ZrO₂-CuO seperti asam sitrat, glikol etilen dan kadar uap air (H₂O). Kalsinasi dilakukan menggunakan tungku pembakaran selama 10 jam pada suhu 700 °C.

2. Karakterisasi Sampel

Untuk keperluan karakterisasi ZrO₂-CuO dilakukan menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, SEM untuk mengetahui struktur mikronya. Alat XRD yang digunakan adalah merk PANalytical dengan V sebesar 40 Kv, I sebesar 30 mA, untuk 2θ sebesar 20° - 120°, dan step size yang digunakan yaitu 0,02°. Pada SEM, alat yang digunakan merk Zeiss dengan perbesaran 500 kali. Kombinasi kedua uji ini akan dapat mengkonfirmasi dengan jelas apakah sampel yang dibuat sudah menunjukkan ukuran butir dalam skala nano atau belum.

D. Diagram Alir Penelitian

Adapun garis besar proses penelitian yang dilakukan dapat dibentuk ke dalam diagram alir yang dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir proses penelitian.