

BAB III

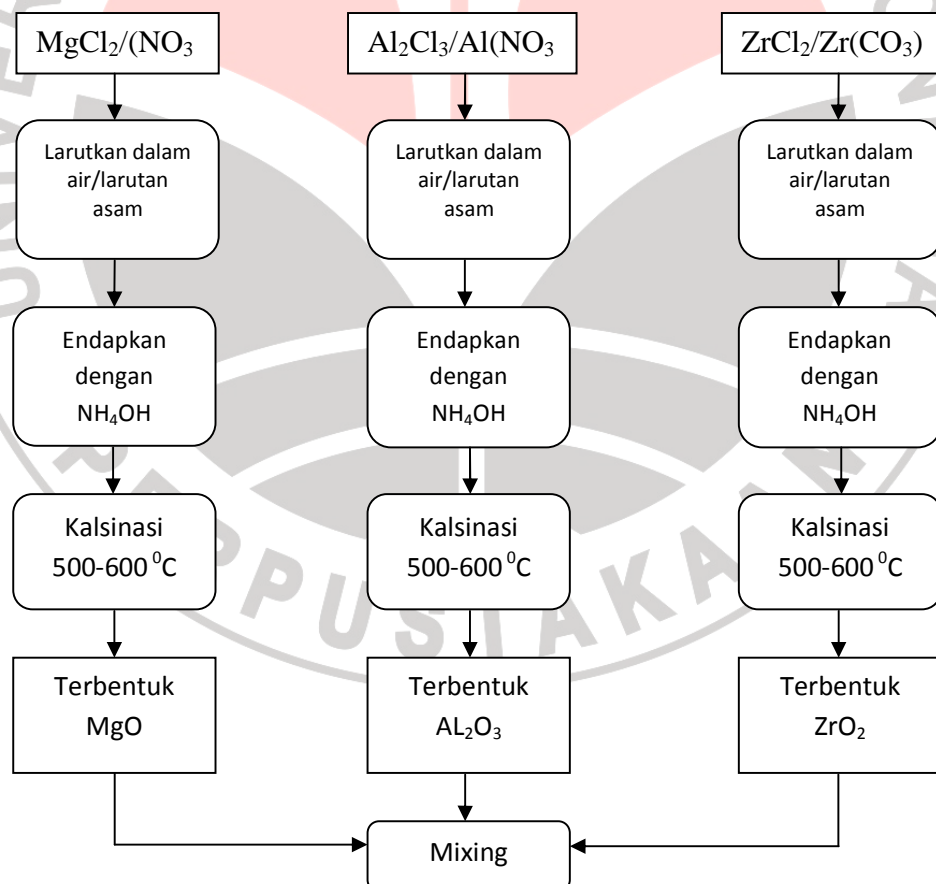
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode penelitian

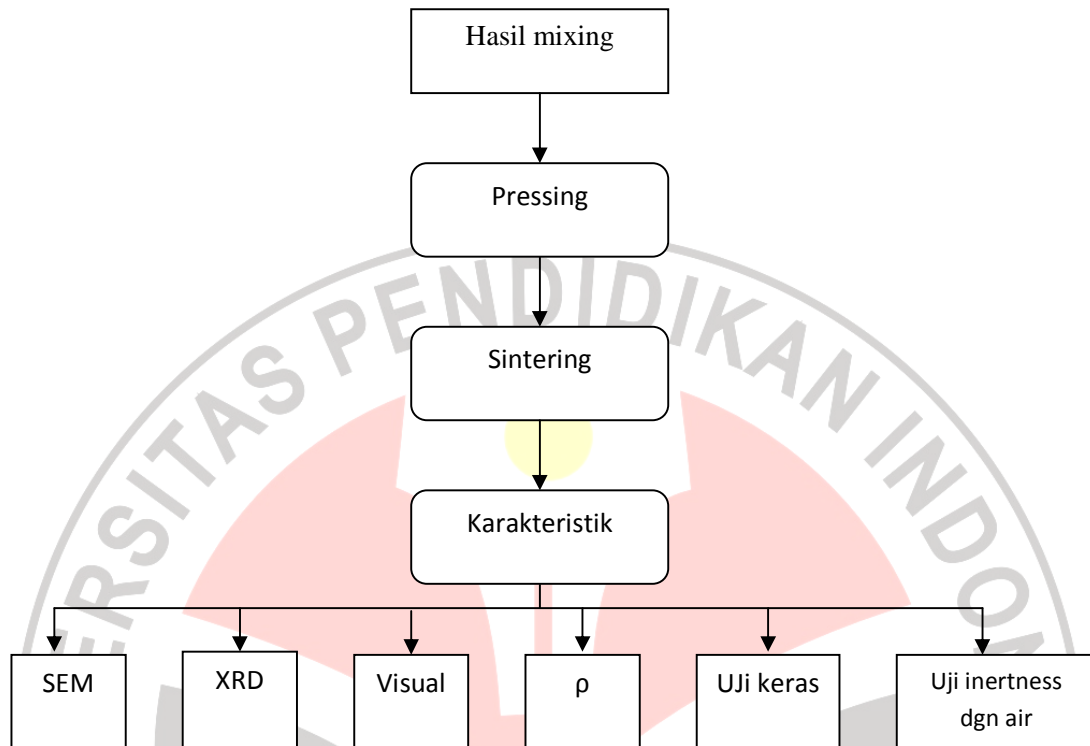
Metode penelitian yang dilakukan adalah dengan metode eksperimen murni.

3.2 Alur Penelitian

Kegiatan penelitian akan dilakukan dengan alur seperti yang dipaparkan dalam bentuk diagram sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram Alur Proses Penelitian



Gambar 3.2 Lanjutan Diagram Alur Proses Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat yang Digunakan

1. Neraca digital, untuk mengukur berat serbuk yang telah ditentukan harganya,
2. Sendok kecil, untuk memindahkan serbuk,
3. Gelas kimia dan gelas ukur, sebagai tempat mengaduk dan menyimpan larutan,
4. Pengaduk, untuk mengaduk larutan agar larut secara merata,

5. Corong, alat agar larutan masuk ke dalam gelas ukur yang akan disaring endapannya,
6. Kompor listrik, untuk memanaskan larutan,
7. Kertas saring, untuk menyaring endapan,
8. Cawan, sebagai tempat menyimpan endapan, serbuk dan campurannya,
9. Oven, untuk mengeringkan endapan supaya air (H_2O) yang terdapat padanya hilang,
10. Tungku kalsinasi, yaitu tungku pemanas untuk menghilangkan OH^- pada endapan dengan temperatur $600^\circ C$ selama 120 menit,
11. Alat gerus manual dan digital *Karl Kolb Scientific Technical Supplies D-6074*. Untuk menghaluskan serbuk-serbuk yang masih dalam bentuk kristal-kristal secara merata,
12. Alat kompaksi, digunakan untuk memadatkan serbuk dengan tekanan untuk masing-masing sampel sebesar 50 kg/cm^2 ,
13. Cetakan (*dies*), untuk menempatkan serbuk dalam bentuk specimen dengan proses kompaksi.
14. Mikrometer skrup, untuk mengukur diameter dan tebal sampel,

15. Tungku sinter, tungku pemanas untuk proses sintering. Temperatur penyinteran divariasikan untuk tiga nilai yaitu 1600°C, 1500°C dan 1400°C selama 120 menit,
16. Mesin grinding, untuk meratakan permukaan sampel menggunakan ampelas dengan berbagai tingkat kekasaran (280, 400, 600, 700, 800, 1000, 1200, 1500, 2000) mesh dan mesin poles menggunakan serbuk alumina sebagai akhir dari proses poles,
17. Mesin uji Vickers (Zwick 3212), digunakan untuk mengetahui harga kekerasan dan ketangguhan patah dari sampel,
18. Mesin difraksi sinar-X, digunakan sebagai alat untuk mengetahui parameter kisi dari sampel,
19. Pemeriksaan dengan SEM untuk mengetahui struktur mikro sampel,
20. Mesin uji *inertness*, tungku pemanas untuk uji ketahanan air.

3.3.2 Bahan yang Digunakan

1. MgCl_2 ,
2. Al_2Cl_3 ,
3. ZrCl_2 ,
4. NH_4OH ,
5. *Aquades*,
6. Larutan asam.

3.4 Alur Proses Penelitian

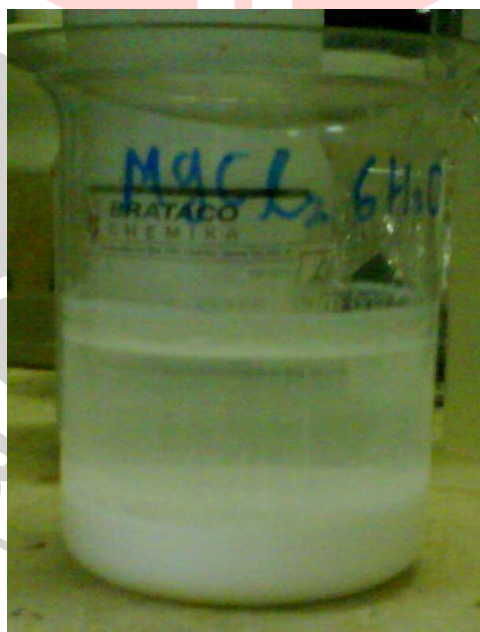
3.4.1 Persiapan Penelitian

Pertama-tama yang kita lakukan untuk membuat sampel berupa pelet dengan metode presipitasi yaitu memperkirakan jumlah bahan yang diperlukan. Perkiraan ini mencakup seberapa banyak senyawa yang kita butuhkan untuk mendapatkan sampel dengan ukuran yang kita kehendaki. Sampel yang kita kehendaki yaitu didapatkan senyawa spinel (MgAl_2O_4) dengan penambahan zirkonia (ZrO_2) 5%.

Untuk mendapatkan senyawa MgAl_2O_4 kita padukan senyawa MgO magnesia dan AlO_3 alumina. Jadi, agar terbentuk senyawa spinel yang ditambah 5% zirkonia kita perlu menghitung terlebih dahulu seberapa banyak ketiga senyawa ini diperlukan. Pencampuran dengan jumlah yang tepat akan memberi kita sampel yang kita kehendaki.

3.4.2 Presipitasi

Langkah pertama yang dilakukan yaitu membuat tiga jenis senyawa untuk digunakan. Tiga senyawa tersebut adalah Al_2O_3 , MgO dan ZrO_2 . Seperti yang juga telah dijelaskan pada diagram alur, senyawa-senyawa ini dibuat dengan cara presipitasi. Secara umum tahap-tahap yang dikerjakan adalah melarutkan bahan-bahan awal untuk membentuk senyawa itu dengan air/asam. Selama pelarutan ini larutan diaduk sampai merata. Setelah dirasa cukup merata, larutan itu dibiarkan mengendap menjadi senyawa yang diinginkan. Waktu yang dialokasikan agar mendapatkan endapan yaitu selama sekitar ± 17 jam.



Gambar 3.3 Terjadinya pengendapan

3.4.3 Pengeringan

Setelah terbentuk endapan dari tahap sebelumnya, maka dilakukan proses pengeringan. Proses pengeringan dilakukan untuk menghilangkan kadar air dalam endapan dengan cara memanaskannya dalam oven selama semalaman (± 17 jam).

3.4.4 Kalsinasi

Sesudah tahap pengeringan dan terbentuk kristal-kristal kecil, maka dilakukan proses kalsinasi. Proses kalsinasi ini dilakukan pada temperatur 600°C selama 2 jam. Tujuan dilakukannya proses ini yaitu untuk menghasilkan serbuk oksida dari endapan.



Gambar 3.4 Proses kalsinasi

3.4.5 Penggerusan

Langkah selanjutnya setelah kalsinasi yaitu penggerusan. Penggerusan senyawa-senyawa hasil kalsinasi dilakukan menggunakan dua jenis alat gerus. Alat gerus yang pertama digunakan yaitu alat gerus manual, mortar agate. Selanjutnya digunakan mesin penggerus listrik selama 20 menit (2×10 menit) agar serbuk yang didapatkan lebih halus. Penggerusan dilakukan agar senyawa-senyawa berbentuk serbuk halus sehingga lebih mudah untuk dicampurkan.



Gambar 3.5 Proses penggerusan

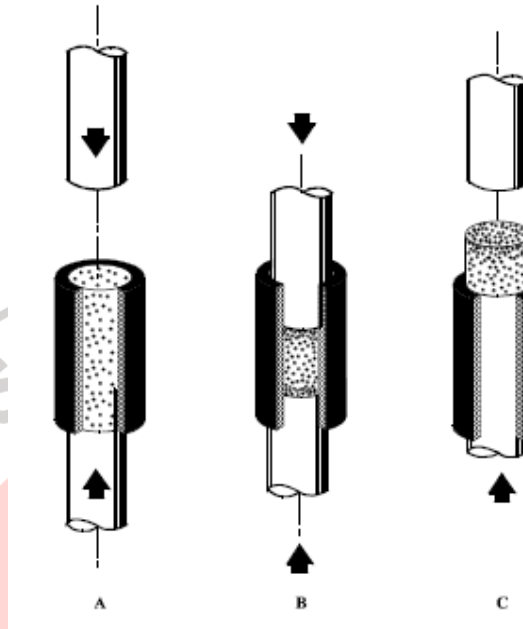
3.4.6 *Mixing* (Pencampuran)

Senyawa-senyawa yang menjadi serbuk halus setelah penggerusan kemudian dicampurkan sehingga menghasilkan $MgAl_2O_4$ ditambah 5% ZrO_2 . Pencampuran senyawa-senyawa ini dilakukan berdasarkan perhitungan yang telah dilakukan terlebih dahulu pada tahap persiapan sampel.

3.4.7 Penekanan

Langkah selanjutnya yaitu penekanan atau kompaksi. Penekanan dilakukan agar sampel yang berbentuk serbuk berubah menjadi bulk padatan. Metode yang digunakan dalam proses kompaksi ini adalah metode *double action uniaxial pressing*. Tekanan yang diberikan selama kompaksi ditentukan sebesar 5 ton/cm^2 .

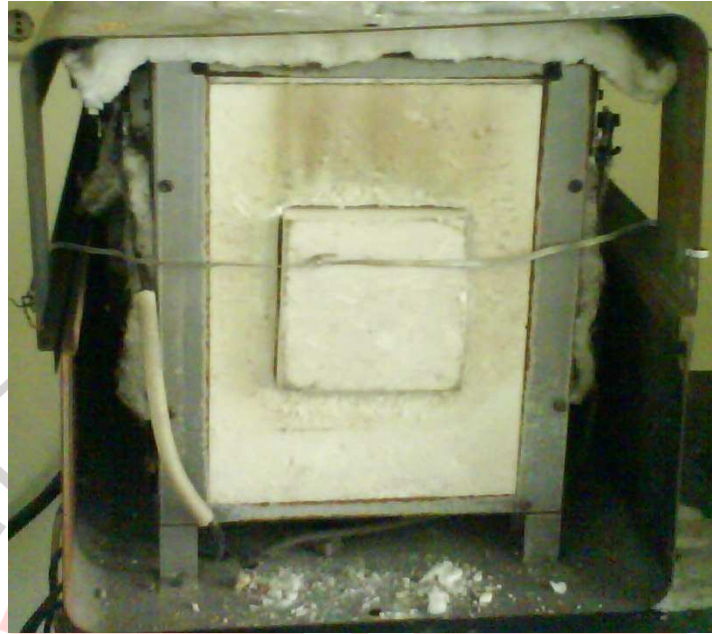
Dalam proses kompaksi, pertama-tama kita nyalakan alat press sehingga siap untuk digunakan. Serbuk yang telah dicampur menjadi $MgAl_2O_4$ ditambah 5% ZrO_2 kemudian dimasukkan pada *dies* (cetakan tempat terjadinya penekanan). Kemudian gerakkan tuas yang berarah ke bawah sampai pencetak atas masuk *dies*. Pada saat itu kita gerakkan tuas yang berarah ke atas sehingga serbuk campuran tertekan, tunggu penekanan selama 20 detik. Setelah itu naikan serbuk yang telah tercetak tersebut ke atas.



Gambar 3.6 *double action uniaxial pressing* (Albaro,2009)

3.4.8 Sintering

Pelet mentah yang dihasilkan pada proses kompaksi kemudian melalui tahap selanjutnya yaitu sintering. Sintering dilakukan untuk tiga suhu yang divariasikan (1400°C , 1500°C , 1600°C) selama masing-masing 120 menit. Sebelum dimasukkan pada tungku sinter sampel disusun di atas keramik alumina yang telah dilapisi alumina sehingga tidak ada reaksi pelet dengan permukaan keramik alumina. Susunan peletakkan sampel tersebut kita catat supaya sampel tidak tertukar satu sama lain.



Gambar 3.7 Tungku sinter

3.5 Karakterisasi dan Pengujian

3.5.1 Difraksi Sinar-X

Pengujian difraksi sinar-x dilakukan di PTNBR BATAN Bandung. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui parameter kisi dan struktur kristal dari sampel yang didapatkan.

3.5.2 Uji Inert Air

Uji inert air dilakukan untuk mengetahui apakah sampel inert terhadap air atau tidak. Pengujian ini dilakukan dengan cara memasukkan sampel kedalam air yang mendidih ($\pm 100^{\circ}\text{C}$) selama 4 jam. Setelah itu kemudian amati dan ukur dimensi serta berat sampel. Bandingkan pengukuran dimensi dan berat sampel tersebut dengan pengukuran sebelum dilakukan pengujian ini.

3.5.3 Uji Struktur Mikro

Uji struktur mikro dari sampel dilakukan dengan alat SEM. Pengujian ini dilakukan di Pusat Survei Geologi. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui tampilan struktur mikro dari bahan yang kita teliti sehingga dapat dipelajari lebih lanjut hal-hal yang berhubungan dengan struktur mikro bahan.

3.5.4 Uji Kekerasan

Pengujian kekerasan dilakukan di PTNBR BATAN Bandung. Pengujian ini dilakukan menggunakan mesin uji Vickers (Zwick 3212) dengan beban 1 kg. Dengan alat ini kita indentasi sampel sebanyak lima kali. Setelah didapatkan hasil indentasi berupa belah ketupat, diukur panjang diagonal-diagonalnya. Dari pengukuran diagonal-diagonal ini dapat dihitung nilai kekerasan sampel yang diuji.



Gambar 3.8 Mesin uji Vickers (Zwick 3212), digunakan untuk mengetahui harga kekerasan dan ketangguhan patah

Sebelum dilakukan pengujian kekerasan sampel terlebih dahulu kita tempatkan pada resin yang telah tercetak dan kering. Hal ini dilakukan supaya proses pengamplasan dapat lebih mudah dilakukan. Proses pengamplasan dilakukan menggunakan mesin grinding dan kertas amplas *silicon carbide* (SiC) dengan tingkat kekasaran (280, 400, 600, 700, 800, 1000, 1200, 1500, 2000 mesh). Setelah proses pengamplasan selesai maka kita lakukan proses pemolesan. Proses pemolesan ini menggunakan mesin poles yang telah dipasang kain beludru dan diberi serbuk

alumina. Baik proses pengamplasan maupun proses pemolesan, pada saat proses berlangsung dialiri air yang tidak terlalu banyak. Hal ini dilakukan agar tidak terjadi kontak panas antara sampel dan amplas serta untuk membersihkan permukaan amplas dari kotoran yang menempel selama proses berlangsung. Proses pengamplasan dan pemolesan dilakukan agar permukaan sampel halus dan bersih sehingga indenter dapat dilihat dengan jelas.



Gambar 3.9 Mesin grinding



Gambar 3.10 Mesin poles

3.5.5 Uji Ketangguhan Patah

Pengujian ini dilakukan di PTNBR BATAN Bandung. Pengujian dilakukan menggunakan mesin uji Vickers (Zwick 3212) dengan beban 3 kg. Seperti halnya pengujian kekerasan, dengan alat ini sampel diindentasi. Akan tetapi hasil yang didapatkan berbeda dengan pengujian kekerasan. Pada pengujian ini didapatkan hasil berupa belah ketupat dengan adanya keretakan pada sudut-sudutnya. Parameter yang diukur yaitu panjang diagonal-diagonal serta panjang retakannya. Dengan nilai ini kita dapat menentukan nilai ketangguhan patah sampel. Seperti pengujian kekerasan, sebelumnya sampel diampelas dan dipoles agar indentasi dapat dilihat dengan jelas. Karena setelah kedua proses itu sampel diharapkan permukaannya telah halus dan bersih.