

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada bab ini mengungkapkan metode penelitian secara keseluruhan yang merupakan rangkaian proses penelitian yang telah dilakukan. Proses penelitian ini dibagi ke dalam beberapa tahapan. Tahap ini diawali dengan proses preparasi serbuk ZrO_2 -CaO, kompaksi serbuk secara manual hingga diperoleh dua buah pelet mentah dengan komposisi ZrO_2 dan CaO seperti pada tabel 3.1. Tahap berikutnya adalah dikalsinasi suhu tinggi yaitu $1500^{\circ}C$ selama 2 jam. Lalu digerus hingga menjadi serbuk kembali dan dicampur dengan menggunakan dua jenis Al_2O_3 (nano dan mikro), hingga dihasilkan empat variasi komposisi seperti pada tabel 1.1 dan 1.2. Tahapan selanjutnya adalah proses kompaksi dengan tekanan 60 kg/cm^2 , hingga dihasilkan pelet mentah dan diukur densitasnya. Pelet tersebut kemudian disinter pada suhu $1600^{\circ}C$ selama 2 jam dan diukur densitas akhirnya. Tahapan terakhir meliputi pengujian material (uji visual, uji *inertness*, uji kekerasan dan ketangguhan patah) dan karakterisasi (XRD dan SEM). Tahapan-tahapan ini lebih jelas diperlihatkan pada Gambar 3.8.

3.1 Metode penelitian

Penelitian ini merupakan studi eksperimen, dengan tujuan untuk mendapatkan data pengaruh komposisi komposisi CaO dan penambahan Al_2O_3 terhadap struktur kristal, struktur mikro (ukuran butir), sifat mekanik (kekerasan dan ketangguhan patah), dan sifat inert terhadap air.

3.2 Sampel penelitian

Sampel yang digunakan adalah menggunakan bahan dasar kermik ZrO_2 yang distabilkan CaO dengan penambahan Al_2O_3 , dengan pengaturan komposisi seperti pada tabel 1.1 dan 1.2

3.3 Tempat penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di kelompok Fisika Bahan Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR-BATAN) Bandung 40132.

3.4 Prosedur percobaan

A. Persiapan serbuk

1. Zirkonia (ZrO_2) dan CaO ditimbang kemudian digerus terpisah secara manual kurang lebih 10 menit dan digerus dengan mesin penggerus listrik (3x10 menit).
2. Kedua zat tersebut dicampur sesuai dengan komposisi seperti pada tabel 3.1 berikut:

Tabel 3.1 Komposisi campuran ZrO₂ dan CaO

% mol		% berat		massa dalam gram (2,5 gram)	
ZrO ₂	CaO	ZrO ₂	CaO	ZrO ₂	CaO
92,5	7,5	96,4412	3,5588	2,4110	0,0890
85,0	15,0	92,5656	7,4344	2,3141	0,1859

Dengan perhitungan sebagai berikut:

Mr CaO = 56.08, dan ZrO₂ = 123.22

$$\text{persen berat ZrO}_2 = \frac{(92.5\% \times MrZrO_2)}{(92.5\% \times MrZrO_2) + (7.5\% \times MrCaO)} \times 100\%$$

$$\text{persen berat CaO} = \frac{(7.5\% \times MrCaO)}{(92.5\% \times MrZrO_2) + (7.5\% \times MrCaO)} \times 100\%$$

Perhitungan massa dalam gram (massa pelet untuk setiap komposisi adalah 2.5 gram, maka massa @ pelet adalah 0.5 gram, karena setiap komposisi untuk lima buah pelet

$$\text{massa ZrO}_2 = \frac{\% \text{berat ZrO}_2}{100} \times 2.5 \text{ gram}$$

$$\text{massa CaO} = \frac{\% \text{berat CaO}}{100} \times 2.5 \text{ gram}$$

B. Kompaksi

Tahap berikutnya adalah kompaksi secara manual (tidak ditentukan besarnya tekanan kompaksi). Ini dilakukan dengan menggunakan alat kompaksi *Hydraulic Jack* (seperti pada Gambar 3.1) agar diperoleh dua buah pelet dengan komposisi yang berbeda.



Gambar 3.1 Alat kompaksi (*Hydraulic Jack*).

C. Kalsinasi

Tahap selanjutnya adalah di kalsinasi suhu tinggi yakni 1500°C dengan waktu penahan 2 jam dan kenaikan suhu 5°C per menit.

Tujuan dari proses kalsinasi (Anonim, 2008):

1. memberikan peluang terjadinya terjadinya difusi supaya senyawa yang terbentuk benar-benar senyawa yang diinginkan,
2. untuk menghilangkan kandungan air
3. untuk membantu pencampuran beberapa material.



Gambar 3.2 Alat *Carbolite furnaces* AHF 1600

D. Pencampuran

Tahap ini diawali dengan penggerusan pelet yang telah dikalsinasi suhu Tinggi. Penggerusannya yaitu secara manual selama kurang lebih 3 x 10 menit, dan penggerusan dengan memakai mesin selama 3 x 10 menit.

Tahap berikutnya yaitu pencampuran ketiga serbuk yang telah dihasilkan dan penentuan komposisi campuran yang disesuaikan dengan suhu penyinteran. Suhu sintering yang digunakan adalah $(1600)^{\circ}\text{C}$ agar terbentuk fase kubik $\text{ZrO}_2\text{-CaO}$ stabil, diperlukan komposisi CaO 15% mol. Kemudian ditambahkan 4% mol Al_2O_3 (nano dan mikro). Dengan penentuan komposisi yang tepat ini diharapkan dapat menghasilkan ZrO_2 yang stabil dan bisa terbentuk fase keramik zirkonia kubik.

Komposisi akhir pelet terlihat pada tabel 3.2 dan 3.3

Tabel 3.2 Komposisi akhir pelet dengan penambahan Al_2O_3 nano

% mol			% berat			massa dalam gram (2,5 gram)		
Al_2O_3 nano	92.5 ZrO_2 - 7.5 CaO	85 ZrO_2 - 15 CaO	Al_2O_3 nano	92.5 ZrO_2 - 7.5 CaO	85 ZrO_2 - 15 CaO	Al_2O_3 nano	92.5 ZrO_2 - 7.5 CaO	85 ZrO_2 - 15 CaO
4	96	-	3,4695	96,5301	-	0,0867	2,4133	-
4	-	96	3,6188	-	96,3812	0,0905	-	2,4095

Tabel 3.3 Komposisi akhir pelet dengan penambahan Al_2O_3 mikro

% mol			% berat			massa dalam gram (2,5 gram)		
Al_2O_3 mikro	92.5 ZrO_2 - 7.5 CaO	85 ZrO_2 - 15 CaO	Al_2O_3 mikro	92.5 ZrO_2 - 7.5 CaO	85 ZrO_2 - 15 CaO	Al_2O_3 mikro	92.5 ZrO_2 - 7.5 CaO	85 ZrO_2 - 15 CaO
4	96	-	3,4695	96,5301	-	0,0867	2,4133	-
4	-	96	3,6188	-	96,3812	0,0905	-	2,4095

Adapun penentuan campurannya adalah dengan menggunakan perhitungan seperti berikut:

Mr CaO = 56.08 g/mol, Al₂O₃ = 101.96 g/mol dan ZrO₂ = 123.22 g/mol

- 1) % mol ZrO₂-CaO dan % mol Al₂O₃ dibuat tetap 4% mol dan dengan menggunakan Al₂O₃ yang berbeda (nano dan mikro). Maka:

Komposisi 7.5% mol CaO

% berat ZrO₂ - CaO

$$= \frac{(92.5\% \times MrZrO_2) + (7.5\% \times MrCaO)}{(96((92.5\% \times MrZrO_2) + (7.5\% \times MrCaO)) + (4\% \times MrAl_2O_3))} \times 100\%$$

% berat Al₂O₃

$$= \frac{4\% \times MrAl_2O_3}{(96((92.5\% \times MrZrO_2) + (7.5\% \times MrCaO)) + (4\% \times MrAl_2O_3))} \times 100\%$$

Komposisi 15% mol CaO

% berat ZrO₂ - CaO

$$= \frac{(85\% \times MrZrO_2) + (15\% \times MrCaO)}{(96((85\% \times MrZrO_2) + (15\% \times MrCaO)) + (4\% \times MrAl_2O_3))} \times 100\%$$

% berat Al₂O₃

$$= \frac{4\% \times MrAl_2O_3}{(96((85\% \times MrZrO_2) + (15\% \times MrCaO)) + (4\% \times MrAl_2O_3))} \times 100\%$$

- 2) Perhitungan massa dalam gram (massa pelet untuk setiap komposisi adalah 2.5 gram, maka massa @ pelet adalah 0.5 gram, karena setiap komposisi untuk lima buah pelet

$$massa ZrO_2 - CaO = \frac{\%berat ZrO_2 - CaO}{100} \times 2.5 \text{ gram}$$

$$massa Al_2O_3 = \frac{\%berat Al_2O_3}{100} \times 2.5 \text{ gram}$$

E. Kompaksi serbuk

Proses kompaksi serbuk dilakukan pada masing-masing serbuk yang telah dicampur dengan menggunakan alat seperti pada Gambar 3.3. Tujuannya adalah agar dihasilkan keramik dalam bentuk padatan (pelet). Untuk menghasilkan pelet dengan kerapatan yang cukup besar, maka pelet tersebut di kompaksi dengan tekanan kompaksi 5 ton/cm².



Gambar 3.3 Mesin *press*

F. Pengukuran pelet mentah

Setelah proses pengepressan selesai, maka serbuk yang telah dicampur tersebut berbentuk pelet. Kemudian dilakukan pengukuran dimensi terhadap pelet mentah yaitu pengukuran massa dan tinggi pelet mentah, dengan diameternya 8 mm dan 6 mm.

G. Sintering

Tahap berikutnya yaitu pelet yang dipress tersebut disintering pada suhu 1600⁰C di atmosfer udara. Di mana batasan suhu sintering tersebut

adalah 0.6 - 0.8 dari titik lelehnya (Barsoum: 1997). Dalam penelitian ini digunakan suhu sintering 1600°C dan akan divariasikan komposisinya.

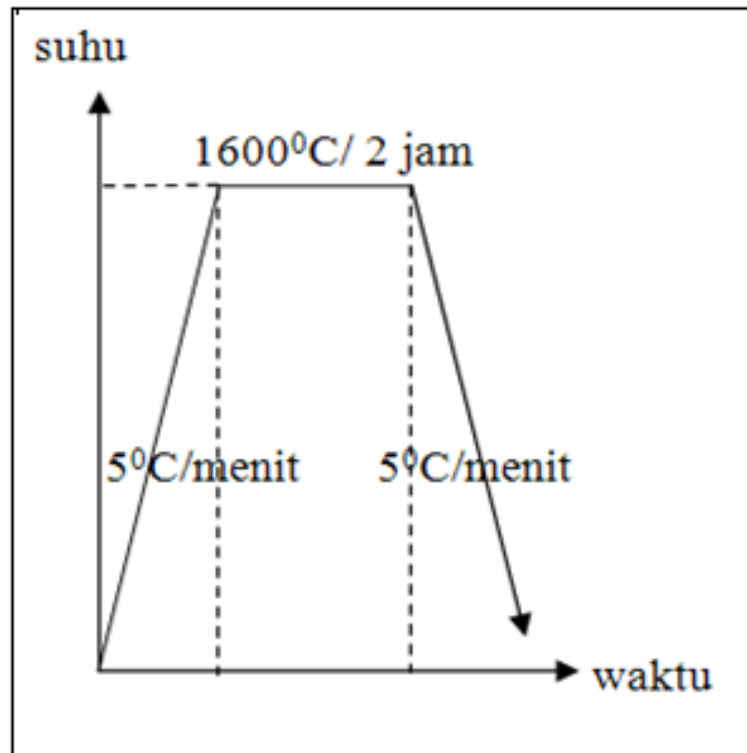
Tujuan dilakukannya proses sintering (Anonim, 2008) :

1. Untuk memperkuat ikatan.
2. Untuk mengeliminasi atau memperkecil ukuran pori (memperkecil terjadinya porositas).
3. Untuk membuat pelet lebih homogen (di dalamnya supaya terjadi migrasi antar atom sehingga proses homogenya lebih cepat).

Prosedur sintering:

1. Serbuk alumina dimasukkan ke dalam keramik yang akan dijadikan tempat atau wadah pelet mentah.
2. Pelet-pelet tersebut dimasukkan ke dalam keramik yang telah diberi alumina tersebut dengan cara menyusunnya satu per satu.
3. Pelet diberi tanda agar tidak tertukar posisinya satu sama lain (dibuat sketsa posisi pelet pada kertas agar tidak tertukar antara pelet yang satu dengan pelet yang lainnya)
4. Tata letak keramik tersebut diatur pada saat memasukkan keramik tersebut ke dalam tungku yang digunakan untuk proses sintering.
5. Suhu sintering 1600°C diatur secara otomatis pada tombol pengaturnya selama dua jam dengan kenaikan dan penurunan suhu sekitar 5°C .
6. Setelah dua jam proses pembakaran dengan suhu 1600°C , dibiarkan suhunya menurun sampai suhunya $\pm 600^{\circ}\text{C}$ kemudian tungku sinter

dimatikan dan dibiarkan selama kurang lebih 1 malam (hingga mencapai suhu ruang).



Gambar 3.4 Grafik sintering pelet keramik ZrO_2 -CaO- Al_2O_3 .

7. Pelet tersebut diangkat dari tungku.

Berikut ini ditunjukkan secara skematik mengenai grafik sintering dari keramik ZrO_2 yang distabilkan CaO dengan penambahan Al_2O_3 .

H. Pengukuran rapat massa

Setelah pelet-pelet tersebut disintering, maka dilakukan pengukuran rapat massa, dengan melakukan pengukuran dimensi (diameter dan tinggi pelet) serta penimbangan massa akhir pelet agar bisa ditentukan densitas akhir pelet.

I. Uji Karakterisasi

Untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk, adanya impuritas dalam kristal keramik dan menentukan apakah bahan tersebut memenuhi kriteria sebagai matrik inert baik atau tidak, maka harus dilakukan uji karakteristik terhadap pelet tersebut. Salah satu uji karaktereistik yang akan dilakukan meliputi :

1. Difraksi Sinar-X (XRD)

Tujuan dilakukannya pengujian XRD ini adalah untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk, dengan menggunakan komposisi yang berbeda pada tiap sampel apakah sesuai dengan apa yang diharapkan atau belum, dan menentukan parameter kisinya. Yang mana menggunakan panjang gelombang tetap (1.5405 Angstrom). Pengujian XRD ini ini dilakukan di Laboratorium XRD di PTNBR-BATAN Bandung.

2. SEM

Tujuan dilakukannya pengujian SEM ini adalah untuk mengkarakterisasi struktur mikro (salah satunya porositas dan ukuran butirnya). Proses pengujiannya dilakukan di laboratorium Geologi Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung, dengan menggunakan alat JEOL JSM-6360LA mesin SEM *Analytical Scanning Electron Microscope*. Proses pengujian SEM dilakukan dengan pemotretan struktur mikro sampel

dengan menggunakan pembesaran tertentu (6000 kali). Kemudian dilakukan analisis terhadap struktur mikro tersebut.

J. Pengujian Material

1. Uji visual

Tujuan dilakukan pengujian ini adalah untuk menunjukkan keretakan pada pelet keramik yang telah dibuat. Ini dilakukan dengan pemotretan pada sampel, sehingga akan terlihat secara visual apakah terdapat retak atau tidak.

2. Uji *inertness* (ketahanan air)

Tujuan dilakukannya uji *inertness* ini adalah untuk mengetahui apakah pelet keramik yang dibuat tahan terhadap air atau tidak. Pengujiannya dilakukan pada air dengan suhu 100⁰C selama 4 jam di atmosfer udara.

3. Uji kekerasan vickers

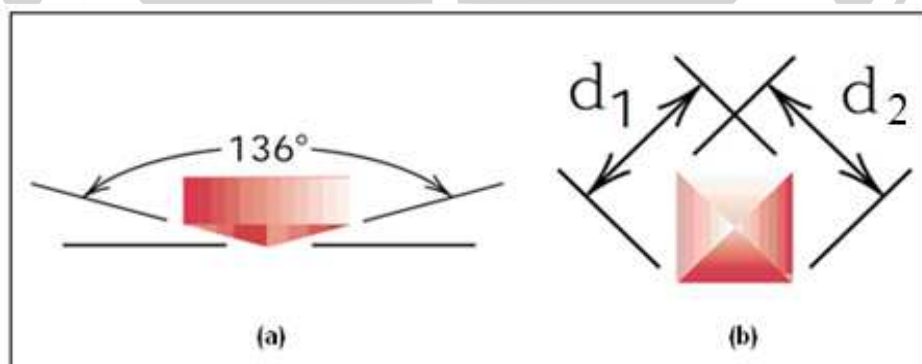
Kekerasan (Hardness) merupakan salah satu sifat mekanik dari suatu material. Kekerasan suatu material harus diketahui khususnya untuk material yang dalam penggunaannya akan mengalami gesekan (*frictional force*). Kekerasan didefinisikan sebagai kemampuan suatu material untuk menahan beban indentasi atau penetrasi (penekanan) atau mengukur ketahanan material terhadap deformasi plastis yang terlokalisasi (lengkung kecil atau goresan) (Van vlack, 1991).

Di dunia teknik umumnya pengujian kekerasan menggunakan 4 macam metode pengujian kekerasan, yakni: Brinell (HB/BHN), Rockwell (HR/RHN), Vickers (HV/VHN), dan Micro Hardness (namun jarang sekali dipakai). Pemilihan masing-masing skala (metode pengujian) tergantung pada:

- a. Permukaan material
- b. Jenis dan dimensi material
- c. Jenis data yang diinginkan
- d. Ketersediaan alat uji

Uji Kekerasan Vickers

1. Tujuan untuk menentukan kekerasan suatu material dalam bentuk daya tahan material terhadap intan berbentuk piramida dengan sudut puncak 136° yang ditekan pada permukaan material uji tersebut.
2. Menggunakan indenter intan pyramid



Gambar 3.5 Bentuk indentasi (a) tampak samping; (b) tampak atas (Callister, 2000).

Nilai kekerasan vickers (HV) dapat ditentukan dengan persamaan berikut (Dani G S, 1998; Callister, 2000):

$$HV = \frac{1.854P}{d^2} \quad (2.2)$$

P = beban dan d = diameter lubang

Proses pengujiannya dilakukan dengan menggunakan alat uji vickers (Zwick Hardness tester 3212) di PTNBR-BATAN, beban indentor yang digunakan adalah 1 kg dan 1,5 serta jumlah pengujiannya sebanyak 5 titik, waktu pembebanannya ditahan selama 10 detik.

Prosedur uji vickers;

- a. Pelet yang akan diuji dimasukkan ke dalam cetakan resin (untuk mempermudah pada saat pengampelasan dan pemolesan).
- b. Kemudian resin yang telah dicampur dengan pengeras dimasukkan ke dalam cetakan resin yang telah terisi pelet.
- c. Setelah kering, pelet yang telah ditambahkan resin diangkat dari cetakan.



Gambar 3.6 Alat poles *Knuth rotor*.

- d. Pelet yang telah diberi resin diampelas dengan tingkat kehalusan (400, 500, 700, 800, 1000, 1200, dan 1500 mesh), dan terakhir dipoles dengan menggunakan mesin poles (*Knuth Rotor* seperti pada Gambar 3.6) yang telah diberi kain beludru dan serbuk alumina. Tujuannya agar permukaan pelet dan resin menjadi rata dan mengkilap sehingga mempermudah proses pembacaan dengan menggunakan alat seperti pada Gambar 3.7 (b).



(a)



(b)

Gambar 3.7 (a) *Zwick Hardness tester 3212*; (b) *Nikon measurescope MM-22*.

- e. Beban indenter 1 kg dimasukkan pada penyangga beban.
 f. Sampel diletakkan dibawah indenter.
 g. Pegangan pada penyangga beban diturunkan hingga indenter masuk ke dalam sampel, lalu indenter ditahan selama 10 detik.
 h. Setelah 10 detik pegangan pada penyangga beban dinaikkan kemudian pemutar skala diputar untuk memisahkan jarak antar hasil jejak atau titik indenter pada sampel diputar sejauh 50 satuan.

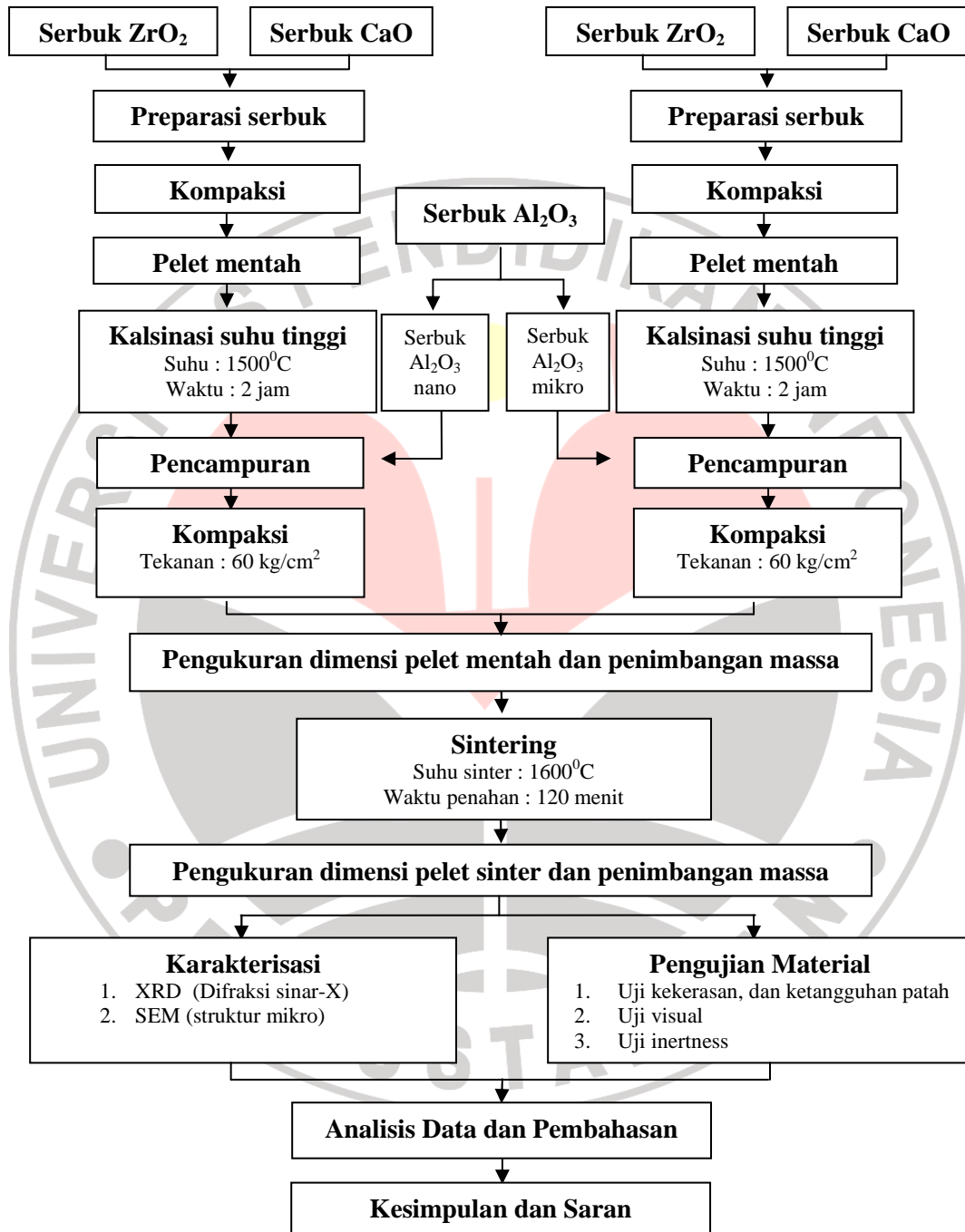
- i. Langkah g-h diulangi hingga diperoleh 5 titik.
- j. Setelah dilakukan uji indentor (dengan memasukkan indentor ke dalam sampel), kemudian hasil jejak indentor dibaca dengan menggunakan alat *Nikon measurescope* MM-22 seperti pada Gambar 3.7 (b).

4. Uji ketangguhan patah

Ketangguhan merupakan energi yang diperlukan untuk menahan indentor sampai patah (Van vlack, 1991). Prosedur uji ketangguhan patah ini sama dengan prosedur uji kekerasan Vickers. Namun pada uji ini yang menjadi fokus perhatiannya (pada saat pembacaan hasil jejak indentor dengan alat pada Gambar 3.7b) adalah tingkat keretakan pada bahan hasil jejak penetrasi indentor. Untuk menghasilkan retakan ini bisa dilakukan dengan menambahkan beban indentor. Tetapi dalam penelitian ini tidak sampai diperoleh data ketangguhan patah, karena dengan beban maksimum alat sebesar 10 kg tidak menunjukkan adanya retak.

Secara umum, metodologi penelitian ini diperlihatkan pada Gambar 3.8

3.5 Diagram alir penelitian



Gambar 3.8 Skema diagram alir penelitian.

3.6 Alat dan Bahan

Alat :

- | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 1. Gelas kimia (100 ml, 50 ml) | 2 buah |
| 2. Kertas timbangan | secukupnya |
| 3. Timbangan <i>Mettler Taledo</i> AB 104
(Max : 101 g; e = 1 mg; min: 10 mg; d = 0.1 mg) | 1 buah |
| 4. Spatula | 2 buah |
| 5. Termokopel | 2 buah |
| 6. Pipet | 1 buah |
| 7. Tungku <i>carbolite AHF</i> 1600 270409 (untuk kalsinasi) | 1 buah |
| 8. Penjepit | 1 buah |
| 9. Cawan keramik | 3 buah |
| 10. Kaca arloji | 4 buah |
| 11. Pengontrol suhu | 1 buah |
| 12. Penggerus manual (<i>Mortar Agate</i>) | 1 buah |
| 13. Mesin penggerus listrik (<i>Karl kolb Scientific
Technical Supplies</i> D-6074) | 1 buah |
| 14. Mesin <i>press</i> (tekanan max = 200 kg/cm ²) | 1 buah |
| 15. Penggaris | 1 buah |
| 16. Mikrometer skrup | 1 buah |
| 17. Tungku sinter | 1 buah |
| 18. Mesin grinding untuk poles (<i>Knuth rotor</i>) | 1 buah |
| 19. Mesin uji vicker (<i>Zwick Hardness tester</i> 3212) | 1 buah |

- | | |
|------------------------------------------------|--------|
| 20. <i>Nikon measurescope</i> MM-22 | 1 buah |
| 21. Mesin SEM (JEOL JSM-6 360LA) | |
| <i>Analytical Scanning Electron Microscope</i> | 1 buah |
| 22. Alat kompaksi (<i>Hydraulic Jack</i>) | |
| Shanghai china, tekanan max = 4 ton | 1 buah |

Bahan:

- | | |
|-----------------------------------------------------------------|------------|
| 1. CaO (E, Merk, D-6100 Darmstadt. F. R. <i>Germany</i>) | secukupnya |
| 2. ZrO ₂ (Sigma-Aldrich 99.9%) | secukupnya |
| 3. Aquades | secukupnya |
| 4. Al ₂ O ₃ mikro (Sigma-Aldrich 99.99%) | secukupnya |
| 5. Al ₂ O ₃ nano produksi Boehler (50 nm) | secukupnya |
| 6. Alkohol (etanol 96%) | secukupnya |
| 7. Tissue | secukupnya |
| 8. Spidol | 1 buah |
| 9. Resin | secukupnya |
| 10. Pengeras (<i>hardener</i>) | secukupnya |