

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

Metode penelitian ini dilakukan dengan metode eksperimen.

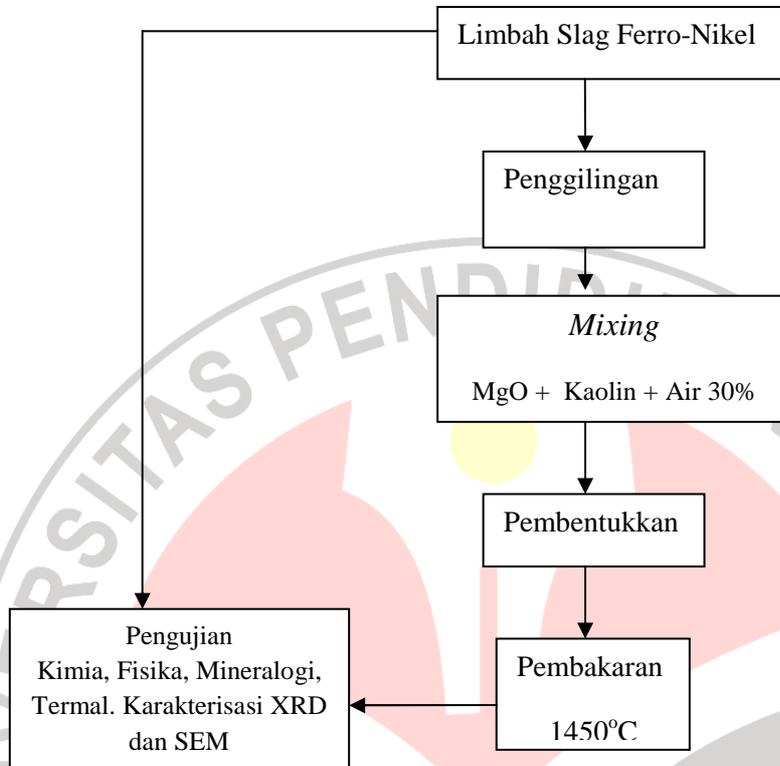
#### **3.1 Tempat Penelitian**

Seluruh kegiatan dilakukan di Laboratorium pengembangan keramik Balai Besar Keramik, untuk pengujian X-RD dilakukan di PTNBR BATAN Bandung dan *Scanning Electron Microscoupe* (SEM) dilakukan di PPGL Bandung.

#### **3.2 Bahan dan Alat**

- Bahan :
  - Limbah slag Ferro-Nikel (*Clinoenstantite*)
  - MgO dengan variasi persentase 30%, 35% & 40%
  - Kaolin 5%
  - Air 30%
- Alat :
  - Tungku gas, mampu untuk suhu ~ 1500°C
  - Mesin Press, tekanan 40 ton
  - Alat pencampur kering dan semi plastis
  - Mesin dan alat penggiling samot
  - Peralatan pengujian ( fisika, kimia, mineralogi dan termal )

### 3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

### 3.4 Penjelasan Diagram Alir

#### 3.4.1 Persiapan Bahan Baku

Limbah *slag* Ferro-Nikel yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah yang berbentuk serbuk yang sudah diolah langsung oleh PT. Antam, Tbk Pomalaa Sulawesi Tenggara. Magnesium Oksida (MgO), merupakan mineral yang jarang ditemukan dalam keadaan murni atau berkadar tinggi. Biasanya mengandung silika, alumina, oksida-oksida besi dan kapur. Melalui proses kalsinasi dapat diperoleh produk MgO dengan kadar 80-85%.

Bahan baku magnesium oksida (MgO) yang digunakan dalam pembuatan sampel untuk penelitian ini bentuk serbuk dengan distribusi agregat 0,1-6 mm.

Tabel 3.1 memperlihatkan komposisi bahan MgO yang digunakan pada penelitian ini.

**Tabel 3.1** Komposisi Magnesium Oksida

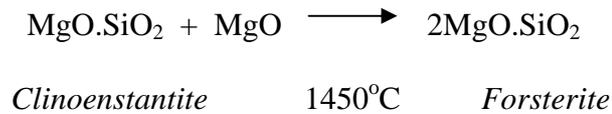
Unsur	Komposisi (%) Sampel *
MgO	86
CaO	1,1
SiO	1,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,0
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,0

*\*Possehl Erzakontor Hong Kong Ltd*

Adapun jumlah yang disiapkan untuk keseluruhan MgO sebanyak 3,6 kg dan untuk limbah *slag* Ferro-Nikel disiapkan sebanyak 6 kg.

### 3.4.2 Analisis Kimia

Analisis kimia dilakukan untuk mengetahui unsur yang terkandung dalam limbah *slag* Ferro-Nikel. Analisis komposisi kimia ini dilakukan dengan menggunakan instrument analisis spektroskopi AAS. Hasil pengujian terhadap limbah slag Ferro-Nikel, menunjukkan bahwa kandungan utama limbah adalah mineral *clinoenstantite*(±90%) dan *Magnetite*(±9%). Limbah yang komponen utamanya mineral *clinoenstantite* berpotensi sebagai bahan baku pembuatan forsterite dengan menambahkan magnesia (MgO), sesuai reaksi sebagai berikut (Budnikov 1964) :



### 3.4.3 Penggilingan

Limbah dibuat lempeng dan dibakar, setelah dibakar digiling dengan penggiling yang disebut dengan Roll crusher. Keluar dari alat ini diperoleh butiran-butiran grog kasar dan sedang. Untuk mendapatkan grog yang berukuran halus, sebagian limbah digiling dengan alat yang disebut dry pan. Limbah-limbah yang sudah digiling, kemudian diayak dengan menggunakan ayakan getar. Hasil dari penggilingan dan pengayakan tadi, diperoleh grog berukuran kasar, sedang dan halus.

### 3.4.4 Pencampuran

Pencampuran limbah dan magnesia, komposisi dibuat secara stoikiometri berdasarkan persentase penambahan MgO terhadap berat limbah Ferro-Nikel. Persentase penambahan MgO yaitu 30%, 35% dan 40% dan penambahan kaolin 5%. Dihasilkan 3 komposisi yaitu :

**Tabel 3.2** Komposisi Refraktori Forsterit

Komposisi	Berat (%)			Tek. Pembentukan ( Ton)
	Slag	MgO	Kaolin	
1	70	30	5	10
	70	30	5	15
	70	30	5	20
2	65	35	5	10
	65	35	5	15
	65	35	5	20
3	60	40	5	10
	60	40	5	15
	60	40	5	20

Kemudian masing-masing komposisi ditambahkan air sebanyak 30% kemudian diayak, tujuan diayak untuk menghasilkan agregat yang halus dan homogen, setelah itu di diamkan selama 24 jam seperti ditunjukkan pada Gambar 3.1.



a

b

**Gambar 3.2** a).serbuk hasil pengayakan , b).serbuk yang sedang diperam selama 24 jam setelah ditambah air

### 3.4.5 Pembentukan

Komposisi-komposisi yang telah dicampur dan didiamkan selama 24 jam, kemudian di bentuk. Pembentukan dengan pembentukan mesin press lebih baik daripada cara cetak tangan, karena dengan cara press mesin ini dapat menghasilkan produk yang lebih padat dan kepadatannya seragam. Selain itu kecepatan produksinya tinggi sehingga cocok untuk produksi dalam jumlah besar.

Pembentukan masing-masing komposisi dengan menggunakan mesin press hidrolik dengan tekanan pengepressan 40 ton dan ukuran benda coba berbentuk kubus 5 x 5 x 5 cm. Variasi tekanan pembentukan adalah 10 ton, 15 ton dan 20 ton. Hasil dari press mesin ini disimpan didalam rak-rak pengering, tujuannya untuk menghilangkan/mengurangi air pembentuk untuk mendapatkan kekuatan sehingga memungkinkan barang dipindah-pindah dengan resiko

kerusakan sekecil mungkin. Sampel yang telah dibentuk di tunjukkan pada Gambar 3.3.



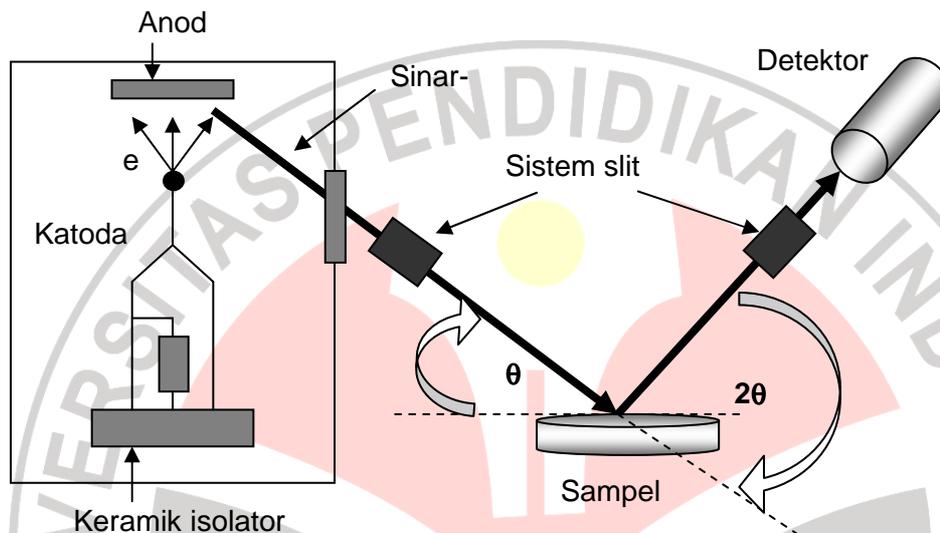
**Gambar 3.3** Sampel yang telah dibentuk

#### **3.4.6 Pembakaran**

Dari unit pengeringan, barang yang akan dibakar dibawa dan disusun didalam tungku pembakaran. Untuk penelitian ini pembakaran dilakukan dengan menggunakan tungku gas sampai suhu  $1400^{\circ}\text{C}$ - $1450^{\circ}\text{C}$ . Untuk mengukur dan mengendalikan temperatur, umumnya digunakan termokopel yang dipasang di beberapa tempat strategis. Suhu akhir pembakaran dapat juga dilihat dari pancang seger yang dipasang pada beberapa tempat di bagian dalam dapur. Pengaturan letak pancang dimaksudkan untuk memonitor keseragaman distribusi suhu didalam tungku. Untuk meratakan kematangan barang yang dibakar, setelah tercapai suhu akhir, pembakaran ditahan pada suhu tersebut selama beberapa waktu (antara 2-4 jam). Pembakaran dihentikan setelah selesai penahanan. Setelah pembakaran selesai selanjutnya diteruskan dengan proses pendinginan. Kecepatan pendinginan diusahakan sedemikian rupa sehingga dapat merata.

### 3.4.7 Analisis Difraksi Sinar-X (X-RD)

Peralatan X-RD yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat yang digunakan menggunakan prinsip difraktometer dengan menggunakan radiasi Cu dengan panjang gelombang  $\lambda = 1.5405 \text{ nm}$ .



**Gambar 3.4** Skema alat difraksi sinar X.

Dilakukan karakterisasi X-RD pada sampel yang dibakar dengan suhu  $1200^{\circ}\text{C}$  dan  $1450^{\circ}\text{C}$ . Hal ini dilakukan untuk mengamati senyawa yang terbentuk hasil pembakaran, apakah terbentuk senyawa forsterit atau tidak. Pengolahan data hasil XRD dengan menggunakan *software* X Powder.

### 3.4.8 Analisis Scanning Electron Microscope (SEM)

Untuk mengetahui struktur mikro yang berkaitan dengan gambaran permukaan atau tekstur dari suatu benda, ukuran, kehadiran porositas dan bentuk partikel penyusun maka dilakukanlah uji struktur mikro dengan menggunakan alat Scanning Electron Microscope (SEM). Uji SEM dilakukan di PPGL Bandung.

### **3.4.9 Pengujian Sifat Fisis**

Pengujian densitas dan porositas (*Apparent Potosity*) dilakukan dengan mengacu pada ASTM C 830-79.

#### **3.4.9.1 Pengukuran Densitas**

Pengukuran densitas dilakukan dengan berdasarkan standar pengujian ASTM C 830-79. Densitas adalah pengukuran massa setiap satuan volume dari benda. Setiap benda uji ditimbang massanya dengan neraca digital, diukur panjang, lebar dan tebal masing-masing benda uji, kemudian hitung volume. Persamaan untuk menghitung densitas dengan menggunakan persamaan (2.2).

#### **3.4.9.2 Pengukuran Porositas**

Pengukuran porositas dilakukan dengan berdasarkan standar pengujian ASTM C 830-79. Prosedur pengukuran porositas dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

- a). Sampel dikeringkan di dalam oven dengan suhu  $100^{\circ}\text{C}$  dengan waktu pengeringan 2 jam kemudian ditimbang massanya dengan neraca digital, S.
- b). Sampel direndam dalam air selama 24 jam hingga massa benda dalam keadaan saturasi (jenuh), kemudian lap permukaannya dengan kain dan ditimbang massanya dengan kain lalu timbang masanya dengan menggunakan neraca digital, D.
- c). Timbangan massa sampel berikut penggantungnya (menggunakan kawat) di dalam air dengan menggunakan neraca digital, I.

Dengan mengetahui besaran-besaran tersebut, maka porositas dapat ditentukan. Besarnya harga porositas menurut W.Ryan dan C.Radford dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (2.3).

### 3.4.9.3 Pengukuran Penyerapan Air

Porositas dan penyerapan air memiliki hubungan dengan kekuatan mekanik, semakin besar penyerapan air dan porositas maka semakin rendah kekuatan mekanik dan ketahanan slagnya.

Prosedur pengukuran penyerapan air dilakukan dengan tahapan sebagai berikut :

- a). Sampel dikeringkan di dalam oven dengan suhu  $100^{\circ}\text{C}$  dengan waktu pengeringan 2 jam kemudian ditimbang massanya dengan neraca digital, S.
- b). Sampel direndam dalam air selama 24 jam hingga massa benda dalam keadaan saturasi (jenuh), kemudian lap permukaannya dengan kain dan ditimbang massanya dengan kain lalu timbang massanya dengan menggunakan neraca digital, D.

Dengan mengetahui besaran-besaran tersebut, maka penyerapan air dapat ditentukan. Menurut W.Ryan dan C.Radford untuk menghitung penyerapan air yaitu dengan menggunakan persamaan (2.4).

### 3.4.9.4 Pengujian Susut Bakar

Cara uji susut kemudian sesuai dengan SNI 15-1571-2004, Bata tahan apa isolasi jenis samot. Setiap benda uji diberi tanda dengan pewarna keramik yang tahan suhu tinggi. Ukur panjang, lebar dan tebal masing-masing benda uji, tentukan harga rata-rata panjang, lebar dan ketebalan setiap benda uji kemudian hitung volume rata-rata sebelum dibakar ( $V_0$ ) dan volume rata-rata setelah dibakar ( $V_t$ ). Harga susut bakar untuk setiap benda uji dapat ditentukan dengan persamaan (2.5).

### 3.4.10 Pengujian Sifat Mekanik (Kuat Tekan) Bahan Refraktori

Alat yang digunakan adalah mesin pengujian hidrolik atau mekanik dengan kecepatan pembebanan yang dapat diatur.



**Gambar 3.5** Mesin pengujian hidrolik atau mekanik

Dengan prosedur pengujian sebagai berikut:

- a). Beban dipasang pada permukaan benda uji, agar pembebanan merata, letakkan selembar karton yang lebih luas dari permukaan benda uji pada bagian atas dan bawah.
- b). Beban harus bersentuhan dengan permukaan benda uji yang akan ditekan tepat pada sumbu vertikal benda uji tersebut.
- c). Kecepatan pembebanan selama penekanan  $\pm 2$  kg/detik.
- d). Kuat tekan dapat dihitung dengan persamaan (2.6)

### 3.4.11 Pengujian Pembakaran pada Temperatur Tinggi (PCE)

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui ketahanan bahan setelah mengalami pembakaran pada temperatur tinggi. Untuk penentuan temperatur  $1450^{\circ}\text{C}$ , maka digunakan 3 pancang *seger*, yaitu pancang *seger* 14 pada suhu  $1398^{\circ}\text{C}$ , pancang *seger* 18 pada suhu  $1522^{\circ}\text{C}$  dan pancang *seger* 29 pada suhu

1659°C. Pada pengujian PCE sampel uji dicetak dengan bentuk segitiga kerucut dengan ukuran yang telah distandarkan dalam petunjuk ASTM C24-79. Setelah dicetak sampel uji diletakkan pada pelat atau tatakan yang terbuat dari bahan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan tingkat kemurnian yang tinggi (>95%) dan selanjutnya sampel di masukkan ke dalam tungku dan dibakar pada temperatur tinggi. Selama proses pembakaran bahan/sampel uji akan mengalami deformasi dan pembengkokan. Deformasi inilah yang dijadikan acuan dalam memberikan nilai *Seger Keigel* (SK) bahan.

**Tabel 3.3** Standar Persamaan Temperatur Pengujian PCE

No. Cone	End Point		No. Cone	End Point	
	°F	°C		°F	°C
12	2439	1337	31	3061	1683
13	2460	1349	31,5	3090	1699
14	2548	1398	32	3123	1717
15	2606	1430	32,5	3135	1724
16	2716	1491	33	3169	1743
17	2754	1512	34	3205	1763
18	2772	1522	35	3245	1785
19	2806	1541	36	3279	1804
20	2847	1564	37	3308	1820
23	2921	1605	38	3335	1835
26	2950	1621	39	3389	1865
27	2984	1640	40	3425	1885
28	2995	1646	41	3578	1970
29	3018	1659	42	3659	2015
30	3029	1665			