

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini merupakan penelitian eksperimen. Karena tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan data pengaruh variasi suhu sinter terhadap struktur mikro, struktur kristal, ketangguhan, kekerasan, dan sifat *inert* terhadap air yang baik dari keramik MgAl_2O_4 untuk aplikasi bahan bakar matriks *inert*.

3.2 Desain Penelitian

Penelitian untuk mengetahui pengaruh variasi suhu sinter terhadap struktur mikro, struktur kristal, ketangguhan, kekerasan, dan sifat *inert* terhadap air yang baik, dari keramik MgAl_2O_4 untuk aplikasi bahan bakar nuklir matriks *inert* dilakukan dilaboratorium. Semua kegiatan untuk pembentukan keramik MgAl_2O_4 dan *Study X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di laboratorium Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, Badan Tenaga Atom Nasional (PTNBR-BATAN). Namun untuk uji keramik MgAl_2O_4 seperti uji kekerasan dan ketangguhan dilakukan di Laboratorium Metalurgi Serbuk dan Fisika Teknik Metalurgi dan Laboratorium Logam Teknik Mesin ITB. Begitu pula dengan karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Listrik (PPPGL).

3.3 Objek Penelitian

Keramik MgAl_2O_4 dengan tiga variasi suhu sinter yang dibuat dengan metode sol gel.

3.4 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

3.4.1 Alat yang digunakan:

1. Gelas kimia untuk tempat pencampuran bahan dan menyimpan bahan dalam bentuk larutan.
2. Timbangan analitik, untuk menimbang berat serbuk yang harganya telah ditentukan sebelumnya.
3. Pengaduk untuk mengaduk, sebagai katalis dalam proses pencampuran bahan dalam bentuk larutan.
4. Gelas ukur untuk mengukur volume larutan.
5. Spatula untuk mengambil serbuk.
6. *Heater* 600°C untuk pemanas untuk menguapkan air dari bahan dalam bentuk larutan agar terbentuk xerogel.
7. Penjepit untuk mengambil sample dari *heater*.
8. Termokopel sebagai sensor suhu pada *heater*.
9. Cawan keramik sebagai tempat kalsinasi xerogel.
10. Alat gerus manual dan digital *Karl Kolb Scientific Technical Supplies D-6074*. Untuk menghaluskan xerogel yang masih menggumpal hasil dari solgel.

11. Alat kompaksi adalah untuk proses pemadatan serbuk, dengan tekanan untuk masing – masing sample 60 Mpa dengan waktu penahanan 20 detik.
12. Jangka sorong untuk mengukur diameter dan tebal sampel.
13. Tungku *Carbolite* atau tungku sinter adalah tungku pemanas untuk proses sintering dengan suhu 1400°C, 1500°C, dan 1600°C selama 2 jam.
14. Mesin uji *Vickers* untuk mengetahui harga kekerasan dan ketangguhan dari sampel yang diuji.
15. Mesin uji air adalah tungku pemanas untuk uji ketahanan air dengan Suhu 100°C selama 4 Jam.
16. Mesin grinding untuk meratakan permukaan sampel dengan menggunakan ampelas yang memiliki tingkat kekasaran (280, 400, 500, 800, 1000, 1200, 1500 mesh) dan mesin poles dengan menggunakan serbuk alumina sebagai proses akhir dari proses poles.
17. Pemeriksaan dengan mikroskop elektron (*scanning electron microscope* (SEM) tipe JEOL seri JSM 35C). Untuk mengetahui struktur mikro keramik yang dibuat pada penelitian ini.
18. Mesin difraksi sinar-x digunakan untuk memperoleh data puncak-puncak intensitas difraksi dan sudut difraksi untuk mengetahui struktur kristal sampel.

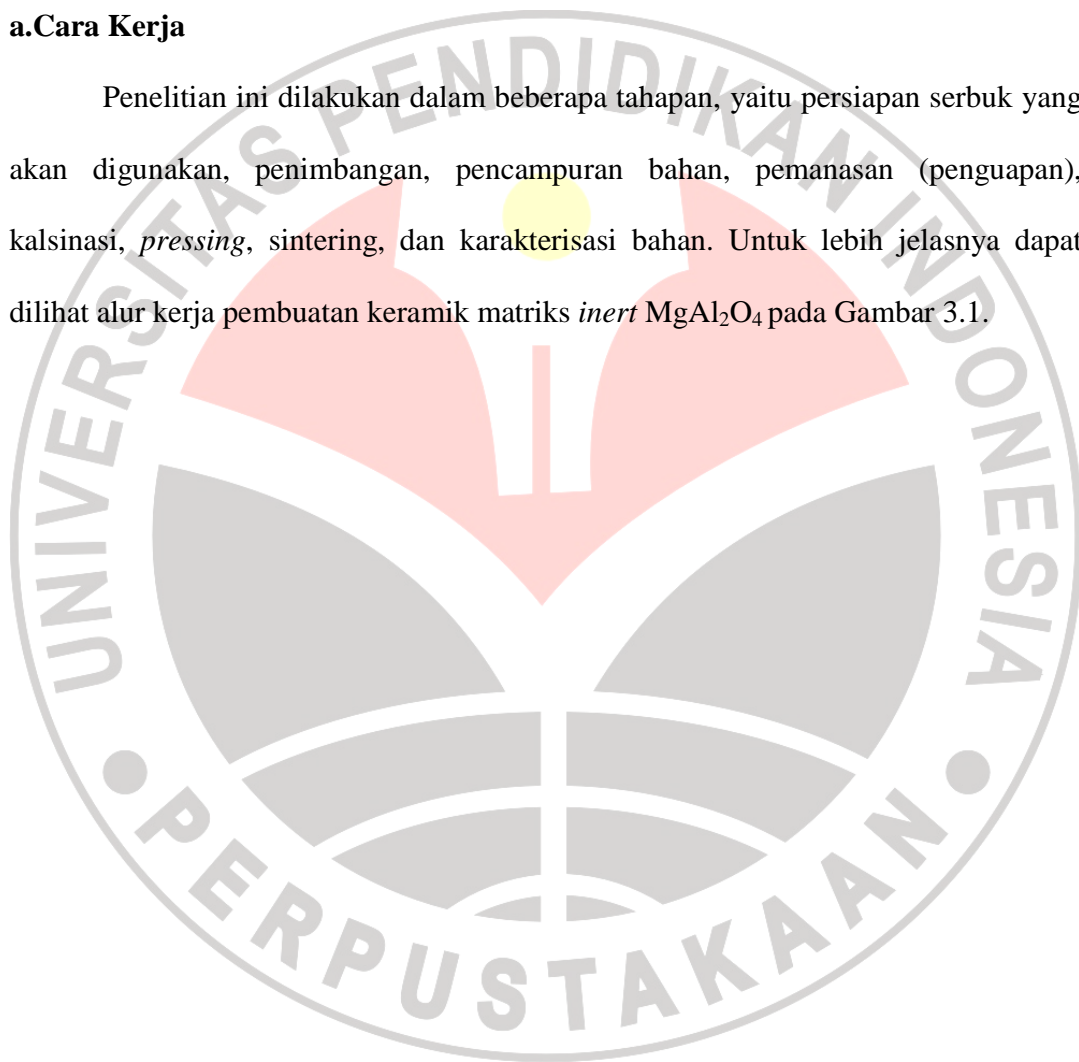
3.4.2 Bahan yang digunakan:

1. AlCl_3
2. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

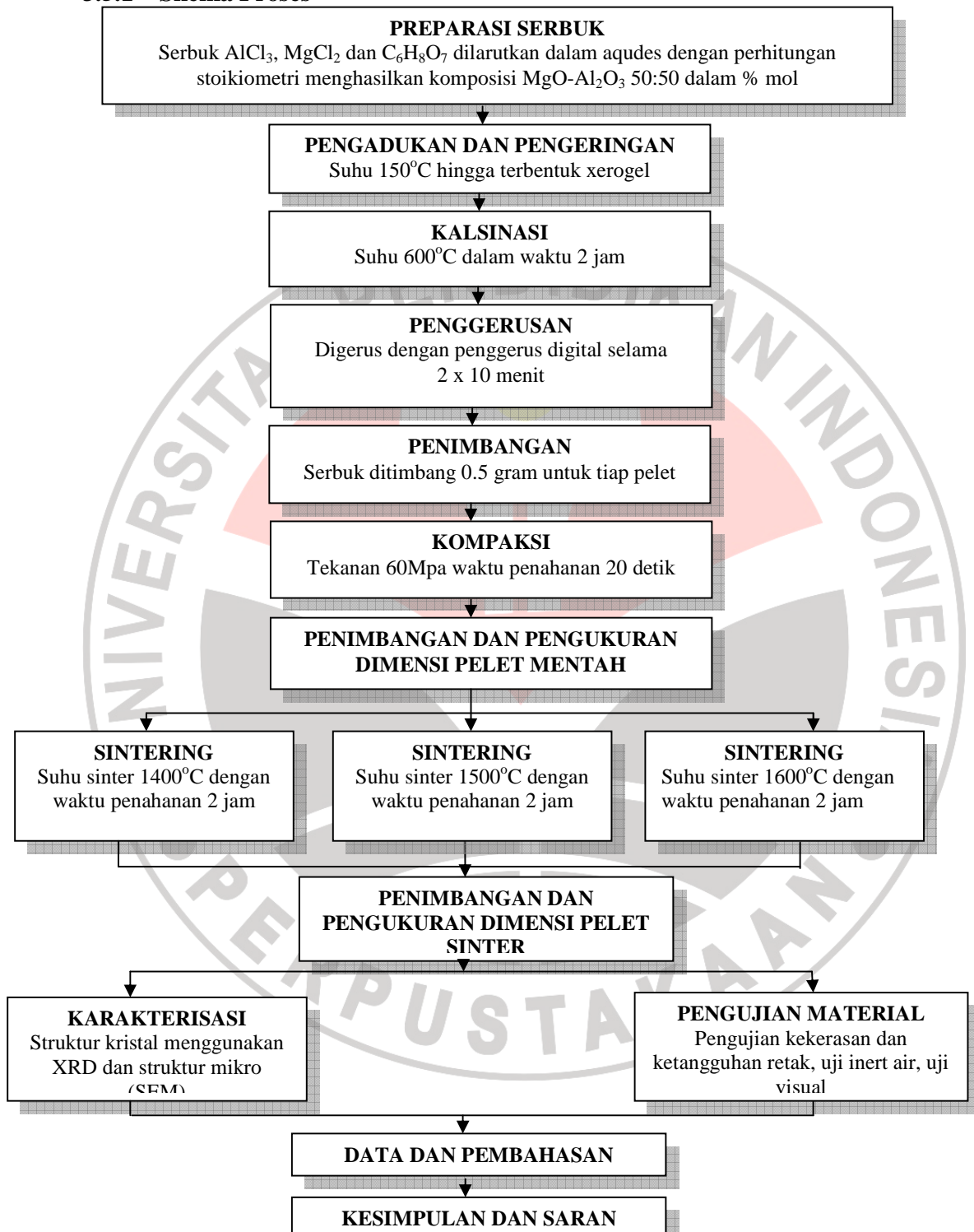
3. $C_6H_8O_7$.
4. Aquades.
5. Etanol.

a. Cara Kerja

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan, yaitu persiapan serbuk yang akan digunakan, penimbangan, pencampuran bahan, pemanasan (penguapan), kalsinasi, *pressing*, sintering, dan karakterisasi bahan. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat alur kerja pembuatan keramik matriks *inert* $MgAl_2O_4$ pada Gambar 3.1.



3.5.1 Skema Proses



Gambar 3.1 Alur kerja pembuatan keramik matriks inert MgAl₂O₄.

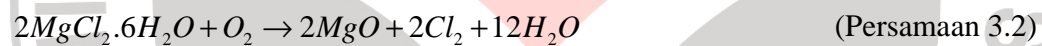
3.5.2 Tahapan – tahapan cara kerja

Agar lebih jelasnya disini akan dipaparkan tahapan – tahapan pembuatan keramik matriks *inert* $MgAl_2O_4$ dengan metode sol gel.

3.5.2.1 Proses Pembuatan Pelet

1) Persiapan bahan baku sampel

Bahan penelitian ini adalah oksida logam berbentuk serbuk aluminium oksida (Al_2O_3) dan magnesium oksida (MgO) yang dibuat dengan metode sol gel. Dengan persamaan reaksinya sebagai berikut:



Massa relatif MgO : 40,310 gram

Massa relatif Al_2O_3 : 101,969 gram

Massa relatif $MgAl_2O_4$: 14,390 gram

$$\text{Mol } MgAl_2O_4 : \frac{g}{Mr} = \frac{20 \text{ gram}}{142.39 \text{ gram/mol}} = 0,1405$$

Untuk membentuk 20 gram $MgAl_2O_4$ maka diperoleh mol $MgAl_2O_4$ 0,1405. Karena pada persamaan (3.3) koefisien MgO dan Al_2O_3 adalah 1, maka diperoleh mol MgO dan Al_2O_3 yang disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Komposisi campuran keramik $MgAl_2O_4$ dalam mol.

| No | Mol MgO | Mol Al_2O_3 |
|----|------------|------------------|
| 1 | 0,1405 | 0,1405 |

Komposisi bahan campuran Al_2O_3 -MgO dibuat dalam satuan % mol dikonversikan ke persen berat kemudian dari persen berat dikonversikan ke berat. Hasil konversi disajikan pada Tabel 3.2, perhitungan konversi menggunakan persamaan – persamaan sebagai berikut:

1. Perhitungan konversi % mol ke % berat.

$$\text{Persen berat } Al_2O_3 = \frac{50\% \times MrAl_2O_3}{(50\% \times MrAl_2O_3) + (50\% \times MrMgO)} \times 100\%$$

$$\text{Persen berat MgO} = \frac{50\% \times MrMgO}{(50\% \times MrAl_2O_3) + (50\% \times MrMgO)} \times 100\%$$

2. Perhitungan konversi % berat ke berat (gram).

$$\text{Berat } Al_2O_3 = \frac{\%beratAl_2O_3}{100} \times \text{berat seluruh sample uji}$$

$$\text{Berat MgO} = \frac{\%beratMgO}{100} \times \text{berat seluruh sample uji.}$$

Tabel 3.2 Komposisi campuran keramik MgO- Al_2O_3 dalam % mol, % berat dan gram.

| % mol | | % berat | | Massa dalam gram (20 gram) | |
|-----------|-----|-----------|---------|----------------------------|--------|
| Al_2O_3 | MgO | Al_2O_3 | MgO | Al_2O_3 | MgO |
| 50 | 50 | 71,6769 | 28,3204 | 14,3353 | 5,6640 |

Untuk menentukan massa $MgCl_2$ dan $AlCl_3$ yang harus ditimbang, sehingga menghasilkan MgO dan Al_2O_3 dengan perbandingan 50:50 dalam % mol, digunakan persamaan stoikiometri (3.1) dan (3.2). Karena $MgCl_2$ yang digunakan $MgCl_2$ terhidrat yang berarti bahwa dalam setiap satu mol $MgCl_2$ mengandung satu 6 mol H_2O air, maka digunakan massa relatif $MgCl_2 \cdot 6H_2O$. Massa relatif $MgCl_2 \cdot 6H_2O$: 203,21 gram/mol. Karena koefisien MgO dan $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ sama maka dilakukan perkalian antara mol MgO yang diketahui dari persamaan (3.3) dengan massa relatif $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ maka diperoleh massa $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ yang harus ditimbang yang disajikan pada tabel 3.3. Massa relatif $AlCl_3$: 133,4 gram/mol. Karena koefisien $AlCl_3$ dua kali koefisien Al_2O_3 maka dilakukan perkalian antara 2 mol Al_2O_3 yang diketahui dari persamaan (3.3) dengan massa relatif $AlCl_3$ maka diperoleh massa $AlCl_3$ yang harus ditimbang yang disajikan pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3. Berat $MgCl_2$ dan $AlCl_3$ yang harus ditimbang

| No | $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (g) | $AlCl_3$ (g) |
|----|-----------------------------|-----------------|
| 1 | 28,5408 | 37,4814 |

Sebagai bahan nano katalis dalam proses sol gel ini digunakan asam sitrat ($C_6H_8O_7$) dengan perbandingan mol asam sitrat sepertiga mol $MgCl_2$ ditambah mol $AlCl_3$, seperti ditunjukkan pada persamaan dibawah ini :

$$\frac{mol C_6H_8O_7}{mol(MgCl_2 + AlCl_3)} = \frac{1}{3}$$

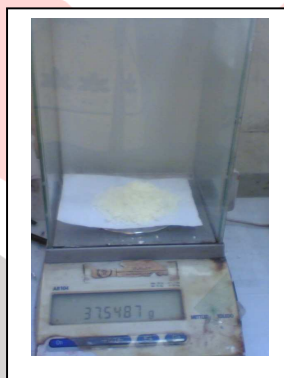
Setelah didapat mol asam sitrat, untuk mendapatkan berat asam sitrat asam yang harus ditimbang mol asam sitrat yang telah diperoleh dikalikan dengan massa

relatifnya. Data komposisi asam sitrat dalam mol dan berat ditunjukkan oleh Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Komposisi berat $C_6H_8O_7$ yang harus ditimbang untuk perbandingan $MgO-Al_2O_3$, 50-50 dalam % mol.

| Mol $C_6H_8O_7$ | Berat (g) $C_6H_8O_7$ |
|--------------------|--------------------------|
| 0,168 | 32,402 |

Kemudian lakukan penimbangan untuk $MgCl_2$, $AlCl_3$ dan $C_6H_8O_7$ seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Proses penimbangan bahan

2) Pencampuran Serbuk Sampel

Lakukan pencampuran pada ketiga bahan tersebut dengan melarutkannya menggunakan *aquades*. Pencampuran dilakukan dengan menambahkan *aquades* pada campuran ketiga bahan secara pelan-pelan didalam ruang asap karena $AlCl_3$ sangat reaktif ketika bercampur dengan *aquades*. Hal ini terlihat ketika *aquades* dituangkan kedalam campuran bahan menimbulkan asap yang banyak (Gambar 3.3). Jika proses pencampuran terbalik, artinya jika yang dilakukan adalah menuangkan campuran bahan ke *aquades* dalam gelas kimia, maka akan menimbulkan ledakan. Walaupun

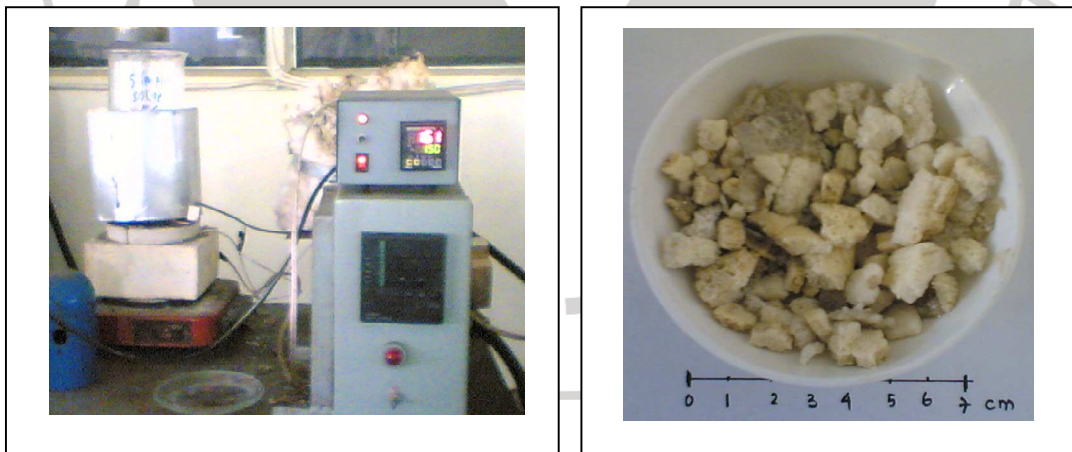
ledakan yang terjadi tidak terlalu berbahaya, namun akan menyebabkan campuran tumpah sehingga mengurangi berat bahan yang dilarutkan.



Gambar 3.3 Proses pelarutan campuran bahan.

3) Proses Sol gel

Setelah ketiga serbuk tersebut telah benar-benar larut kemudian lakukan proses sol gel dengan memanaskan sampel menggunakan *heater* (Gambar 3.4a), dengan suhu 150°C hingga terbentuk xerogel (Gambar 3.4b).



(a)

(b)

Gambar 3.4 : (a) Pemanasan sampel larutan dengan menggunakan *heater*.
(b) Xerogel yang terbentuk setelah pemanasan 150°C .

4) Kalsinasi

Kemudian xerogel yang telah terbentuk dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 600°C pada tungku *Carbolite*. Tujuan kalsinasi ini adalah untuk menghasilkan serbuk oksidasi dari xerogel.

5) Penggerusan

Setelah xerogel dipanaskan maka diperoleh serbuk MgAl_2O_4 yang masih menggumpal, lakukan penggerusan agar terbentuk MgAl_2O_4 serbuk yang sudah tidak menggumpal. Penggerusan awal dengan menggunakan alat gerus manual yaitu, *mortar agate* selanjutnya menggunakan mesin penggerus listrik untuk mendapatkan serbuk yang lebih halus selama 20 menit (2x10 menit) (Gambar 3.5).



Gambar 3.5 Penggerusan dengan menggunakan alat gerus listrik.

6) Kompaksi

Setelah serbuk MgAl_2O_4 terbentuk dan ditimbang sesuai dengan berat serbuk yang diinginkan untuk dibentuk menjadi pelet yaitu 0,5 gram.

Kemudian lakukan kompaksi dengan diameter *punch* 8mm dan tekanan 60 MPa agar terbentuk pelet.

Dalam proses ini membutuhkan sebuah cetakan untuk mencetak sampel agar didapatkan bentuk silindris. Bentuk cetakan terdiri dari 3 bagian :

1. *Upper punch*, berupa silinder pejal yang berfungsi sebagai penekan.
2. *Die*, berupa silinder berongga yang berfungsi sebagai pembentuk sampel berbentuk silindris.
3. *Lower punch*, berupa silinder pejal yang berfungsi sebagai penahan tekanan.

Langkah-langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Cetakan yang akan digunakan harus dibersihkan dari produk korosi dengan mengamplas permukaan rongga cetakan alas, dan penekanannya setelah itu diberi pelumas pada permukaannya.
2. Timbang serbuk $MgAl_2O_4$ sebanyak 0,5 gram.
3. Setelah ditimbang, dilanjutkan dengan proses penuangan pada cetakan.
4. Cetakan yang terisi dengan bahan serbuk dipasang pada mesin *press*, dengan *die* yang dipakai memiliki diameter 8mm.
5. Mesin kompaksi dinyalakan untuk melakukan kompaksi dengan tekanan 60MPa dan ditahan selama 20 detik.
6. Setelah kompaksi selesai, sampel dilepaskan dari cetakan.

Sebelum sampel disinter lakukan pengukuran pada ketinggian dan berat sampel.

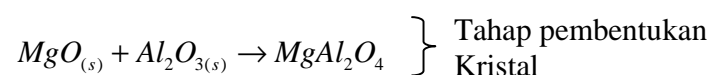


Gambar 3.6 Alat Kompaksi.

7) Sintering

Sebelum pelet mentah disinter, pelet diurutkan dan disimpan diatas keramik alumina yang telah dilapisi serbuk alumina. Setelah itu lakukan sintering pada sampel dengan variasi suhu sinternya 1400°C, 1500°C dan 1600°C selama 2 jam pada tungku *carbolite* tujuan dari sintering ini adalah untuk mengeleminasi porositas, pertumbuhan butir, untuk memperkuat ikatan dan agar bahannya menjadi homogen.

Selain itu hal yang paling penting dari proses sintering ini agar terjadi *solid state reaction* untuk membentuk keramik $MgAl_2O_4$. Dengan persamaan reaksinya adalah sebagai berikut:

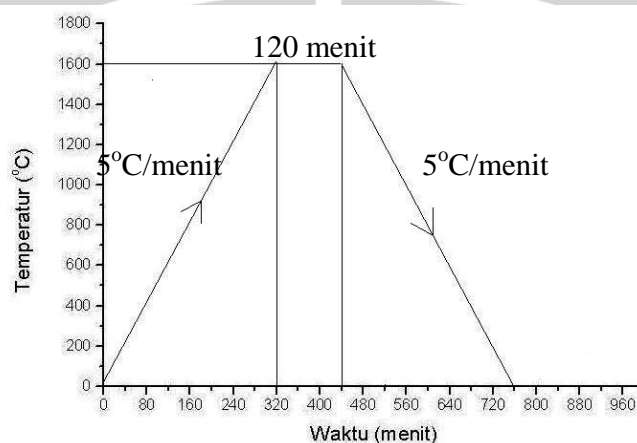


Langkah – langkah yang dilakukan selama proses sinter adalah sebagai berikut:

1. Menghidupkan saklar *panel* listrik 220 volt dari VCB ke jala listrik PLN, maka akan terlihat sinyal berwarna hijau.
2. Menghidupkan tungku dengan cara membuka pintu tungku ke atas dan menekan tombol *on/off* dari 0 ke arah 1, maka *layer* program akan menunjukkan sinyal berwarna merah.
3. Memasukkan sampel yang akan dipanaskan yang telah diberi alas yang sesuai dengan bahan yang akan dipanaskan dalam penelitian ini digunakan serbuk alumina sebagai alasnya, kemudian program dijalankan.
4. Menge-*set* program manual dengan cara:
 - a) Menekan tombol ▲ untuk kenaikan suhu dan tombol ▼ untuk penurunan suhu, suhu yang diinginkan tertera pada display program.
 - b) Menekan tombol ⤵ maka akan keluar Pr1 = program kenaikan suhu derajat/menit, diisi dengan menggunakan tombol penurunan dan kenaikan suhu.
 - c) Menekan lagi tombol ⤵ maka akan keluar Pl-1 = program suhu pemanasan yang ingin dicapai, diisi dengan menekan tombol kenaikan dan penurunan suhu.
 - d) Menekan lagi tombol ⤵ maka akan keluar Pd1 = waktu yang diinginkan setelah mencapai suhu yang diinginkan (*soking time*) diisi.
 - e) Menekan tombol ⤵ maka akan keluar Pr2 = waktu penurunan suhu, setelah mencapai *soking time*, diisi.

- f) Menekan lagi tombol \curvearrowright maka akan keluar PL2 = suhu penurunan yang terakhir, bisa diisi dengan 0°C atau “end” (=program sampai disini).
 - g) Menekan tombol “run” dan pintu tungku ditutup, maka suhu akan naik sendiri secara otomatis.
 - h) Mencatat waktu kenaikan suhu dan waktu (*soking time*) dan penurunan suhu.
5. Setelah selesai, meng-off-kan tungku dengan cara membuka pintu tungku dan menekan tombol “on/off” kearah “0”.
 6. Saklar tungku di “off-kan pada VCB tungku dari jala-jala PLN.

Pada waktu melakukan proses pendinginan pintu tungku tetap dalam keadaan tertutup rapat. Hal ini dilakukan sebagai usaha meminimalkan terjadinya oksidasi pada bahan, pada esok harinya sampel yang sudah dingin diambil, atau minimal suhu pendinginannya mencapai 400°C baru sampel diangkat.



Gambar 3.7 Grafik temperatur pemanasan (sintering) sampel keramik MgAl_2O_4 .

3.5.2.2 Karakterisasi Sampel

a. XRD

X-Ray Diffraction (XRD) adalah sebuah metode yang digunakan untuk karakterisasi bahan agar diperoleh informasi – informasi sebagai berikut :

1. Mengetahui struktur kisi dari sample.
2. Mengetahui orientasi masing-masing puncak dari sampel.
3. Parameter kisi dari sampel.

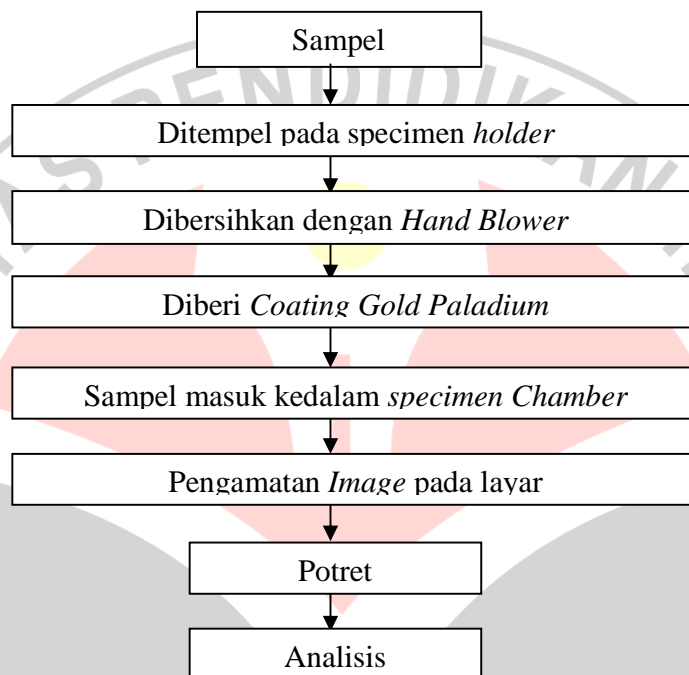
Setelah kita lakukan XRD pada sampel maka diperoleh data – data seperti intensitas difraksi dan sudut difraksi kemudian lakukan pengolahan data dan analisis hasil XRD. Pengujian XRD pada penelitian ini dilakukan di dua tempat yaitu di laboratorium XRD, Pusat Teknologi Nukir Bahan dan Radiometri (PTNBR-BATAN) dan di laboratorium XRD, program studi Teknik Pertambangan, Institut Teknologi Bandung (ITB).

Analisa difraksi sinar-x dilakukan dengan menggunakan panjang gelombang target $\text{CuK } \alpha^0$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) yang ditembakkan pada sampel pelet hasil proses sintering. Perumusan tentang persyaratan berkas difraksi sinar-x tersebut dinyatakan dalam hukum Bragg persamaan (2.4).

b. SEM

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah mikroskop yang menggunakan hamburan elektron dalam membentuk bayangan. Karakterisasi SEM disini digunakan untuk mengetahui struktur mikro (salah satunya porositas dan ukuran butirnya).

Dalam penelitian ini SEM dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Listrik (PPPGL) Bandung. Tahapan-tahapan dari SEM ditunjukkan pada Gambar 3.8 (University of Tennessee, 2008:25).



Gambar 3.8 Diagram alir dari SEM.

3.5.2.3 Pengujian Material

Pengujian Visual dan densitas

Pelet mentah hasil *pressing* diuji dengan melihat visual pelet dengan cara memotretnya, untuk melihat perubahan warna pelet sebelum dan sesudah proses sinter. Untuk menghitung densitas pelet mentah maupun sinter maka dilakukan pengukuran tinggi pelet, diameter pelet untuk memperoleh besaran volum pelet dan massa pelet, sehingga diperoleh densitas pelet dari persamaan dibawah ini:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \text{(Persamaan 3.4)}$$

Keterangan:

ρ = Densitas pelet (g/cm^3)

m = Massa pelet (g)

v = Volume pelet (cm^3)

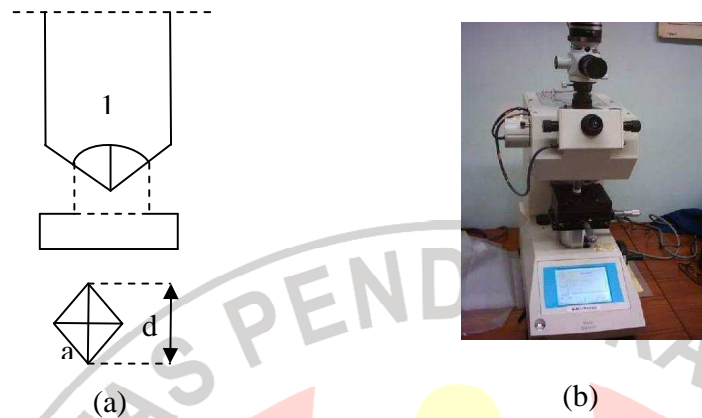
a. Pengujian Kekerasan

Kekerasan dapat didefinisikan sebagai kemampuan bahan untuk menahan goresan, pengikisan, indentasi atau penetrasi. Sebelum dilakukan uji kekerasan dan ketangguhan sampel berupa pelet diresin terlebih dahulu. Dalam preparasi sampel, sampel diletakkan didalam cetakan yang telah diolesi pelumas agar mudah membuka sampel yang telah diresin. Kemudian dituangkan cairan resin tersebut kedalam cetakan, biarkan beberapa menit setelah resin kering keluarkan dari cetakan. Pembuatan resin ini bertujuan untuk mempermudah dalam proses pemolesan, serta menjamin agar permukaan rata. Proses pengampelasan dilakukan dengan mesin *grinding* (Gambar 3.9). Kertas ampelas yang digunakan adalah silicon Carbide (SiC) dengan tingkat kekasaran (280, 500, 800, 1200, 1500 *mesh*). Proses pemolesan dilakukan dengan mesin poles yang telah diberi kain beludru dan serbuk alumina. Saat proses pemolesan berlangsung harus dialiri air (tetes demi tetes) agar tidak terjadi kontak panas yang timbul pada permukaan sampel.



Gambar 3.9 Alat Gerinda

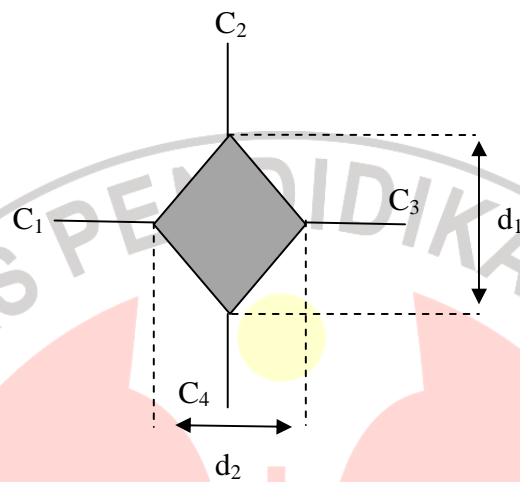
Pengujian kekerasan dilakukan menggunakan mesin uji *Vickers* di Laboratorium Metalurgi dan Fisika, program studi Teknik Pertambangan ITB dengan jumlah pengujian sebanyak 4 titik dan menghasilkan kekerasan *Vickers* (Hv) rata-rata setiap sampel. Penekanan dilakukan dengan beban 1 kg dengan waktu pembebanan 15 detik. Selanjutnya diagonal bujur sangkar tersebut diukur untuk menentukan nilai kekerasan, alat yang digunakan dapat langsung mengkonversikan nilai kekerasan dari diagonal yang diketahui sehingga tidak memerlukan perhitungan lagi. Skema pengujian *Vickers* ditunjukkan pada Gambar 3.11a, sedangkan alat pengujiannya ditunjukkan pada Gambar 3.10b.



Gambar 3.10 (a) Skema pengujian *Vickers*.
(b) Alat pengujian *Vickers*.

b. Pengujian Ketangguhan

Ketangguhan retak dapat didefinisikan sebagai seberapa kuat suatu material dapat menahan rambatan retak (*crack*) dipermukaannya. Salah satu metode yang digunakan untuk pengujian ketangguhan patah adalah dengan menggunakan alat untuk menguji kekerasan dengan beban yang diberikan disesuaikan hingga terdapat retakan pada sampel. Pengujian ketangguhan patah pada penelitian ini dilakukan di Laboratorium Logam Program Studi Teknik Material ITB. Dengan menggunakan beban 1 kg sudah terdapat retakan untuk sampel dengan suhu sinter 1400°C , untuk sampel dengan suhu sinter 1500°C dan 1600°C retakan baru terjadi ketika diberikan beban sebesar 2 kg. Untuk melihat retakan pada sampel digunakan mikroskop elektron. Persamaan (2.4) digunakan untuk menghitung harga ketangguhan retak sampel.



Gambar 3.11 Indentasi dan retak pada ujung sampel.

c. Pengujian Ketahanan terhadap air

Uji ketahanan air dilakukan untuk melihat ketahanan sampel terhadap air. Pengujian ini dilakukan pada suhu 100°C ditahan selama 4 jam. Setelah perendaman selama 4 jam dilakukan perhitungan terhadap dimensi sampel sehingga dapat diketahui sampel tersebut mengalami perubahan atau relatif tetap.