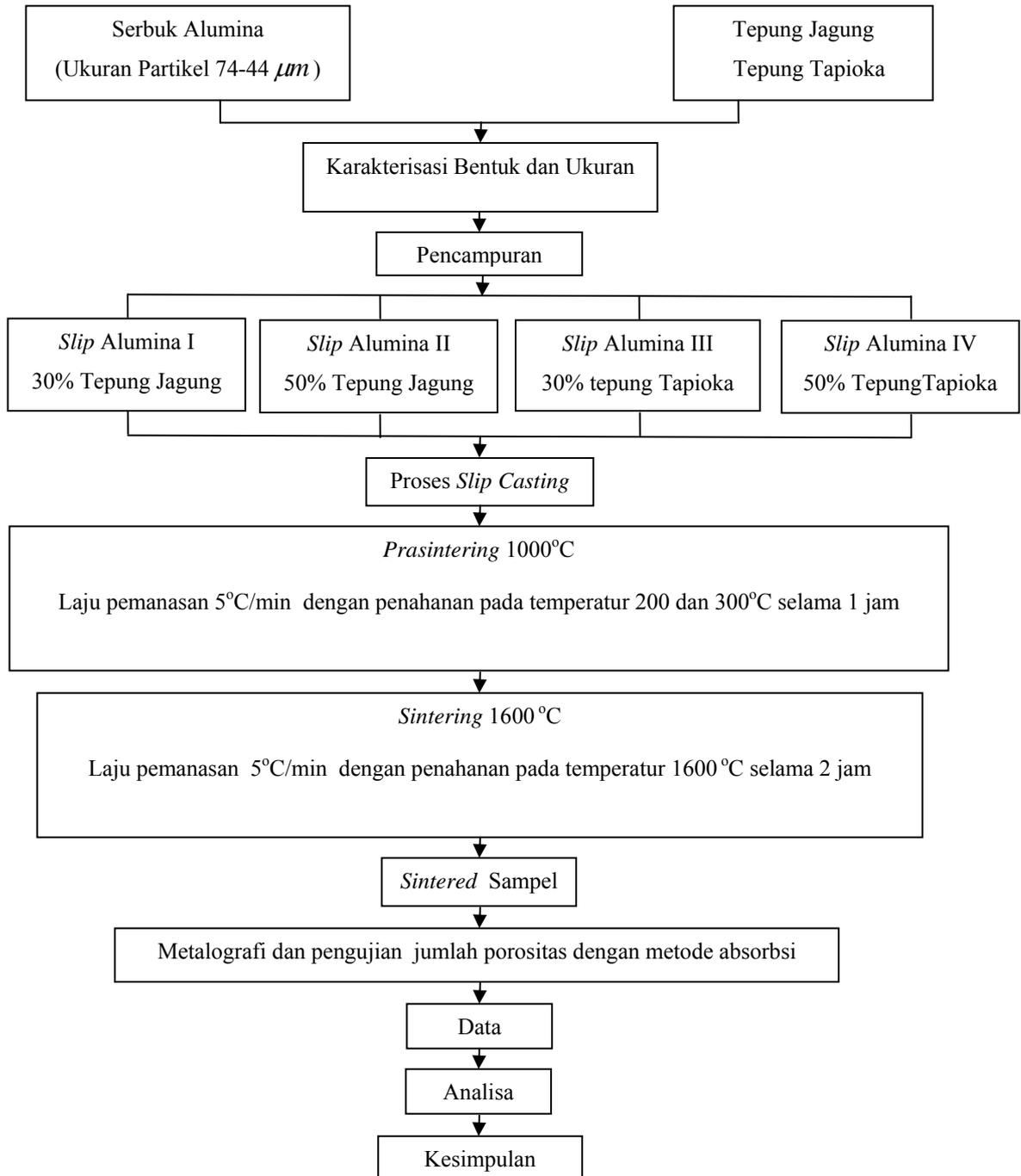


### 3. METODOLOGI PENELITIAN

Pada gambar 3.1 menunjukkan diagram alir penelitian dalam tugas akhir ini.



Gambar 3. 1. Diagram alir penelitian yang dilakukan dalam tugas akhir

### 3.1. Serbuk Alumina, Tepung Jagung, dan Tepung Tapioka

#### 3.1.1. Serbuk Alumina

Alumina adalah  $Al_2O_3$  (Aluminium Oksida) dalam bentuk serbuk yang digunakan dalam pembuatan keramik berpori. Pada tugas akhir ini, serbuk alumina yang digunakan memiliki karakteristik yang ditunjukkan pada tabel 3.1.

Tabel 3.1. Komposisi Kimia dan Distribusi Ukuran Serbuk Alumina yang Digunakan Dalam Tugas Akhir

Alumina (A-12)				
<i>Properties</i>		<i>Analysis</i>	<i>Lower Limit</i>	<i>Upper Limit</i>
LOI (0~1100°C)	%	0,07		0,30
$SiO_2$	%	0,01		0,03
$Fe_2O_3$	%	0,01		
$Na_2O$	%	0,23		0,45
$Al_2O_3$	%	99,7	99,0	
Sp. Gr.		3,96	3,90	
+74 $\mu m$	%	16		
74~44	%	62		
-44 $\mu m$	%	23		

LOI adalah Loss of Ignition, Sp. Gr adalah Specific gravity

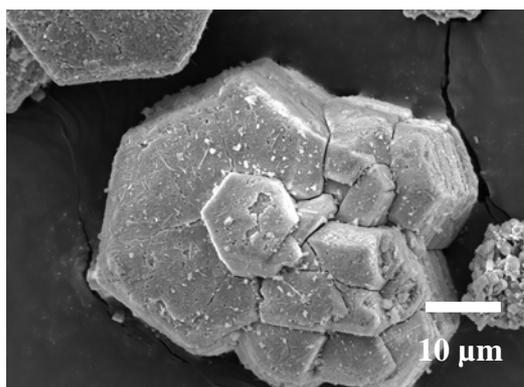
Sumber : PT. Sinar Kimia Surabaya. *Karakteristik Serbuk Alumina* (14 Juli 2003).

Pengamatan bentuk serbuk  $Al_2O_3$  menggunakan SEM diketahui bahwa partikel  $Al_2O_3$  ditunjukkan oleh gambar 3.2 berbentuk seperti partikel *polygonal*.



Gamabr 3.2. Foto SEM alumina dengan bentuk partikel *polygonal*

Bentuk partikel alumina banyak berupa *polygonal*, gambar 3.3 dapat dilihat bentuk partikel alumina pada perbesaran 2000 X.

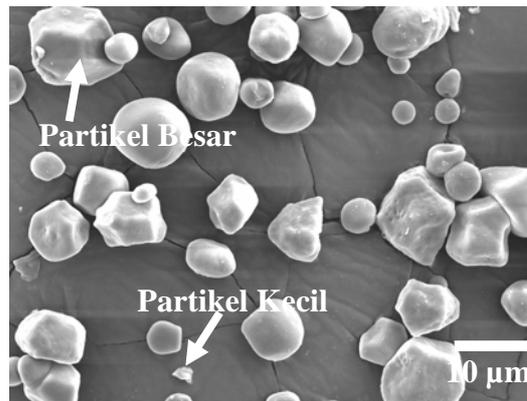


Gamabr 3.3. Foto SEM alumina dengan perbesaran 2000X

Pada gambar 3.2 dan 3.3 menunjukkan ukuran partikel  $Al_2O_3$  yang bervariasi. Partikel besar tampak pada gambar 3.2 dengan ukuran 98,18 µm.

### 3.1.2. Tepung Jagung

Dalam pembuatan keramik berpori, penambahan tepung jagung berperan penting dalam menghasilkan pori-pori. Tepung jagung yang ditambahkan pada serbuk alumina dalam penelitian tugas akhir ini adalah sebanyak  $\approx 30\%$  dan  $\approx 50\%$  vol. Tepung jagung yang digunakan didapatkan dari pasaran dengan merek dagang “*Honig*” dalam kemasan 400 gram. Gambar 3.4 foto SEM yang menunjukkan bentuk dan ukuran tepung jagung yang bervariasi.



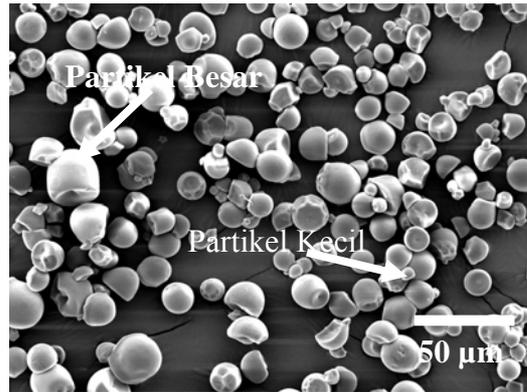
Gambar 3.4. Foto SEM tepung jagung yang digunakan dalam penelitian ini

Dari pengamatan foto SEM tepung jagung memiliki bentuk bervariasi, ada yang bulat dan ada pula yang *polygonal aggregates*. Gambar SEM 3.4 menunjukkan individual partikel tepung jagung yang tidak tampak membentuk aglomerat. Tampak pada foto SEM ukuran partikel tepung jagung yang bervariasi dari ukuran sebesar  $20\ \mu\text{m}$  (partikel besar gambar 3.4) dan yang kecil  $3\ \mu\text{m}$  (partikel kecil gambar 3.4).

### 3.1.3. Tepung Tapioka

Banyak bahan karbohidrat yang mampu menghasilkan pori dalam pembuatan keramik berpori. Disamping menggunakan tepung jagung, tepung beras, dan tepung kentang yang pernah diteliti untuk dimanfaatkan dalam pembuatan keramik berpori (Lindqvist dan Liden, 2000), pada tugas akhir ini tepung tapioka diteliti untuk dimanfaatkan dengan maksud yang sama. Penambahan tepung tapioka pada serbuk *alumina* juga bervariasi seperti yang dilakukan pada tepung jagung, yaitu 30% dan 50% vol. Tepung tapioka yang digunakan dibeli dari pasaran dengan merek dagang “Rose”.

Pengamatan dengan SEM juga dilakukan pada tepung tapioka dan diketahui bahwa bentuk partikel tepung tapioka bulat (*spherical*) dengan variasi ukuran yang tidak begitu besar dibanding tepung jagung. Gambar 3.5 menunjukkan foto SEM tepung tapioka yang berdiameter antara  $5 - 26,67\ \mu\text{m}$ .



Gambar 3.5. Foto SEM yang menunjukkan bentuk dan ukuran tepung tapioka yang digunakan dalam penelitian ini

### 3.2. Cetakan Gypsum

Proses *slip casting* digunakan untuk pembuatan sampel  $Al_2O_3$ . Pada proses *slip casting* diperlukan cetakan yang memiliki pori-pori yang berfungsi untuk menyerap air dari *slip alumina* sebelum kemudian sampel mengering. Bahan cetakan *slip casting* umumnya dibuat dari bahan *gypsum (plaster of paris)* yang merupakan *hydrated calcium sulfate*. Serbuk gypsum yang digunakan bermerek dagang “*ElepHant*” dengan kemasan 20 kg yang diperoleh di toko bangunan.

Proses pembuatan cetakan dilakukan dengan mencampurkan serbuk *gypsum* dengan air, dengan perbandingan 3 : 1. Gambar 3.6 menunjukkan serbuk gypsum yang digunakan.



Gambar 3.6 Serbuk *gypsum* untuk bahan cetakan *slip casting*

Dalam pembuatan cetakan diperlukan pola. Pola digunakan untuk menampung dan memberikan bentuk adonan *gypsum*. Pola yang digunakan pada pembuatan cetakan ini terbuat dari plastic (potongan pipa PVC) yang dimaksudkan agar mempermudah proses pengeluaran cetakan yang telah mengeras dari polanya. Gambar 3.7 menunjukkan pola yang digunakan.



Gambar 3.7. Pola plastik untuk membentuk cetakan *gypsum*

Pada pola plastik pada gambar 3.7 inilah adonan *gypsum* dituangkan. Setelah mengering diperoleh cetakan *gypsum* berbentuk papan datar yang digunakan untuk menyerap air dari adonan *slip* untuk pembuatan sampel. *Slip* dituang ke dalam cetakan yang diletakan di atas papan *gypsum* yang datar. Dalam penuangan diperlukan cetakan yang mampu memberikan bentuk dan ukuran sampel diinginkan. Cetakan yang digunakan untuk memberikan bentuk dan ukuran sampel terbuat dari pipa PVC dengan diameter 20 mm dengan tinggi 10 mm. Cetakan yang digunakan untuk memberikan bentuk pada sampel ditunjukkan oleh gambar 3.8.



Gambar 3.8. Pipa PVC yang digunakan untuk memberikan bentuk sampel

### 3.3. Proses Pembuatan *Slip Alumina*

#### 3.3.1. Proses Pencampuran Alumina dan Tepung Jagung atau Tepung Tapioka

Mesin pencampur yang digunakan untuk mencampurkan serbuk alumina dengan tepung jagung atau tepung tapioka dalam media suspensi air adalah *ball mill*. *Ball mill* ini terdiri dari tabung yang berputar yang diisi suspensi bercampur kelereng dalam bentuk suspensi. Pencampuran ini bertujuan untuk memperoleh campuran yang homogen.

Tepung jagung dan tepung tapioka yang ditambahkan pada *slip alumina* dengan media suspensi air divariasikan sebanyak 30% dan 50% volum. Penambahan HCl untuk mendapatkan kestabilan slip, diusahakan pada  $\text{pH} \approx 3$  (Haber dan Paredes, 2002) dan pengecekannya dilakukan menggunakan kertas lakmus. Tabel 3.2 menunjukkan komposisi dan kode sampel dalam tugas akhir ini.

Tabel 3.2. Komposisi *Slip* Untuk Pembuatan Sampel

Sampel	Berat (gram)*			
	$Al_2O_3$	Tepung Jagung	Tepung Tapioka	Air
<i>Slip</i> I-30% Tepung Jagung (Sampel A)	5	1,4	-	1,71
<i>Slip</i> II-50% Tepung Jagung (Sampel B)	5	2,3	-	1,95
<i>Slip</i> III-30% Tepung Tapioka (Sampel C)	5	-	1,4	1,71
<i>Slip</i> IV-50% Tepung Tapioka (Sampel D)	5	-	2,3	1,95

\* Contoh perhitungan komposisi berat dapat dilihat pada lampiran 2

Data hasil perhitungan yang dicantumkan pada tabel 3.2 diperoleh dari data-data pada tabel 3.3.

Tabel 3.3. Data Yang Digunakan Dalam Perhitungan

Bahan	Berat Jenis ( $gr/cm^3$ )
$Al_2O_3$	3,98
Tepung Jagung	1,43*
Tepung Tapioka	1,43*
Air	1

\* Pada awal pembuatan sampel  $\rho$  tepung tapioka dan  $\rho$  tepung jagung diasumsikan sama dengan  $\rho$  tepung kentang, yaitu  $1,43\text{ gr/cm}^3$  (Lyckfeldt dan Ferreira, 1997).

Sampel dibuat dengan diameter 20 mm dan tebal 10 mm, dimana pengukuran massa masing-masing komponen penyusun *slip* dilakukan dengan timbangan digital milik laboratorium Metalurgi Universitas Kristen Petra. Timbangan tersebut bermerek Mettler Toledo, tipe AG204, memiliki akurasi 1/1000 dengan kapasitas maksimal 210 gr.

Gambar 3.9 menunjukkan timbangan yang digunakan dalam penelitian ini.



Gambar 3.9. Timbangan digital Mettler Toledo di laboratorium Metalurgi Universitas Kristen Petra

Proses pencampuran *slip* dilakukan selama 8 jam secara kontinu dengan menggunakan *ball mill* yang dirancang dan dibuat dengan spesifikasi sebagai berikut :

- |                                      |                                       |
|--------------------------------------|---------------------------------------|
| a. Merek Motor                       | : SEM, <i>made in China</i>           |
| b. Tipe                              | : Motor listrik AC, Jy 09 A-4, 1/4 HP |
| c. Putaran                           | : 1400rpm, Cont, Class B              |
| d. Tipe <i>gear box</i>              | : TG 50 B                             |
| e. Perubahan putaran <i>gear box</i> | : 64 rpm                              |
| f. Bahan tabung pencampur            | : Plastik                             |
| g. Diameter tabung pencampur         | : 950 mm                              |
| h. Tinggi tabung                     | : 150 mm                              |
| i. Media <i>Ball mill</i>            | : Kelereng                            |
| j. Jumlah Kelereng                   | : 35 buah (25% tinggi suspensi)       |
| k. Diameter Kelereng                 | : 10 mm                               |

Gambar 3.10 menunjukkan foto mesin *ball mill* yang digunakan dalam proses pencampuran serbuk alumina dengan tepung jagung atau tepung tapioka.



Gambar 3.10. Mesin pengaduk di laboratorium Metalurgi Universitas Kristen Petra

Urutan proses pencampuran dengan mesin pengaduk ini adalah sebagai berikut:

- a. Memasukkan serbuk alumina dengan tepung jagung atau tepung tapioka (belum dalam bentuk *slip*) dan diberikan sejumlah *ball* (kelereng) ke dalam tabung pengaduk.
- b. Letakan tabung pengaduk tersebut di antara 2 *roller drive*.
- c. Campuran diaduk dalam waktu 8 jam dengan putaran 64 rpm.
- d. Pada saat campuran diaduk 7 jam, pengadukan diberhentikan dan dilakukan penambahan air sebagai media suspensi serta penambahan HCl hingga  $\text{pH} \approx 3$  (pengecekan dilakukan dengan kertas lakmus).
- e. Setelah penambahan air dan HCl, pengadukan dilanjutkan kembali selama 1 jam (total lama pengadukan 8 jam).
- f. Selesai penyampuran, terbentuk slip yang siap untuk dituang ke dalam cetakan.

Seperti disebutkan sebelumnya, bahwa pada awal perhitungan berat jenis tepung jagung dan tepung tapioka diasumsikan sama dengan tepung kentang yang diteliti oleh Lyckfeldt dan Ferreira. Namun dalam perjalanan penulisan tugas akhir ini, kemudian ide sederhana untuk menghitung berat jenis tepung jagung dan tepung tapioka. Ide pengujian tersebut berdasarkan prinsip *Archimedes* dengan menentukan jumlah volum yang dipindahkan oleh air akibat pembasahan sejumlah massa tepung. Hasil pengujian ini diperoleh berat jenis tepung jagung  $1,47 \text{ gr/cm}^3$  dan tepung tapioka  $1,33 \text{ gr/cm}^3$ .

Data berat jenis ini kemudian dimanfaatkan untuk menghitung ulang % volum masing-masing tepung pada *slip* yang sudah dibuat. Tabel 3.4 menampilkan perhitungan ulang setelah diperoleh data berat jenis tepung jagung dan tepung tapioka.

Tabel 3.4. Hasil Perhitungan Ulang Setelah Diperoleh Data Berat Jenis Tepung Jagung Dan Tepung Tapioka

$Al_2O_3$	Berat (gram)			Persentase <i>Slip</i> Awal (% Volum)	Persentase <i>Slip</i> Hasil Perhitungan Ulang (% Volum)
	Tepung Jagung	Tepung Tapioka	Air		
5	1,4	-	1,71	<i>Slip</i> I-30% Tepung Jagung	<i>Slip</i> I-30,45%* Tepung Jagung (Sampel A)
5	2,3	-	1,95	<i>Slip</i> II-50% Tepung Jagung	<i>Slip</i> II-49,9% Tepung Jagung (Sampel B)
5	-	1,4	1,71	<i>Slip</i> III-30% Tepung Tapioka	<i>Slip</i> III-32,38% Tepung Tapioka (Sampel C)
5	-	2,3	1,95	<i>Slip</i> IV-50% Tepung Tapioka	<i>Slip</i> IV-52,4% Tepung Tapioka (Sampel D)

\* Contoh hasil perhitungan ulang persentase *slip* dapat dilihat di lampiran 3

### 3.3.2. Penuangan *Slip*

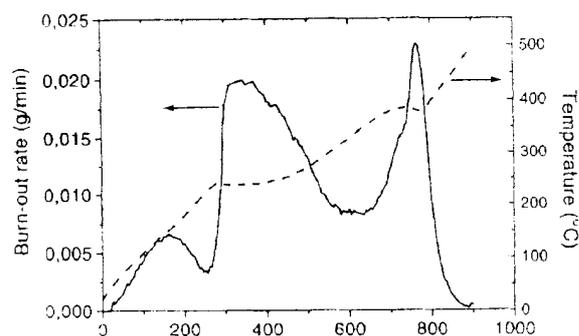
Setelah proses pencampuran *slip* dilakukan, kemudian *slip* dituangkan pada cetakan pipa yang telah tersusun di atas papan gypsum. Setelah *slip* mengisi penuh rongga cetakan kemudian dilakukan pengeringan di udara terbuka selama 24 jam. Pengeringan terjadi karena perbedaan kadar air antara udara dan *slip* serta penyerapan air yang dilakukan oleh gypsum. Dengan menguapnya dan terserapnya air maka terjadi penyusutan *slip*. Proses pengeluaran sampel dari cetakan dilakukan dengan mendorong sampel secara perlahan-lahan dari cetakan pipa PVC. Gambar 3.11 menunjukkan *slip* yang telah dituangkan pada cetakan.



Gambar 3.11. Slip yang telah dituangkan pada cetakan

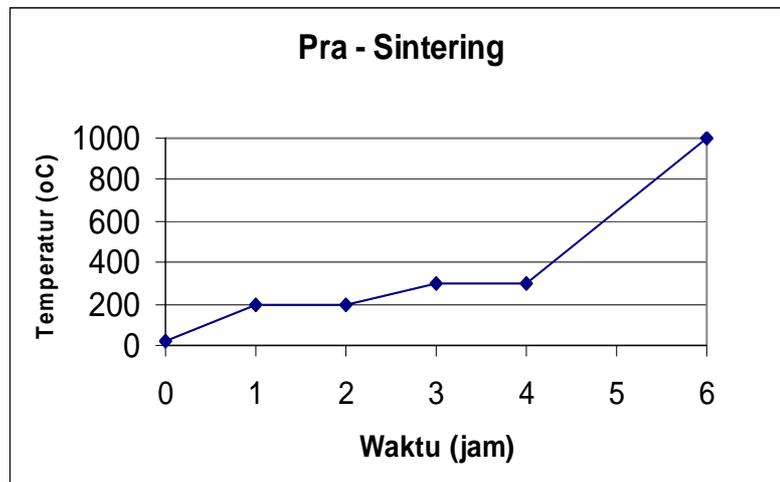
### 3.4. Proses Pra-sinter dan Sinter

Setelah sampel mengering di dalam cetakan *gypsum*, sampel dikeluarkan dari cetakan dan dilanjutkan dengan pemanasan *sinter*. Proses pemanasan yang dilakukan terdiri dari dua tahap, yaitu tahap pra *sinter* dan tahap *sinter*. Pada tahap pra *sinter*, sampel dipanaskan sampai pada temperatur 1000°C dengan laju pemanasan 5°C/min dan dilakukan penahanan selama masing-masing 1 jam pada temperatur 200 dan 300°C. Penahanan yang dilakukan pada temperatur 200 dan 300°C bertujuan untuk menghilangkan kadar air dan tepung yang ada pada sampel. Diagram proses pemanasan yang terjadi dalam proses pra-*sinter* dalam menghilangkan kadar air dan starch (gambar 3.12).



Gambar 3.12. Grafik *burn-out rate* dan temperatur terhadap waktu dalam proses pengontrolan *burn-out* sampel alumina dengan 66,2 vol % (keadaan *solid*) *Microlysis*, Lyckfeldt. O dan Ferreira, *Processing of Porous Ceramics by 'Starch Consolidation'* (1997), figure 7

Gambar 3.13 menunjukkan tahapan laku panas pra-*sinter* yang dilakukan dalam mengerjakan tugas akhir ini.



Gambar 3.13. Siklus laku panas pra-*sinter*

Tahap pra-*sinter* menggunakan *muffle furnace* (Naber, model n11-220, kapasitas 1100°C, buatan Jerman) yang dilakukan di laboratorium Metalurgi jurusan Teknik Mesin Universitas Kristen Petra. *Muffle furnace* yang digunakan untuk tahap pra-*sinter* dapat dilihat pada gambar 3.14.



Gambar 3.14. *Muffle furnace* yang digunakan untuk pemanasan pra-*sinter* sampel

Pada tahap pemanasan *sinter*, sampel dipanaskan sampai temperatur 1600°C. Pada tahap *sinter*, laju pemanasan yang digunakan sama seperti pada

tahap pra-*sinter*, yaitu  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Pemanasan dari suhu kamar mencapai temperatur  $1600^{\circ}\text{C}$  membutuhkan waktu selama 6 jam dan dilakukan *holding time* pada temperatur  $1600^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Total waktu yang dibutuhkan untuk *sinter* sampel selama 8 jam. Gambar 3.15 *tube furnace* yang digunakan untuk proses *sinter* sampel pada temperatur  $1600^{\circ}\text{C}$  adalah jenis tube furnace bahan bakar elpiji yang dimiliki oleh Balai Besar Keramik Bandung.

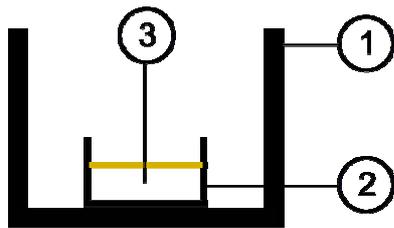


Gambar 3.15. *Tube furnace* di Balai Besar Keramik Bandung

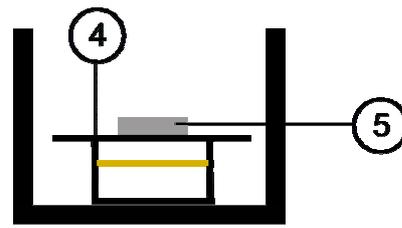
### 3.5. Metalografi

Pengamatan metalografi dilakukan untuk mengikuti perkembangan perubahan struktur mikro yang terjadi setelah pemanasan. Pengamatan mikro yang dilakukan untuk mengamati ukuran, bentuk, dan distribusi porositas yang menjadi fokus pada penelitian pengujian ini. Penggunaan SEM juga memberikan gambaran derajat *sinter* dan menolong untuk memahami lebih jauh peran tepung jagung dan tepung tapioka dalam menciptakan pori-pori. Untuk menghindari perubahan struktur sampel selama persiapan, karena sifat keramik yang rapuh dan mudah pecah maka *vacuum impregnation* dilakukan pada sampel dengan menggunakan bahan resin yang viskositasnya rendah. Bahan yang digunakan pada proses *vacuum impregnation* adalah resin, pengencer resin (SM), dan pengeras (katalis). Perbandingan pencampuran ketiga bahan kimia tersebut dilakukan dengan persentase 1 liter katalis : 1 liter SM : 20 liter resin untuk menghasilkan resin yang tepat.

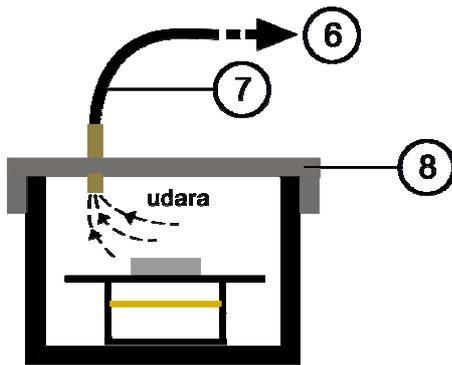
Proses *vacuum impregnation* yang dilakukan dalam kondisi vakum menggunakan alat-alat seperti wadah plastic, kompresor, dan selang (*hose*). Mesin tersebut dirancang dengan tujuan akan menciptakan kondisi vakum dalam rongga sampel, kemudian sampel dimasukan ke dalam resin dengan mendapatkan tekanan udara dari luar (membuka tutup wadah plastik). Dengan adanya tekanan dari udara luar resin akan terdorong masuk dan mengisi setiap rongga sampel. Resin yang berhasil menyusup ke dalam pori-pori sampel menjadi penyangga struktur pada saat dipersiapkan (potong, gerinda, dan poles). Selesai dilakukan *vacuum impregnation*, resin dibiarkan kering selama 24 jam dan kemudian dilakukan persiapan metalografi. Gambar 3.16 menunjukkan proses *vacuum impregnation*.



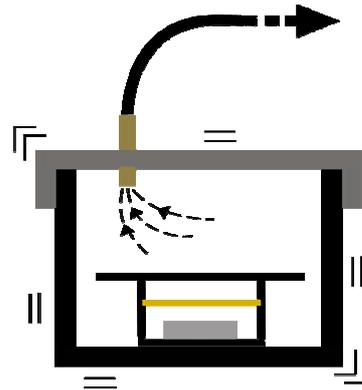
a. Persiapan resin



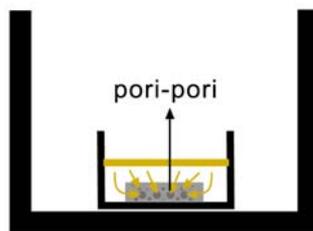
b. Peletakkan sampel diatas resin



c. Penghisapan udara dalam kontainer



d. Memasukkan sampel ke resin



e. Resin mengisi pori-pori sampel



f. Sampel didiamkan selama 24 jam

1. Kontainer plastik ukuran besar.
2. Kontainer plastik ukuran kecil
3. Cairan resin.
4. Alas sampel.
5. Sampel.
6. Saluran hisap kompresor.
7. Hose.
8. Tutup kontainer plastik ukuran besar.

Gambar 3.16. Proses *vacuum impregnation*

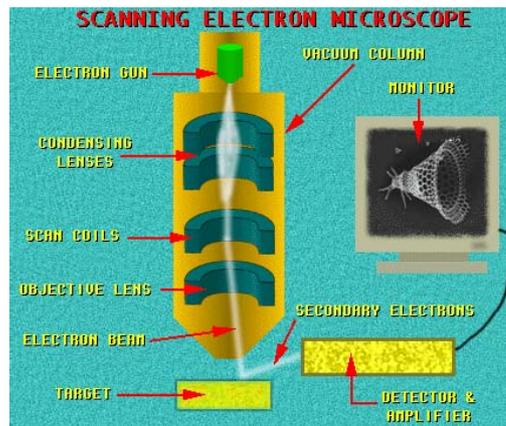
Langkah dalam pengujian metalografi sebagai berikut.

- a. Disediakan resin dan pengerasnya pada suatu wadah yang diletakan dalam wadah plastik.
- b. Sampel yang akan diisi resin dimasukkan ke dalam wadah plastik dan diletakkan di atas resin.
- c. Wadah plastik ditutup rapat, kompresor yang dihubungkan dengan selang pada wadah plastik menghisap keluar udara yang ada di dalam sehingga terjadi kevakuman.
- d. Sampel dimasukan kedalam resin dengan cara menggoyang wadah plastik, kemudian tutup wadah plastik dibuka agar udara luar memberi tekanan sehingga resin dapat mengisi rongga sampel.
- e. Sampel yang sudah terikat pada resin dikeluarkan dan dikeringkan selama 24 jam.
- f. Setelah kering kemudian sampel dilakukan pemotongan dengan arah melintang untuk diamati melalui SEM (pengujian metalogarfi).

SEM merupakan alat yang digunakan dalam pengujian metalografi hasil sampel. Langkah –langkah kerja dari metode SEM :

- a. Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacuum column*, dimana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
- b. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada untuk menuju ke satu titik di sampel.
- c. Sinar elektron tadi akan dipantulkan ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat signal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.

Gambar 3.17 menunjukkan prinsip kerja SEM, dimana pengujian SEM dilakukan di P3GL bandung.



Gambar 3.17 Prinsip kerja SEM

SEM yang digunakan pada penelitian tugas akhir ini memiliki klasifikasi, yaitu merek JEOL, tipe jsm-63601a, buatan japan, dan dilakukan kalibrasi terakhir pada pertengahan Nopember 2005 yang ditunjukkan pada gambar 3.18.



Gambar 3.18. Pengujian SEM di P3GL Bandung

### 3.6. Metode Pengujian Absorpsi

Metode pengujian absorpsi air dapat digunakan untuk menentukan air yang terabsorpsi, *bulk density*, *apparent porosity*, dan *apparent specific gravity* pada sampel (ASTM, 1994). Berikut adalah prosedur metode pengujian absorpsi :

- a. Sampel dikeringkan agar memperoleh berat konstan, proses pengeringan dilakukan dengan memanaskan sampel pada temperatur 150°C. Kemudian setelah sampel selesai dikeringkan, dan dilanjutkan dengan pendinginan dengan *desiccator*. Kemudian sampel tersebut ditimbang beratnya (D).
- b. Letakan sampel tersebut dalam sebuah wadah yang berisi air dan dilakukan proses pemanasan selama 5 jam, kemudian sampel dibiarkan dalam wadah tersebut selama 24 jam.
- c. Setelah sampel didiamkan selama 24 jam, kemudian dilakukan *impregnation* agar udara yang masih mengisi rongga keluar sehingga air dapat menggantikan posisinya untuk menempati rongga yang ada pada sampel dan dilakukan penimbangan berat saturasi sampel (S).
- d. Setelah dilakukan penimbangan berat saturasi sampel, dilakukan perhitungan untuk mengetahui berat air yang mengisi sampel (A) dengan melakukan perhitungan sebagai berikut :

$$A = [(M - D)/D] \quad (3.1)$$

A adalah berat air yang mengisi rongga pada sampel

M adalah berat saturasi sampel (sampel yang mengabsorpsi air)

D adalah berat sampel kering

Metode absorpsi dapat digunakan untuk mengetahui persentase porositas pada sampel dengan melakukan perhitungan sebagai berikut :

$$A = [(M - D)/D] \times 100\% \quad (3.2)$$