

**APLIKASI RESPONSE SURFACE METHOD DALAM OPTIMASI PROSES THERMAL TREATMENT PASIR ZIRKON**

Zaldy Kurniawan<sup>1</sup>, Muhammad Subhan<sup>2</sup>, Ilham Ary Wahyudie<sup>3</sup>

1, 2, 3 Jurusan Teknik Mesin, Politeknik Manufaktur Negeri Bangka Belitung

Jl. Timah Raya, Air Kantung – Sungailiat Bangka

Email: msubhan00@yahoo.co.id

**Abstrak**

Zirconia (ZrO<sub>2</sub>) merupakan material keramik yang banyak digunakan di industri. Pasir zirkon (ZrSiO<sub>4</sub>) merupakan salah satu sumber zirkonia. Produksi zirkonia dari pasir zirkon dapat dilakukan dengan proses perlakuan panas atau perlakuan kimia dengan tujuan memecah ikatan antara ZrO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub>. Pada penelitian ini *Response Surface Methodology* (RSM) diaplikasikan untuk menentukan nilai optimal persentase ZrO<sub>2</sub> dari proses dekomposisi pasir zirkon melalui proses perlakuan panas. Sampel yang disiapkan sebanyak 13 variasi dengan 3 replikasi. Analisis hasil percobaan didapatkan *Eigen value* dengan nilai -0,146262 (X<sub>1</sub>) dan 0,172908 (X<sub>2</sub>). Hal ini menunjukkan bahwa kombinasi temperatur dan waktu penahanan tidak teridentifikasi optimum pada satu titik saja namun tersebar di seluruh daerah *saddle point*.

**Kata kunci:** *Central Composite Design*, dekomposisi ZrSiO<sub>4</sub>, perlakuan panas, *Response Surface Methodology*, zirconia (ZrO<sub>2</sub>)

**Abstract**

Zirconia (ZrO<sub>2</sub>) is a ceramic material widely used in industry. Zircon sand (ZrSiO<sub>4</sub>) is one source of zirconia. Zirconia production from zircon sand can be done by heat treatment or chemical treatment with the aim of breaking the bond between ZrO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub>. In this study *Response Surface Methodology* (RSM) was applied to determine the optimal value of ZrO<sub>2</sub> percentage of zircon sand decomposition process through heat treatment process. Samples prepared as many as 13 variations with 3 replications. Analysis of experimental results obtained *Eigen value* worth -0.146262 (X<sub>1</sub>) and 0.172908 (X<sub>2</sub>). This indicates that the combination of temperature and holding time is not optimally identified at one point but spread across the *saddle point*.

**Key words:** *Central Composite Design*, decomposition ZrSiO<sub>4</sub>, *Response Surface Methodology*, thermal treatment, zirconia (ZrO<sub>2</sub>)

**PENDAHULUAN**

Zirconia merupakan material keramik yang memiliki sifat unggul seperti ketahanan terhadap temperatur, resistansi terhadap korosi dan tingkat kekerasan tinggi [1]. Sumber zirconia salah satunya adalah pasir zirkon. Guna mendapatkan zirconia dari pasir zirkon dapat menggunakan carbon. Reaksi carbothermal untuk mereduksi pasir zirkon sangat bergantung pada jumlah carbon yang ditambahkan [2].

*Response Surface Methodology* (RSM) merupakan metode gabungan antara matematika dan statistik dalam menurunkan jumlah rangkaian percobaan untuk mendapatkan pengaruh parameter yang efektif [3–7]. Umumnya bentuk hubungan antara respon dan faktor tidak diketahui sehingga

dalam RSM langkah pertamanya adalah mendapatkan hubungan tertutup diantara keduanya. Bentuk hubungan tersebut umumnya adalah polinomial (orde pertama atau kedua). Bentuk model orde kedua dapat mengoptimisasikan secara signifikan dibandingkan model orde pertama. Persamaan model orde pertama dan orde kedua ditunjukkan di bawah ini.

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \dots + \beta_kx_k + \varepsilon \dots \dots \dots (1)$$

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 +$$

$$\sum \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \dots \dots \dots (2)$$

Persamaan transformasi faktor untuk pengkodean menggunakan persamaan di bawah ini.

$$x_i = \frac{x_i - \frac{1}{2}(y_{X_i \text{maks}} + y_{X_i \text{min}})}{\left(\frac{1}{2}(y_{X_i \text{maks}} - y_{X_i \text{min}})\right)} \dots\dots\dots (3)$$

dengan  $x_i$  adalah nilai kode faktor  $x$  ke- $i$  dan  $y_{X_i}$  adalah nilai level faktor  $X$  ke- $i$ .

Penelitian yang dilakukan ini bertujuan mempelajari pengaruh faktor temperatur ( $X_1$ ) dan penahanan waktu pemanasan ( $X_2$ ) terhadap persentase zirconia ( $y$ ). Investigasi terhadap respon dilakukan menggunakan CCD 2 faktor – 3 level dan RSM. Kombinasi tersebut menggunakan batas atas dengan kode +1, titik pusat dengan kode 0, serta batas bawah dengan kode -1.

Solusi persamaan titik stasioner untuk mendapatkan *eigen value* ditunjukkan seperti berikut ini.

$$x_0 = \frac{1}{2} B^{-1} b \dots\dots\dots (4)$$

Dengan nilai  $x$ ,  $B$ , dan  $b$  sebagai berikut:

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ \dots \\ x_k \end{bmatrix}; \quad b = \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \dots \\ \beta_k \end{bmatrix}; \quad B = \begin{bmatrix} \beta_{11} & \frac{\beta_{12}}{2} & \dots & \frac{\beta_{1k}}{2} \\ \frac{\beta_{21}}{2} & \beta_{22} & \dots & \frac{\beta_{2k}}{2} \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ \frac{\beta_{k1}}{2} & \dots & \dots & \beta_{kk} \end{bmatrix}$$

Prediksi nilai respon pada titik stasioner digunakan persamaan seperti berikut ini.

$$y = \beta_0 + x' b + x' B x \dots\dots\dots (5)$$

**METODE PENELITIAN**

Variabel tetap dalam penelitian ini adalah temperatur dan waktu penahanan dengan level setiap variabel sebanyak 5 level seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1. Sampel dipersiapkan berjumlah 39 buah (3 replikasi) sesuai dengan desain oktagonal pada Tabel 2.

**Tabel 1 Variabel independen dengan level terkode**

Faktor	Kode	Level				
		-1	-0,5	0	0,5	1
T	$X_1$	700	800	900	1000	1100
WP	$X_2$	40	60	80	100	120

T = Temperatur (°C)

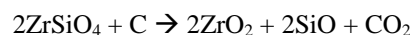
WP = Waktu Penahanan (menit)

**Tabel 2 Desain oktagonal**

Run	Kode Variabel Independen	
	$X_1$	$X_2$
1	-1	-1
2	1	-1

Run	Kode Variabel Independen	
	$X_1$	$X_2$
3	-1	1
4	1	1
5	-0,5	0
6	0,5	0
7	0	-0,5
8	0	0,5
9	0	0
10	0	0
11	0	0
12	0	0
13	0	0

Pasir zirkon dengan ukuran partikel 120 mesh dicampur dengan antrasit sesuai persamaan stokiometri berikut:



Serbuk diaduk hingga homogen dan dimasukkan kedalam wadah keramik. Setiap wadah diberi kode 1 hingga 13 dengan pengulangan masing-masing 2 kali. Campuran serbuk pasir zirkon dan antrasit ditampilkan pada gambar 1 di bawah ini.



**Gambar 1 Campuran pasir zirkon dan antrasit**

Campuran serbuk 1 (3 buah) dimasukkan ke dalam tanur listrik yang telah dipanaskan hingga suhu 10% di bawah suhu kerja. Tujuannya adalah memberikan *pre-thermal treatment* terhadap sampel. Selanjutnya serbuk dipanaskan hingga mencapai suhu dan waktu yang ditetapkan dalam rancangan percobaan. Proses perlakuan dilakukan sama untuk setiap sampel hingga sampel ke-13 sesuai dengan desain oktagonal.

Sampel yang telah diberi perlakuan, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui unsur zirconia yang terkandung di dalam sampel. Hasil pengujian dirangkum di dalam Tabel 3.

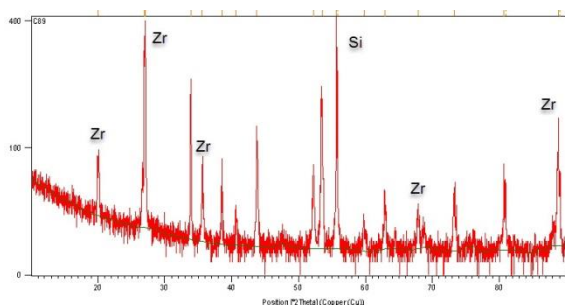
**Tabel 3 Desain oktagonal dan data eksperimen**

Run	% ZrO <sub>2</sub>		
	1	2	3
1	78,9	75,6	74,9
2	78,2	77,1	78,5
3	78,1	79,9	79,2
4	68,9	70,2	68,4

Run	% ZrO <sub>2</sub>		
	1	2	3
5	74,8	76,1	74,1
6	73,7	72,3	72,9
7	77,8	77,8	76,9
8	76,2	76,8	75,1
9	76,2	74,9	76,1
10	75,1	75,6	75,9
11	75,9	75,1	76,4
12	75,2	75,3	75,9
13	75,0	75,7	75,8

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Karakterisasi sampel pasir zirkon untuk mengetahui fasa sampel dilakukan menggunakan *X-ray Diffraction*. Gambar 2 di bawah ini adalah bentuk pola XRD sampel yang digunakan dalam eksperimen. Hasil XRD memperlihatkan fasa ZrSiO<sub>4</sub> mendominasi sampel.



**Gambar 2 Pola XRD Sampel Pasir Zirkon**

Tabel 4 berikut ini adalah hasil dari karakterisasi sampel pasir zirkon sebelum perlakuan. Karakterisasi XRF digunakan untuk mengetahui kadar zirconia dalam sampel. Hasil uji *X-ray Fluorence* menunjukkan bahwa kadar zirconia merupakan oksida terbesar dalam sampel yakni sebesar 65,18 %.

**Tabel 4 Hasil XRF Pasir Zirkon**

Molekul	ZrO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	SnO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO
% berat	65,18	27,29	5,58	0,87	0,8

Berdasar pada hasil estimasi koefisien regresi respon (% zirconia) seperti yang ditunjukkan pada Tabel 5, parameter temperatur (X<sub>1</sub>) dan waktu penahanan (X<sub>2</sub>) serta seluruh interaksinya memiliki nilai P < 0,05. Selain itu nilai koefisien determinasi (R-Sq) sebesar 90,48% atau mendekati 100%. Nilai determinasi ini menunjukkan bahwa 90,48% data merupakan pengaruh dari faktor-faktor perlakuan eksperimen sedangkan sisanya sebesar 9,52% data bersumber dari faktor-faktor di luar perlakuan

eksperimen sehingga persamaan model regresi dapat diyakini akurasi.

**Tabel 5 Estimasi Koefisien Regresi untuk % Zirconia**

Term	Koef	SE Koef	T	P
Konstanta	75,504	0,1675	450,782	0,000
X <sub>1</sub>	-2,100	0,2235	-9,394	0,000
X <sub>2</sub>	-1,533	0,2235	-6,859	0,000
X <sub>1</sub> *X <sub>1</sub>	-5,499	0,9602	-5,727	0,000
X <sub>2</sub> *X <sub>2</sub>	5,635	0,9602	5,868	0,000
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub>	-2,842	0,2371	-11,985	0,000

S = 0,821349 PRESS = 39,6310

R-Sq = 90,48% R-Sq(pred) = 83,05% R-Sq(adj) = 89,04%

Berdasar pada analisis estimasi regresi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4 di atas, maka persamaan regresi berikut ini merupakan model orde kedua yang cocok untuk data eksperimen.

$$y = 75,5 - 2,1X_1 - 1,5X_2 - 5,5X_1^2 + 5,6X_2^2 - 5,593X_2^2 - 2,8X_1X_2$$

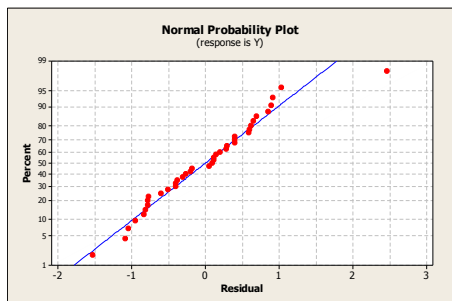
Analisis statistik varian (Anova) untuk model permukaan respon kadar zirconia ditampilkan pada Tabel 6 di bawah ini. Hasil analisis varian tersebut menunjukkan bahwa p-value yang diperoleh untuk seluruh parameter dan interaksinya signifikan mempengaruhi respon pada persamaan model permukaan respon di atas.

**Tabel 6 Analisis Varian (ANOVA) untuk % Zirconia**

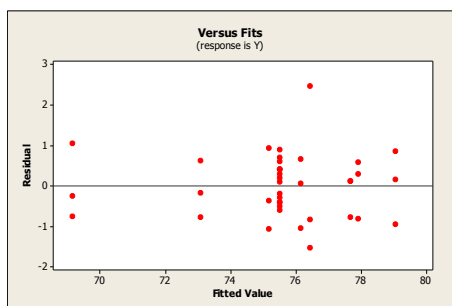
Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	5	211,555	211,555	42,311	62,72	0,000
Linear	2	91,275	91,275	45,637	67,65	0,000
X <sub>1</sub>	1	59,535	59,535	59,535	88,25	0,000
X <sub>2</sub>	1	31,740	31,740	31,740	47,05	0,000
Square	2	23,379	23,379	11,689	17,33	0,000
X <sub>1</sub> *X <sub>1</sub>	1	0,148	22,125	22,125	32,80	0,000
X <sub>2</sub> *X <sub>2</sub>	1	23,231	23,231	23,231	34,44	0,000
Interaction	1	96,901	96,901	96,900	143,64	0,000
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub>	1	96,901	96,901	96,900	143,64	0,000
Residual	33	22,262	22,262	0,674		
Error						
Lack-of-Fit	3	0,433	0,433	0,144	0,20	0,897
Pure Error	30	21,829	21,829	0,727		
Total	38	233,817				

Hipotesis kecukupan model dilakukan dengan membuat hipotesis null (tidak ada *lack of fit*) dan hipotesis lawan (terdapat *lack of fit*). Nilai P untuk *Lack-of-Fit* lebih besar dari 5% menunjukkan bahwa model sangat layak untuk digunakan karena tidak adanya *lack-of-fit*. Demikian pula dengan nilai P model linier dan kuadratik (*square*) sangat kecil (<5%) mengartikan bahwa model sangat sesuai (signifikan).

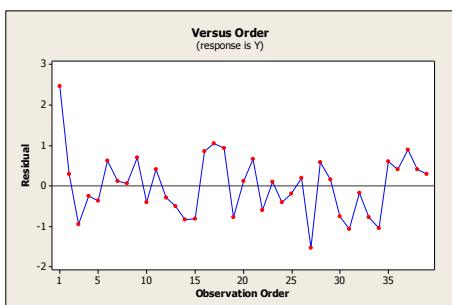
Analisa terhadap residu untuk mendukung kecukupan model dilakukan dengan uji normalitas residual, plot residual dengan hasil taksiran respon, dan residual dengan order. Hasil plot uji residual ditampilkan pada Gambar 3, 4, dan 5 berikut ini.



Gambar 3 Grafik normalitas



Gambar 4 Grafik Residu vs Fit



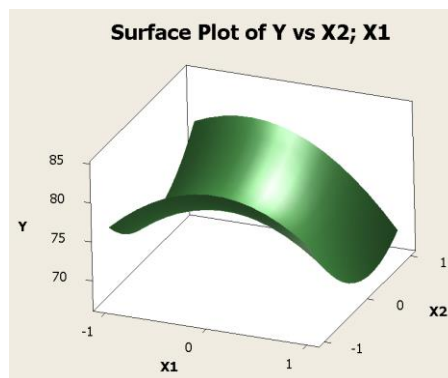
Gambar 5 Grafik Residu vs order

Pada Gambar 3, 4, dan 5 menunjukkan bahwa data tersebar secara normal sehingga analisa dapat dilanjutkan. Berdasar pada Gambar 7, analisis *canonical* digunakan untuk mendapatkan titik stasionernya. Persamaan (4) digunakan untuk menganalisisnya dengan hasil seperti ditunjukkan berikut ini.

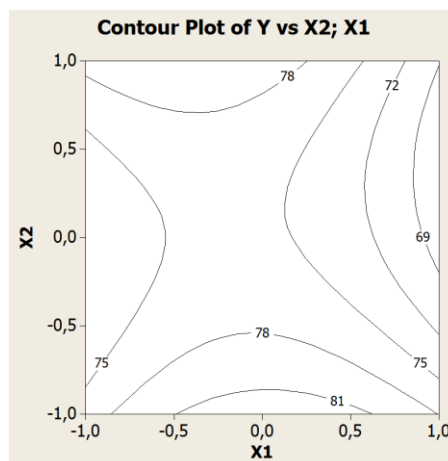
$$x_0 = -\frac{1}{2} \begin{bmatrix} -5,499 & 1,421 \\ 1,421 & 5,635 \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} -2,100 \\ -1,533 \end{bmatrix}$$

$$x_0 = \begin{bmatrix} -0,146262 \\ 0,172908 \end{bmatrix}$$

Nilai titik stasioner (*eigen value*) seperti hasil perhitungan pada persamaan di atas memberikan nilai  $X_1$  sebesar  $-0,146$  dan  $X_2$  sebesar  $0,172$ . *Eigen Value* yang berbeda tanda (negatif dan positif) menunjukkan bahwa karakteristik permukaan respon berupa pelana (*saddle point*). Gambar 6 dan 7 merupakan plot *saddle point* dan kontur respon permukaan dengan variasi temperatur ( $X_1$ ) dan waktu penahanan ( $X_2$ ).



Gambar 6 Respon Permukaan respon terhadap faktor



Gambar 7 Kontur respon terhadap faktor

### KESIMPULAN DAN SARAN

Pada penelitian ini telah dipelajari pengaruh temperatur dan waktu penahanan proses *thermal treatment* terhadap pasir zirkon. Metode *response surface* dengan *Central composite design* digunakan untuk mendapatkan model persamaan proses dekomposisi pasir zirkon. Analisis kanonikal menunjukkan bahwa *eigen value* bernilai  $-0,146262$  ( $X_1$ ) dan  $0,172908$  ( $X_2$ ). Hal ini mengindikasikan bahwa kombinasi menghasilkan respon yang tidak dapat teridentifikasi optimum pada satu titik saja namun tersebar di seluruh daerah *saddle point*.

Kombinasi temperatur dan penahanan waktu pada proses *thermal treatment* dengan level seperti yang telah dilakukan dalam eksperimen ini tidak menghasilkan bentuk *respon surface* maksimum atau minimum. Berdasar pada model persamaan yang didapatkan, bentuk kontur memiliki karakteristik *saddle point*.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Direktorat Jenderal Penguatan Risbang -DRPM - Kemristek Dikti RI yang telah mendanai kegiatan penelitian ini melalui Kontrak Nomor: 015/SP3-PEN/P3KM/IV/2017.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Lj. Kljajevic, B. Matovic, A. Radosvlejevic-Mihajlovic, M. Rosic, S. Boskovic, A. Deveerski. 2011. "Preparation of ZrO<sub>2</sub> and ZrO<sub>2</sub>/SiC powders by carbothermal reduction of ZrSiO<sub>4</sub>". *Journal of Alloy and Compounds*. 509. 2203-2215
- [2] J. David, G. Troliard, M. Gendre, A. Maitre. 2013. "TEM study of the reaction mechanisms involved in the carbothermal reduction of zirconia". *Journal of the European Ceramic Society*. 33. 165-179
- [3] M. Hatami, M.C.M. Cuijpers, M.D. Boot. 2015. "Experimental optimization of the vanes geometry for a variable geometry turbocharger (VGT) using a Design of Experiment (DoE) approach". *Energy Convers Manage*. 106. 1057–1070
- [4] M. Rahimi-Gorji, O. Pourmehran, M. Hatami, D.D. Ganji. 2015. "Statistical optimization of microchannel heat sink (MCHS) geometry cooled by different nanofluids using RSM analysis". *Euro. Phys. Plus*. 130. 22
- [5] O. Pourmehran, M. Rahimi-Gorji, M. Hatami, S.A.R. Sahebi, G. Domairry. 2015. "Numerical optimization of microchannel heat sink (MCHS) performance cooled by KKL based nanofluids in saturated porous medium". *J. Taiw. Inst.Chem. Eng*. 55. 49–68
- [6] Jiandong Zhou, M. Hatami, Dongxing Song, Dengwei Jing. 2016. "Design of microchannel heat sink with wavy channel and its time-efficient optimization with combined RSM and FVM methods". *Int. J. Heat Mass Transfer*. 103. 715–724.
- [7] M. Hatami, D. Song, D. Jing. 2016. "Optimization of a circular-wavy cavity filled by nanofluid under the natural convection heat transfer condition". *Int. J. Heat Mass Transfer*. 98. 758–767