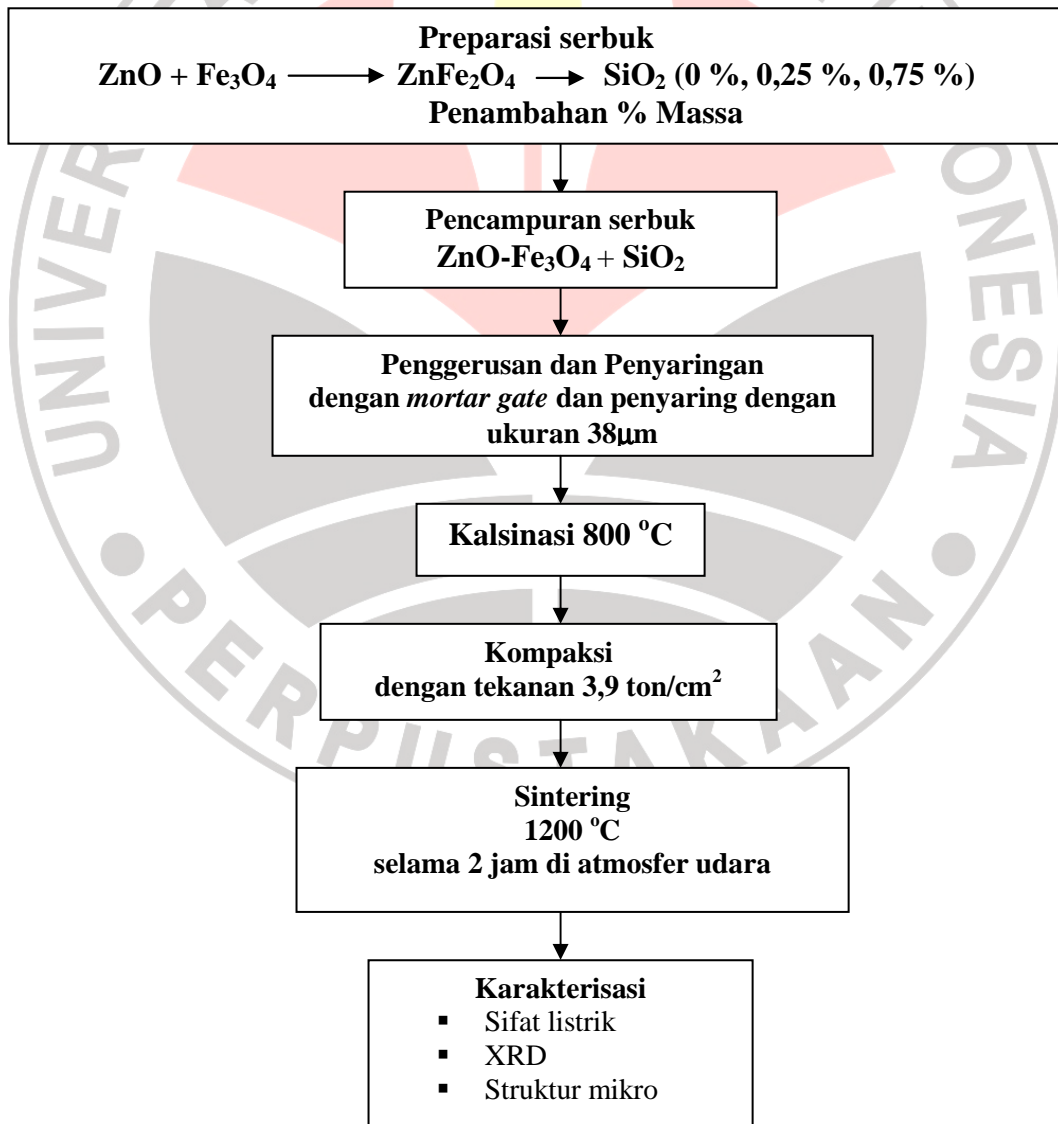


### BAB III

#### METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian yang dilakukan di Kelompok Bidang Bahan Dasar PTNBR-BATAN Bandung meliputi beberapa tahap yaitu tahap preparasi serbuk, tahap sintesis dan tahap analisis. Mekanisme proses metoda metalurgi serbuk dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alur mekanisme penelitian.

### 3.1 Preparasi Serbuk ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> – SiO<sub>2</sub>

Proses ini dilakukan dengan menggunakan serbuk oksida logam Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan ZnO serta SiO<sub>2</sub> dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Komposisi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan ZnO serta SiO<sub>2</sub> dikonversi dari satuan %mol ke dalam %berat seperti terlihat pada Tabel 3.1 dengan menggunakan persamaan dibawah ini.

$$\% \text{ Massa ZnO} = \left( \frac{\text{mol ZnO} \times \text{Mr ZnO}}{(\text{mol ZnO} \times \text{Mr ZnO}) + (\text{mol Fe}_3\text{O}_4 \times \text{Mr Fe}_3\text{O}_4)} \right) \times 100 \% \quad (3.1)$$

$$\% \text{ Massa Fe}_3\text{O}_4 = \left( \frac{\text{mol Fe}_3\text{O}_4 \times \text{Mr Fe}_3\text{O}_4}{(\text{mol ZnO} \times \text{Mr ZnO}) + (\text{mol Fe}_3\text{O}_4 \times \text{Mr Fe}_3\text{O}_4)} \right) \times 100 \%$$

Tabel 3.1 komposisi campuran senyawa (ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> + SiO<sub>2</sub>).

Dalam % Berat			Dalam 3 gram		
SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	ZnO	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	ZnO
0	65,4817	33,7419	0	1,964451	1,01226
0,25	65.71759	34.0324	0.00750354	1.9715277	1.020972
0.75	65.16932	34.0807333	0.02250591	1.9550796	1.022422

### 3.2 Tahap Sintesis Sampel

#### 3.2.1 Pencampuran Serbuk

Setelah melakukan penimbangan sesuai komposisi bahan yang telah ditentukan, maka proses selanjutnya bahan dicampur dengan cara biasa. Proses pencampuran ini dilakukan dari bahan dengan komposisi paling sedikit lalu dicampurkan dengan bahan-bahan yang komposisinya lebih banyak, hal ini dilakukan agar proses pencampuran bisa lebih homogen. Pertama bahan SiO<sub>2</sub> yang sudah ditimbang yang merupakan bahan doping dengan komposisi paling

sedikit dimasukkan ke dalam *mortar agate* selanjutnya bahan ZnO yang sudah ditimbang dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam alat penggerus yang sama dengan terus melakukan penggerusan agar pencampurannya bisa lebih merata, setelah capuran kedua unsur tersebut dirasa sudah merata maka masukkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara bertahap sambil terus dilakukan penggerusan.

### **3.2.2 Penggerusan dan Penyaringan Serbuk**

Setelah seluruh bahan dicampurkan dalam *mortar agate*, maka dengan alat itu pula dilakukan penggerusan. Tahapan ini dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan homogenitas campuran yang tinggi. Penggerusan dilakukan selama 2 jam untuk komposisi yang telah dicampurkan. Setelah dilakukan penggerusan maka tahap selanjutnya adalah tahap penyaringan. Penyaringan ini dilakukan untuk memperoleh ukuran lolos 38 $\mu$ m. Adapun tujuan dari penyaringan ini adalah untuk mendapatkan material dengan ukuran partikel kecil sehingga didapatkan pelet dengan kerapatan tinggi pada saat proses kompaksi.

### **3.2.3 Kalsinasi**

Kalsinasi merupakan proses pemanasan yang dilakukan sebelum tahap sintering (*pre-sintering*). Pada proses kalsinasi ini dilakukan pada suhu dibawah suhu sinteringnya sekitar 800°C. Proses ini dilakukan dengan tujuan untuk memulai proses interdifusi reaksi padat-padat dari oksida-oksida penyusun material tersebut, membuat suatu struktur kimia dan kristalografi yang lebih uniform (homogenisasi ukuran partikel), dekomposisi bahan dasar sehingga serbuk menjadi lebih reaktif (Riady.N,2002).

Pada proses kalsinasi ini temperatur yang digunakan 800°C selama dua jam. Sebelum memasuki tahap berikutnya yaitu tahap kompaksi, maka bahan yang telah dikalsinasi tersebut terlebih dahulu dilakukan penggerusan dan penyaringan kembali dengan ukuran lolos sama seperti pada tahap sebelumnya yaitu 38  $\mu\text{m}$  dan kemurnian dilakukan penimbangan dengan berat untuk setiap peletnya yaitu 0,32 g.

#### **3.2.4 Kompaksi**

Kompaksi (pressing) ini dilakukan untuk memadatkan serbuk menjadi pelet. Kompaksi ini dilakukan untuk setiap bahan yang telah ditimbang dengan berat masing-masing sebesar  $\pm 0,32$  gram. Kompaksi dilakukan dengan memberikan tekanan pada bahan yang telah disiapkan sebesar 3,9 ton/cm<sup>2</sup> dengan lama penekanan 20 detik sehingga akan dihasilkan sampel padat yang berbentuk pelet.

#### **3.2.5 Sintering**

Sintering ini dilakukan untuk memperoleh ikatan yang kuat antar partikel-partikel serbuk yang telah berbentuk pelet. Temperatur sintering yang diberikan dibawah temperatur cair (tanpa melalui fasa lelehnya) yaitu berkisar antara 0,6 – 0,8 Tm dari temperatur leleh zat basis (Riady.N,2002). Disamping untuk memperoleh ikatan yang kuat antar partikel-partikel serbuk, sinter inipun dimaksudkan untuk menghilangkan pori-pori diantara serbuk awal (porositas menurun). Selama sintering terjadi perubahan bentuk dan ukuran pada butir (*grain*) dan pada pori-pori (*pores*). Temperatur sinter yang digunakan dalam

penelitian ini adalah  $1200^{\circ}\text{C}$ . Sintering dilakukan selama 2 jam pada atmosfer udara. Dalam proses sintering ini kenaikan temperatur di atur sedemikian rupa sehingga kenaikannya perlahan sekitar  $6^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ .

### **3.3 Karakterisasi**

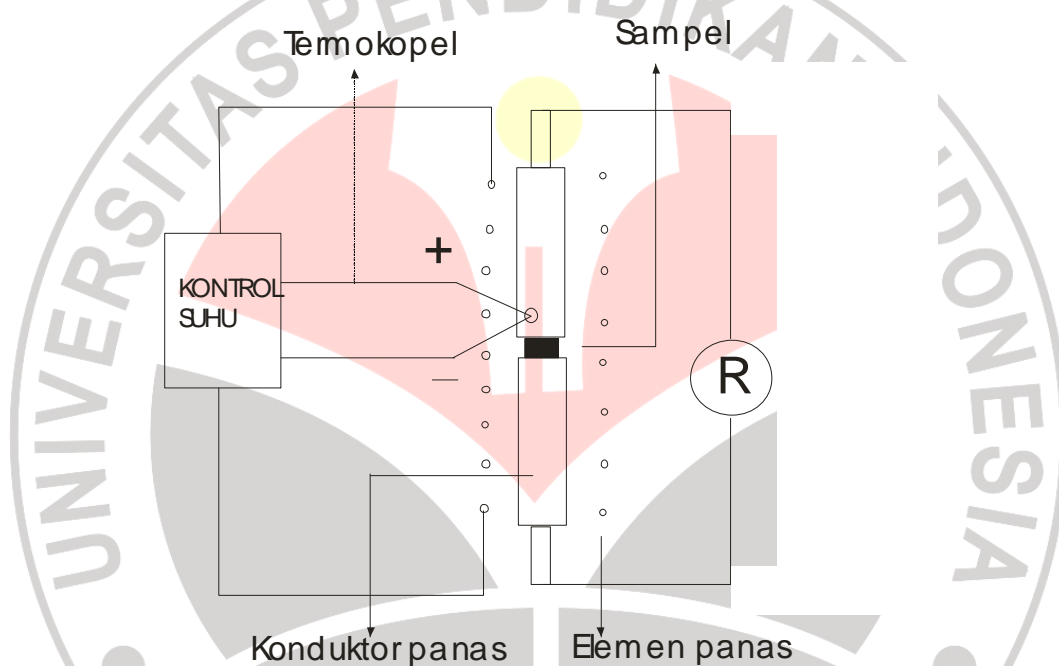
Setelah dilakukan tahap sintesis sehingga diperoleh sampel pelet, maka dilanjutkan pada tahap berikutnya yaitu karakterisasi yang meliputi pengukuran hambatan ( $R$ ) pada suhu yang berbeda, analisis difraksi sinar-X (XRD) dan evaluasi struktur mikro menggunakan SEM.

#### **3.3.1 Karakterisasi Listrik Keramik $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$**

Proses karakterisasi listrik dalam penelitian ini adalah untuk mengetahui perilaku nilai hambatan yang dipengaruhi oleh setiap temperatur. Proses karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Listrik, Gedung Metalurgi, Pusat Teknologi Nuklir Bahan Dan Radiometri (PTNBR) BATAN Bandung.

Sebelum melakukan pengukuran terlebih dahulu dilakukan preparasi terhadap sampel dengan melapisi permukaan sampel dengan perak yang sebelumnya dilakukan pengamplasan agar didapatkan permukaan sampel yang rata, kemudian dipanaskan pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  selama kurang lebih 10 menit ke dalam tungku agar lapisan perak dapat menempel dengan kuat pada sampel sehingga kontak dengan elektrodanya bisa terukur dengan baik.

Sampel yang sudah dilapisi perak kemudian dilapisi alumunium foil dimaksudkan agar lapisan perak tidak hilang dari permukaan sampel yang diakibatkan pengukuran yang berulang-ulang. Sampel diletakkan di antara dua elektroda untuk mengukur nilai hambatan ( $R$ ) pada suhu kamar hingga suhu  $100^{\circ}\text{C}$  dengan dilakukan pengukuran pada setiap rentang  $5^{\circ}\text{C}$ . Skema rangkaian alat ukur kelistrikan diperlihatkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Skema alat ukur karakterisasi listrik (PTNBR - BATAN Bandung).

Dari pengukuran ini di dapatkan nilai resistansi ( $R$ ) pada berbagai suhu kita dapat menentukan nilai konstanta termistor dengan terlebih dahulu membuat grafik hubungan  $\ln$  resistivitas terhadap  $1/T$ . Berdasarkan persamaan (2.4) diketahui bahwa gradien kurva tersebut merupakan nilai konstanta termistor. Nilai sensitivitas termistor dapat dicari dengan menggunakan persamaan (2.5) dari  $B$  yang telah diketahui untuk temperatur  $25^{\circ}\text{C}$ .

### 3.3.2 Karakterisasi Difraksi Sinar-X

Karakterisasi dengan menggunakan Difraktometer Sinar-X (XRD) ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk, mengetahui parameter kisi dan mengetahui pembentukan larutan padat antara  $ZnFe_2O_4$  dengan  $SiO_2$ .

Proses XRD dilakukan di Departemen Pertambangan Institut Teknologi Bandung (ITB). Dengan menggunakan panjang gelombang Cu ( $\lambda = 1.54056$  angstrom) yang ditembakkan pada sampel akan diketahui struktur kristalnya dari pola grafik hubungan intensitas relatif terhadap  $2\theta$ . Jika struktur kristalnya berbentuk kubus maka parameter kisi dapat ditentukan melalui persamaan (Cullity, B.D., 1956):

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left( \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right) \quad (3.1)$$

Dengan  $h$ ,  $k$  dan  $l$  adalah indeks miller.

### 3.3.3 Karakterisasi Struktur Mikro

Karakterisasi penunjang lainnya adalah karakterisasi struktur mikro dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Dengan karakterisasi struktur mikro dapat diketahui ukuran butir, fasa yang terjadi pada proses sintering dan kelarutan dari bahan-bahan yang terkandung dalam butir dari sampel yang telah disinter pada suhu  $1200^\circ C$  dengan komposisi doping yang berbeda. Karakterisasi dengan SEM dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan (PPGL) Bandung.