

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metode Desain

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah eksperimen. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan keramik komposit CSZ-Ni dengan menggunakan metode *tape casting*.

3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di kelompok Fisika Bahan Dasar Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri-Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR-BATAN) yang berlokasi di Jalan Tamansari, No. 71, Bandung 40132.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Peralatan yang digunakan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Neraca digital
2. Mesin pencampur
3. Pipet
4. Kertas timbang
5. Tungku carbolite

6. Tungku pembakar
7. Keramik alumina
8. Bola alumina
9. Kaca
10. Multimeter digital
11. Mikrometer sekrup
12. Pengggaris
13. Spatula
14. Alat reduksi
15. Cutter
16. Gunting
17. Tempat mencetak slurry (alat *tape casting*)
18. Kertas amplas

3.3.2 Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

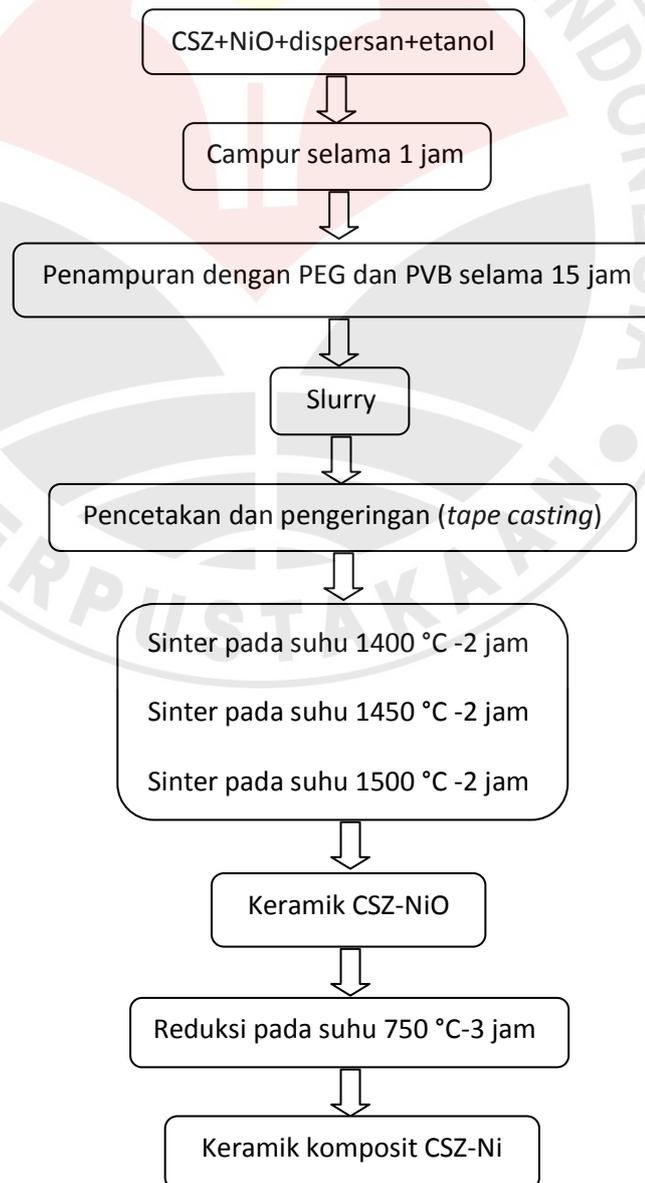
- | | |
|-------------------|------------|
| 1. CSZ | 5. PEG |
| 2. NiO, green | 6. PVB |
| 3. Dispersan | 7. Alkohol |
| 4. Pelarut etanol | 8. Perak |

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Diagram alur pembuatan dan karakterisasi keramik komposit csz-ni

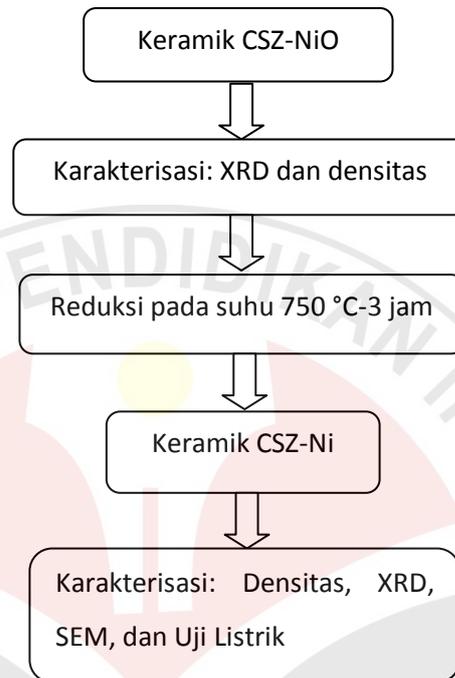
Dalam proses pembuatan keramik ini dilakukan dengan mencampurkan CSZ dengan NiO dan membentuk keramik CSZ-Ni melalui proses reduksi. Adapun prosedurnya sebagai berikut:

3.4.1.1 diagram alur pembuatan keramik komposit csz-nio



Gambar 3.1 Alur pembuatan keramik komposit CSZ-Ni
 Fania Zatalini K, 2013
 Pengaruh Suhu Sinter Terhadap Karakteristik Listrik Keramik Komposit CSZ-Ni Yang Dibuat Dengan Metode Tape Casting
 Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu

3.4.1.2 diagram alur tahap karakterisasi keramik komposit csz-ni



Gambar 3.2 Alur tahap karakterisasi keramik komposit CSZ-Ni

3.4.2 Penjelasan diagram alur pembuatan keramik komposit csz-ni

3.4.2.1 proses pembuatan keramik komposit csz-ni:

1. Pencampuran

Serbuk CSZ dan NiO dicampur dengan perbandingan komposisi sebesar 40%:60%. Serbuk keramik CSZ-NiO ini akan dicampur lagi dengan dispersan dengan komposisi 1% dan etanol dengan komposisi 36%. Kemudian dimasukkan bola-bola alumina sebagai pemberat ke dalam campuran bahan tersebut dan semua bahan dikocok dengan menggunakan mesin pencampur selama 1 jam.

Setelah bahan tercampur, PEG dengan komposisi 8% dan PVB dengan komposisi 6% dimasukkan ke dalam bahan yang sudah

tercampur. Kemudian dikocok kembali dengan menggunakan mesin pencampur selama 15 jam.

2. Pencetakan

Bahan-bahan yang telah tercampur dinamakan slurry. Kemudian slurry dicetak diatas alat pencetak (seperti film lembaran) dengan menggunakan metode *tape casting*. Setelah slurry mengering, kemudian dipotong dengan ukuran 1x1 cm menjadi beberapa bagian.

3. Sintering

Setelah terbentuk beberapa sampel dengan ukuran 1x1 cm, kemudian sampel-sampel tersebut dibagi untuk disinter pada suhu yang berbeda-beda, yaitu pada suhu 1400 °C, 1450 °C, dan 1500 °C, masing-masing selama 2 jam. Proses sintering ini dilakukan pada suhu yang berbeda-beda dengan tujuan untuk mengetahui bagaimana pengaruh suhu sinter terhadap karakteristik keramik komposit CSZ-Ni nantinya. Proses sintering ini merupakan salah satu proses yang sangat penting dalam pembuatan keramik. Sintering adalah proses pengubahan serbuk padat menjadi keramik yang padat dan kuat melalui proses pemanasan (Barsoum, 1997) atau proses perlakuan panas dimana partikel diikat bersama membentuk struktur yang koheren oleh mekanisme transpor massa yang terjadi dalam level atomik (Alice C. De Bellis, 2002) . Dalam sintering beberapa proses terjadi pada saat yang bersamaan yaitu pertumbuhan butir, penyusutan bahan, penghilangan pori-pori, dan penyatuan batas-batas butir (Van

Vlack, 1995). Teknik sintering digunakan untuk meningkatkan kerapatan keramik sesuai dengan mikrostruktur dan komposisi fasa yang diinginkan (Rahaman, 2006). Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi proses sintering diantaranya bahan aktif, suhu sinter, waktu sinter, tekanan, dan atmosfer sinter (Barsoum, 1997). Setelah disintering, timbang dan ukur masing-masing rapat massa sampel.

4. Reduksi

Setelah disinter, untuk menghilangkan gas oksigen yang terdapat pada keramik CSZ-NiO, masing-masing sampel yang telah disinter kemudian direduksi pada suhu 750 °C selama 3 jam dengan menggunakan 12% gas hidrogen sehingga membentuk keramik CSZ-Ni. Sampel yang direduksi, kemudian ditimbang dan masing-masing diukur rapat massanya.

3.4.2.2 Karakterisasi Keramik Komposit CSZ-Ni

1. Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X adalah sebuah metode yang digunakan untuk karakterisasi bahan agar diperoleh informasi-informasi sebagai berikut:

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

Analisis difraksi sinar-X ini menggunakan panjang gelombang sebesar 1,54056 angstrom. Hasil pengujian XRD

dilakukan untuk mengetahui perubahan pola XRD akibat variasi suhu sinter. Besaran yang diperlukan untuk mengetahui struktur kristal adalah sudut pendifraksi 2θ . Dari sudut pendifraksi ini akan diperoleh nilai A yang paling sering muncul, dimana nilai ini akan dijadikan sebagai nilai HKLnnya. Selanjutnya dapat ditentukan pula nilai parameter kisi dari nilai A yang sering muncul seperti yang ditunjukkan pada persamaan berikut:

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

$$\frac{\sin^2\theta}{A} = (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.2)$$

$$\text{Dimana : } A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (\lambda = 1,54) \quad (3.3)$$

Sehingga, nilai parameter kisi (a):

$$a = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4A}} \quad (3.4)$$

Setelah diperoleh nilai parameter kisi, selanjutnya hasil dari perhitungan ini akan disesuaikan dengan data yang terdapat pada JCPDS-*International Centre for Diffraction Data* (Joint Committee of Powder Diffraction Standard) untuk fase CSZ, NiO, dan Ni. Apabila data yang diperoleh dari hasil perhitungan

sesuai dengan data JCPDS maka keramik ini memiliki struktur kubik untuk CSZ dan Ni dan struktur rhombohedral untuk NiO.

2. SEM (*Scanning Electron Microscope*)

SEM adalah mikroskop elektron yang memiliki pembesaran yang lebih tinggi dibandingkan dengan mikroskop optik. Karakterisasi permukaan di sini digunakan untuk mengetahui struktur mikro diantaranya porositas dan ukuran butirnya. Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium Geologi, Pusat Penelitian Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung.

3. Densitas (*Rapat Massa*)

Untuk menghitung densitas keramik sebelum dan setelah reduksi, terlebih dahulu menghitung berat keramik, tebal keramik, dan luas keramik dengan menggunakan mikrometer sekrup. Perhitungan densitas dapat dilakukan melalui persamaan dibawah ini :

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (3.5)$$

Dengan : ρ = densitas keramik (g/cm^3) v = volume (cm^3)

m = massa keramik (g)

4. Sifat Listrik

Karakterisasi terakhir adalah karakterisasi sifat listrik yang bertujuan untuk mengetahui nilai konduktivitas listrik dari

keramik komposit CSZ-Ni. Untuk mendapatkan nilai konduktivitas listrik ini terlebih dahulu dilakukan pengukuran nilai resistansi. Resistansi dapat dicari dengan pemberian kontak pada keramik dengan dilapisi perak pada permukaan atas sebagai katode dan permukaan bawah keramik sebagai anode agar dihasilkan aliran listrik. Keramik yang telah dilapisi perak terlebih dahulu dipanaskan pada suhu 500°C (sampel langsung dikeluarkan ketika mencapai suhu ini) . Pemberian kontak ini dimaksudkan sebagai jalur penghubung untuk rangkaian listrik. Keramik diletakkan di atas aluminium foil karena keramik ini tipis sehingga akan susah jika menghubungkan kedua permukaan dengan kabel penghubung. Konduktivitas listrik diukur dengan menggunakan alat multimeter digital. Pada alat ini akan langsung diperoleh nilai resistansinya. Setelah mendapatkan nilai resistansi, kemudian dihitung nilai resistivitas dengan menggunakan persamaan (3.7) :

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad (3.6)$$

$$\rho = \frac{AR}{l} \quad (3.7)$$

Dengan:

$$R = \text{hambatan } (\Omega)$$

$$\rho = \text{resistivitas } (\Omega.\text{cm})$$

$$\sigma = \text{konduktivitas } (\Omega^{-1}.\text{cm}^{-1})$$

$l = \text{tebal sampel (cm)}$

$A = \text{luas (cm}^2\text{)}$

Dari nilai resistivitas dapat diperoleh nilai konduktivitas listrik yang diformulasikan pada persamaan (3.8).

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (3.8)$$

Dengan:

$\sigma = \text{konduktivitas listrik (}\Omega^{-1}.\text{cm}^{-1}\text{)}$