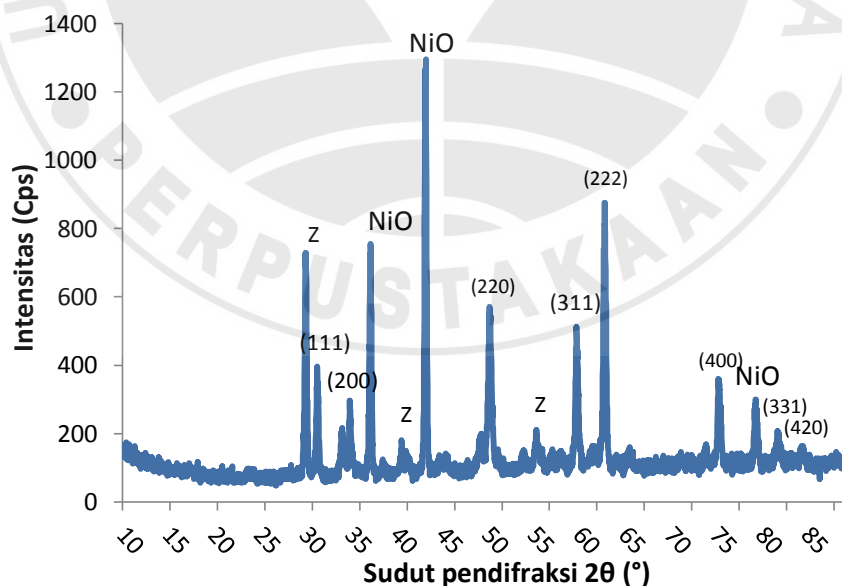


BAB IV

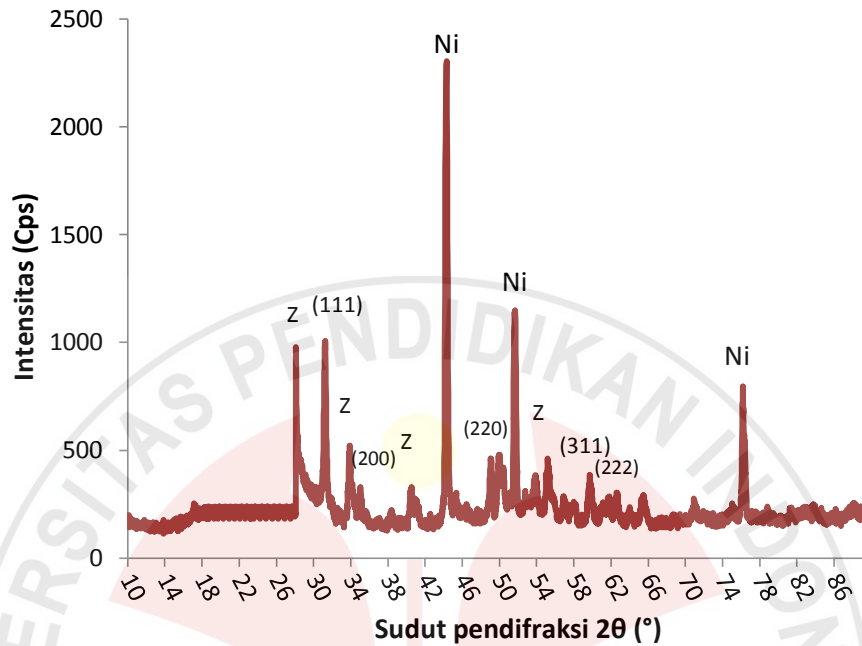
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Suhu Sinter Terhadap Struktur Kristal

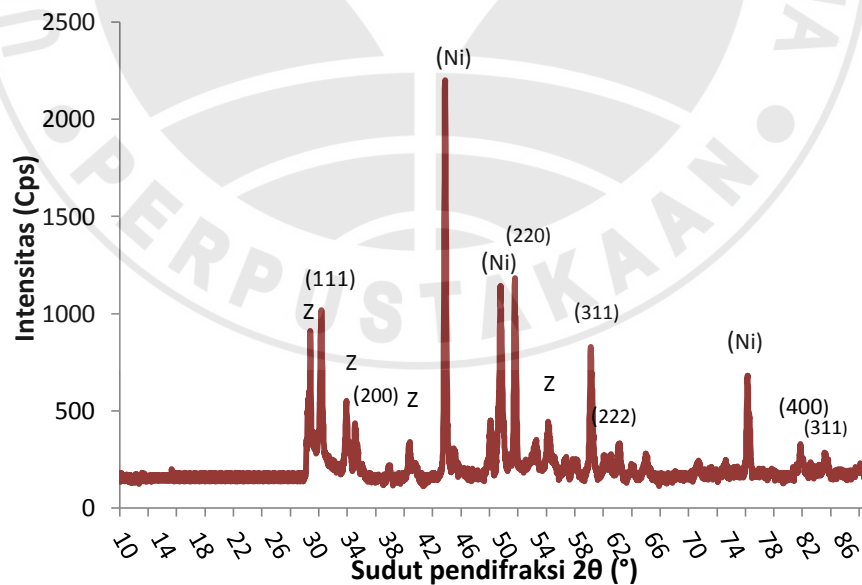
Hasil karakterisasi struktur kristal dengan menggunakan pola difraksi sinar-X (XRD) keramik komposit CSZ-Ni sebelum reduksi yang disinter pada suhu 1450 °C selama 2 jam yang terlihat pada gambar 4.1 dan yang disinter pada suhu 1400 °C, dan 1450 °C, dan 1500 °C masing-masing selama 2 jam yang direduksi pada suhu 750 °C selama 3 jam yang ditunjukkan pada gambar 4.2, 4.3 dan 4.4.



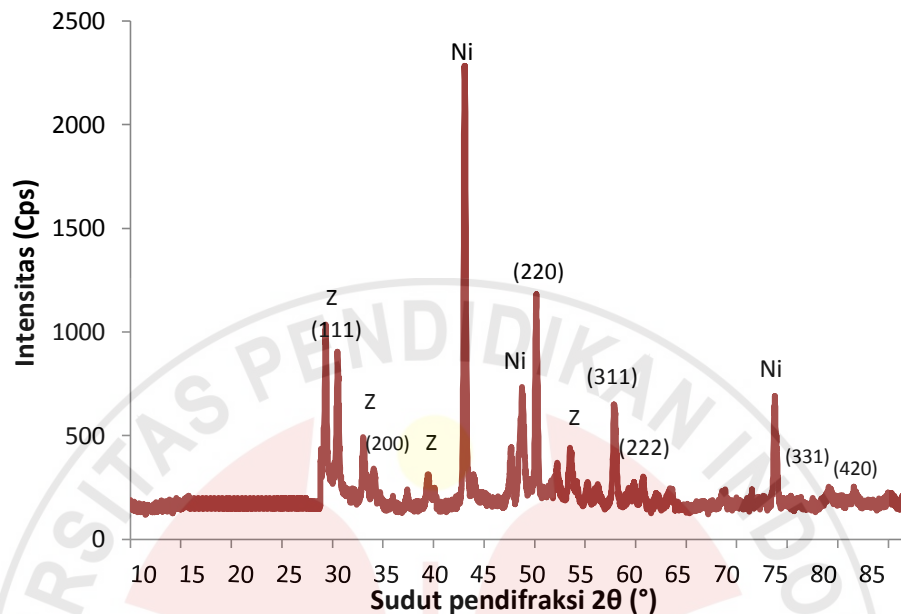
Gambar 4.1 Pola XRD keramik komposit CSZ-NiO yang disinter pada suhu 1450 °C sebelum reduksi (Z=ZrO₂)



Gambar 4.2 Pola XRD keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1400 °C setelah reduksi ($Z=ZrO_2$)



Gambar 4.3 Pola XRD keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1450 °C setelah reduksi ($Z=ZrO_2$)



Gambar 4.4 Pola XRD keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1500 °C setelah reduksi ($Z=ZrO_2$)

Pada gambar 4.1, terlihat dari puncak bahwa di dalam keramik sebelum mengalami reduksi terdapat tiga fase yaitu CSZ, NiO, dan ZrO_2 monoklinik. Pola XRD pada sudut pendifraksi 2θ (10° sampai 85°) diambil 16 puncak sebagai data perhitungan perbandingan dengan data JCPDS. Fase-fase yang terdapat pada puncak-puncak pola XRD diperoleh dari hasil perhitungan yang dibandingkan dengan data pola difraksi JCPDS CSZ, NiO, Ni, dan ZrO_2 .

Pada gambar 4.2 terlihat dari puncak bahwa di dalam keramik yang disinter pada suhu 1400 °C setelah reduksi terdapat tiga fase yaitu CSZ, Ni, dan ZrO_2 monoklinik. Ini menunjukkan bahwa di dalam keramik sudah tidak mengandung oksigen karena sudah tereduksi sempurna. Pola XRD pada sudut pendifraksi 2θ (10° sampai 85°) diambil 13 puncak sebagai data perhitungan perbandingan dengan data JCPDS. Fase-fase yang terdapat pada puncak-puncak pola XRD

diperoleh dari hasil perhitungan yang dibandingkan dengan data pola difraksi JCPDS CSZ, Ni, dan ZrO₂.

Pada gambar 4.3 terlihat dari puncak bahwa di dalam keramik yang disinter pada suhu 1450 °C setelah reduksi terdapat tiga fase yaitu CSZ, Ni, dan ZrO₂ monoklinik. Ini menunjukkan bahwa di dalam keramik NiO tereduksi sempurna. Pola XRD pada sudut pendifraksi 2θ (10° sampai 85°) diambil 13 puncak sebagai data perhitungan perbandingan dengan data JCPDS. Fase-fase yang terdapat pada puncak-puncak pola XRD diperoleh dari hasil perhitungan yang dibandingkan dengan data pola difraksi JCPDS CSZ, Ni, dan ZrO₂.

Pada gambar 4.4 terlihat dari puncak bahwa di dalam keramik yang disinter pada suhu 1500 °C setelah reduksi terdapat tiga fase yaitu CSZ, Ni, dan ZrO₂ monoklinik. Ini menunjukkan bahwa di dalam keramik NiO sudah tereduksi sempurna. Pola XRD pada sudut pendifraksi 2θ (10° sampai 85°) diambil 13 puncak sebagai data perhitungan perbandingan dengan data JCPDS. Fase-fase yang terdapat pada puncak-puncak pola XRD diperoleh dari hasil perhitungan yang dibandingkan dengan data pola difraksi JCPDS CSZ, Ni, dan ZrO₂.

Perbedaan hasil pola XRD antara keramik CSZ-Ni sebelum dan setelah direduksi terdapat pada kandungan yang ada di dalam keramik. Dapat dilihat bahwa di dalam keramik CSZ-Ni sebelum direduksi masih mengandung NiO, sedangkan di dalam keramik CSZ-Ni setelah direduksi sudah tidak terdapat NiO, artinya keramik NiO sudah tereduksi sempurna.

Dari keempat hasil pola XRD keramik CSZ-Ni di atas, diperoleh nilai parameter kisi berdasarkan suhu sinternya dapat dilihat pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Nilai parameter kisi pada keramik komposit CSZ-Ni

Sebelum/setelah reduksi	Suhu Sinter ($^{\circ}\text{C}$)	Nilai Parameter Kisi (a) (\AA)		
		CSZ	NiO	Ni
Sebelum reduksi	1450	5,135	a=b=2,965 c=7,344	-
Setelah reduksi	1400	5,135	-	3,5157
Setelah reduksi	1450	5,146	-	3,5238
Setelah reduksi	1500	5,124	-	3,5238

Nilai parameter kisi untuk sampel sebelum reduksi untuk komposisi CSZ sama dengan nilai parameter kisi CSZ yang terdapat pada data JCPDS dan untuk komposisi Ni sama dengan nilai parameter kisi Ni yang terdapat pada data JCPDS, sedangkan nilai parameter kisi untuk komposisi NiO hampir sama dengan nilai parameter kisi NiO yang terdapat pada data JCPDS. Hal ini menunjukkan bahwa struktur kristal di dalam sampel keramik komposit CSZ-Ni sebelum direduksi memiliki dua fase yaitu CSZ yang berstruktur kubik dengan pusat muka FCC dan NiO yang berstruktur rhombohedral.

Nilai parameter kisi sampel dari ketiga suhu sinter setelah reduksi untuk komposisi CSZ sama dengan nilai parameter kisi CSZ yang terdapat pada data JCPDS dan untuk komposisi Ni sama dengan nilai parameter kisi Ni yang terdapat pada data JCPDS. Hal ini menunjukkan bahwa struktur kristal di dalam sampel keramik komposit CSZ-Ni merupakan struktur kubik dengan pusat muka FCC. Variasi suhu sinter ternyata tidak mempengaruhi struktur kristal pada keramik CSZ-Ni.

Pemberian serbuk NiO terhadap keramik CSZ-Ni ternyata tidak mempengaruhi struktur kristal CSZ, karena pemberian serbuk ini bertujuan untuk memperbaiki sifat listrik yang dimiliki oleh bahan CSZ.

4.2 Pengaruh Suhu Sinter Terhadap Densitas (Rapat Massa)

Dari hasil perhitungan rapat massa (densitas) untuk keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1400 °C, 1450 °C, dan 1500 °C dan masing-masing direduksi pada suhu 750 °C dapat dilihat pada lampiran 1. Besarnya suhu sintering dan proses reduksi ternyata mempengaruhi harga densitas masing-masing keramik komposit CSZ-Ni yang dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Harga densitas (ρ) antara densitas keramik yang disinter pada suhu yang berbeda-beda sebelum dan sesudah reduksi.

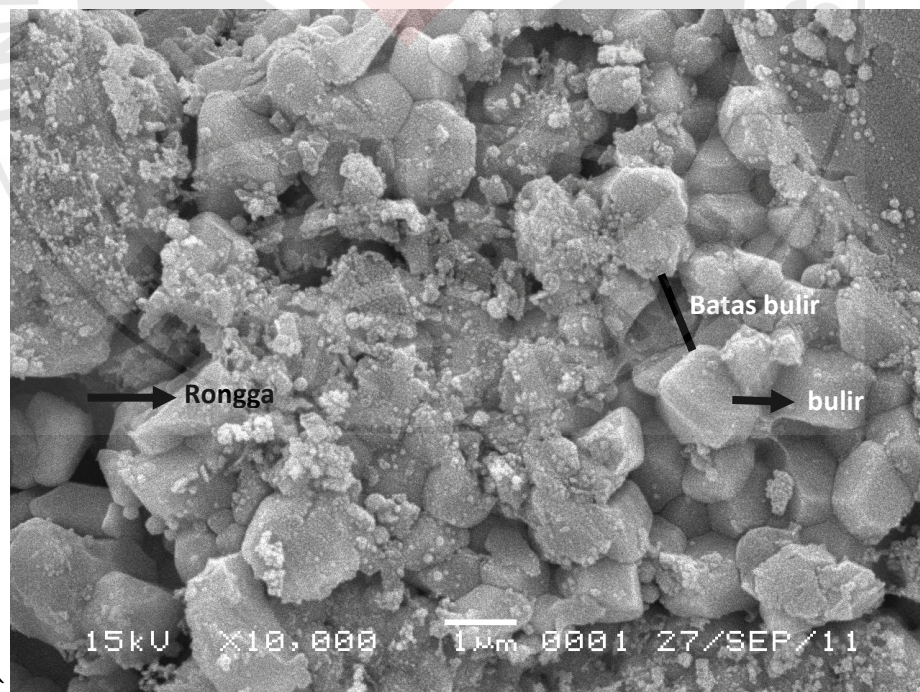
No	Sampel	ρ sebelum reduksi (ρ_{awal}) [g/cm ³]	ρ setelah reduksi (ρ_{akhir}) [g/cm ³]	Perubahan Densitas ($\Delta\rho$) [g/cm ³]
1	Sampel yang disinter pada suhu 1400 °C-2 jam	2,5757	2,3580	0,2177
2	Sampel yang disinter pada suhu 1450 °C-2 jam	2,7130	2,4780	0,2350
3	Sampel yang disinter pada suhu 1500 °C-2 jam	3,6806	3,3470	0,3336

Dari tabel di atas dapat dilihat bahwa harga densitas antar keramik yang diukur pada suhu sintering yang berbeda-beda dan densitas keramik yang diukur setelah proses reduksi hasilnya berbeda-beda. Ini dipengaruhi oleh besarnya suhu sintering dan proses reduksi. Pada proses sintering keramik mengalami penyusutan, kehilangan pori-pori dan penyatuan batas-batas butir, sehingga keramik akan mengalami peningkatan kerapatan. Jadi, semakin tinggi suhu sintering, maka densitas keramik akan semakin besar. Setelah keramik mengalami proses reduksi, harga densitas masing-masing keramik semakin kecil karena

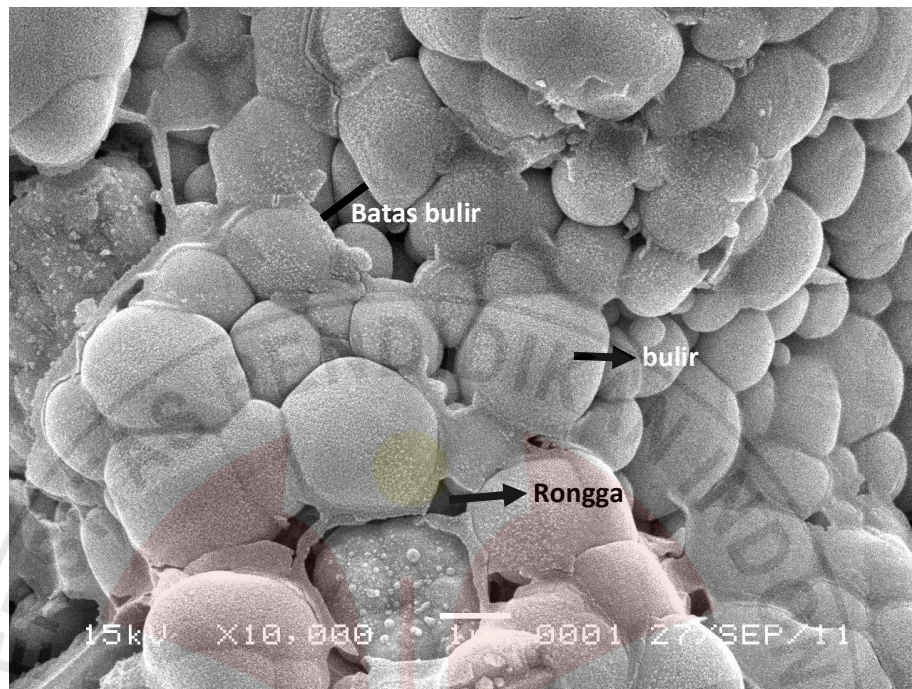
sampel yang sebelum direduksi masih mengandung oksigen pada NiO setelah direduksi kehilangan oksigen. Akibatnya terdapat banyak rongga pada keramik komposit CSZ-Ni. Hal ini menunjukkan bahwa NiO pada keramik ini mengalami proses reduksi menjadi Ni. Keramik yang disinter pada suhu 1500 °C memiliki kerapatan paling besar.

4.3 Pengaruh Suhu Sinter Terhadap Porositas

Hasil karakterisasi foto struktur mikro keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1450 °C dan 1500 °C selama 2 jam dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang ditunjukkan pada gambar 4.5 dan 4.6.



Gambar 4.5 Hasil Foto SEM keramik komposit CSZ-Ni pada suhu sinter 1450 °C



Gambar 4.6 Hasil Foto SEM keramik komposit CSZ-Ni pada suhu sinter 1500 °C

Dari kedua hasil foto SEM di atas yang telah dimasukkan ke dalam program OPTIMAS, diperoleh jumlah persentasi porositas yang berbeda-beda berdasarkan dengan suhu sinternya masing-masing. Perhitungan ini menggunakan perbesaran 10000x. Hasil porositas dengan menggunakan OPTIMAS ini dapat dilihat pada lampiran 3.

Tabel 4.3 Hasil jumlah persentasi porositas yang menggunakan program OPTIMAS

Suhu Sinter (°C)	Persentasi Porositas (%)
1450	47,9
1500	37,9

Dapat dilihat, keramik CSZ-Ni pada suhu sinter 1450 °C memiliki persentasi porositas lebih besar, ini menunjukkan bahwa tingkat kerapatan pada

keramik ini rendah. Sedangkan pada keramik CSZ-Ni pada suhu sinter 1500 °C memiliki jumlah persentasi porositas lebih kecil, ini menunjukkan bahwa tingkat kerapatan pada keramik ini tinggi.

Apabila dibandingkan dengan interval persentasi porositas yang terdapat pada literatur (20-40%), keramik ini memiliki persentasi porositas yang terlalu tinggi sehingga belum bisa memenuhi syarat sebagai anode SOFC.

4.4 Pengaruh Suhu Sinter Terhadap Konduktivitas Listrik

Keramik komposit CSZ-Ni yang telah mengalami reduksi kemudian diuji kelistrikkannya. Pengujian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui seberapa besar nilai konduktivitas listrik yang terdapat pada keramik komposit CSZ-Ni yang disinter dan direduksi pada suhu yang telah ditentukan.

Pada lampiran 4 dapat dilihat hasil perolehan nilai konduktivitas listrik dari masing-masing suhu reduksi seperti yang ditunjukkan pada tabel dibawah ini.

Tabel 4.4 Nilai konduktivitas listrik dari masing-masing suhu reduksi

Suhu Sinter (°C)	Konduktivitas Listrik ($\Omega \cdot \text{cm}$) ⁻¹
1400	0,2450
1450	0,3134
1500	0,5387

Keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1400 °C memiliki nilai tahanan sebesar 0,23796 Ω dan nilai konduktivitas listrik 0,2450 ($\Omega \cdot \text{cm}$)⁻¹, keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1450 °C memiliki nilai tahanan sebesar 0,16936 Ω dan nilai konduktivitas listrik 0,3134 ($\Omega \cdot \text{cm}$)⁻¹ dan

keramik komposit CSZ-Ni yang disinter pada suhu 1500 °C memiliki nilai tahanan sebesar 0,11138 Ω. Dapat dilihat bahwa nilai tahanan berbanding terbalik dengan nilai konduktivitas listrik. Perbedaan nilai tahanan pada keramik komposit CSZ-Ni ini dipengaruhi oleh densitas (ρ). Semakin besar densitas (ρ) maka nilai konduktivitas listrik semakin tinggi.

Selain itu juga, dengan berkurangnya persentase porositas, maka nilai konduktivitasnya akan semakin besar. Ini menunjukkan bahwa hambatannya semakin kecil sehingga elektron yang mengalir banyak. Sedangkan jika persentase porositasnya bertambah, maka nilai konduktivitasnya akan semakin kecil. Ini menunjukkan bahwa hambatannya akan semakin besar sehingga elektron yang mengalir semakin berkurang karena elektron akan terperangkap pada rongga-rongga yang terdapat pada keramik. Ini juga terlihat dari hasil pola XRD yang menunjukkan bahwa setelah direduksi NiO berubah menjadi logam Ni. Ini berarti banyaknya kekosongan yang ditinggalkan oksigen akan mempengaruhi nilai hambatan.

Apabila dilihat dari nilai konduktivitas yang terdapat pada literatur, keramik ini memenuhi syarat sebagai anode SOFC, karena interval konduktivitas listriknya terdapat antara 10^{-3} - 10^3 ($\Omega \cdot \text{cm}$)⁻¹.