

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Metode penelitian**

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah eksperimen. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan keramik komposit pelet CSZ-Ni dengan menggunakan metode kompaksi serbuk.

#### **3.2 Lokasi penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di kelompok Fisika Bahan Dasar Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR-BATAN) Bandung 40132.

#### **3.3 Waktu penelitian**

Waktu penelitian dilaksanakan pada:

Tanggal : Maret 2010 - September 2010

Hari : Senin - Jum'at

Pukul : 08:00 WIB - 16:00 WIB

#### **3.4 Alat dan Bahan**

##### **3.4.1 Peralatan yang digunakan:**

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Spatula
2. Cawan

3. Tungku Carbolite
4. Mesin penggerus
5. Kertas timbangan
6. Mortal agate
7. Neraca digital METTLER AB 104
8. Sendok kecil
9. Tungku pemanas *muffle*
10. Multimeter
11. *Power supply*
12. Keramik alumina (sebagai wadah/tempat sampel yang akan dibakar)

#### **3.4.2 Bahan –bahan yang digunakan:**

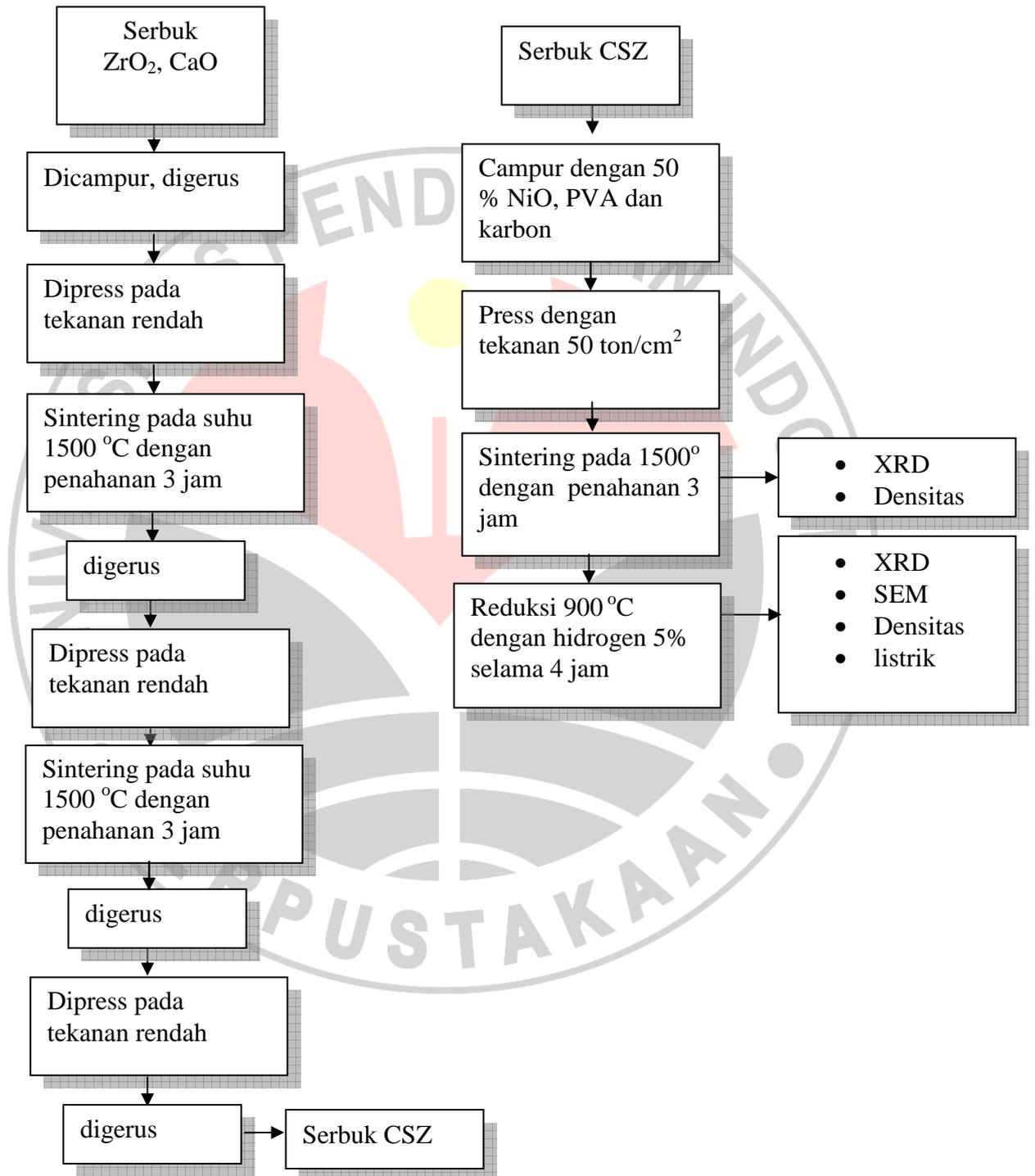
Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Serbuk  $ZrO_2$
2. Serbuk CaO
3. Serbuk NiO
4. Karbon
5. PVA

### 3.5 Alur pembuatan keramik CSZ-Ni dengan aditif Karbon+PVA

Tahap I : Pembuatan CSZ

Tahap II : Pembuatan CSZ-Ni



Gambar 3.1 Alur pembuatan keramik Ni-CSZ dengan aditif Karbon+PVA

### 3.6 Penjelasan diagram alir

Pada penelitian ini disintesis keramik komposit pelet CSZ-Ni dengan penambahan karbon dan PVA dengan menggunakan metoda kompaksi serbuk. Pelet CSZ-Ni ini terbuat dari serbuk NiO, CaO, ZrO<sub>2</sub> dan aditif Karbon+PVA.

#### 3.6.1 Pembuatan Keramik CSZ-Ni dengan aditif Karbon+PVA

##### a) Pembuatan CSZ (Calcia yang distabilkan dengan zirkonia)

Tahap awal yang dilakukan dalam pembuatan pelet CSZ-Ni ini adalah dengan membuat terlebih dahulu CSZ yang terdiri dari CaO dan ZrO<sub>2</sub>. Perbandingan komposisi CaO dan ZrO<sub>2</sub> adalah 15% mol dan 85% mol.

$$\begin{aligned}\% \text{ berat ZrO}_2 &= \frac{85\% \times MrZrO_2}{(85\% \times MrZrO_2) + (15\% \times MrCaO)} \times 100\% \\ &= \frac{0,85 \times 123,22}{(0,85 \times 123,22) + (0,15 \times 56,08)} \times 100\% \\ &= 92,5\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ berat CaO} &= 100\% - \% \text{ berat ZrO}_2 \\ &= 7,5\%\end{aligned}$$

Massa CSZ yang ingin dihasilkan adalah 12 gram sehingga massa yang digunakan untuk CaO dan ZrO<sub>2</sub> masing-masing adalah 0,9 gram dan 11,1 gram. Bahan CaO dan ZrO<sub>2</sub> setelah dicampur dengan komposisi yang diinginkan kemudian digerus dengan menggunakan mesin penggerus selama 30 menit (3x10 menit). Campuran CaO dan ZrO<sub>2</sub> tersebut kemudian di press pada tekanan rendah kemudian hasil press yang berbentuk pelet tersebut disinter pada suhu 1500 °C dengan penahanan 3 jam. Pelet yang telah disinter kemudian dihancurkan dengan

mortal agate dan digerus dengan menggunakan mesin penggerus selama 30 menit (3x10 menit). Campuran  $ZrO_2$  dan  $CaO$  yang telah halus tersebut kemudian kembali dipress pada tekanan rendah dan disinter pada  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Pelet yang telah disinter kemudian dibuat menjadi serbuk kembali dengan menggunakan mortal agate dan mesin penggerus, untuk selanjutnya serbuk CSZ yang telah terbentuk akan dicampur dengan  $NiO$ , PVA dan karbon. Proses pengepressan dan penyinteran yang berulang ini dilakukan untuk mendapatkan campuran  $CaO$  dan  $ZrO_2$  yang benar-benar homogen.

**b) Proses Pembuatan CSZ-Ni**

Serbuk CSZ yang telah dibuat kemudian dicampur dengan  $NiO$  dengan perbandingan komposisi 50%:50%. Setelah itu dicampur dengan PVA dan Karbon. Komposisi PVA dibuat tetap yaitu 2% sedangkan komposisi karbon dibuat masing-masing 0%, 4% dan 8%. Perbandingan persen berat CSZ,  $NiO$ , PVA dan karbon ditunjukkan pada Tabel 3.1.

**Tabel 3.1 Perbandingan persen berat**

%berat				
No.	CSZ	$NiO$	PVA	Karbon
1.	49	49	2	0
2.	47	47	2	4
3.	45	45	2	8

Dari perhitungan persen berat dibuat perbandingan bahan dalam 4 gram yang ditunjukkan pada Tabel 3.2.

**Tabel 3.2 Perhitungan komposisi dibuat dalam 4 gram**

Dibuat dalam 4 gram				
No.	CSZ	NiO	PVA	Karbon
1.	1,96	1,96	0,08	0
2.	1,88	1,88	0,08	0,16
3.	1,8	1,8	0,08	0,32

**c) Kompaksi**

Setelah semua bahan tercampur sesuai dengan komposisi yang diharapkan tahapan selanjutnya adalah penimbangan. Bahan yang telah tercampur ditimbang sebanyak 0,15 gram kemudian dibungkus dengan kertas timbangan untuk kemudian dilanjutkan pada tahapan kompaksi. Tahap kompaksi ini bertujuan untuk membentuk CSZ-NiO dengan aditif PVA+karbon menjadi bentuk padatan. Campuran serbuk yang telah ditimbang dimasukkan kedalam cetakan yang berdiameter 6 mm dengan beban penekanan yang diberikan sebesar 50 ton/cm<sup>2</sup> kemudian ditahan selama 20 detik. Hasil yang diperoleh pada tahap kompaksi ini berupa pelet mentah.

**d) Proses Sintering**

Pelet mentah yang terbentuk kemudian diukur rapat massanya kemudian dilakukan proses sintering. Sebelum dilakukan proses sintering, pelet mentah

tersebut ditempatkan terlebih dahulu pada keramik dan diurutkan agar tidak bertukar antara pelet satu dengan lainnya dimana masing-masing pelet tersebut memiliki rapat massa yang berbeda.

Proses sinter merupakan salah satu proses yang sangat penting dalam pembuatan keramik. Proses penyinteran ini dilakukan pada suhu 1500 °C dengan penahanan 3 jam. Proses ini terbagi menjadi 3 tahap. Tahap pertama yaitu proses pemanasan dengan laju pemanasan 10°C/menit. Tahap kedua penahanan 1500 °C selama 3 jam dan tahap terakhir adalah penurunan dengan laju 10°C/menit sampai suhu ruang .

**e). Proses reduksi**

Pelet yang terbentuk setelah proses sintering kemudian diukur kembali rapat massanya. Setelah itu dilakukan proses reduksi sampai suhu 900° dengan penahanan 4 jam dengan menggunakan gas hidrogen 5%. Seperti halnya proses sintering, proses reduksi juga terdiri dari 3 tahap. Tahap pertama yaitu proses pemanasan sampai suhu 900° C . Tahap kedua penahanan 900° selama 4 jam dan tahap terakhir yaitu penurunan sampai suhu ruang. Reduksi NiO dengan gas hidrogen menyebabkan NiO menjadi Ni dengan melepaskan oksigen sehingga menimbulkan banyak pori yang diharapkan dapat mengalirkan gas bahan bakar dengan lebih optimal.

### 3.6.2 Karakterisasi Keramik CSZ-Ni dengan aditif Karbon+PVA

#### a). Difraksi sinar-X

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 dilakukan dengan menggunakan panjang gelombang target CuK  $\alpha$  ( $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$ ) yang ditembakkan pada sampel pelet hasil proses sintering sebelum dan setelah reduksi pada suhu 900 °C dengan gas hidrogen 5 %. Perumusan tentang persyaratan berkas difraksi sinar-x tersebut dinyatakan dalam hukum Bragg persamaan (2.4).

#### b). Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Karakterisasi SEM disini digunakan untuk mengetahui struktur mikro diantaranya porositas dan ukuran butirnya. Pengujian SEM dilakukan di laboratorium Geologi Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung.

#### c). Densitas (kerapatan)

Untuk menghitung densitas pelet mentah sebelum dan setelah reduksi maka dilakukan pengukuran tinggi pelet, diameter pelet untuk memperoleh

besaran volum pelet dan massa pelet, sehingga diperoleh densitas pelet dari persamaan 3.1.

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \text{(Persamaan 3.1)}$$

dimana

$\rho$  = Densitas pelet ( $\text{g/cm}^3$ )

m = Massa pelet (g)

v = Volume pelet ( $\text{cm}^3$ )

#### d). Porositas

Untuk menghitung porositas selain harus mengetahui massa jenis hasil pengukuran, kita juga harus mengetahui massa jenis teoritis. Perhitungan porositas ditunjukkan pada persamaan 3.2.

$$\text{Porositas} = \rho_t - \rho_p \quad \text{(Persamaan 3.2)}$$

$$= (f_{v_{CSZ}} \times \rho_{CSZ} + f_{v_{Ni}} \times \rho_{Ni}) - \rho_p$$

Dengan

$\rho_t$  = massa jenis teoritis

$\rho_p$  = massa jenis pengukuran

$f_{v_{CSZ}}$  = fraksi volume CSZ

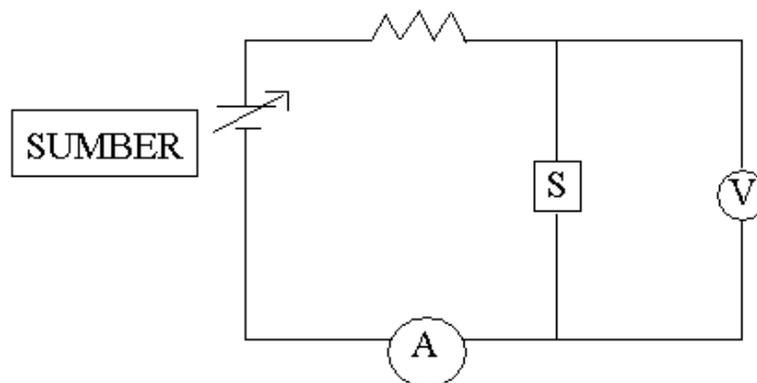
$\rho_{CSZ}$  = rapat massa literatur CSZ ( $5,9 \text{ g/cm}^3$ )

$f_{v_{Ni}}$  = fraksi volume Ni

$\rho_{Ni}$  = rapat massa literatur Ni ( $8,88 \text{ g/cm}^3$ )

### e). Sifat Listrik

Karakterisasi terakhir adalah karakterisasi sifat listrik untuk mengetahui nilai konduktivitas listrik dari keramik komposit CSZ-Ni. Untuk mendapatkan nilai konduktivitas listrik ini terlebih dahulu dilakukan pengukuran nilai resistansinya. Dalam pengukuran untuk resistansi tersebut, keramik CSZ-Ni diberi kontak logam dengan perak. Setelah keramik komposit pelet CSZ-Ni dilapisi perak, keramik CSZ-Ni dipanaskan pada suhu 400 °C selama 2 menit. Setelah kontak logam terpasang, pengukuran hambatan listrik keramik CSZ-Ni dilakukan sesuai dengan skema rangkaian pada Gambar 3.5.



**Gambar 3.2 skema rangkaian listrik  $I=f(V)$**

Keterangan:

S= Sampel

A= Amperemeter

V= Voltmeter

Berdasarkan hasil pengukuran kelistrikan diperoleh keluaran arus listrik yang berubah terhadap perubahan beda potensial. Dari data hasil pengukuran tersebut dapat dihitung resistansi dengan menggunakan hukum Ohm yang ditunjukkan oleh persamaan 3.3.

$$V = I.R \quad (\text{persamaan 3.3})$$

Dimana:

V = Beda potensial (Volt)

I = Arus (Ampere)

R = Resistansi (Ohm)

Setelah diperoleh nilai resistansinya kemudian dihitung nilai resistivitas dengan menggunakan persamaan 3.5.

$$R = \frac{\rho l}{A} \quad (\text{persamaan 3.4})$$

$$\rho = \frac{AR}{l} \quad (\text{persamaan 3.5})$$

Dimana:

$\rho$  = resistivitas bahan (pelet)

R = resistansi (ohm)

L = panjang bahan (m)

A = Luas penampang bahan (m<sup>2</sup>)

Dari data resistivitas dapat diperoleh nilai konduktivitas listrik yang diformulasikan pada persamaan 3.6.

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (\text{persamaan 3.6})$$

Dimana:

$\sigma$  = konduktivitas listrik (S/cm)

