

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Untuk mendapatkan jawaban dari permasalahan penelitian ini maka dipilih metode eksperimen.

3.2 Lokasi Penelitian

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

3.3 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan sejak bulan Januari hingga April 2011. Penelitian dilakukan setiap hari kerja dari pukul 08:00 WIB sampai dengan pukul 17:00 WIB.

3.4 Alat dan Bahan

Alat :

1. Termokopel
2. Penjepit
3. Mixing elektrik
4. Penggerus
5. Tungku Carbolite
6. Penggaris

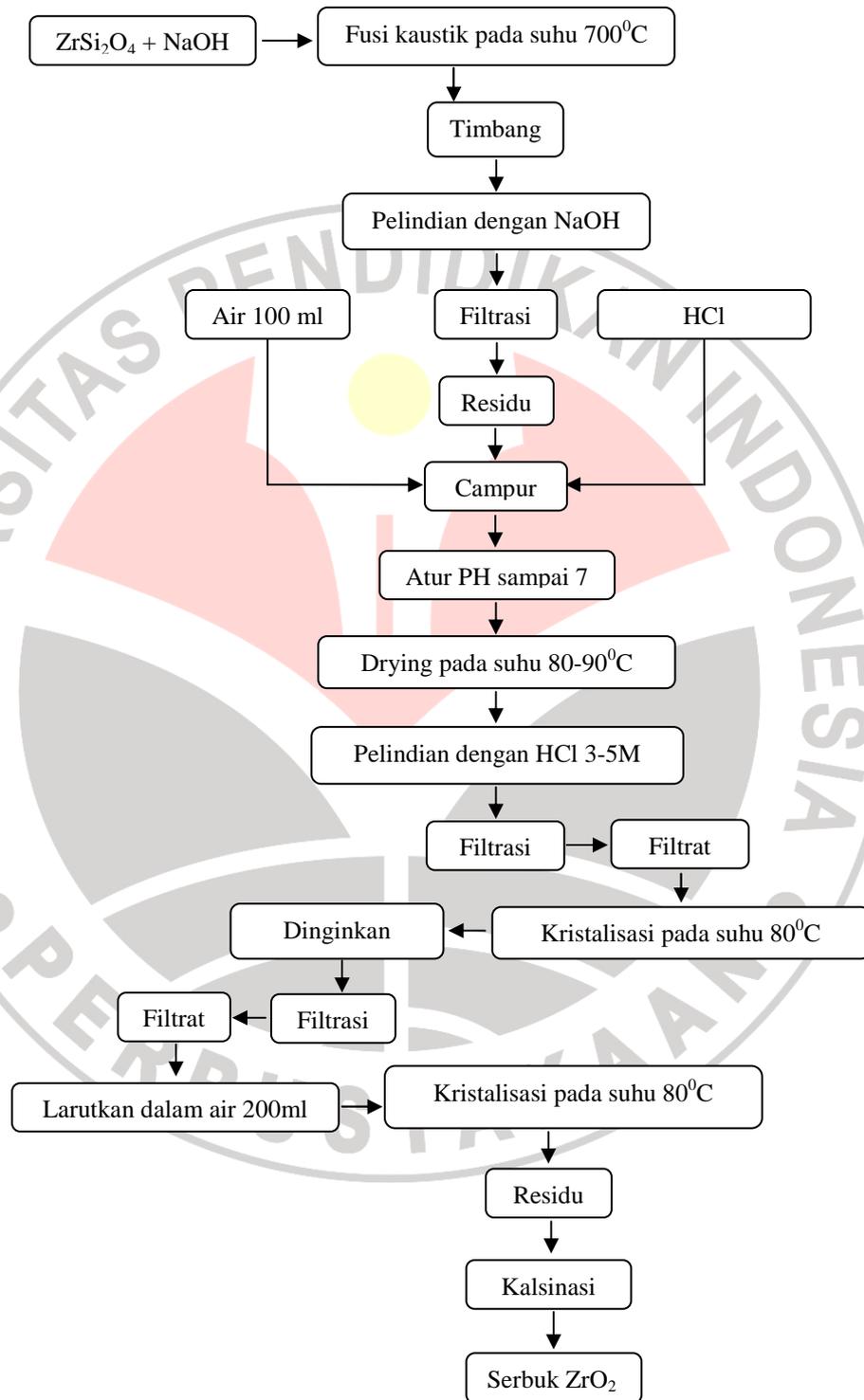
7. LCR meter
8. Neraca digital
9. Peralatan kimia
10. Tungku pemanas (heater)
11. PH-meter
12. Kertas timbangan
13. Penahan panas dari Al dan kapas
14. Kompor pemanas
15. Termometer

Bahan:

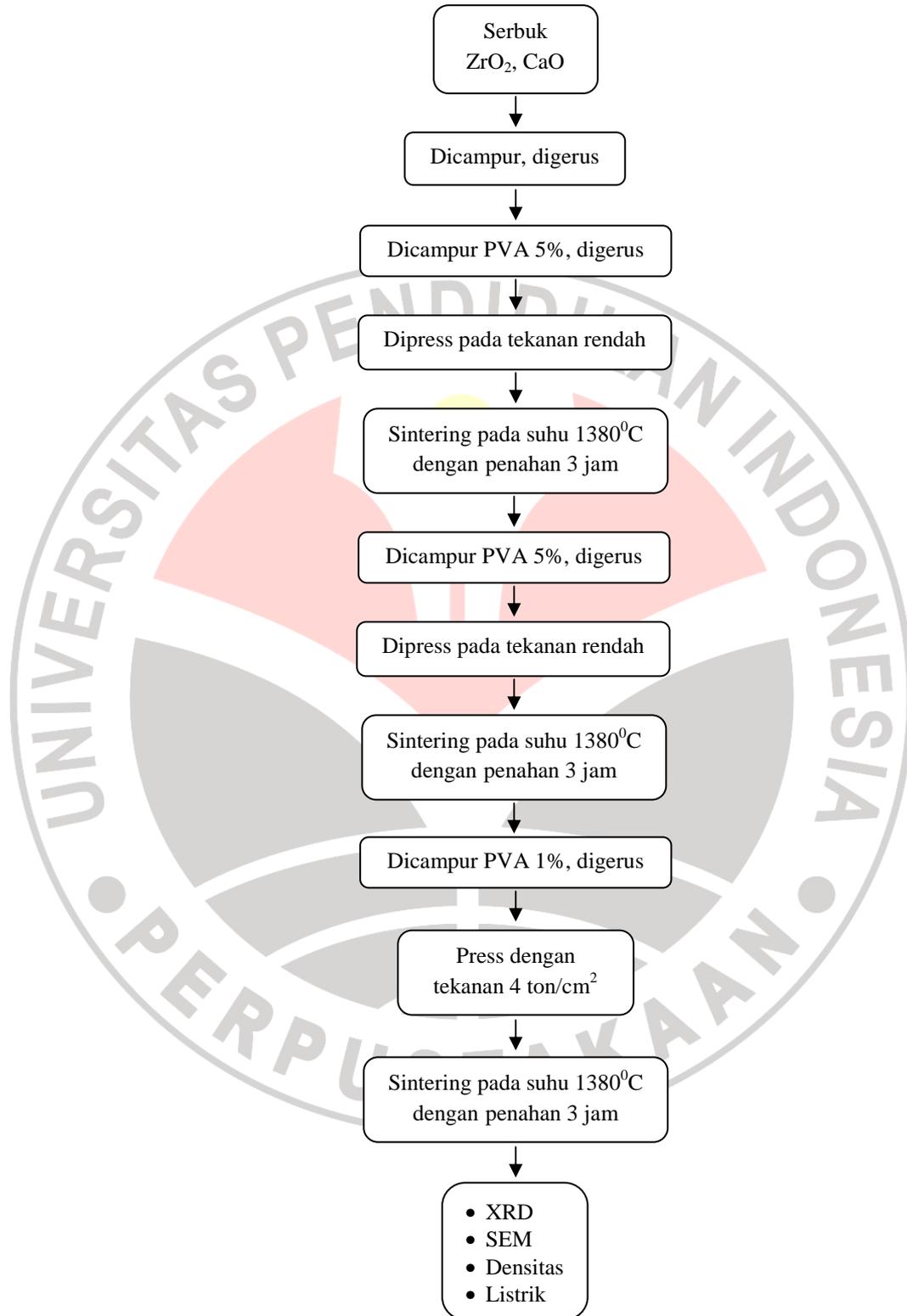
1. Pasir zircon
2. NaOH
3. HCl
4. Amoniak
5. Aquades
6. Alkohol (etanol)
7. Aseton
8. *Tissue*
9. PVA
10. Pasta perak (Ag)

3.5 Alur Pembuatan Keramik Pelet ZrO_2 -CaO

3.5.1 Preparasi Serbuk



Gambar 3.1. Alur preprasi serbuk ZrO_2 .

3.5.2 Pembuatan Keramik Pelet $\text{ZrO}_2\text{-CaO}$ 

Gambar 3.2. Alur pembuatan keramik pelet CSZ.

3.6 Prosedur Percobaan

1. Pembuatan pelet CSZ

Preparasi serbuk dengan alur pembuatan seperti ditunjukkan pada gambar 3.1 di atas, menghasilkan serbuk zirkonia yang diolah dari pasir zirkon lokal. Hasil serbuk zirkonia yang diperoleh, kemudian digunakan untuk bahan dasar pembuatan keramik pelet CSZ.

Pembuatan pelet CSZ adalah dengan mencampurkan $ZrO_2:CaO$. Dalam penelitian ini digunakan tiga komposisi perbandingan $ZrO_2:CaO$, yaitu:

- 90% mol ZrO_2 dengan 10% CaO

$$\begin{aligned} \%berat ZrO_2 &= \frac{90\% \times MrZrO_2}{(90\% \times MrZrO_2) + (10\% \times MrCaO)} \times 100\% \\ &= \frac{0,9 \times 123,22}{(0,9 \times 123,22) + (0,1 \times 56,08)} \times 100\% \\ &= 95,19\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%berat CaO &= 100\% - \%berat ZrO_2 \\ &= 4,81\% \end{aligned}$$

- 86% mol ZrO_2 dengan 14% CaO

$$\begin{aligned} \%berat ZrO_2 &= \frac{86\% \times MrZrO_2}{(86\% \times MrZrO_2) + (14\% \times MrCaO)} \times 100\% \\ &= \frac{0,86 \times 123,22}{(0,86 \times 123,22) + (0,14 \times 56,08)} \times 100\% \\ &= 93,10\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%berat CaO &= 100\% - \%berat ZrO_2 \\ &= 6,9\% \end{aligned}$$

- 82% mol ZrO_2 dengan 18% CaO

$$\%berat ZrO_2 = \frac{82\% \times MrZrO_2}{(82\% \times MrZrO_2) + (18\% \times MrCaO)} \times 100\%$$

$$= \frac{0,86 \times 123,22}{(0,82 \times 123,22) + (0,18 \times 56,08)} \times 100\%$$

$$= 91,3\%$$

$$\% \text{berat CaO} = 100\% - \% \text{berat ZrO}_2$$

$$= 8,7\%$$

Tabel 3.1. Perbandingan persen berat.

| Berat % | | | |
|---------|------------------|-------|-----|
| No. | ZrO ₂ | CaO | PVA |
| 1. | 95,19% | 4,81% | 1% |
| 2. | 93,10% | 6,9% | 1% |
| 3. | 91,3% | 8,7% | 1% |

Tabel 3.2. Perhitungan komposisi dibuat dalam dua gram.

| Dibuat dalam 2 gram | | | |
|---------------------|------------------|------|-------|
| No. | ZrO ₂ | CaO | PVA |
| 1. | 1,90 | 0,10 | 0,105 |
| 2. | 1,86 | 0,14 | 0,105 |
| 3. | 1,82 | 0,18 | 0,105 |

Bahan ZrO₂ dan CaO dicampur dan digerus menggunakan mesin penggerus selama 45 menit (3x15 menit). Kemudian dicampur PVA 5% dan digerus kembali selama 15 menit. Hasil campuran tersebut dipress dengan tekanan rendah kemudian disinter pada suhu 1380⁰C dengan penahanan tiga jam. Pelet hasil sinter kemudian dihancurkan menggunakan mortal agate dan digerus selama 45 menit (3x15menit) menggunakan mesin penggerus. Kemudian dicampur PVA 5% dan digerus kembali selama 15 menit. Bahan yang telah digerus kembali dipres dengan tekanan rendah dan disinter pada suhu 1380⁰C dengan penahan tiga jam.

2. Kompaksi

Bahan dengan komposisi perbandingan ZrO_2 dan CaO tadi, setelah disinter masing-masing dihancurkan dan ditambah PVA 1% kemudian digerus kembali menggunakan mesin penggerus selama 45 menit (3x15 menit). Serbuk tersebut kemudian dipres dengan tekanan 4 ton/cm^2 menggunakan cetakan berdiameter 8 mm dan ditahan selama 20 detik.

3. Sintering

Pelet hasil kompaksi ditempatkan pada keramik dan diurutkan agar tidak tertukar antar komposisi perbandingan $ZrO_2:CaO$ dengan komposisi yang lain. Proses sintering ini berlangsung pada suhu 1380°C dengan beberapa tahap waktu yang berbeda. Tahap pertama yaitu proses pemanasan dengan laju $10^\circ\text{C}/\text{menit}$. Tahap kedua yaitu penahan pada suhu 1380°C selama tiga jam. Tahap ketiga yaitu penurunan dengan laju $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ sampai suhu ruang.

3.7 Karakterisasi Keramik CSZ

3.7.1 Difraksi Sinar-X

Setelah terbentuk pelet keramik CSZ kemudian dilakukan analisis dengan menggunakan difraksi sinar-X yang bertujuan agar diketahui:

1. Struktur kristal dari sampel.
2. Parameter kisi dari sampel.
3. Orientasi masing-masing puncak dari sampel.

Karakterisasi XRD ini dilakukan di FTTM - ITB (Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan - Institut Teknologi Bandung) dengan menggunakan panjang gelombang yang digunakan adalah 1,54056 Å.

3.7.2 SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Selain struktur kristal, struktur mikro dari sampel juga perlu untuk dikarakterisasi. Untuk mengetahui struktur mikro atau profil permukaan dari suatu sampel dapat dilakukan analisis menggunakan SEM, guna mengetahui ukuran butir dari sampel tersebut. Karakterisasi SEM ini dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung.

3.7.3 Densitas (Kerapatan)

Untuk menghitung kerapatan pelet hasil sintering dilakukan pengukuran ketebalan dan diameter pelet dengan menggunakan mikrometer skrup dan massa pelet ditimbang dengan menggunakan neraca digital METLER TOLEDO tipe AL204. Perhitungan kerapatan dapat dilakukan dengan menggunakan perhitungan:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (3-3)$$

Dimana:

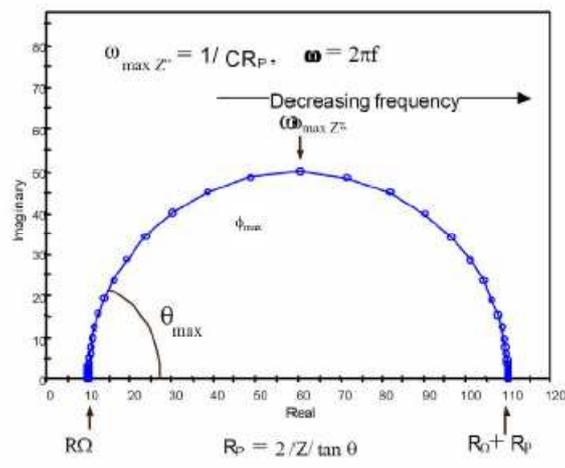
ρ = densitas pelet (g/cm^3)

m = massa pelet (g)

v = volum pelet (cm^3)

3.7.4 Sifat Listrik

Sifat listrik dari sampel keramik pelet diukur impedansinya menggunakan LCR meter dengan frekuensi dari 20Hz sampai 5MHz. Dari pengukuran LCR meter nantinya dapat diketahui nilai impedansi dari bahan. Dari nilai impedansi dari bahan dapat diketahui nilai konduktivitas ionik dari bahan tersebut. Untuk memperoleh nilai impedansi data dari hasil *plot nyquist*. Pada *plot nyquist* setiap titik impedansi bergantung pada frekuensi. Contoh dari *plot nyquist* bias dilihat pada gambar 3.3.



Gambar 3.3. Jenis *plot nyquist* untuk Sel Randles (Von Herrn M. sc, 2007).

Plot nyquist menggambarkan respon dari sistem yang diteliti, yang seluruhnya di bawah kontrol muatan. Pada frekuensi tinggi, hanya resistansi ohmik yang memberikan kontribusi pada impedansi. Pada frekuensi rendah resistansi polarisasi (R_p) atau resistansi transfer muatan juga berkontribusi pada pengukuran. Gambar *plot nyquist* diatas adalah gambar plot untuk sel sederhana yang dikenal sebagai sel Randles. Banyak parameter yang dapat disimpulkan dari representasi *nyquist*, salah satunya adalah nilai konduktivitas ion dari bahan. Pada gambar diatas R_Ω merupakan nilai resistansi dari bahan, sedangkan $R_\Omega + R_p$ (R_{ionik})

adalah nilai resistansi dari ion yang ada dalam bahan tersebut. Nilai konduktivitas ionik dari bahan dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan:

$$\sigma = \frac{t}{A \cdot R} \quad (2-10)$$

Dimana: t = Tebal sampel (cm)

A = Luas permukaan sampel (cm²)

R = Resistansi ionik (ohm = Ω)

σ = Konduktivitas ion [S/cm = ($\Omega \cdot \text{cm}$)⁻¹]

