

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### 3.1 Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah eksperimen. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan material keramik komposit LSM-YSZ-GDC dengan menggunakan metode *screen printing*.

#### 3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian mengenai katode SOFC ini akan dilaksanakan di kelompok Fisika Bahan Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri-Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR-BATAN) yang beralamat 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 (Metler Tolloedo)
2. Sendok
3. Botol plastik
4. Botol Gelas
5. *Becker glass*
6. Pipet

7. Mangkuk keramik
8. pH meter
9. Kertas timbang
10. Tungku carbolite
11. Tungku pembakar
12. Mortar
13. Kawat tembaga
14. Kawat aluminium
15. Kabel
16. Multimeter digital
17. Screen
18. Keramik
19. Mikrometer sekrup
20. Penggaris
21. Spatula
22. Cutter
23. Gunting
24. Penyapu

### 3.3.2 Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

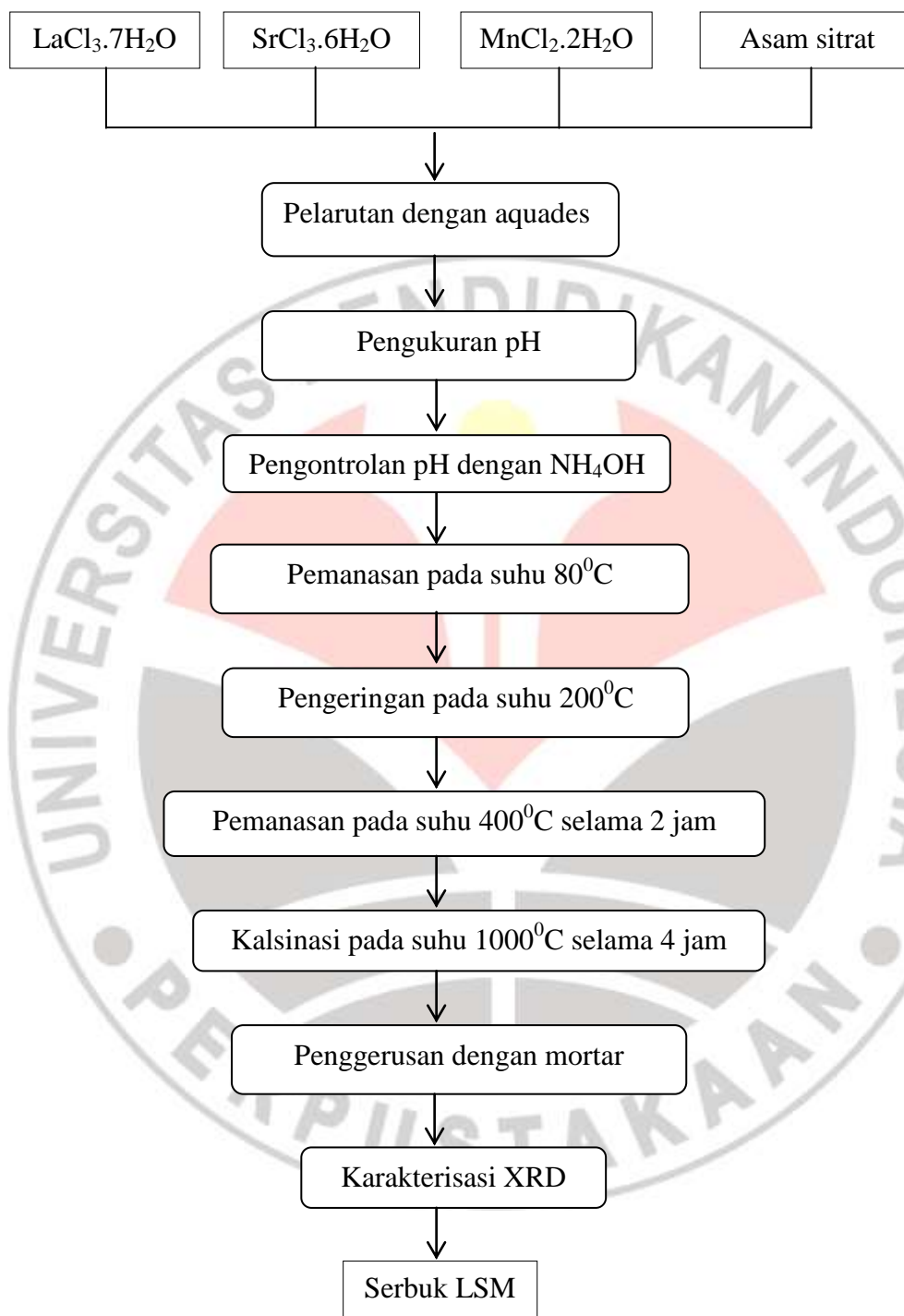
1. Serbuk  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
2. Serbuk  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

3. Serbuk  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
4. Serbuk Asam Sitrat
5. Serbuk YSZ (*Yttria Stabilized Zirconia*)
6. Serbuk GDC (*Gadolinium Doped Ceria*)
7. Substrat Alumina
8. Aquades
9. Larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$
10. Larutan Penyangga
11. Pasta Perak
12. Terpeneol
13. Ethanol
14. Aseton
15. Alkohol

#### 3.4 Prosedur Penelitian

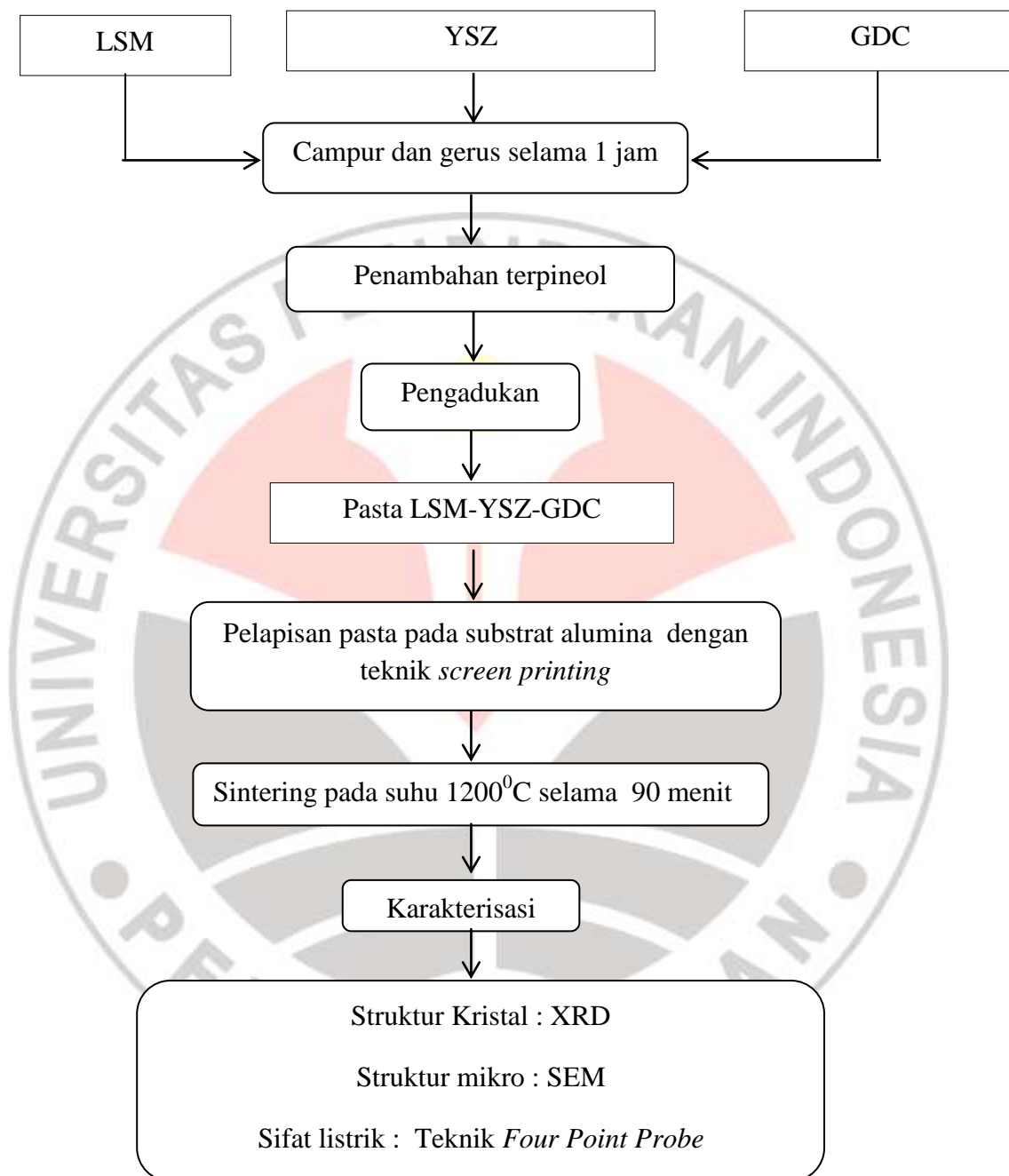
Serbuk LSM dibuat dengan menggunakan teknik Sol-Gel. Teknik ini bertujuan untuk membuat partikel serbuk yang sangat kecil atau partikel nano. Metode sol gel merupakan reaksi padatan dimana zat-zat *precursor* di campur dan dipanaskan pada temperatur tinggi. Prosedur ini diulangi beberapa kali sampai terbentuk hasil yang homogen. Tahapan proses pembuatan keramik komposit LSM-YSZ-GDC dapat dilihat pada diagram Gambar. 3.1 dan Gambar. 3.2.

## 3.4.1 Diagram alur pembuatan serbuk LSM



Gambar. 3.1. Alur pembuatan serbuk LSM

## 3.4.2 Diagram alur tahap pembuatan keramik komposit LSM-YSZ-GDC



Gambar. 3.2. Alur pembuatan keramik komposit LSM-YSZ- GDC

### 3.5 Penjelasan diagram alur pembuatan keramik komposit LSM-YSZ-GDC

#### 3.5.1 Proses pembuatan serbuk LSM (La,Sr)MnO<sub>3</sub>:

##### 3.5.1.1 Pencampuran

Serbul LSM akan dibuat dengan menggunakan metode sol-gel. Serbuk dibuat dengan mereaksikan 35% mol LaCl<sub>3</sub>.7H<sub>2</sub>O, 15% mol SrCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dan 50% mol MnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O atau 51.8 % berat LaCl<sub>3</sub>.7H<sub>2</sub>O, 15.94% berat SrCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, dan 32.26% berat MnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O. Ketiga bahan tersebut kemudian akan dilarutkan dengan aquades dan di aduk sehingga menjadi larutan yang homogen. Asam sitrat kemudian ditambahkan pada larutan tersebut kemudian diaduk hingga homogen. Larutan akan terlihat bening.

##### 3.5.1.2 Pengukuran dengan pH meter

Larutan kemudian diukur keasamannya dengan menggunakan pH meter. Sebelum mengukur keasamannya, dilakukan kalibrasi terhadap pH meter dengan larutan penyangga agar hasil yang diperoleh lebih akurat. Larutan penyangga yang digunakan adalah penyangga dengan keasaman 4.01, 7.00 dan 9.21. Setiap pengkalibrasi atau pemakaian pH meter, pH meter harus dinetralkan dengan menggunakan aquades. Setelah kalibrasi, dilakukan pengukuran keasamaan terhadap larutan yang telah dibuat. Larutan yang keasamaannya tinggi kemudian ditambah larutan basa yaitu NH<sub>4</sub>OH agar keasamannya turun hingga mencapai pH sebesar 5. Larutan yang dihasilkan berwarna putih.

### 3.5.1.3 Kalsinasi pada suhu 1000<sup>0</sup>C selama 4 jam

Larutan yang dihasilkan kemudian dimasukkan kedalam tungku pembakar dan dipanaskan pada suhu 80<sup>0</sup>C. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan pelarut yaitu air atau aquades dalam larutan.

Setelah zat pelarut menguap dilakukan pemanasan kembali yang bertujuan untuk mengeringkan sampel. Temperatur sampel ditingkatkan menjadi 200<sup>0</sup>C. Setelah sampel kering, dilakukan pemanasan tahap kedua yaitu sampel ditingkatkan temperaturnya hingga 400<sup>0</sup>C dan ditahan selama 1 jam. Kemudian temperatur dinaikan hingga 1000<sup>0</sup>C dan ditahan selama 4 jam. Pada proses ini sampel dikatakan mengalami proses kalsinasi. Kalsinasi merupakan proses dimana sistem padatan direduksi melalui reaksi pembakaran menjadi serbuk dimana material oksida terbentuk (V. Narlikar, 2001). Parameter-parameter yang penting dalam kalsinasi adalah temperatur, waktu pemanasan, dan penggilingan lanjutan (V. Narlikar, 2001). Setelah proses kalsinasi, terbentuk serbuk LSM yang berwarna hitam. Kemudian dilakukan karakterisasi XRD pada serbuk untuk memastikan serbuk yang terbentuk adalah serbuk LSM. Dari pola XRD yang dihasilkan terbentuk fase LSM dengan rumus kimia  $\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{MnO}_3$  dengan struktur monoklinik.

## 3.5.2 Proses pembuatan keramik komposit LSM-YSZ-GDC

### 3.5.2.1 Pencampuran

Pada tahap ini, dilakukan pencampuran serbuk LSM, 8YSZ, dan GDC. Serbuk YSZ ( dalam kasus ini adalah 8YSZ) dan GDC sudah tersedia di

Ni Luh Wulan Septiani, 2012

Pengaruh Penambahan GDC (Gadolina Doped Ceria) Terhadap Sifat Listrik LSM-YSZ Untuk Katode SOFC

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu



Kelompok Fisika Bahan Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri Badan Tenaga Nuklir Nasional Bandung. Pada penelitian ini dilakukan variasi terhadap komposisi LSM-YSZ-GDC yaitu 50LSM50YSZ, 50LSM40YSZ10GDC, dan 50LSM30YSZ20GDC. Masing-masing komposisi dicampur dan digerus selama 1 jam dengan menggunakan mortar hingga homogen.

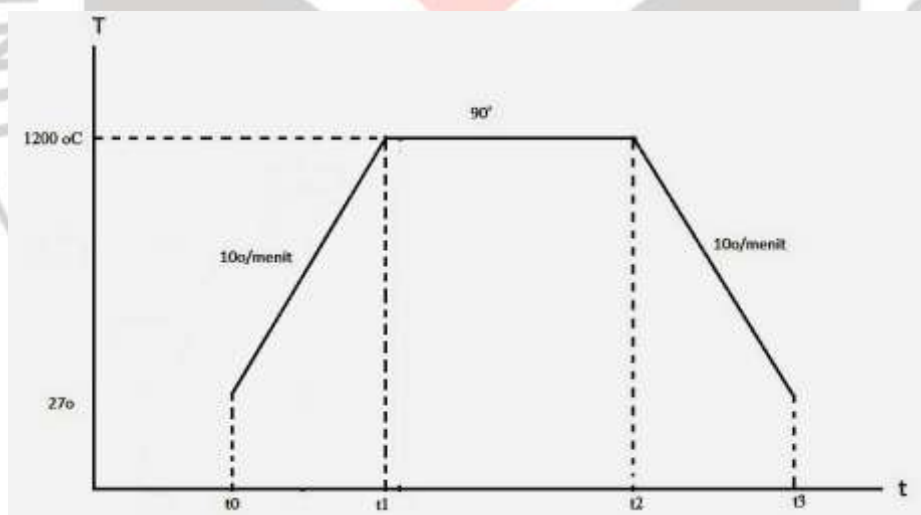
### 3.5.2.2 Pelapisan pasta LSM-YSZ-GDC pada substrat alumina.

Setelah diperoleh serbuk homogen untuk masing-masing komposisi, setiap komposisi di beri *organic vehicle* sebanyak 30%. Kemudian sampel diaduk sampai terbentuk pasta. Setelah pasta terbentuk dilakukan pelapisan masing-masing pasta pada substrat alumina dengan menggunakan teknik *screen printing*. *Screen printing* merupakan salah satu metode terpenting dalam pembuatan film katode. Teknik ini dapat mempengaruhi area aktif elektrokimia, konduktivitas elektronik dan difusi gas (Piao, 2007) Jenis screen yang digunakan adalah ukuran T61 yang memiliki pori sebesar 152.5 mesh atau 96 mikron. *Screen printing* merupakan teknik yang paling mudah dan banyak digunakan untuk deposisi film tebal. Pada proses ini, pasta dioleskan diatas screen yang berhubungan dengan sustrat, ketika penyapu ditekan dan didorong ke bawah, screen akan menempel dengan substrat. Pada saat itu penyapu akan mendorong pasta menempel pada sustrat melalui pori screen dan menutupi permukaan substrat. Variabel yang mempengaruhi screen printing adalah printer, substrat, screen, penyapu, pasta film, dan parameter proses.



### 3.5.2.3 *Sintering*

Setelah pelapisan pasta berhasil, masing masing film di sinter pada suhu  $1200^{\circ}\text{C}$  selama 90 menit. Nilai ini diambil berdasarkan teori bahwa suhu *sintering* adalah 0.6-0.8 titik lelehnya dan pada penelitian ini diambil 0.8 dari titik leleh LSM yang memiliki titik leleh terendah yaitu  $1500^{\circ}\text{C}$  (Borsoum,2002). Ketika temperatur meningkat, zat-zat organik yang terdapat pada film akan menghilang. Proses *sintering* ini bertujuan untuk merekatkan film dengan substrat dan merekatkan ikatan antar partikel penyusun film. *Sintering* merupakan proses fusi partikel yang terjadi pada temperatur mendekati titik leleh, menghasilkan formasi agglomerasi (Ghosh/chatterjee, 2008). Setelah *sintering* berakhir terbentuk keramik film tebal LSM-YSZ-GDC untuk setiap komposisi. Kurva proses *sintering* dapat dilihat seperti Gambar 3.3,



Gambar. 3.3. Kurva proses *sintering* keramik LSM-YSZ-GDC

### 3.5.2.4 Karakterisasi

#### 3.5.2.4.1 Analisis XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, orientasi kristal, dan parameter kisi kristal yang terbentuk pada keramik film tebal LSM-YSZ-GDC serta pengaruh penambahan GDC terhadap struktur kristal, orientasi kristal dan parameter kisi kristal LSM-YSZ. Dalam penelitian ini karakterisasi XRD dilakukan pada tanggal 13 April 2012 di Departemen Teknik Pertambangan Institut Teknologi Bandung dengan menggunakan *Philips 1835 Diffractometer* dimana memiliki sumber difraksi  $\text{CuK}_\alpha$ .

#### 3.5.2.4.2 Analisis SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui struktur mikro keramik film tebal LSM-YSZ-GDC dan pengaruh penambahan GDC terhadap struktur mikro LSM-YSZ. Dari karakterisasi ini diperoleh informasi mengenai butir masing-masing senyawa dan porositas katode. Dalam penelitian ini *coating* emas dilakukan di Gedung Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bandung pada tanggal 16 April 2012 dan SEM dilakukan di Departemen Teknik Mesin Institut Teknologi Bandung pada tanggal 17 April 2012 dimana jenis alat SEM yang digunakan adalah *Philips XL-20* dengan EDS DX-40.

#### 3.5.2.4.3 Uji sifat listrik

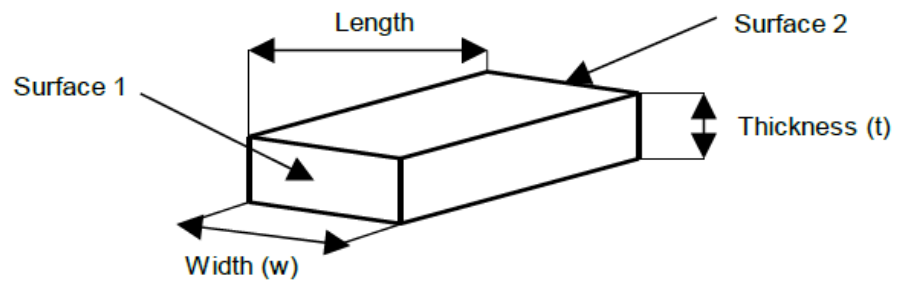
Sebelum uji sifat listrik, dilakukan metalisasi terhadap masing-masing sampel dengan menggunakan pasta perak. Metalisasi dilakukan dengan menggunakan teknik *screen printing*. Teknik yang digunakan dalam pengukuran listrik adalah teknik *Four Point Probe*. *Four point probe* merupakan suatu teknik

Ni Luh Wulan Septiani, 2012

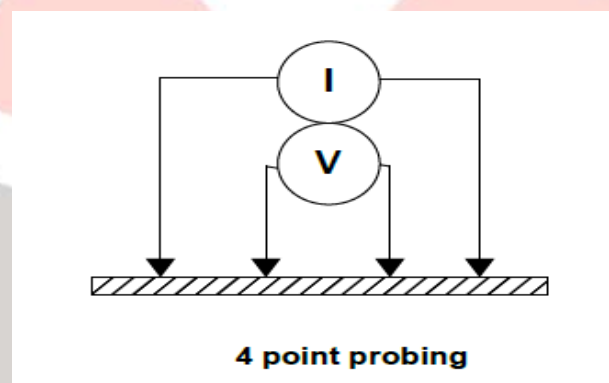
Pengaruh Penambahan GDC (Gadolina Doped Ceria) Terhadap Sifat Listrik LSM-YSZ Untuk Katode SOFC

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu

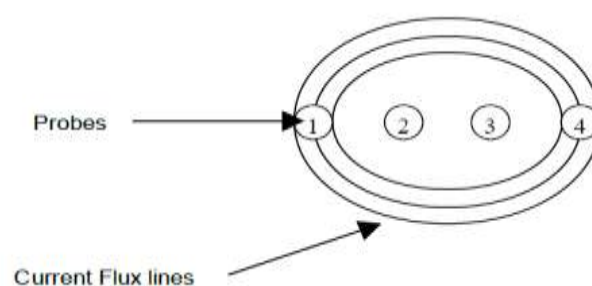
pengukuran konduktivitas listrik yang lebih akurat dari *Two Probe*. Penjelasan mengenai teknik ini adalah (Anonim 2012).



Gambar. 3.4 Lembaran film (Anonim, 2012).



Gambar. 3.5. Konfigurasi pengukuran lembar resistansi dengan *four point probe* (Anonim, 2012).



Gambar. 3.6 Fluks arus dari kontak 1 ke kontak 4 (anonim, 2012).

Gambar 3.4 sampai 3.6 merupakan sebuah lapisan tipis dimana arus mengalir dari permukaan satu ke permukaan dua. Untuk memperoleh resistansi lapisan tersebut maka digunakan Hukum Ohm (persamaan. 3.1)

$$R = \frac{V}{I} \dots \dots \dots (3.1)$$

Dimana V = beda potensial antara permukaan 1 dan permukaan 2

I = arus yang mengalir dari permukaan 1 ke permukaan 2

Atau R dapat diperoleh dari persamaan,

$$R = \rho \frac{l}{A} \text{ atau } R = \rho \frac{l}{w \cdot t} \dots \dots \dots (3.2)$$

Dimana,  $\rho$  = resistivitas ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )

R = Resistansi ( $\Omega$ )

l = panjang sampel (cm)

w = lebar sampel (cm)

t = tebal sampel (cm)

Dalam kasus ini dianggap panjang sampel (l) memiliki nilai yang sama dengan lebar sampel (w), maka diperoleh yang disebut resistansi lapisan,

$$R_s = \frac{\rho}{t} \text{ atau dengan kata lain } \rho = R_s \cdot t$$

Pada teknik ini dibuat empat kontak berupa garis di atas sampel dimana setiap kontak memiliki jarak yang tetap (S). Arus dialirkan dari kontak 1 ke kontak 4 dan potensial diukur pada kontak 2 dan 3 (Gambar. 3.6).

Dalam kasus ideal dimana arus mengalir dalam arah horizontal, ketebalan film lebih kecil dari 0.4 kali jarak antar kontak, pengukuran dilakukan pada suhu

23<sup>0</sup>C, dan jarak antar kontak (S) benar-benar konstan, persamaan yang berlaku adalah persamaan 3.3 (Anonim, 2009),

$$R_s = \frac{\pi}{\ln 2} \cdot \frac{V}{I} = 4.532 \cdot \frac{V}{I} \dots \dots \dots (3.3)$$

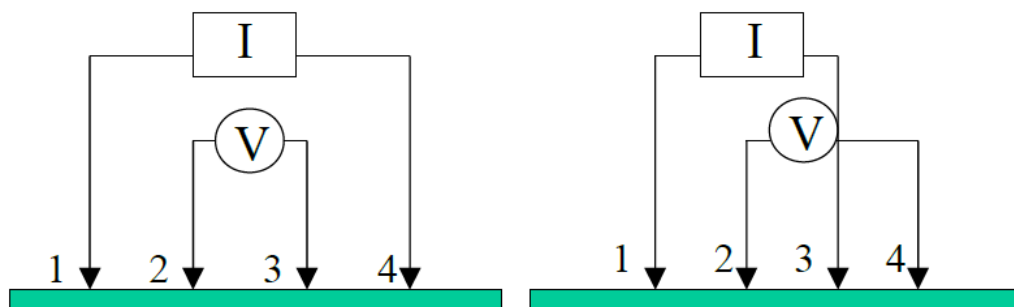
Secara fisis, ketika arus mengalir dari kontak 1 ke kontak 4, akan terdapat fluks arus listrik atau garis gaya listrik dari kontak 1 ke kontak 4 seperti gambar di atas. Dalam perhitungan lembar resistansi terdapat beberapa koreksi yaitu koreksi geometri, koreksi ketebalan, dan koreksi temperatur. Sehingga persamaan untuk menghitung lembar resistansi yang digunakan adalah persamaan 3.4 (Anonim, 2009)

$$R_s = \text{koreksi geometri} \times \text{koreksi ketebalan} \times \text{koreksi temperatur} \times V/I \dots \dots (3.4)$$

Dimana koreksi yang digunakan dijelaskan sebagai berikut,

- Koreksi geometri

Dalam koreksi ini, dilakukan pengukuran *sheet resistance* dengan *dual configuration* seperti Gambar. 3.7,



Gambar. 3.7 *Dual configuration* untuk koreksi geometri.

Koreksi ini dilakukan karena jarak antar kontak (S) pada film tebal dimungkinkan tidak akan konstan. Pada kasus ini, persamaan *sheet resistance* untuk masing-masing konfigurasi ditunjukkan oleh persamaan 3.5 dan 3.5.6 (Anonim, 2009),

$$R_a = \frac{V_{23}}{I_{14}} \dots\dots\dots(3.5)$$

$$R_b = \frac{V_{24}}{I_{15}} \dots\dots\dots(3.6)$$

Dimana faktor koreksi geometri diperoleh dari persamaan 3.7 (Anonim, 2009),

$$k_a = -14.696 + 25.173 \times \frac{R_a}{R_b} - 7.872 \times \left(\frac{R_a}{R_b}\right)^2 \dots\dots\dots(3.7)$$

- Faktor koreksi ketebalan

Dalam penelitian ini jarak antar kontak yang digunakan adalah sebesar 1 mm dan tebal film tebal yang dibuat adalah 10  $\mu\text{m}$  atau 0.01 mm sehingga nilai  $t/S$  adalah 0.01 dan untuk nilai faktor koreksi ketebalan (TCF) film dengan  $t/S < 0.4$  adalah 1 (Anonim, 2009).

- Faktor koreksi temperatur

Dalam kasus ideal, pengukuran nilai *sheet resistance* dilakukan pada suhu 23<sup>0</sup>C, namun dalam penelitian ini *sheet resistance* diukur pada rentang suhu yang tinggi, maka persamaan faktor koreksi temperatur yang digunakan adalah persamaan 3.8, (Anonim 2009),

$$\text{Temp CF} = (1 - \text{TCR} \times (T - 23)) \dots\dots\dots(3.8)$$

Dimana TCR merupakan koefisien temperatur resistansi yang nilainya bergantung pada temperatur dan diperoleh dari persamaan 3.9 (Anonim, 2009),

$$\text{TCR} = \frac{B}{T^2} \dots\dots\dots(3.9)$$