

BAB III

METODE PENELITIAN

1.1 Metode yang Digunakan

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah eksperimen. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan keramik CSZ-NiO untuk elektrolit padat SOFC. CSZ dibuat dengan menggunakan metode *sol gel* kemudian dicampur dengan NiO secara konvensional di dalam mortar.

1.2 Lokasi Penelitian

Penelitian mengenai keramik CSZ-NiO untuk elektrolit SOFC, 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 yang Digunakan

1.3.1 Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Neraca digital (Metler Tolloedo)
2. Sendok
3. *Becker glass*
4. Pipet
5. Mangkuk keramik
6. PH meter

7. Kertas timbang
8. Tungku carbolite
9. Tungku pembakar
10. Alat Pengepres
11. Mortar
12. LCR meter
13. Keramik tempat sampel
14. Alat Screen
15. Penggaris
16. Spidol
17. Kamera
18. Plastik tempat sampel
19. Alat penjepit

3.3.2 Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Serbuk $ZrCl_4$
2. Serbuk CaO
3. HCl
4. Serbuk NiO (*Nikel Oxide*)
5. Serbuk Asam Sitrat
6. Serbuk CSZ (*Calcium Stabilized Zirconia*)
7. Aquades
8. Larutan NH_4OH

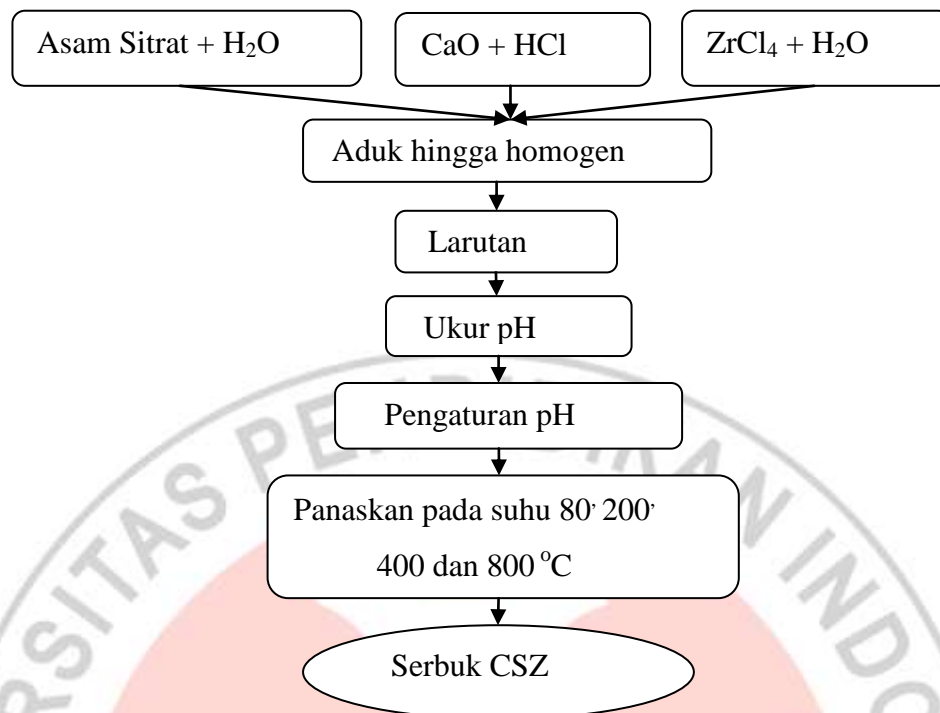
9. Ethanol
10. Aseton
11. Alkohol
12. Perak

1.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahap, dari mulai proses pembuatan keramik CSZ, kemudian dilanjutkan dengan pencampuran keramik CSZ yang telah dibuat dengan NiO dalam konsentrasi yang berbeda-beda. Hasil campuran keramik CSZ dan NiO kemudian dicetak dalam bentuk pelet-pelet, setelah itu disinter pada suhu yang tinggi dan yang terakhir dilakukan karakterisasi terhadap sampel yang telah dibuat. Karakterisasi yang pertama dimulai dari analisis struktur kristal keramik CSZ-NiO, kemudian dilanjutkan dengan analisis struktur mikro dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* terhadap sampel CSZ-NiO, dan yang terakhir karakterisasi sifat listrik (Konduktivitas ionik) melalui pengukuran impedansi dengan menggunakan LCR meter dari rentang 20Hz-5MHz. Kemudian dari data impedansi dihitung konduktivitas ioniknya.

1.4.1 Proses pembuatan keramik CSZ

Serbuk CSZ dibuat dengan menggunakan teknik Sol-Gel. Teknik ini bertujuan untuk membuat partikel serbuk yang sangat kecil atau partikel nano.



Gambar 3.1. Diagram alir pembuatan serbuk CSZ

1. Pembuatan Larutan

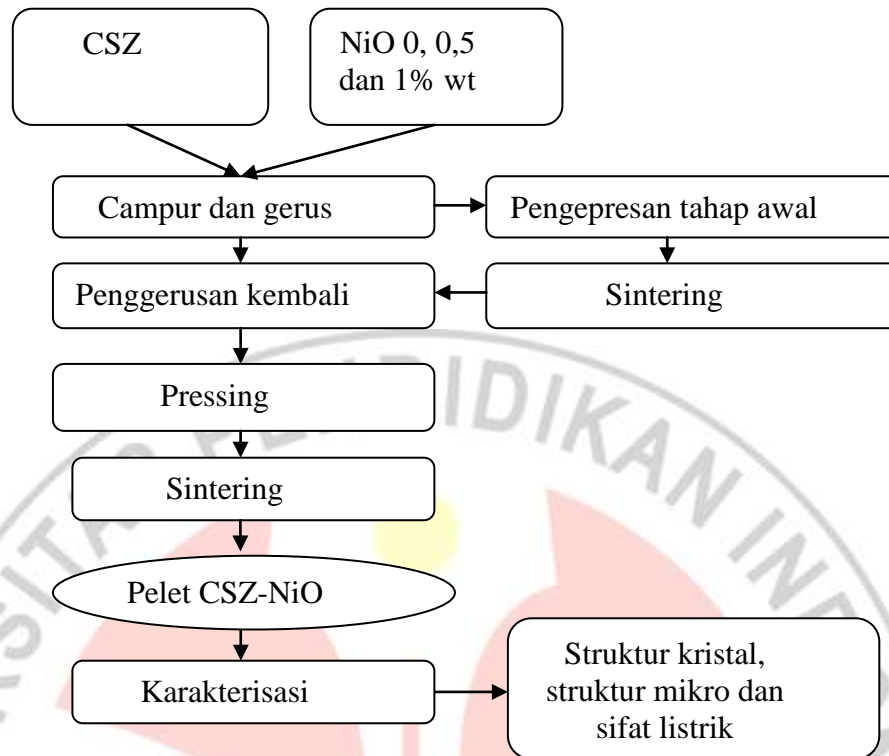
Keramik CSZ dibuat dengan menggunakan metode *Sol Gel*. Serbuk dibuat dengan mencampurkan asam sitrat+air (di dalam gelas beker), CaO+Hcl (di dalam gelas beker), kemudian campur kedua larutan tersebut sampai homogen (Larutan A). Setelah itu, masukan ZrCl₄ yang telah dicampur dengan air ke dalam larutan A, aduk sampai homogen (larutan terlihat bening). Setelah itu atur pH-nya dengan menambahkan NH₄OH (Amoniak) hingga PH-Nya lima (asam), sebagai indikatornya dapat menggunakan warna indikator universal untuk pengukuran pH. Setelah pH-nya lima, maka warna indikator akan menunjukkan warna jingga.

2. Pemanasan

Larutan yang dihasilkan kemudian dimasukkan kedalam tungku pembakaran dan dipanaskan pada suhu 80°C sampai larutan berbentuk *sol gel*. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan pelarut yaitu air atau aquades dalam larutan. Setelah larutan berbentuk gel, kemudian pindahkan dalam mangkuk keramik, lalu panaskan pada suhu 200°C sampai kering. Setelah kering, taikan suhunya menjadi 400°C selama 1 jam (hasilnya seperti terumbu karang berwarna hitam). Dan yang terakhir, taikan lagi suhunya sampai 800°C selama 4 jam (hasilnya seperti terumbu karang dengan warna putih. Proses pemanasan yang terakhir ini sering disebut juga kalsinasi. Setelah mengalami proses kalsinasi maka diperoleh gundukan CSZ seperti terumbu karang. Setelah digerus, maka terbentuklah serbuk CSZ.

3.4.2 Proses pembuatan pelet CSZ-NiO

Dalam pembuatan pelet CSZ-NiO melalui beberapa tahapan seperti penimbangan, pencampuran, penggerusan, pemanasan, pressing sampai dengan karakterisasi terhadap pelet yang telah dibuat. Seperti ditunjukkan dalam diagram alir berikut ini:



Gambar 3.2. Diagram alir pembuatan dan karakterisasi pelet CSZ-NiO

1. Pencampuran dan Penggerusan

Dari serbuk CSZ yang telah dibuat, di ambil sebanyak 2 gram untuk masing-masing komposisi. Kemudian tambahkan NiO dengan komposisi 0% wt, 0,5% wt dan 1% wt sehingga jumlah total NiO+CSZ untuk masing-masing komposisi seberat 2gr untuk masing-masing sampel. Setelah itu campurkan masing-masing komposisi {(0% wt NiO+100% wt CSZ), (0,5% wt NiO+99,5%wt CSZ), (1%wt NiO+99%wt CSZ)} dengan cara digerus di dalam mortar kurang lebih selama satu jam untuk masing-masing komposisi. Dalam proses pembubukan/penggerusan tersebut, seringkali ditambahkan

bahan bahan organik yang berfungsi sebagai pengikat atau pelunak serbuk sehingga mudah dibentuk.

2. Pressing dan sintering tahap awal

Pressing (kompaksi) merupakan suatu proses untuk memadatkan serbuk sesuai dengan bentuk yang diinginkan dengan menggunakan cetakan. Proses kompaksi pada umumnya dilakukan dengan penekanan satu arah dan dua arah (Rusianto, 2009). Pada penekan satu arah penekan atas bergerak ke bawah. Sedangkan pada dua arah, penekan atas dan penekan bawah saling menekan secara bersamaan dalam arah yang berlawanan (Rusianto, 2009). Pengepresan awal dilakukan hanya untuk memudahkan pembentukan zirkonia kubik. Alat yang digunakan berupa alat pengepres manual, dengan tekanan yang diberikan tidak terlalu besar supaya nantinya memudahkan dalam penggerusan. Suhu yang digunakan untuk penyinteran awal bisa sama ataupun berbeda dengan suhu sintering akhir, tergantung dengan kebutuhan.

3. Pressing tahap akhir

Setelah serbuk mengalami pengepresan dan penyinteran tahap awal, maka serbuk tadi akan terbentuk pelet-pelet berukuran besar, kemudian gerus kembali masing-masing pelet tersebut untuk masing-masing sampel selama kurang lebih 1 jam sampai terbentuk serbuk kembali. Setelah itu timbang seberat 0,3 gr sebanyak 3 sampel untuk masing-masing komposisi. Serbuk yang telah ditimbang siap untuk di press kembali. Pressing tahap akhir tekanannya harus besar, supaya diperoleh pelet dengan densitas yang tinggi.

Pada penelitian ini Pengepresan dilakukan pada tekanan 4 ton/cm² dengan diameter pelet yang dibuat adalah 8mm.

4. Sintering

Sintering adalah suatu proses pemadatan dari sekumpulan serbuk pada suhu tinggi mendekati titik lelehnya hingga terjadi perubahan struktur mikro seperti terjadinya pertumbuhan butir, berkurangnya porositas pada batas antar butir dan penyusutan butir akibat pertumbuhan butir yang lain. Pada penelitian ini pelet hasil pengepresan disinter pada suhu 1450 °C selama 4 Jam.

5. Karakterisasi keramik CSZ-NiO

a. Analisis struktur kristal

Untuk menganalisis struktur kristal, orientasi kristal dan parameter kisi kristal yang terbentuk pada keramik CSZ sebelum maupun sesudah ditambah NiO, dilakukan analisis dengan menggunakan XRD. Selain itu juga, analisis ini penting dilakukan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dalam sampel.

b. Analisis struktur mikro

Untuk mengetahui struktur mikro dari bahan keramik CSZ yang ditambahkan dengan NiO dilakukan analisis SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang bertujuan untuk mengetahui ukuran butir dan porositas.

Pada penelitian ini, pembesaran yang digunakan untuk melihat struktur mikro keramik CSZ-NiO adalah 2500x untuk masing-masing sampel.

c. Uji sifat listrik

Sampel yang akan diuji sifat listriknya terlebih dahulu harus diukur masa, diameter dan tebalnya sehingga dapat dihitung kerapatan (densitas) dari sampel yang telah dibuat. Perhitungannya dilakukan dengan menggunakan persamaan di bawah ini :

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

Dengan :

ρ = densitas keramik (g/cm^3)

v = volume (cm^3)

m = massa keramik (g)

Setelah dihitung densitas dari keramik CSZ-NiO selanjutnya dilakukan pengukuran impedansi untuk mengetahui konduktivitas ioniknya. Ketika akan dilakukan pengukuran impedansi dengan menggunakan LCR meter, sampel harus dilapisi dengan pasta perak di kedua permukaannya dengan menggunakan teknik *screen printing*. Pertama, lapisi salah satu permukaan pelet dengan pasta perak kemudian panaskan pada suhu $500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Kemudian, lapisi permukaan lainnya dan panaskan pada suhu $550\text{ }^{\circ}\text{C}$, setelah mencapai suhu $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ tahan selama 5 menit.

Untuk menghitung konduktivitas ionik keramik CSZ-NiO dilakukan dengan cara mengukur impedansi dengan menggunakan LCR meter presisi dengan rentang frekuensi 20Hz-5MH pada suhu $300\text{-}700\text{ }^{\circ}\text{C}$, dengan selang kenaikan atau penurunan suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

1.4.3 Proses Pembuatan Grafik Untuk Karakterisasi Listrik

Untuk membuat grafik hubungan antara impedansi real (Z') dan impedansi imajiner (Z'') dari masing-masing sampel CSZ-NiO dilakukan dengan cara:

1. Masukkan sampel ke dalam tungku pemanas yang sudah disambungkan dengan LCR meter, kemudian nyalakan. Taikan suhu tungku pemanas sampai 700 °C.
2. Lakukan pengambilan data dengan mengatur frekuensi pada tombol yang terdapat pada alat LCR meter mulai dari 20Hz, 50Hz, 70Hz, 100Hz, 200Hz, 300Hz, 500Hz, 700Hz, 1KHz, 3KHz, 5KHz, 10KHz, 30KHz, 50KHz, 70KHz, 100KHz, 200KHz, 400KHz, 600KHz, 800KHz, 1MHz, 2MHz, 3MHz, 4MHz dan 5MHz. Ketika menekan tombol frekuensi dengan nilai tertentu, di dalam layar LCR meter akan terbaca nilai impedansi real dan sudut.
3. Pada selang penurunan suhu 50 °C, yaitu pada suhu 650 °C lakukan pengambilan data kembali dari rentang frekuensi 20Hz-5MHz.
4. Setelah diperoleh 40 data impedansi real dan sudut dari rentang frekuensi 20Hz-5MHz, kemudian cari nilai impedansi imajiner yaitu dengan mengalikan impedansi real dengan tangen dari nilai sudut yang diperoleh.
5. Buat grafik hubungan antara impedansi real dengan impedansi imajiner dengan cara memplot impedansi real pada sumbu-x dan impedansi imajiner pada sumbu-y.
6. Lakukan pengukuran yang sama untuk masing-masing sampel dengan penambahan NiO.

Dari grafik hubungan impedansi real dengan impedansi imajiner, dapat diketahui nilai impedansi (hambatan) total yang digunakan untuk menghitung nilai konduktivitas ionik dan membuat grafik hubungan antara \ln konduktivitas dengan $1/T$ untuk masing-masing sampel CSZ-NiO.

Nilai konduktivitas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\sigma = \frac{t}{L \times Z} \quad (3.2)$$

Dengan:

t = tebal dari pelet (cm)

L = luas dari pelet (cm²)

Z = Impedansi total (Ω)

σ = Konduktivitas ionik ($\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$) atau (S/cm)