

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian yang telah dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan natrium karbonat (Na_2CO_3) terhadap karakteristik listrik keramik CSZ yaitu dengan metode eksperimen.

3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan:

Tempat : Labolatorium Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri-Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR- BATAN)
Alamat : Jl. Tamansari No. 71, Bandung.

3.3 Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Februari-Maret 2012.

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat yang digunakan:

3.4.1.1 Neraca

3.4.1.2 Penggerus

3.4.1.3 Alat press

3.4.1.4 Tungku Sinter

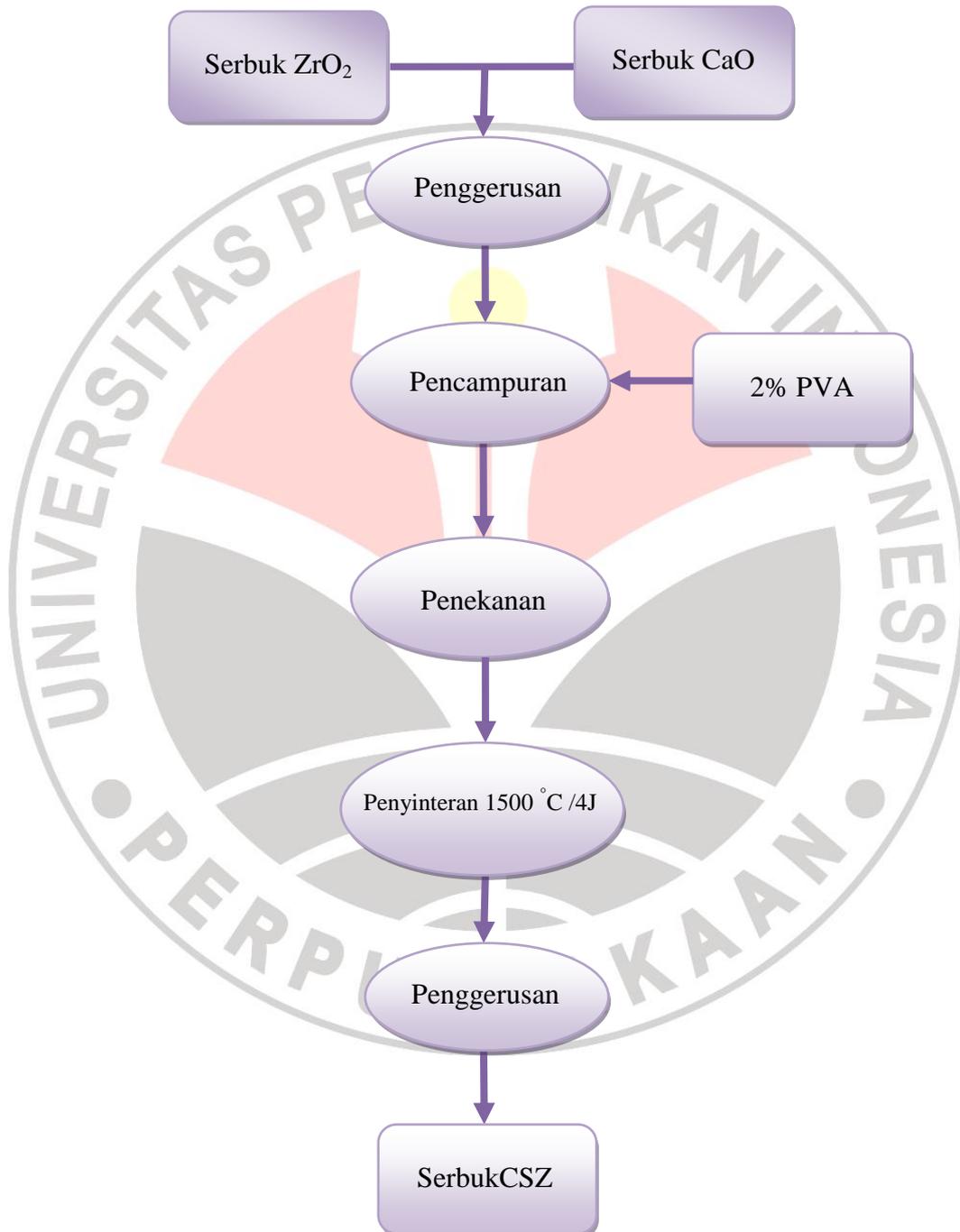
- 3.4.1.5 Mikrometer sekrup
- 3.4.1.6 LCR meter presisi
- 3.4.1.7 Alat XRD
- 3.4.1.8 Alat SEM
- 3.4.1.9 Penggaris
- 3.4.1.10 Toples / tempat menyimpan bahan
- 3.4.1.11 Lap/ *Tissue*

3.4.2 Bahan yang digunakan:

- 3.4.2.1 Serbuk zirkonia (ZrO_2)
- 3.4.2.2 Serbuk kalsiumoksida (CaO)
- 3.4.2.3 Serbuk PVA
- 3.4.2.4 Serbuk Natrium Carbonat (Na_2CO_3)
- 3.4.2.5 Pasta perak
- 3.4.2.6 Etanol

3.5 Alur Pembuatan Keramik

3.5.1 Pembuatan Keramik CSZ

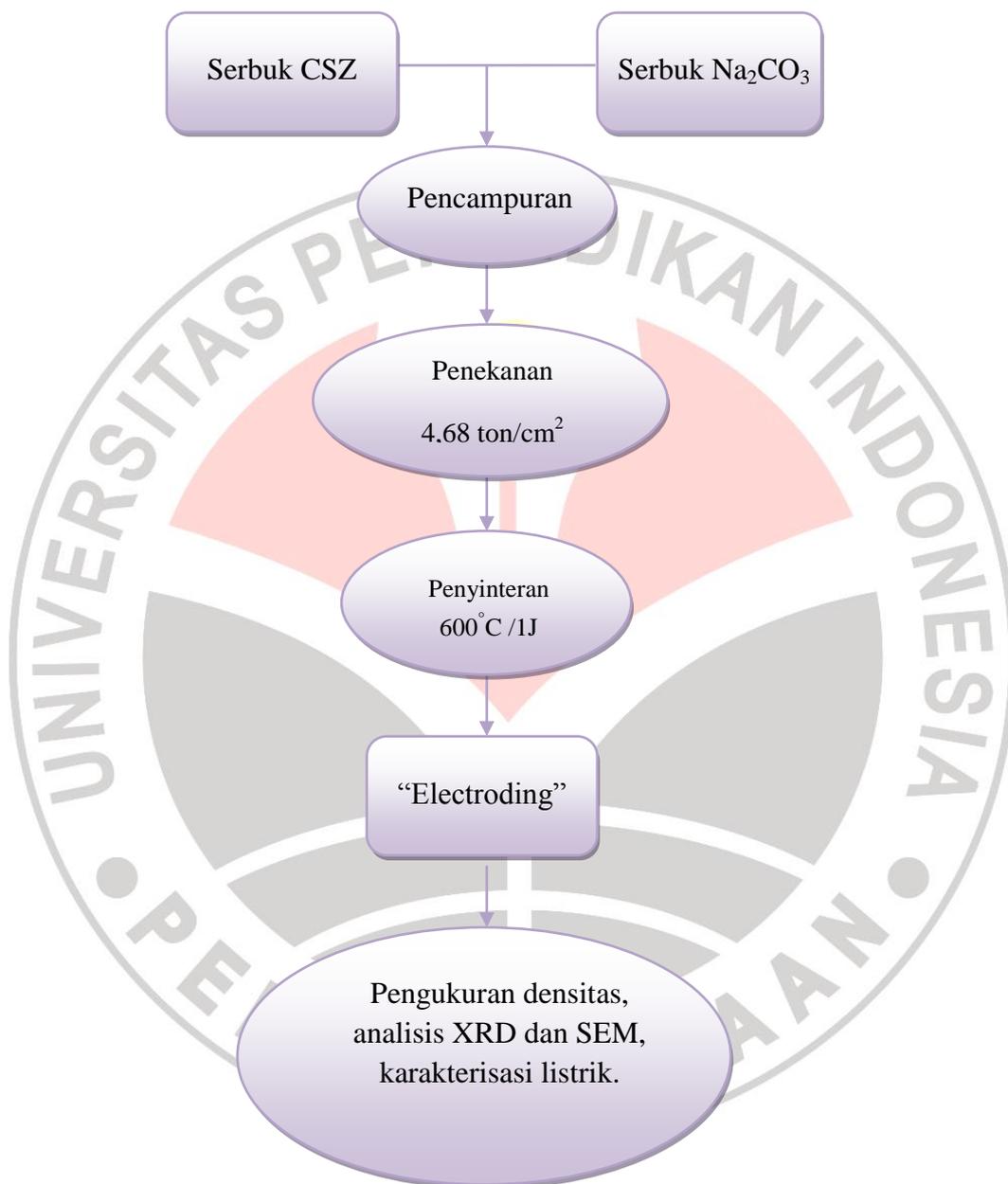


Gambar 3.1 Alur pembuatan keramik CSZ

Berikut merupakan susunan percobaan yang dilaksanakan:

- 3.5.1.1 Menyiapkan serbuk ZrO_2 , dan CaO , masing-masing dengan perbandingan % berat 86% dan 14% dengan total massa 20 g sehingga masing-masing 18,62 g ZrO_2 dan 1,38 g CaO . Penimbangan dilakukan menggunakan neraca digital.
- 3.5.1.2 Menggerus serbuk ZrO_2 dan CaO hingga benar-benar halus (± 1 jam). Tujuan penggerusan yaitu memperoleh ukuran butir yang kecil dan mendapatkan campuran yang homogen. Penggerusan dilakukan menggunakan alat manual atau mortar.
- 3.5.1.3 Menambahkan 2% PVA dan menggerusnya selama ± 15 menit. Penambahan PVA dilakukan sebagai pelumas. Selain sebagai pelumas penambahan PVA juga dimaksudkan untuk memudahkan penggerusan.
- 3.5.1.4 Mengepres campuran (campuran dibagi menjadi beberapa bagian). Pengepresan yang dilakukan untuk memperoleh kepadatan dan pemadatan untuk keperluan sintering.
- 3.5.1.5 Menyinter pada suhu $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 4J. Sintering dilakukan untuk memperbesar butir dan memperkecil batas butir sehingga memperkuat ikatan antar atom.
- 3.5.1.6 Menggerus campuran yang telah disinter sampai halus ± 2 jam dan mendapatkan serbuk CSZ

3.5.2 Pembuatan Keramik Calsia Stabilized Zirkonia (CSZ) yang Ditambahkan Natrium Karbonat Na_2CO_3



Gambar 3.2 Alur pembuatan keramik CSZ + Na_2CO_3

Berikut merupakan susunan percobaan yang dilaksanakan:

- 3.5.2.1 Menambahkan Na_2CO_3 dengan tiga variasi komposisi CSZ: Na_2CO_3 yaitu 90%: 10%, 80%:20%, 70%:30%. Total setiap komposisi 4g, dengan masing-masing perbandingan massa CSZ: Na_2CO_3 yaitu 3,6 g: 0,4 g, 3,2 g: 0,8 g, dan 2,8 g: 1,2 g.
- 3.5.2.2 Mencampur masing-masing komposisi dengan cara menggerus selama ± 15 menit
- 3.5.2.3 Masing-masing komposisi di kompakasi dengan tekanan $4,68 \text{ ton/cm}^2$ menggunakan cetakan pelet berukuran diameter 11 mm
- 3.5.2.4 Pelet yang telah dikompaksi disinter pada suhu 600°C / 1 Jam
- 3.5.2.5 Setelah pelet disinter, maka pelet telah menjadi keramik atau elektroding dan siap untuk dilakukan analisis dan karakterisasi
- 3.5.2.6 Pelet tersebut kemudian dianalisis, dilakukan pengukuran, dan dikarakterisasi dengan menggunakan analisis XRD dan SEM, pengukuran densitas (mengukur massa dan diameter pelet), dan pengukuran karakterisasi listrik untuk mendapatkan resistansi dengan mengukur impedansinya dengan menggunakan alat LCR meter

3.6 Karakterisasi Keramik Komposit CSZ- Na₂CO₃ (Calcia Stabilized Zirkonia-Natrium Karbonat)

3.6.1 Difraksi Sinar-X

Karakterisasi yang pertama kali dilakukan yaitu dengan XRD. XRD dilakukan supaya dapat diketahui bagaimana orientasi masing-masing puncak, dari data puncak- puncak yang diperoleh dapat diolah untuk mencari parameter kisi dan struktur kristal. Dari analisis tersebut dapat ditentukan CSZ sudah terbentuk atau belum. Analisis XRD dilakukan di Fakultas Teknik Pertambangan dan Perminyakan–Institut Teknologi Bandung (FTTM-ITB).

3.6.2 SEM (Scanning Electron Microscope) dan EDS (Energy Disipative Spectrometry)

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui struktur mikro dari sampel. Hasil analisisnya dapat digunakan untuk menentukan ukuran butir dan batas butir pada sampel tersebut. Pada penelitian ini, karena yang dibentuk merupakan keramik komposit, maka terdapat perbedaan struktur mikro antara fase yang satu dengan yang lainnya. Sehingga diperlukan analisis lain untuk mengetahui zat/ unsur apakah yang terdapat dalam komposit tersebut. Analisis yang digunakan untuk mengetahui unsur yang terdapat pada sampel keramik komposit tersebut yaitu menggunakan teknik EDS. Analisis SEM dan EDS dilakukan di Jurusan Mesin, Institut Teknologi Bandung (ITB).

3.6.3 Densitas

Untuk memperoleh densitas atau kerapatan dari sampel maka akan dilakukan pengukuran massa dan diameter dengan menggunakan neraca dan mikrometer sekrup. Perhitungan yang dilakukan untuk densitas yaitu (Tipler, 1998):

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

Keterangan:

ρ = densitas (g/cm^3)

m = massa (g)

V = volum (cm^3)

3.6.4 Sifat Listrik

Sifat listrik yang dianalisis yaitu nilai konduktivitas ionik dari sampel. Nilai konduktivitas ionik dapat diperoleh dengan perhitungan (Tipler, 2001):

$$\sigma = \frac{L}{A \cdot R} \quad (3.2)$$

Keterangan:

L = Tebal (cm)

A = Luas permukaan (cm^2)

R = Resistansi ionik ($\text{ohm} = \Omega$)

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

Sehingga dengan melihat persamaan, yang perlu diukur adalah tebal, diameter sampel dan resistansi dari sampel.

Resistansi listrik (ionik) sampel diperoleh dari pengukuran impedansi menggunakan alat LCR meter. Sampel yang akan diukur terlebih dahulu dilapisi perak supaya konduktif dan mewakili permukaan sampel yang diukur. Digunakan pula frekuensi dengan rentang antara 20 Hertz–5M Hertz. Maka ketika diukur pada suhu tertentu akan diperoleh data resistansi dengan frekuensi dan pada suhu tertentu. Setelah pengukuran, maka data diplot antara Z (impedansi) terhadap $Z \tan \theta$. Dari hasil plot diperoleh resistansi (rentang Z pada plot grafik puncak kedua/ menunjukkan batas butir) atau pengolahan dapat dibantu dengan *software Z-View* untuk memperoleh titik ujung data batas butir.

