

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 LOKASI PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, Badan Teknologi Nuklir Nasional (PTNBR-BATAN) yang beralamatkan di Jl. Tamansari 71, Bandung 40132, Jawa Barat.

3.2 JENIS PENELITIAN

Jenis penelitian ini termasuk penelitian eksperimental. Jenis penelitian ini termasuk dalam penelitian eksperimental karena terdapat sejumlah perlakuan dan kontrol. Kontrol berfungsi sebagai acuan pembandingan keadaan sebelum dan sesudah perlakuan.

3.3 Alat dan Bahan yang Dipergunakan untuk Percobaan

Dalam percobaan yang telah dilakukan untuk pembuatan keramik 8YSZ-Ni digunakan bahan dan peralatan sebagai berikut:

3.3.1 Alat Proses:

- Pipet ukur
- Penggerus
- Termometer

- Gelas ukur
- Cetakan/ alat kompres
- Spatula
- Kertas saring
- Cawan
- Oven pengering
- Tungku pembakar (alat untuk kalsinasi)
- Alat sintering

3.3.2 Bahan Untuk Preparasi Bahan Baku

Pada penelitian bahan-bahan yang dipakai antara lain:

- Zircon opacifier ($ZrSiO_4$)
- NaOH
- Aquadest
- Y_2O_3
- NiO
- HCl

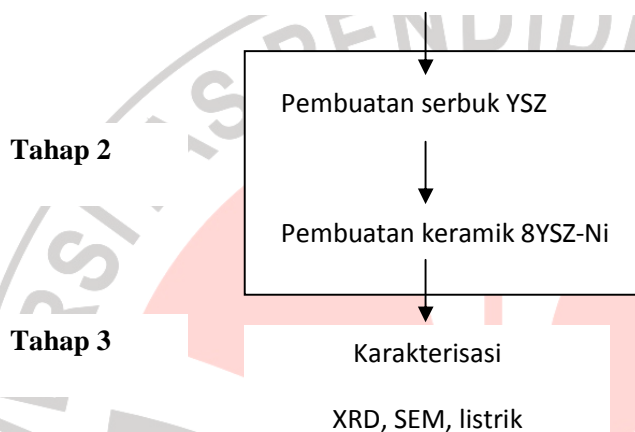
3.3.3 Alat Karakterisasi

- LCR meter,
- XRD,

- SEM,
- Multimeter

3.4 Tahapan Penelitian

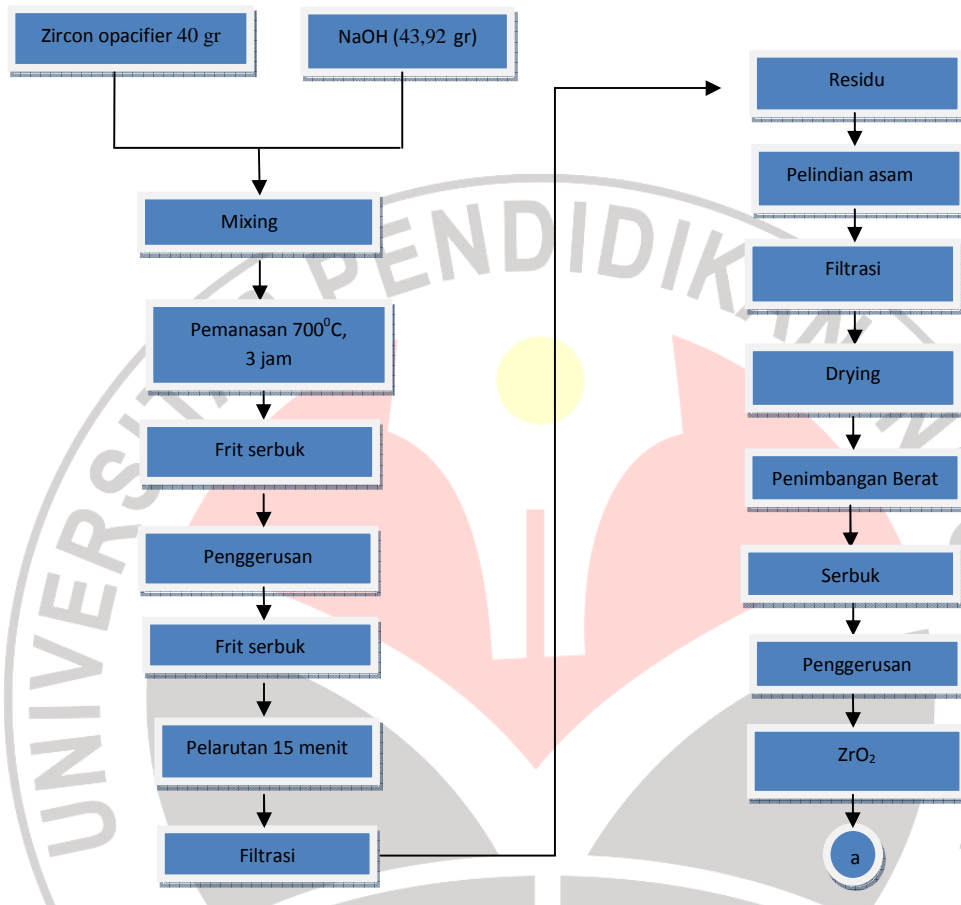
Tahap 1 Pembuatan serbuk zirkonia (ZrO_2)



Gambar 3.1 Tahapan penelitian

3.4.1 Tahap 1

Pada tahapan ini dilakukan pembuatan serbuk zirkonia (ZrO_2) menggunakan zircon opacifier yang terlebih dahulu disintesis menjadi zirkonia. Ada beberapa proses yang harus dilakukan dalam pembuatan bahan baku zirkonia (ZrO_2) yaitu mempersiapkan bahan dan alat yang digunakan, penimbangan, pencampuran, penggerusan, kalsinasi, pelindian NaOH, pelindian HCl seperti terlihat pada diagram alir percobaan pada gambar 3.2.



Gambar 3.2. Diagram Alur percobaan Pembuatan Zirkonia (ZrO_2)

Langkah-Langkah Pembuatan Serbuk Zirkonia (ZrO_2)

Langkah-langkah pembuatan Serbuk zirkonia (ZrO_2) sebagai berikut :

1. Pembuatan serbuk dilakukan dengan mencampurkan senyawa $ZrSiO_4$ dengan NaOH dengan yaitu dengan menggunakan zirkon opacifier 40 % dengan perhitungan secara stoikiometri kimia pada lampiran, didapat

ZrSiO_4 = 40 gram

NaOH = 43,92 gram

2. Kemudian kedua bahan dicampur dan digerus sampai halus (homogen)

Pada tahap ini dilakukan pencampuran pasir zircon (ZrSiO_4) dengan NaOH dan digerus sampai benar-bener halus seperti terlihat pada Gambar

3.3.



Gambar 3.3. Proses penggerusan.

3. Kalsinasi

Selanjutnya dilanjutkan proses kalsinasi atau pemanasan selama 3 jam dengan suhu 700°C , proses ini bertujuan untuk menghilangkan gas-gas yang terperangkap dalam bahan., proses kalsinasi dilakukan menggunakan tungku pembakaran seperti terlihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. Proses kalsinasi pada suhu 700°C .

4. Pelindian NaOH

Setelah dilakukan proses kalsinasi, campuran tersebut digerus lagi sehingga butiran-butiran menjadi lebih halus dan selanjutnya ditimbang. Setelah diketahui massanya kita akan melakukan proses pelindian NaOH yaitu melarutkan bahan pada larutan NaOH dengan perbandingan 1:5, artinya jika massa bahan x maka larutan NaOH diperlukan $5x$. Pada proses pelindian ini kita memanaskan pada suhu 80°C selama 15 menit, setelah itu diperoleh filtrate dan residu. Yang kita ambil adalah residunya dan melakukan pelindian lagi seperti yang dilakukan dan dilakukan 3 kali. Setelah selesai 3 kali pelindian, residu tadi kita tambahkan dengan air 100 ml lalu hitung pH sampai 7 dengan pH-meter seperti pada gambar 3.5 (b) kemudian di drying pada suhu $80-90^{\circ}\text{C}$. Proses pelindian NaOH uji pH dapat dilihat pada Gambar 3.5(a).



Gambar 3.5. (a) Proses pelindian NaOH dan (b) proses uji pH.

5. Pelindian HCl

Hasil drying tadi kita diamkan beberapa menit kemudian kita melakukan pelindian HCl dengan perbandingan 1:5 (mol ZrO_2 : mol HCl), pada proses ini kita menggunakan HCl 5 molar dan dilakukan pada suhu $80^{\circ}C$, proses ini tidak ditentukan waktunya tapi kalo udah suhu $80^{\circ}C$ langsung diturunkan. Hasil pelindian terlihat pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Hasil pelindian HCl pada suhu $80^{\circ}C$ yang belum difiltrasi.

Hasil pelindian kita diamkan 24 jam sampai ngegel dan difiltrasi, prosesnya seperti pada gambar 3.7.:

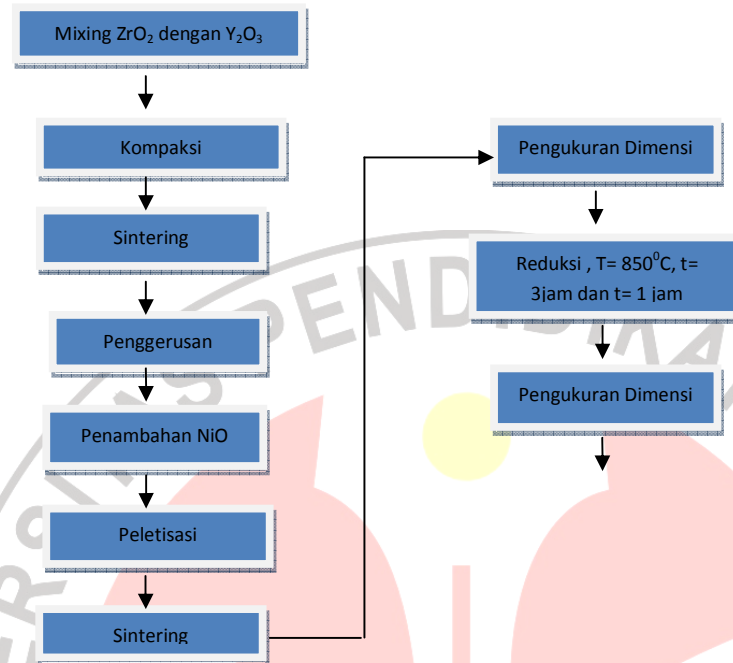


Gambar 3.7. Proses filtrasi

Kemudian hasil filtrasi kita masukkan ke dalam woven dengan mengatur suhu 60°C sampai kering sehingga akan terbentuk serbuk. Serbuk ini merupakan $\text{ZrO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. Untuk menghasilkan serbuk ZrO_2 kita melakukan kalsinasi lagi sehingga yang tersisa serbuk ZrO_2 .

3.4.2 Tahap 2

Pada tahapan ini merupakan pembentukan keramik 8YSZ-Ni yang meliputi preparasi serbuk YSZ dan serbuk NiO. Preparasi serbuk YSZ dilakukan dengan metode konvensional yaitu pencampuran serbuk zirkonia (ZrO_2) dan yttria (Y_2O_3). Pembentukan keramik 8YSZ-Ni ini dilakukan melalui beberapa proses, yaitu persiapan bahan yang akan diperlukan, penimbangan, pencampuran, penggerusan, peletisasi, sintering. Lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8. Diagram Alur percobaan Pembuatan Sampel Keramik 8YSZ-Ni

Langkah-Langkah Pembuatan Keramik Komposit 8YSZ-Ni

1. Mixing ZrO₂ dan Y₂O₃

Langkah pertama kita melakukan pencampuran ZrO₂ dan Y₂O₃ dan ditambah PVA sebanyak 1 % mol, setelah itu disintering kemudian digerus lagi, proses ini dilakukan sampai tiga kali sehingga membentuk serbuk YSZ.

2. Mixing YSZ dan NiO

Proses mixing atau pencampuran bahan YSZ dan NiO dengan perbandingan komposisi yaitu 55 % YSZ : 45 % NiO dan 45 % YSZ : 55 % NiO, kemudian digerus sampai lembut sehingga butir-butir menjadi lebih halus.

3. Peletisasi

Proses peletisasi atau pengepresan dilakukan dengan tekanan 4 ton/cm² sehingga membentuk sebuah padatan yang berbentuk tablet yang disebut pelet atau keramik komposit 8YSZ-NiO. Dalam penelitian ini dipakai adalah proses cetak kering dengan menggunakan metode cetak tekan.

4. Proses Pembakaran (Sintering)

Setelah melalui proses pencetakan, keramik tersebut tidak bisa diaplikasikan langsung karena kurang kuat karena itu dilakukan proses pembakaran atau sintering agar diperoleh suatu produk keramik yang kuat dan lebih padat. Sintering merupakan suatu proses pembakaran keramik dimana suhu pembakaran pada proses sintering sangat tergantung sekali dengan jenis bahan keramik, umumnya disekitar 80-90% dari titik lebur campuran bahan baku yang digunakan. Pada penelitian ini dilakukan proses pembakaran dengan suhu 1500⁰C selama 4 jam, dalam proses sintering akan terjadi pengurangan pori dan pertumbuhan butir (*grain growth*) akibat proses difusi diantara butir. Jenis proses difusi akan memberikan efek terhadap perubahan sifat-sifat fisis yaitu perubahan densitas, porositas, penyusutan dan ukuran butir. Hasil proses sintering terlihat pada Gambar 3.9.

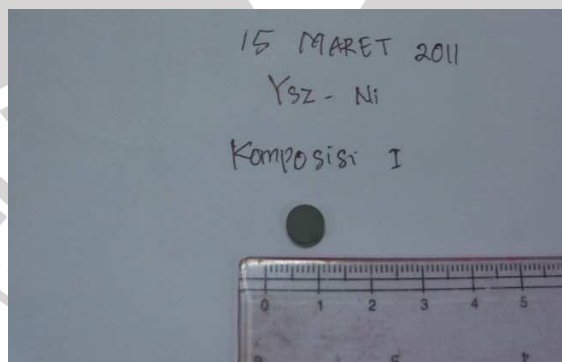


Gambar 3.9. Sampel setelah sintering pada suhu 1500°C selama 4 jam.

5. Proses Reduksi

Pada proses ini bertujuan supaya sampel 8YSZ-NiO menjadi 8YSZ-NiO, pada proses ini dilakukan pada suhu 850°C dengan waktu reduksi selama 1 jam dan 3 jam.

Sampel keramik yang sudah direduksi hasilnya dapat dilihat pada gambar 3.10.



Gambar 3.10. Sampel keramik 8YSZ-Ni setelah reduksi pada suhu 850°C selama 1 jam.

3.4.3 Tahap 3

Pada tahapan ini merupakan tahapan akhir yaitu karakterisasi bahan yang meliputi uji kelistrikan dengan multimeter, karakterisasi struktur kristal dengan XRD, dan karakterisasi struktur mikro dengan SEM, dan.

3.4.3.1 Uji kelistrikan dengan multimeter

Uji kelistrikan di sini yaitu pengukuran konduktifitas listrik yang diukur dengan menggunakan multimeter, pada pengukuran ini kita memperoleh data hambatan, kemudian dari data hambatan diperoleh konduktifitas melalui persamaan berikut (Smallman, 2000):

$$R = \rho \times \frac{l}{A} \text{ dimana } \rho = \frac{1}{\sigma} \quad (3.1)$$

dengan $\rho = \text{resistivitas (hambatan)}$, $R = \text{hambatan}$

$\sigma = \text{konduktivitas}$, $l = \text{panjang}$, $A = \text{luas}$

Pada gambar 3.11 diperlihatkan skema pengukuran listrik dengan menggunakan multimeter.



Gambar 3.11. Skema pengukuran hambatan

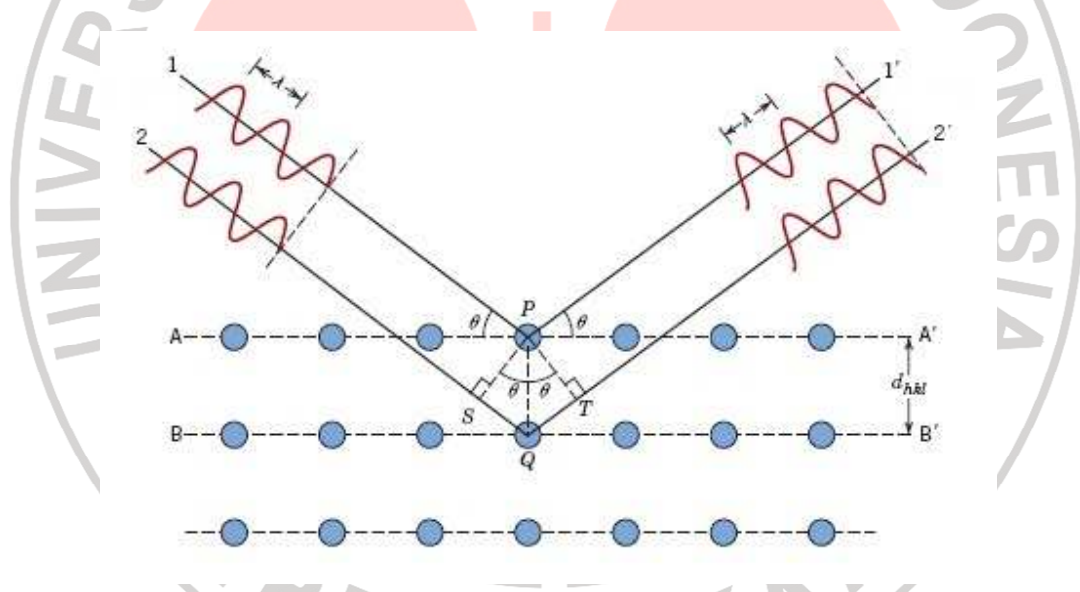
Prosedur pengukuran hambatan

1. Kedua permukaan sampel dilapisi perak kemudian dipanaskan pada sampai suhu 500°C supaya lapisan perak benar-benar nempel yang berfungsi sebagai kontak.
2. Sampel diukur nilai hambatan dengan multimeter seperti terlihat pada gambar 3.3.
3. Kemudian amati besar hambatan yang terbaca dan dengan persamaan 3.11 diperoleh nilai konduktivitas listriknya.

3.4.3.2 Analisis Struktur Kristal Dengan Difraksi Sinar X (XRD)

Analisis struktur kristal dilakukan dengan difraksi sinar X. Difraksi Sinar-X merupakan cara untuk mengetahui atau menganalisis struktur kristal dari suatu

material keramik yang merupakan suatu radiasi elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang pendek sekitar 0,5 – 2,5 angstrom dan mendekati jarak atom pada kristal. Karena kristal terdiri atas susunan atom-atom yang teratur, maka kristal akan mampu mendifraksikan sinar-X yang melaluinya. Berkas sinar-X monokromatis yang jatuh pada suatu permukaan kristal akan didifraksi ke segala arah, tetapi karena keteraturan letak atom-atom kristal pada arah tertentu gelombang hambur itu akan berinterferensi konstruktif dan berinterferensi destruktif (Masrukan, 2009). Gambar berkas sinar yang mengenai bidang kristal diperlihatkan pada gambar :



Gambar 3.12. Hamburan sinar X pada bidang Bragg (Callister,2007)

Suatu berkas sinar X dengan panjang gelombang λ jatuh pada kristal dengan sudut θ terhadap permukaan keluarga bidang Bragg yang jarak antaranya d . Seberkas sinar mengenai atom P pada bidang pertama dan atom Q pada bidang berikutnya, dan

masing-masing atom menghambur sebagian berkas tersebut dalam arah rambang. Interferensi konstruktif hanya terjadi antara sinar terhambur yang sejajar dan beda jaraknya tepat λ , 2λ , 3λ dan seterusnya. Jadi, beda jarak harus $n\lambda$, dengan n menyatakan bilangan bulat. Berkas cahaya yang dihambur oleh P dan Q yang memenuhi ialah yang bertanda 1' dan 2'

Persyaratan pertama terhadap 1 dan 2 adalah sudut hambur harus sama dengan sudut jatuh, yaitu sebesar θ . Persyaratan ini tidak bergantung dari panjang gelombang serupa dengan pemantulan yang biasa dalam optika : sudut datang = sudut pantul). Persyaratan berikutnya ialah (Callister, 2007) :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (3.2)$$

sinar X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang pendek sekitar 0,5 – 2,5 angstrom dan mendekati jarak antar atom kristal dan mempunyai energi yang besar. Pada analisa ini diperoleh nilai sudut tertentu (2θ) dan dengan metode membandingkan kita bandingkan 2θ untuk validasi data dengan standar JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). Pada analisa ini juga diperoleh nilai parameter kisi dengan menggunakan persamaan dan dengan metode pencocokan dapat diketahui struktur kristalnya yaitu apakah kubik, monoklinik, atau tetragonal.

3.4.3.3 Pengamatan Mikrostruktur dengan Scanning Electron Microscope (SEM).

Pengamatan mikrostruktur dengan SEM bertujuan untuk mengetahui distribusi butir kristal dan ukuran rata-rata butir kristal serta porositas. Untuk menghitung ukuran rata-rata butir kristal digunakan metode heyn dan menggunakan persamaan

Untuk mencari ukuran butir digunakan metode Heyn yaitu :

$$\bar{L} = \frac{nL}{v \sum P_k} \quad (3.3)$$

Dengan :

\bar{L} = ukuran butir

n = banyak garis

L = panjang garis

v = perbesaran

$\sum P_k$ = banyak butir

3.4.3.4 Densitas (kerapatan)

Perhitungan densitas pelet dilakukan dengan mengukur tinggi pelet, diameter pelet sehingga diperoleh volume pelet dengan menggunakan persamaan 3.4.

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (3.4)$$

Keterangan :

ρ = densitas pelet (g/cm^3)

m = massa pelet (g)

v = volume pelet (cm^3)

3.4.3.5 Porositas

Untuk menghitung porositas sebelumnya harus mengetahui densitas teoritis dan hasil pengukuran. Perhitungan porositas digunakan persamaan 3.5.

$$\begin{aligned} \text{Porositas} &= \rho_t - \rho_p \\ &= (fv_{ysz} \times \rho_{ysz} + fv_{Ni} \times \rho_{Ni}) - \rho_p \end{aligned} \quad (3.5)$$

Keterangan :

ρ_t = massa jenis teoritis

ρ_p = massa jenis pengukuran

$f v_{ysz}$ = fraksi volume YSZ

ρ_{ysz} = rapat massa literature YSZ (6,10 g/cm³)

$f v_{Ni}$ = fraksi volume Ni

ρ_{Ni} = rapat massa literatur Ni (8,908 g/cm³)

Untuk mencari % porositas digunakan persamaan 3.6.

$$\% \text{ Porositas} = \frac{\rho_t - \rho_p}{\rho_t} \times 100\% \quad (3.6)$$

