

BAB III METODE PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian yang telah dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan magnesium oksida (MgO) terhadap karakteristik listrik keramik CSZ yaitu dengan metode eksperimen.

A. Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan :

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

B. Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Juli-September 2013

C. Alat yang digunakan

1. Penggerus
2. Alat press
3. Tungku Sinter
4. LCR meter presisi
5. Alat XRD
6. Alat SEM
7. Penggaris

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan MgO Terhadap Konduktor Ionik Keramik C_5Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

D. Bahan yang digunakan

1. Serbuk *zirconia* (ZrO_2)
2. Serbuk kalsium oksida (CaO)
3. Serbuk Asam sitrat
4. Larutan Alkohol
5. Larutan NH_4OH
6. Larutan HCL 5M 20ml
7. Aquades
8. Serbuk Magnesium Oksida (MgO)
9. Pasta perak

E. 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 MgO dalam konsentrasi yang berbeda-beda. Hasil campuran keramik CSZ dan MgO kemudian dicetak dalam bentuk pelet-pelet, setelah itu disinter pada suhu yang tinggi dan terakhir dilakukan karakterisasi terhadap sampel yang telah dibuat. Karakterisasi yang pertama dimulai dari analisis struktur kristal keramik CSZ-MgO, kemudian dilanjutkan dengan analisis struktur mikro dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* terhadap sampel CSZ-MgO, 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.

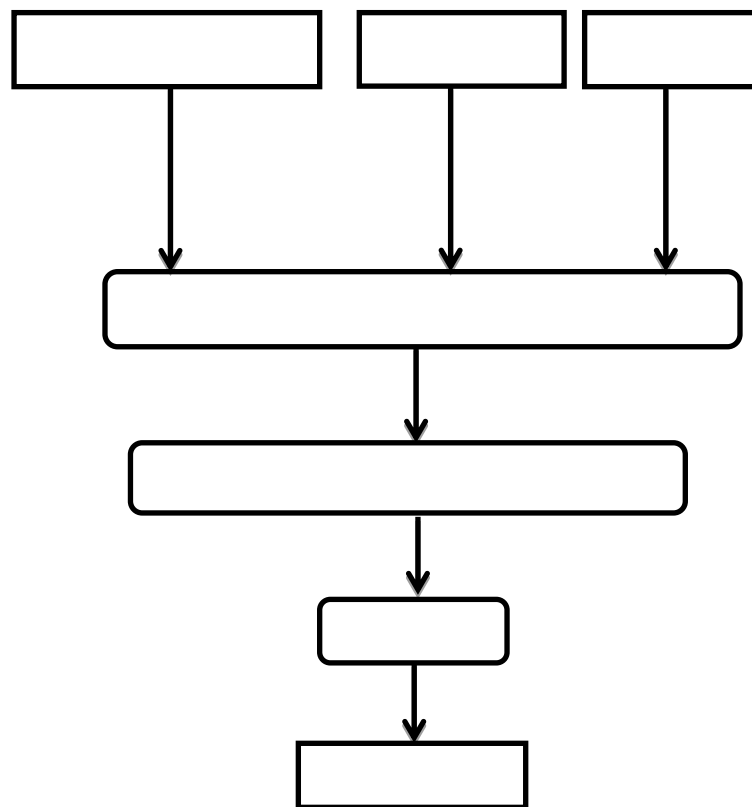
Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan MgO Terhadap Konduktor Ionik Keramik C_5Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

F. Alur Pembuatan Keramik

1. Pembuatan Keramik CSZ



Gambar 3.1. Alur Pembuatan Keramik CSZ

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan M_2O Terhadap Konduktor Ionik Keramik C_5Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Berikut merupakan susunan percobaan yang dilaksanakan:

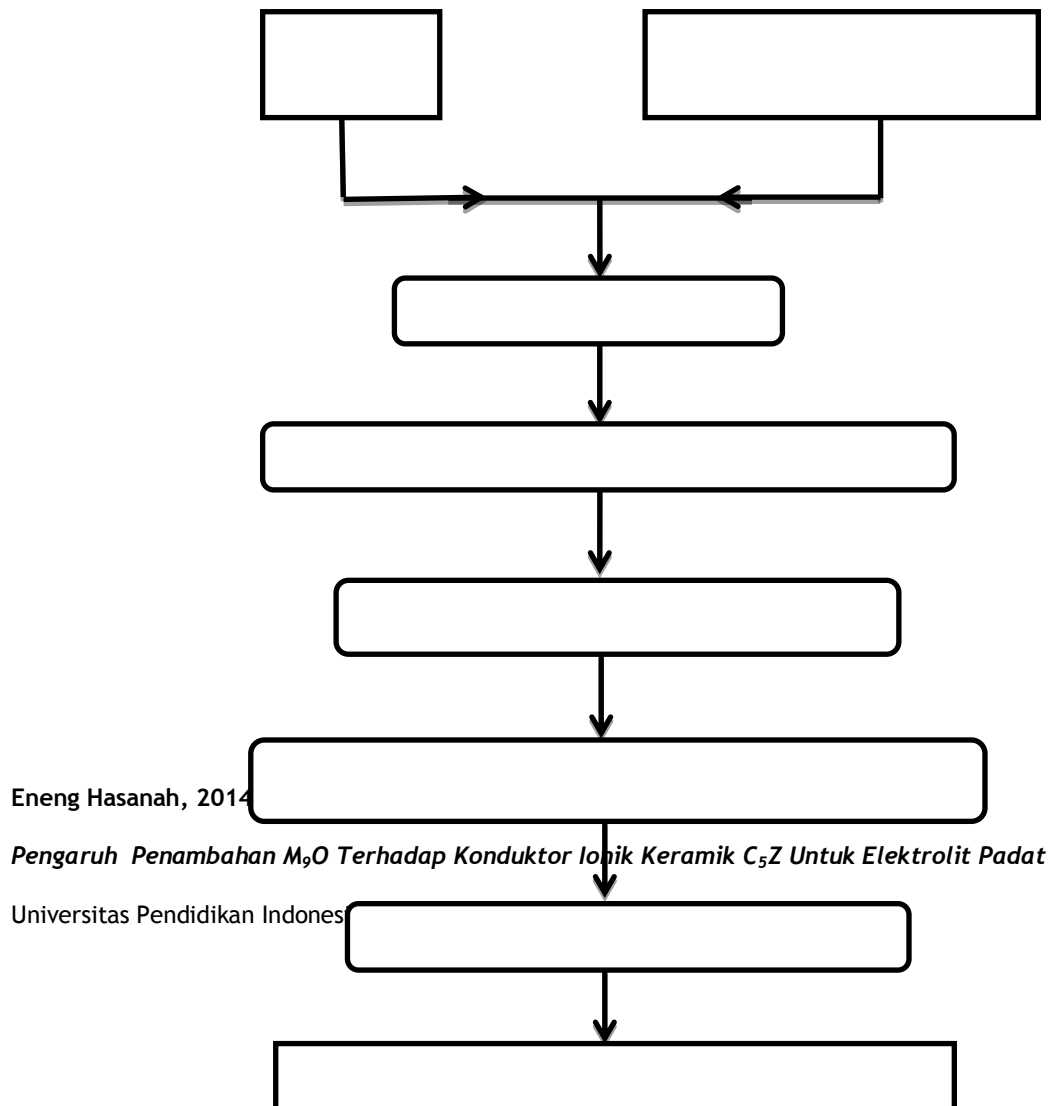
- a. Menimbang serbuk $ZrCl_4$, CaO , dan samsitrat dengan perbandingan mol $ZrCl_4$ dengan CaO adalah 32%:18%.
- b. Terlebih dahulu serbuk samsitrat dilarutkan dalam aquades 200 ml. Selanjutnya serbuk CaO dilarutkan dalam HCL 5M 10 ml hingga larutan berubah menjadi kuning. Setelah itu, masukkan ke dalam larutan samsitrat hingga kedua nyatercampur. Masukkan $ZrCl_4$ ke dalam larutan samsitrat secara perlahan-lahan. Adukan hingga membentuk sol.
- c. Selanjutnya pengukuran pH, pH sol awalnya bernilai rendah karena pengaruh samsitrat. Untuk menaikkannya, tambahkan NH_4OH (basa) hingga pH-nya mencapai 5. Setelah itu, sol dipanaskan dengan suhu $100^{\circ}C$ hingga membentuk gel.
- d. Setelah terbentuk gel yang berwarna putih, proses berlanjut menuju kalsinasi pada suhu $800^{\circ}C$ selama 3 jam. Hasilnya terbentuk CSZ yang berwarna putih. Hasil kalsinasi selanjutnya digerus hingga terbentuk serbuk CSZ.
- e. Serbuk CSZ dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk menentukan struktur, orientasi bidang pada setiap puncak, puncak intensitas dan parameter kisi kristal CSZ.

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan M_2O Terhadap Konduktor Ionik Keramik C_5Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

2. Pembuatan Keramik Calsia Stabilized Zirkonia (CSZ) yang ditambahkan Magnesium Okisda (MgO)



Gambar 3.2 .AlurPembuatanKeramik CSZ + MgO

Berikutmerupakansusunanpercobaan yang dilaksanakan :

1. Menimbangserbuk CSZ danMgOdenganperbandingan % beratberurut-urutadalah 100% : 0%,99,9% : 0,1 %, 99,7% : 0,3 %. Total setiapkomposisi 1,6179 g, denganmasing-masingperbandingan masa CSZ : MgOyaitu 1,6179 g : 0 g, 1,617 g : 0,0009 , dan 1,612913 g : 0.,004988 g.
2. Mencampurkeduaserbuktersebutmenggunakanalkoholperlahan-lahansampaikering.
3. Mencampurmasing-masingkomposisidengancaramenggerusselama ± 2 jam, kemudiansetiapsampeldibagimenjadi 5 sampel, jadijumlahsampel 15.
4. Masing-masingkomposisidikompaksidengantekanan 4,68 ton/cm² menggunakancetakanpeletberukuran diameter 11 mm kemudian disinter padasuhu 1450⁰C selama 4 jam.
5. Setelahpenyinteran, permukaanpeletakanmenjaditidak rata akibatpenyusutan volume. Pelettersebutkemudiandiamplassgunamendapatkanpermukaan yang rata. Denganpermukaan yang rata dapatdiperoleh diameter, tebal yang baik. Ukur diameter, tebal, danmassamasing-masingpelet.
6. Data yang sudahdidapatberupa diameter dantebaldigunakanuntukmenghitung volume.

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan MgO Terhadap Konduktor Ionik Keramik C₅Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

7. Pelapisan perak bertujuan sebagai kontak ohmik ketika pengukuran impedansi. Pelapisan dilakukan pada permukaan salah satu pelet dari masing-masing komposisi dengan pasta perak menggunakan teknik screen printing. Setelah selesai, dilanjutkan dengan pembakaran pada suhu 600°C selama 5 menit agar pasta perak mengering dan menempel pada permukaan pelet.
8. Pengukuran ini bertujuan untuk memperoleh nilai impedansi. Beserta data luas permukaan dan ketebalan, akan diperoleh nilai resistivitas CSZ. Sehingga dari nilai resistivitas ini akan diperoleh nilai konduktivitas ioniknya.
9. Peletersebut kemudian dianalisis, dilakukan pengukuran, dan dikarakterisasi dengan menggunakan analisis XRD dan SEM. XRD digunakan untuk menentukan struktur, orientasi bidang pada setiap puncak-puncak intensitas, parameter kisi kristal CSZ. SEM digunakan untuk mengetahui pertumbuhan butir akibat penambahan aditif.

G. Analisis Struktur Kristal

Karakterisasi yang pertama kali dilakukannya yaitu dengan XRD. Hal ini dilakukan supaya dapat mengetahui parameter kisi dan struktur kristal. Dari analisis tersebut dapat ditentukan pengaruh penambahan Mg terhadap CSZ. Untuk mengetahui nilai parameter kisi dan struktur kristal dengan fenomena difraksi sinar-X terjadi bila memenuhi aturan (hukum Bragg) :

$$2d \sin \Theta = \lambda \quad (3.1)$$

Dimana d adalah jarak antar bidang difraksi yang dapat ditentukan dengan persamaan:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan MgO Terhadap Konduktor Ionik Keramik C_5Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2}$$

$$\sin^2 \theta = \left(\frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.2)$$

Untuk menentukan Kisi Bravais dari struktur kubik dapat digunakan aturan seleksi dari nilai $h^2 + k^2 + l^2$ yaitu:

SC : 1,2,3,4,5,6,7,8,9,10,11,12,13,14,16,...

BCC : 2,4,6,8,10,12,14,16,...

FCC : 3,4,8,11,12,16,19,20,24,...

Rasio dari $\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{min}}$ dikali bilangan pertama dari aturan seleksi harus mendekati bilangan bulat. Data yang diperoleh berupa sudut 2θ untuk setiap puncak-puncak intensitas.

$$\sin^2 \theta = \left(\frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h^2 + k^2 + l^2)$$

$$a^2 = \sin^2 \theta (h^2 + k^2 + l^2) \left(\frac{\lambda^2}{4} \right)$$

$$\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$$

H. Analisis Struktur Mikro

Analisis Struktur ini dilakukan untuk mengetahui struktur mikro dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Dari hasil semakandigunakan untuk menganalisis pengaruh penambahan Mg terhadap konduktivitas ionik dilihat dari ukuran butirnya secara kuantitatif dengan menggunakan metode heyn (Sukarmin, 2000) :

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

dimana: \bar{L}_k = Rata-rata diameter butir
n = Jumlah garis uji

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan MgO Terhadap Konduktor Ionik Keramik C₅Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

L = Panjanggarisuji

v = PembesaranFoto

$\sum P_k$ = Jumlah batas butir yang terpotong

Langkah – langkah untuk menentukan ukuran butir yaitu sebagai berikut :

1. Buatlah garis uji pada gambar dengan perbesaran (v) dan panjang tertentu (L).
2. Tentukan garis perpotongan antar garis uji dan batas butir ($\sum P_k$).
3. Lanjutkan dengan menghitung rata-rata diameter butir (L_k).

I. Analisis Sifat Listrik

Analisis sifat listrik ini dilakukan untuk mengetahui nilai konduktivitas ionik dan energi aktivasi. Nilai konduktivitas ionik dihitung dari impedansi yang terukur menggunakan alat LCR meter. Frekuensi yang digunakan rentang 20 Hertz – 5 MHz dan suhu pemanasan dari 700°C – 300°C dengan penurunan 100°C . Maka akan dilihat pengaruh penambahan Mg terhadap konduktivitas ionik .

Pengaruh penambahan Mg terhadap konduktivitas ionik σ akan dihitung dari impedansi yang terukur. Konduktivitas memiliki hubungan dengan impedansi yang dirumuskan sebagai berikut (Resnick dan Halliday, 1984) :

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (3.4)$$

Yang mana ρ dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (3.5)$$

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan MgO Terhadap Konduktor Ionik Keramik C_5Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Keterangan :

ρ = Resistivitas ($\Omega \cdot \text{cm}$)

σ = Konduktivitas (S/cm)

R = Hambatan (Ω)

A = Luas permukaan (cm^2)

l = Tebal (cm)

Langkah-langkah untuk menentukan konduktivitas ionik yaitu sebagai berikut :

- Data yang diperoleh dari pengukuran ini berupa impedansi real (Z) dan fase (φ). Z imajiner diperoleh dari perkalian Z real dengan $\tan \varphi$.
- Resistivitas real (ρ) dan imajiner (ρ') diperoleh dengan mengalikan impedansi/hambatan dengan faktor luas/tebal (A/l). Sehingga diperoleh grafik resistivitas imajiner terhadap resistivitas real. Nilai ρ yang diperoleh merupakan grafik hasil perpotongan dengan sumbu x menggunakan software Z-View. Titik potong ini merupakan resistivitas ionik elektrolit padat.
- Konduktivitas ionik elektrolit padat memiliki hubungan dengan suhu yang dengan plot dalam suatu grafik. Keterkaitan antar kedua besaran ini diperoleh berdasarkan hubungan Arrhenius (Syarifet al, 2013) :

$$\sigma = \frac{A}{T} \exp - \frac{E_a}{kT} \quad (3.6)$$

- Berdasarkan rumusan 3.6, jugalah dapat diperoleh energi aktivasi elektrolit padat dapat diuraikan

Eneng Hasanah, 2014

Pengaruh Penambahan M_2O Terhadap Konduktor Ionik Keramik C_5Z Untuk Elektrolit Padat

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

$$\begin{aligned} \ln \frac{\sigma \cdot T}{A} &= - \frac{Ea}{k \cdot T} \\ \ln \sigma \cdot T - \ln A &= - \frac{Ea}{k \cdot T} \\ \ln \sigma \cdot T &= - \frac{Ea}{k \cdot T} + \ln A \end{aligned} \quad (3.7)$$

Dengan membuat grafik antara $\ln \sigma \cdot T$ terhadap $1/T$

sehingga energi aktivasi dapat diperoleh dari gradient $\left(-\frac{Ea}{k}\right)$ grafik tersebut.