

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret – Mei 2015 di Kelompok Fisika Bahan Bidang TeknoFisika, Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTNT BATAN) Bandung yang beralamat di Jl.Tamansari No.71, Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan, antara lain: pengaduk, penggerus manual, penggaris, kertas timbang, *spatula*, cawan, capit platina, kabel, amplas, mikrometer digital, neraca digital, mesin press, tungku pengukuran, *carbolite furnace*, dan LCR meter. Bahan yang digunakan, antara lain: CSZ, SiO₂, MgO, dan pasta perak (Ag).

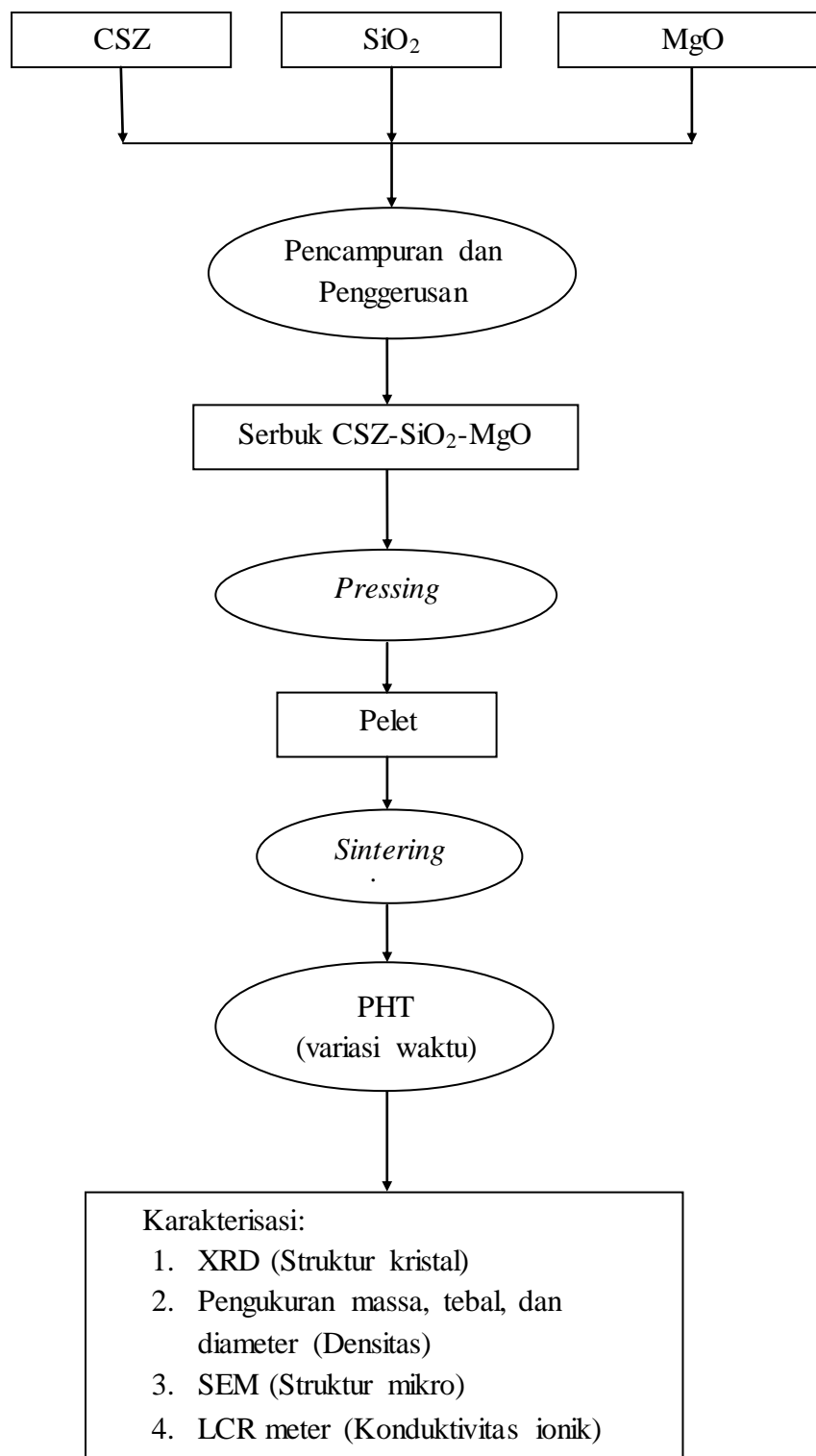
3.3 Desain Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan elektrolit padat CSZ yang mengandung SiO₂ dan MgO dalam bentuk akhir pelet dengan menggunakan metode *pressing-sintering*. PHT dilakukan pada suhu 1350°C dengan variasi waktu yaitu: 0 jam, 4 jam, dan 8 jam. Berikut prosedur pembuatan elektrolit padat CSZ yang mengandung SiO₂ dan MgO ditunjukkan oleh gambar 3.1.

Herdyka Sulistiardi , 2015

***PENGARUH WAKTU POSTSINTERING HEAT TREATMENT (PHT) PADA KONDUKTIVITAS
IONIKELEKTROLIT PADAT CALCIA STABILIZED ZIRCONIA (CSZ) YANG MENGANDUNG SILICA(SiO₂) DAN
MAGNESIA (MgO)***

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



Gambar 3.1 Diagram prosedur pembuatan elektrolit padat CSZ yang mengandung SiO₂ dan MgO dengan metode *pressing-sintering*.

Berdasarkan gambar 3.2, prosedur pembuatan elektrolit padat CSZ-SiO₂-MgO dengan metode *pressing-sintering* yang telah dilakukan dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Penyiapan bahan CSZ, SiO₂, dan MgO;
2. Pencampuran bahan dengan komposisi CSZ: SiO₂: MgO berturut-turut sebesar 99 %berat, 0,5 %berat, dan 0,5 %berat;
3. Penggerusan bahan selama 1 jam dengan keadaan CSZ, SiO₂, dan MgO berbentuk serbuk, penggerusan dimaksudkan agar sampel lebih homogen;
4. Penekanan/ *pressing* serbuk sampel dilakukan dengan tekanan sebesar 50 kg/cm² dan diameter 0,8 cm, *pressing* dimaksudkan agar sampel berbentuk padatan atau pelet sehingga memudahkan untuk proses karakterisasi;
5. Penyinteran pelet dilakukan pada suhu 1450°C selama 3 jam yang dimaksudkan agar terjadinya pertumbuhan butir, peningkatan densitas, dan pengurangan porositas;
6. PHT dilakukan dengan suhu 1350°C dengan variasi waktu 0 jam, 4 jam, dan 8 jam yang dimaksudkan agar terjadinya pertumbuhan butir lebih besar, peningkatan densitas, pengurangan porositas yang lebih signifikan, dan peningkatan konduktivitas ionik pada sampel;
7. Pengamplasan sampel agar permukaan sampel menjadi rata dan sampel siap dikarakterisasi;

3.4 Teknik Pengambilan Data

Pengambilan data pada sampel dilakukan dengan cara pengukuran dan pengujian sebagai berikut:

1. Analisis sampel menggunakan alat *X-Ray Diffractometer* (XRD) yang menghasilkan data berupa grafik intensitas terhadap 2θ untuk mengetahui struktur kristal;
2. Pengukuran massa, diameter, dan tebal sampel dengan massa sampel diukur secara langsung menggunakan neraca digital sedangkan diameter dan tebal sampel diukur secara langsung menggunakan mikrometer sekrup untuk mengetahui densitas;
3. Analisis sampel menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang menghasilkan data foto SEM atau *micrograph* yang berupa butir, batas butir, dan pori untuk mengetahui struktur mikro;

4. Pengukuran listrik dilakukan dengan menggunakan alat LCR meter. Sebelum diukur sampel dipreparasi terlebih dahulu dengan cara dilapisi pasta perak pada kedua permukaan sampel. Setelah itu, sampel dicapit oleh capitan platina didalam tungku. Pengukuran impedansi dilakukan dengan frekuensi 20 Hz, 30 Hz, 50 Hz, 70 Hz, 100 Hz, 300 Hz, 500 Hz, 700 Hz, 1 kHz, 3 kHz, 5 kHz, 7 kHz, 10 kHz, 30 kHz, 50 kHz, 70 kHz, 100 kHz, 300 kHz, 500 kHz, 700 kHz, 1 MHz, 2 MHz, 3 MHz, 4 MHz, dan 5 MHz pada suhu 500°C. Hasil yang didapatkan berupa impedansi real (Z') dan beda fase (Θ) untuk tiap nilai frekuensi. Pengukuran listrik dilakukan untuk mengetahui konduktivitas ionik.

3.5 Teknik Pengolahan Data

Data yang telah didapat melalui pengukuran dan pengujian belum menunjukkan apapun, maka dari itu diperlukan pengolahan data agar data yang telah didapatkan tersebut memiliki makna dan hasil tertentu.

3.5.1 Pengolahan Hasil XRD

Struktur kristal suatu bahan dapat diketahui menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD). Hasil XRD yang dilakukan terhadap suatu sampel berupa grafik intensitas terhadap 2Θ . Nilai setiap puncak dan 2Θ tersebut digunakan untuk menentukan orientasi bidang kristal dan nilai parameter kisi. Alat XRD tersebut didasarkan pada aturan Bragg:

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (10)$$

dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X, d adalah jarak antar bidang difraksi, dan $\sin \theta$ adalah sudut difraksi. Jarak antar bidang difraksi (d) dapat ditentukan dengan persamaan:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (11)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} \quad (12)$$

$$\sin^2\theta = \left(\frac{\lambda^2}{4a^2}\right)(h^2 + k^2 + l^2) \quad (13)$$

dengan a adalah nilai parameter kisi serta $h, k,$ dan l adalah indeks miller yang menyatakan orientasi bidang. Apabila struktur kristal berbentuk kubik (*Simple Cubic* (SC), *Body Centered Cubic* (BCC), dan *Face Centered Cubic* (FCC)), maka penentuan indeks miller dapat menggunakan aturan seleksi nilai $h^2+k^2+l^2$ sebagai berikut:

1. bilangan-bilangan aturan seleksi untuk masing-masing jenis struktur kubik berikut:
 SC : 1,2,3,4,5,6,8,9,10,11,12,13,14,16,...
 BCC : 2,4,6,8,10,12,14,16,...
 FCC : 3,4,8,11,12,16,19,20,24,...
2. dari hubungan $\sin^2\theta = (\lambda^2/4a^2).(h^2+k^2+l^2)$, diperoleh $\sin^2\theta/A=(h^2+k^2+l^2)$ dengan $A = (\lambda^2/4a^2)$;
3. setelah itu, bagi nilai $\sin^2\theta$ dengan nilai $(h^2+k^2+l^2)$ untuk SC (mulai dari 1,2,3,dst), BCC (mulai dari 2,4,6,dst), dan FCC (mulai dari 3,4,8,dst);
4. dari hasil pembagian tersebut, tentukan bilangan terkecil yang paling sering muncul dan bilangan tersebut adalah nilai A;
5. Kemudian tentukan nilai $\sin^2\theta/A$ sehingga akan diperoleh harga $(h^2+k^2+l^2)$.
 Dari harga $h^2+k^2+l^2$ dapat diperoleh struktur kristal serta orientasi bidang.

Nilai parameter kisi dapat diperoleh dari persamaan:

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (14)$$

dengan λ adalah panjang gelombang Cu (1,54060 Angstrom) dan a adalah nilai parameter kisi.

3.5.2 Pengolahan Hasil SEM

Struktur mikro bahan dapat dikarakterisasi menggunakan alat Scanning Electron Microscopy (SEM). Hasil SEM biasa disebut *micrograph* atau gambar mikro suatu sampel. Dalam *micrograph* tersebut terdapat perbesaran gambar, butir, batas butir, dan pori. Untuk menganalisis *micrograph* dapat menggunakan perbandingan kualitatif morfologi butir, batas butir, dan pori.

3.5.3 Menghitung Densitas

Densitas dapat dihitung dengan menggunakan rumus (Tipler, 1998):

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (16)$$

dengan m adalah massa sampel dan V adalah volume sampel. Rumus volume sampel didapatkan dari rumus volume tabung karena sampel berbentuk tabung.

Rumus volume tabung:

$$V = \pi r^2 l = \frac{1}{4} \pi d^2 l \quad (17)$$

dengan r adalah jari-jari sampel, d adalah diameter sampel, l adalah tebal sampel, dan $\pi=3,14$.

3.5.4 Pengolahan Data Listrik

Data listrik yang dihasilkan menggunakan LCR meter berupa impedansi real (Z') dan beda fase (Θ) sedangkan impedansi imajiner (Z'') didapatkan dari persamaan:

$$Z'' = Z' \times \tan\theta \quad (18)$$

setelah Z' dan Z'' didapatkan maka grafik Nyquist dapat diplot dengan Z' pada sumbu-x dan Z'' pada sumbu-y. Untuk menunjukkan resistivitas real (ρ') dan resistivitas imajiner (ρ'') masukkan nilai Z' dan Z'' sebagai R pada persamaan (8) untuk semua frekuensi, lalu grafik Nyquist ρ'' terhadap ρ' dapat diplot. Resistivitas total didapatkan dengan menggunakan fungsi *intercept* yang terdapat dalam *Microsoft Excel* pada grafik Nyquist ρ'' terhadap ρ' untuk mendapatkan perpotongan ρ' dan ρ'' . Resistivitas total yang didapat kemudian dimasukkan kedalam persamaan (7) untuk mendapatkan nilai konduktivitas ionik.