

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Eksperimen

Efek temperatur terhadap karakter elektrolit padat Bi_2O_3 dengan bahan penstabil Al_2O_3 , yaitu densitas, porositas, dan konduktivitas ionik akan diuji melalui eksperimen. Temperatur sintering divariasikan dengan harga 800, 850, dan 900 °C. Temperatur sintering dipilih sebagai variabel yang berubah sementara waktu penahanan dan komposisi Bi_2O_3 dan Al_2O_3 dikendalikan supaya tidak berpengaruh, sehingga hubungan antara temperatur sintering dengan karakter elektrolit padat Bi_2O_3 dengan bahan penstabil Al_2O_3 bisa dinilai.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat yang Digunakan

1. Timbangan analitis merk Sartorius Analytic AC 210 P
2. Gelas beaker
3. Pengaduk magnet merk Thermolyne Cimarec-2
4. Tungku pembakaran suhu tinggi merk Thermolyne 46200
5. Alat cetak tekan merk Enerpac P-39
6. Multimeter merk GW model GDM-8055

7. Kawat penggantung dan gantungan
8. Alat penghalus
9. Saringan lolos 200 mesh
10. Oven merk Thermolyne

3.2.2 Bahan yang Digunakan

1. Bismut oksida murni
2. Aluminium Oksida
3. Akuades

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Pembuatan Elektrolit Padat Bi_2O_3 dengan Bahan Penstabil Al_2O_3

Pembuatan elektrolit padat Bi_2O_3 dengan bahan penstabil Al_2O_3 dilakukan dengan mencampur bismut oksida sebanyak 67 % berat dan aluminium oksida sebanyak 33 %. Bi_2O_3 merupakan bahan baku utama sedangkan Al_2O_3 merupakan bahan penstabil. Kedua bahan ini dicampur dengan akuades hingga homogen menggunakan pengaduk magnet selama ± 4 jam, setelah homogen, campuran ini kemudian disaring dan filtratnya diambil kemudian dikeringkan dalam oven selama ± 1 hari agar air yang masih ada menguap, sebelum dicetak campuran yang telah kering diayak dahulu dengan menggunakan saringan lolos 200 mesh. Hal ini dilakukan untuk memperluas permukaan butiran atau partikelnya sehingga mempermudah proses pencetakan. Pencetakan dengan menggunakan alat cetak tekan

(metode press casting) dengan tekanan 50 MPa. Setelah dicetak, maka akan dihasilkan pelet.

Pelet tersebut kemudian disintering selama 11 jam dengan variasi temperatur 800, 850, dan 900 °C. Sintering merupakan proses pemadatan sehingga diharapkan sampel menjadi padat dan matang. Selama sintering sesama partikel akan saling kontak dan bidang kontakannya merupakan daerah ketidakstabilan. Ketidakstabilan itu disebabkan adanya kontak yang menghasilkan efek kristalisasi (Febrianto, 1998), sehingga setelah pelet disintering, maka diharapkan terjadi penyusutan volume sampel akibat pemampatan butiran yang saling menyatu dan mengikat sehingga dihasilkan porositas yang rendah. Pada saat sintering diharapkan terjadi transformasi dari struktur $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ menjadi struktur $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$, untuk itu ditambahkan bahan penstabil aluminium oksida. Struktur $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ mempunyai konduktivitas ionik yang tinggi dan stabil diatas temperatur 730 °C sampai pada titik leburnya yaitu 825 °C.

3.3.2 Karakterisasi Hasil Sintering

1. Densitas

Uji porositas dan densitas dilakukan dengan cara merebus sampel dalam air mendidih untuk membuka pori-pori sehingga dapat diketahui ukuran distribusi pori-pori yang terdapat dalam sampel. Sampel ini direbus selama ± 5 jam, kemudian sampel didinginkan. Sampel yang masih basah diseka dengan menggunakan kain dan ditimbang sehingga didapatkan berat basah (BB). Setelah itu sampel diikat dengan menggunakan kawat halus dan digantung dalam air sampai kemudian ditimbang dan didapatkan berat basah gantung (BBG), kemudian kawat dan gantungan yang

digunakan ditimbang didapatkan berat kawat (BKawat). Langkah terakhir sampel dikeringkan dalam oven sampai airnya menguap semua dan ditimbang sehingga didapatkan berat kering (BK). Dari hasil penimbangan tersebut maka dapat dicari nilai densitas melalui persamaan.

$$\text{Rumus: Densitas} = \frac{\text{BK}}{\text{BB} - (\text{BBG} - \text{BKawat})}$$

Prinsip pengukuran densitas ini adalah Hukum Archimedes, yang berbunyi jika suatu benda dimasukkan ke dalam zat cair maka massa benda tersebut sama dengan massa zat cair yang dipindahkan. Densitas yang diukur tersebut merupakan densitas ruah (bulk density), yaitu pengukuran ini memperhatikan pori-pori yang terdapat di dalam dan pada permukaan sampel. Tujuan pengukuran densitas adalah untuk mengetahui terjadinya reaksi kimia. Hal ini dikarenakan selama proses sintering diharapkan hanya terjadi perubahan struktur dari $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ menjadi $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$, jadi diharapkan tidak terbentuk senyawa baru dari Bi_2O_3 .

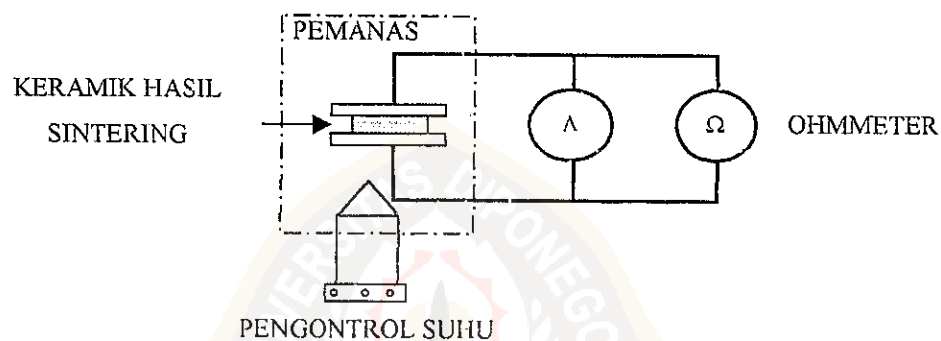
2. Porositas

Tujuan dari pengukuran porositas adalah untuk mengetahui kadar porositas sampel. Syarat elektrolit padat adalah tidak berpori. Kadar porositas diharapkan tidak lebih dari 1. Dari hasil penimbangan dapat diketahui nilai porositas dalam %.

$$\text{Rumus: Porositas} = \frac{\text{BB} - \text{BK}}{\text{BB} - (\text{BBG} - \text{BKawat})} \times 100\%$$

3. Konduktivitas Ionik

Pelet yang telah disinterkan pada suhu 800, 850, 900 °C ditentukan nilai konduktivitas ioniknya dengan cara mengukur tahanan (R) setiap kenaikan temperatur 5 °C pada suhu 30 °C sampai 400 °C. Kemudian dari hasil pengukuran dibuat grafik dengan sumbu x adalah temperatur (°C) dan sebagai sumbu y adalah konduktivitas ionik ($S \cdot cm^{-1}$).



Gambar 3.1 Skema alat konduktivitas ionik

4. Difraksi Sinar-X

Sampel yang telah disinterkan pada suhu 800, 850, 900 °C dianalisis menggunakan difraksi sinar-X.