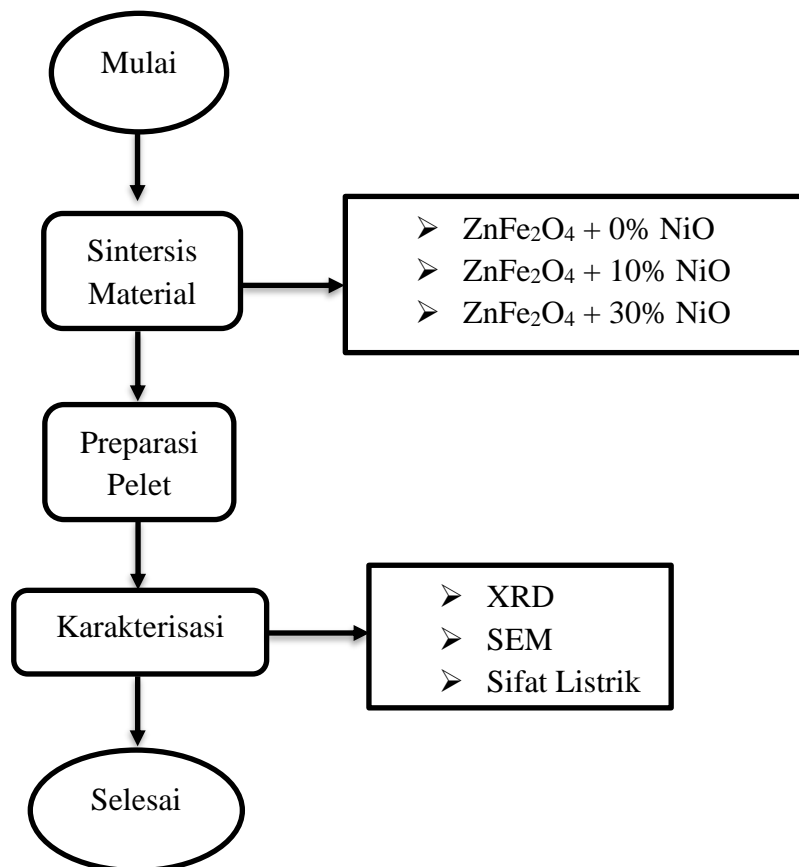


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

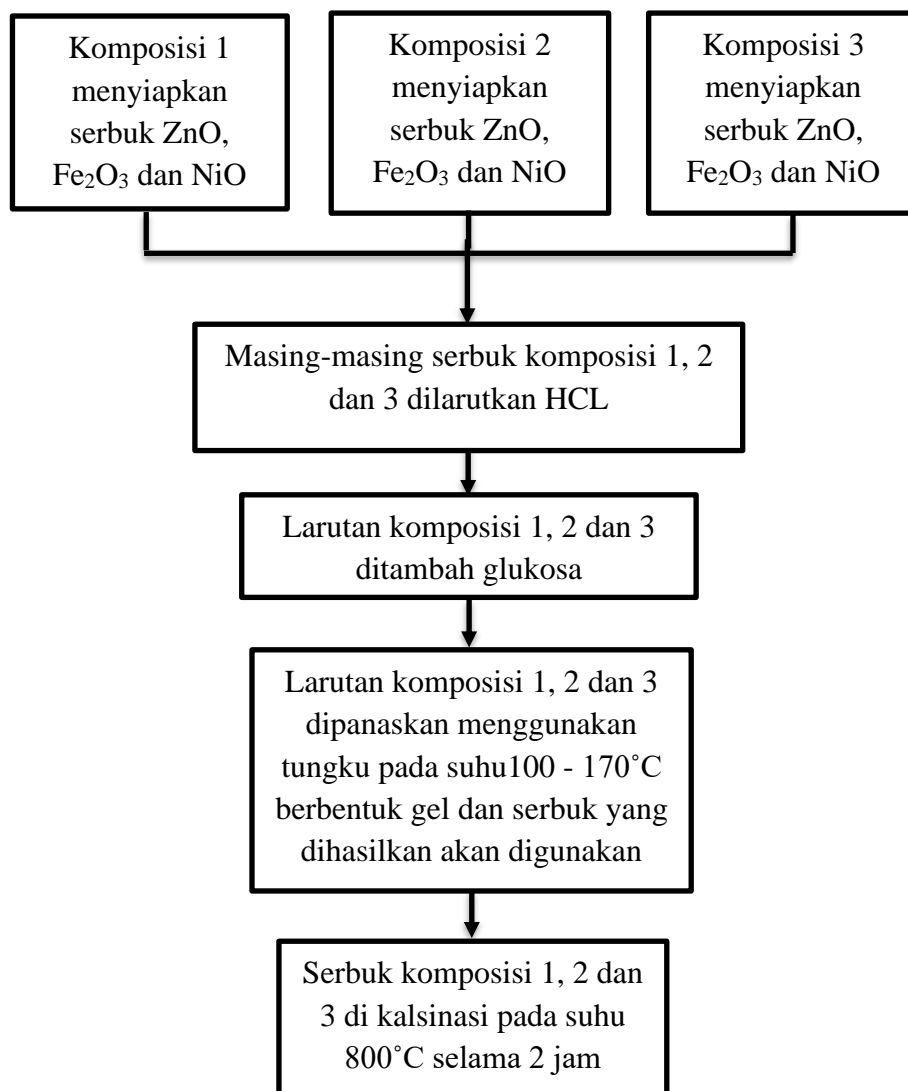
Pada penelitian ini ditunjukkan proses penelitian secara garis besar pada Gambar 3.1. Dilakukan penelitian mengenai pengembangan material ZnFe_2O_4 yang diberi penambahan NiO untuk teknologi elektronika yang diaplikasikan sebagai termistor NTC.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 Sintesis Material

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis dengan menggunakan metode sol-gel. Material ZnFe_2O_4 diberikan variasi penambahan NiO yang terdiri dari 0%, 10% dan 30%. Penambahan NiO bertujuan untuk mengetahui performansi yang baik pada material ZnFe_2O_4 sebagai termistor NTC. Berikut prosedur sintesis yang ditunjukkan secara ringkas dapat dilihat dari Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram alir sintesis ZnFe_2O_4 dengan variasi penambahan NiO dengan menggunakan metode sol-gel

Selanjutnya dalam sintesis material terdapat beberapa langkah prosedur yang harus dilakukan. Langkah pertama, menyiapkan bahan serbuk yang ditunjukkan pada Tabel 3.1. Langkah kedua, masing-masing serbuk disetiap

komposisi dilarutkan dengan menggunakan asam klorida (HCL) sebanyak 50 ml dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Langkah ketiga, ketika komposisi 1, 2 dan 3 sudah dilarutkan, ditambahkan glukosa pada masing-masing komposisi dengan berat yang telah tentukan pada Tabel 3.5. Langkah keempat panaskan larutan pada suhu 100 - 170°C sampai berbentuk gel dan menghasilkan serbuk sintesis. Langkah kelima serbuk sintesis di kalsinasi pada suhu 800°C selama 2 jam.

3.2.1 Persiapan Bahan Serbuk

Berat pada bahan serbuk ZnO, Fe₂O₃ dan NiO yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 3.1 sebagai berikut.

Tabel 3.1 Persiapan serbuk olahan ZnFe₂O₄ dalam penambahan NiO

Berat (gram)				
Komposisi	Berat ZnO	Berat NiO	Berat Fe ₂ O ₃	Berat Total
1	1,688	0	3,312	5
2	1,816	0,333	2,851	5
3	2,141	1,179	1,680	5

Dalam tahapan persipan bahan, terdapat alat yang digunakan diantaranya dapat ditunjukkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Alat yang digunakan pada persiapan bahan serbuk

Alat	Fungsi
Timbangan	Untuk menimbang sebuah bahan dasar yang akan digunakan agar bahan yang akan digunakan sesuai beratnya
Spatula	Untuk alat bantu memindahkan sebuah bahan dasar ke wadah timbangan
Kertas Timbangan	Untuk alas saat melakukan penimbangan bahan

3.2.2 Proses Pelarutan Bahan Serbuk

Proses pelarutan serbuk komposisi 1, 2 dan 3 menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 125°C, dengan *speed mot* 1. *Magnetic stirrer* memerlukan batang pengaduk ialah *stir bar*. Pelarutan dilakukan sampai serbuk tercampur dengan rata. Serbuk komposisi 1, 2 dan 3 dilarutkan dengan asam klorida (HCL) sebanyak ± 50 ml pada setiap komposisi. Pada tahapan ini, terdapat beberapa alat serta bahan yang digunakan diantaranya dapat dilihat pada Tabel 3.3 dan Tabel 3.4.

Tabel 3.3 Alat yang digunakan pada proses pelarutan bahan serbuk

Alat	Fungsi
<i>Magnetic stirrer</i>	Untuk pengaduk otomatis saat proses pelarutan
<i>Stir bar</i>	Untuk mengaduk satu larutan dengan larutan lain hingga homogen
<i>Breaker glass 500 mL</i>	Untuk wadah bahan pada saat proses pelarutan

Tabel 3.4 Bahan yang digunakan pada proses pelarutan bahan serbuk

Bahan	Fungsi
HCL	Untuk zat pelarut komposisi 1, 2 dan 3

3.2.3 Proses Pencampuran Larutan

Proses tahap pencampuran dilakukan sangat sederhana, diantaranya bahan dasar yang telah dilarutkan oleh bahan pelarut, dicampurkan dengan $C_6H_{12}O_6$ (glukosa). Glukosa yang digunakan pada setiap komposisi membutuhkan berat glukosa yang berbeda. Pada komposisi 1 ditambahkan glukosa $\pm 7,47$ gr, komposisi 2 ditambah glukosa $\pm 8,04$ gr dan komposisi 3

ditambah glukosa $\pm 9,48$ gr. Berat glukosa pada setiap komposisi didapatkan dari Tabel 3.5. Sedangkan alat pada proses pencampuran dapat dilihat dari Tabel 3.6 sebagai berikut.

Tabel 3.5 Persiapan bahan glukosa ($C_6H_{12}O_6$)

Berat (gram)	
Komposisi	Total Glukosa
1	7,473
2	8,040
3	9,478

Tabel 3. 6 Alat yang digunakan pada proses pencampuran

Alat	Fungsi
<i>Breaker glass</i> 500 mL	Untuk wadah bahan pada saat proses pelarutan
Batang Pengaduk	Untuk mengaduk larutan dengan glukosa
Alat Tulis (Pulpen)	Untuk menulis sampel agar tidak tertukar

3.2.4 Proses pemanasan

Proses pemanasan yang dilakukan untuk mendapatkan gel dan serbuk hasil sintesis. Dilakukan pemanasan pada larutan di suhu $100 - 170^{\circ}C$. Berikut alat yang digunakan pada proses pemanasan dapat dilihat pada Tabel 3.7.

Tabel 3.7 Alat yang digunakan pada proses pemanasan

Alat	Fungsi
<i>Breaker glass</i> 500 mL	Untuk wadah bahan pada saat proses pemanasan
Tungku (<i>Furnace</i>)	Untuk tempat pemasan bahan komposisi 1, 2 dan 3

3.2.5 Proses kalsinasi serbuk sintesis

Pada serbuk sintesis yang didapatkan dari proses pemanasan, kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 800°C selama 2 jam. Berikut alat yang digunakan pada proses kalsinasi serbuk sintesis yang ditunjukkan pada Tabel 3.8.

Tabel 3.8 Alat yang digunakan pada proses kalsinasi serbuk sintesis

Alat	Fungsi
Cawan	Untuk wadah serbuk sintesis
Tungku (<i>Furnace</i>)	Untuk tempat pemasan bahan komposisi 1, 2 dan 3

3.3 Preparasi Pelet

Pada proses preparasi pelet terdapat beberapa langkah prosedur yang harus dilakukan. Langkah pertama, serbuk sintesis di kompakasi (pengepresan) untuk mendapatkan sebuah pelet. Langkah kedua, sintering pelet pada suhu 1100°C selama 3 jam. Langkah ketiga, pengukuran tebal dan diameter pelet. Langkah keempat, pelapisan perak pada bagian kedua sisi pelet dan Langkah kelima kalsinasi pelet.

3.3.1 Proses kompakasi (pengepresan pelet)

Dilakukannya proses kompakasi (pengepresan) terhadap serbuk campuran untuk mendapatkan sebuah pelet termistor dengan kerapatan yang diinginkan. Kemudian serbuk ditimbang beratnya masing-masing 0,7 gr pada tekanan 100 kg/cm² dan 0,3 gr pada tekanan 50 kg/cm² selama ±15 detik.

Dilakukannya pengepresan pada setiap komposisi, diantaranya pada komposisi 1 terdapat pelet berukuran kecil sebanyak tiga buah pelet dengan masing-masing beratnya 0,3 gr dan pelet berukuran besar dengan berat 0,7 gr yang dibuat sebanyak satu buah. Sedangkan pada komposisi 2 dan 3 perlakuannya sama seperti komposisi 1.

Maka dari itu, dilakukannya sebuah pengepresan pada masing-masing komposisi dan memiliki dua berat yang berbeda yaitu 0,3 gr dan 0,7 gr. Karena, untuk pelet berukuran kecil akan sulit dilakukan sebuah karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*). Dibuatnya pelet berukuran besar untuk mempermudah melakukan karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*). Berikut contoh Gambar 3.3 (a) menunjukkan sebuah alat kompaksi (pengepresan) sebagai berikut.



Gambar 3.3 Press *hydraulic*

Pada tahapan ini, terdapat beberapa alat yang digunakan diantaranya dapat dilihat pada Tabel 3.9

Tabel 3.9 Alat yang digunakan pada proses kompaksi (pengepresan)

Alat	Fungsi
Press <i>hydraulic</i>	Untuk mengepres serbuk menjadi pelet
Plastik	Untuk tempat sempel yang telah dipres agar tidak tertukar dan rusak

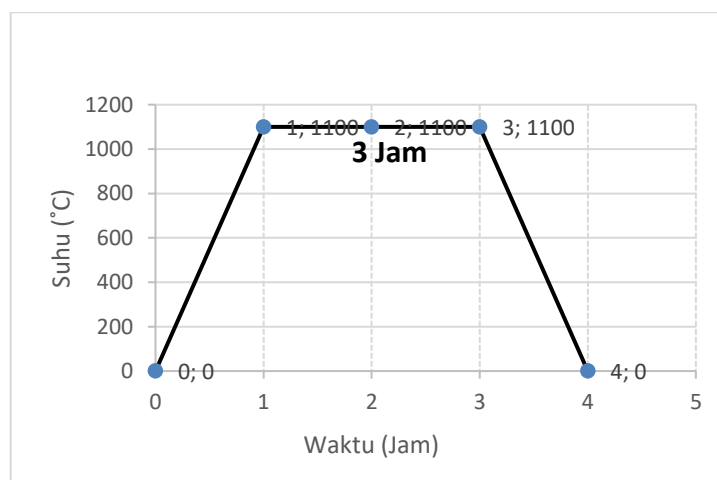
3.3.2 Sintering

Sintering yang dilakukan pada pelet komposisi 1, 2, 3 dan disetiap komposisi disinter pada suhu 1100°C selama 3 jam. Perlakuan sintering tersebut telah di sesuaikan pada *melting point*. Dilakukannya sintering pada sampel yaitu selain untuk mengetahui pemanasan dibawah *melting point* pada setiap serbuk dan menghilangkan sebuah pori-pori pada sampel serta akan terikat kuat antar partikel. Berikut ini Gambar 3.4 menunjukkan sebuah tungku untuk melakukan sintering pelet.



Gambar 3.4 Tungku sintering

Dari proses sintering yang telah dilakukan, dapat dilihat pada contoh Gambar 3.5. Dimana menunjukkan sebuah skema grafik sintering yang dilakukan pada suhu 1100°C selama penahanan 3 jam sebagai berikut.

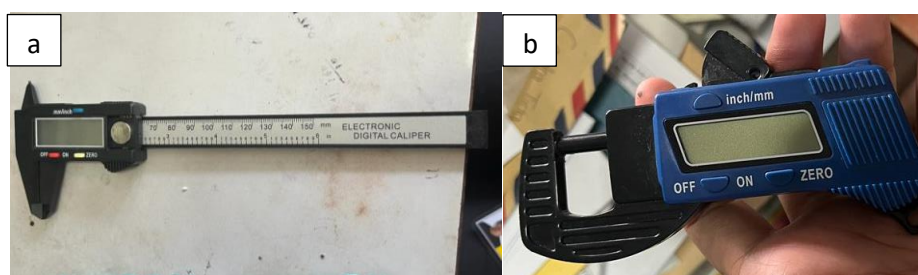


Gambar 3.5 Skema grafik sintering suhu 1100°C selama 3 jam

Pada Proses sintering, suhu dinaikkan sebesar 1100°C dan ditahan selama 3 jam. Setelah dilakukannya sebuah penahan selama 3 jam di suhu 1100°C , penurunan suhu dilakukan hingga suhu ruang.

3.3.3 Pengukuran Tebal dan Diameter Pelet

Dalam tahapan ini, pelet di setiap komposisi diukur tebal dan diametnya. Karena, nilai pengukuran tebal dan diameter pelet akan digunakan dalam perhitungan nilai resistivitas listrik. Berikut ini alat yang digunakan untuk mengukur tebal dan diameter pelet setiap masing-masing komposisi sebagai berikut Gambar 3.6.



Gambar 3.6 (a) Jangka sorong dan (b) Mikrometer

Pada tahapan ini, terdapat beberapa alat yang digunakan diantaranya dapat dilihat pada Tabel 3.10

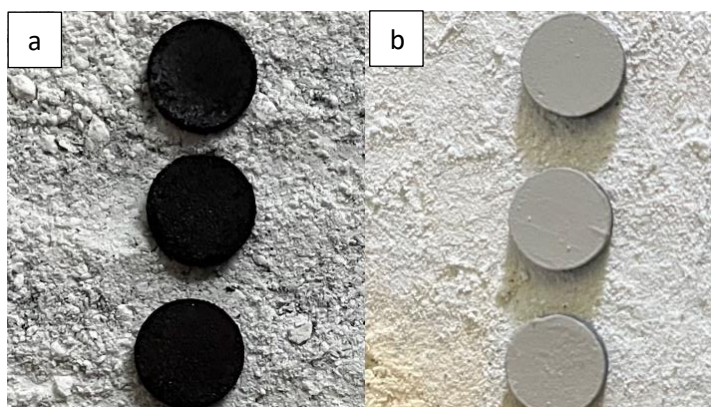
Tabel 3.10 Alat yang digunakan pada proses pengukuran tebal dan diameter

Alat	Fungsi
Jangka Sorong	Untuk menghitung diameter sampel
Mikrometer	Untuk mengukur ketebalan sampel

3.3.4 Pelapisan Perak Pada Kedua Sisi Pelet

Proses pelapisan perak pada kedua bagian pelet keramik komposisi 1, 2 dan 3 berfungsi sebagai elektroda ohmik. Sehingga, pelet termistor yang telah dilapisi perak pada kedua sisinya dapat diukur nilai resistansi di setiap sampel.

Berikut ini Gambar 3.7 (a) dan (b) menunjukkan proses pelet sebelum dilapisi perak dan sesudah dilapisi perak.



Gambar 3.7 (a) Pelet sebelum dilapisi perak dan (b) pelet sudah dilapisi perak

Pada tahapan ini, terdapat beberapa alat dan bahan yang digunakan diantaranya dapat dilihat pada Tabel 3.11 dan Tabel 3.12.

Tabel 3.11 Alat yang digunakan pada proses pelapisan perak

Alat	Fungsi
Screen Alumunium	Untuk melapisi sebuah perak pada sampel agar tersebar dengan merata
Spatula sendok	Untuk mengoles perak pada permukaan sampel dan spatula sendok yang digunakannya pada bagian yang rata, bukan pada bagian yang cekung
Baroson 1800	Untuk membersihkan sampel sebelum dilapisi perak

Tabel 3.12 Bahan yang digunakan pada proses pelapisan perak

Bahan	Fungsi
Pasta Perak	Untuk kontak ohmik yang mengakibatkan dapat diukurnya sebuah resistansi
Alkohol	Untuk membersihkan sampel sebelum dilapisi perak

3.3.5 Kalsinasi

Pada proses ini, komposisi 1, 2 dan 3 yang telah dilapisi perak mula-mula dikalsinasi pada suhu 500°C ditahan selama 10 menit, selanjutnya dikalsinasi pada suhu 700°C dan ditahan selama 10 menit. Kemudian pada saat suhu 250°C ditahan selama 3 jam. Tungku kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 3.8 sebagai berikut.



Gambar 3.8 Tungku untuk kalsinasi

Pada tahapan ini, terdapat beberapa alat yang digunakan diantaranya dapat dilihat pada Tabel 3.13.

Tabel 3.13 Alat yang digunakan pada proses kalsinasi

Alat	Fungsi
Tungku BRIN	Untuk memanaskan sampel

3.4 Karakterisasi

Pada proses karakterisasi yang dilakukan yaitu untuk mengetahui struktur spinel serta ukuran kristalit masing-masing komposisi, memperlihatkan mikrografi keramik masing-masing komposisi dan mendapatkan sifat listrik termistor. Dimana dari hasil karakterisasi yang didapatkan akan menghasilkan termistor NTC (*Negative Temperature Coefficient*) yang memenuhi syarat harga pasaran.

3.4.1 Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction)

Pada karakterisasi XRD, akan diketahui sebuah struktur kristal terbentuk dan tidaknya spinel dari suatu sampel. Dalam penelitian ini, material keramik dibuat menjadi pelet dan di sintering pada temperatur 1100°C selama 3 jam. Dalam penelitian ini, karakterisasi XRD dilakukan di Greenlabs berlokasi Office & Beyond Bld. A3 Cimanuk 6, Citarum, Bandung.

3.4.2 Karakterisasi SEM (Scanning Electron Microscope)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk melihat struktur mikrograf dan mengukur ukuran butir suatu sampel. Gambaran mikrografnya dalam bentuk pelet yang telah disinter pada suhu 1100°C selama 3 jam. Untuk melihat hasil mikrograf pada sampel dilakukan dengan perbesaran diantara 2000× sampai dengan 3000×. Dalam penelitian ini, karakterisasi SEM dilakukan di Polman (Politeknik Manufaktur) berlokasi Jl. Kanayakan No.21, Dago, Kecamatan Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat.

3.4.3 Karakterisasi Sifat Listrik

Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui harga optimal listrik termistor NTC (*Negative Temperature Coefficient*). Dilakukannya karakterisasi ini, agar termistor NTC (*Negative Temperature Coefficient*) memiliki resistivitas listrik suhu ruang (ρ_{SR}), konstanta termistor (B), dan harga sensitivitas listrik (α)

yang memenuhi syarat sebagai termistor NTC (*Negative Temperature Coefficient*). Selain itu, dalam karakteristik listrik termistor memiliki harga konstanta termistor yang baik sebesar $B \geq 2000 \text{ }^\circ\text{K}$. Dalam penelitian ini, dilakukan di Laboratorium Fisika Bahan, Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan – Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTPN – BATAN) berlokasi Jl. Tamansari No. 71, Lebak Siliwangi, Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat.

3.5 Tempat Penelitian

Penelitian pembuatan termistor NTC ini dilaksanakan pada bulan Februari – Juni 2023 di Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan (PSTNT-BATAN) Kota Bandung. Di laboratorium tersebut dilakukan pengambilan data menggunakan karakterisasi sifat listrik, SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan XRD (*X-Ray Diffraction*).