

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metoda Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan metode eksperimen.

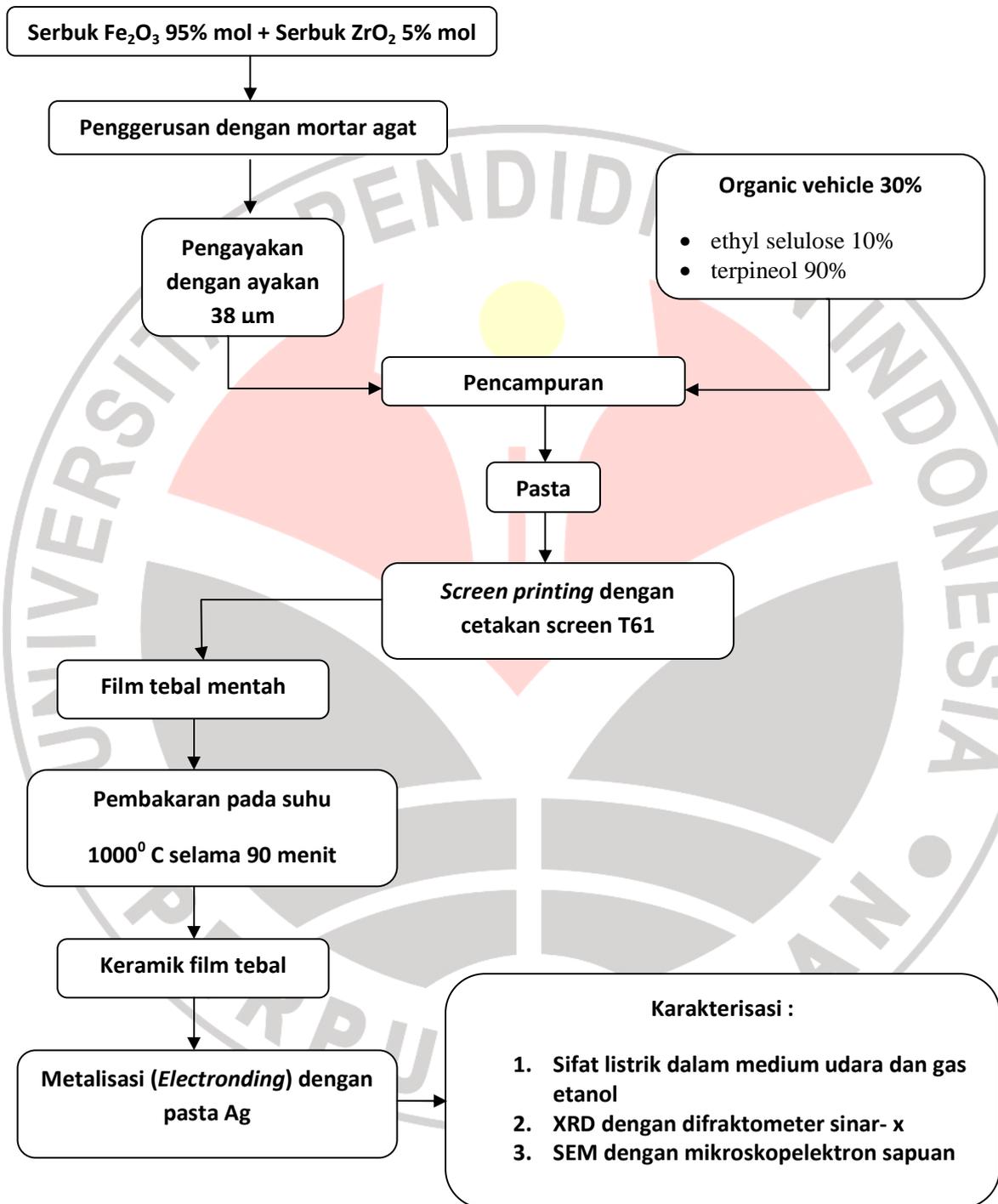
3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR-BATAN) Jalan Tamansari no. 71 Bandung, 40132. Karakterisasi difraksi sinar-X untuk keramik film tebal $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ yang dibakar pada suhu 1000^0 C selama 90 menit dilakukan di laboratorium XRD Jurusan Teknik Pertambangan ITB Jalan Ganesa 10 Bandung, 40132. Karakterisasi struktur mikro (SEM) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan (PPPGL), Jalan Dr. Djunjunan no.236, Bandung, 40174.

3.3 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dari tanggal 7 Oktober 2010 sampai 15 Desember 2010. Penelitian dilakukan setiap hari kerja dari pukul 08:00 WIB sampai dengan pukul 16:00 WIB.

3.4 Diagram Alur Pembuatan Film Tebal Fe_2O_3 yang Didoping 5% ZrO_2



Gambar 3.1. Diagram alur pembuatan film tebal Fe_2O_3 - ZrO_2

3.5 Alat dan Bahan

3.5.1 Alat yang Digunakan

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Neraca digital
2. Gelas kimia 50 ml
3. Spatula
4. Jarum suntik
5. Multimeter *constant 88A*
6. Pengontrol suhu *shimaden*
7. Tungku Carbolite RHF 600
8. Penggerus manual (*mortar agate*)
9. Cetakan nilon T61, 20 x 30
10. Plastik obat
11. Toples plastik kecil
12. Pemotong kaca
13. Regulator tegangan listrik
14. Meja kaca

3.5.2 Bahan yang Digunakan

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Serbuk Fe_2O_3
2. Serbuk ZrO_2

3. Pasta konduktif perak
4. Substrat alumina
5. Organic vehicle
6. Aquades
7. Ethanol Cair

3.6 Prosedur Percobaan

3.6.1 Preparasi Serbuk

Proses preparasi menggunakan bahan serbuk Fe_2O_3 (Aldrich) dan ZrO_2 (Aldrich). Preparasi dilakukan dengan menggunakan proses perhitungan mol lalu dikonversi dalam bentuk konsentrasi massa, dengan menggunakan persamaan sebagai berikut.

$$\% \text{ Massa } ZrO_2 = \left(\frac{mol \ ZrO_2 \times Mr \ ZrO_2}{(mol \ ZrO_2 \times Mr \ ZrO_2) + (mol \ Fe_2O_3 \times Mr \ Fe_2O_3)} \right) \times 100 \% \quad (3.1)$$

$$\% \text{ Massa } Fe_2O_3 = \left(\frac{mol \ Fe_2O_3 \times Mr \ Fe_2O_3}{(mol \ ZrO_2 \times Mr \ ZrO_2) + (mol \ Fe_2O_3 \times Mr \ Fe_2O_3)} \right) \times 100 \%$$

Komposisi bahan Fe_2O_3 dan ZrO_2 diuraikan pada tabel 3.1

$Mr \ Fe_2O_3 = 159,69$ dan $ZrO_2 = 123,22$

Tabel 3.1. Komposisi campuran ZrO_2 dan Fe_2O_3

% mol		% berat	
Fe_2O_3	ZrO_2	Fe_2O_3	ZrO_2
95	5	96,1	3,9

Serbuk Fe_2O_3 sebesar 95% mol dicampur dengan serbuk ZrO_2 sebesar 5% mol kemudian digerus dan diayak dengan ayakan yang berukuran 38 μm (serbuk yang lolos berukuran $<38 \mu m$). Ukuran ini disesuaikan dengan *screen* yang akan dipakai pada saat *screen printing*.

Bahan yang sudah dicampur kemudian dicampur dengan 30% zat organik pembantu (*organic vehicle*) hingga membentuk pasta. Penambahan *organic vehicle* sebesar 30% ditujukan untuk meningkatkan porositas karena semakin banyak yang ditambahkan maka film tebal yang diperoleh semakin poros (Wiendartun, 2008). Zat *organic vehicle* yang digunakan terdiri dari terpineol dan etil selulosa yang dibuat dengan cara mengaduk langsung kedua bahan tersebut secara perlahan hingga semua senyawa etil selulosa larut di dalam terpineol, dan tidak ada gelembung dalam larutan senyawa organik tersebut.

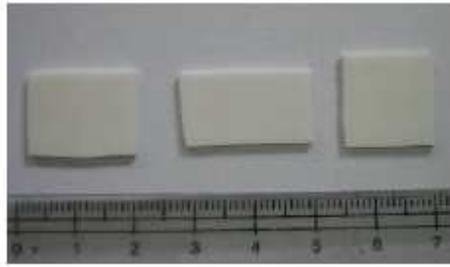
3.6.2 Screen Printing

Pada tahap ini, pasta kemudian dicetak di atas substrat alumina dengan menggunakan cetakan *screen* dari bahan nilon dengan tipe pori T-61 berukuran 20 x 30 cm. Cara ini dilakukan dengan menekan pasta melewati sebuah cetakan *screen* dengan menggunakan alat penyapu yang terbuat dari karet (*rakel*). Berikut langkah-langkah pengerjaannya.:

1. Langkah pertama, yaitu merekatkan substrat alumina di atas meja kaca dan menempatkan cetakan *screen* di atas substrat
2. Langkah kedua, mengoleskan sedikit pasta secara merata di atas cetakan *screen* yang ditempatkan tepat berada di atas substrat.
3. Langkah ketiga, menggunakan rakel untuk menyapu pasta agar pasta terdorong masuk ke dalam pori-pori *screen* dan menempel pada substrat. Setelah itu, cetakan *screen* diangkat dan film tebal mentah terbentuk.



Gambar 3.2. Cetakan *screen* berbahan nilon dengan tipe T-61



Gambar 3.3. Substrat alumina (Wiendartun, 2008)



Gambar 3.4. Contoh film tebal yang telah dibakar pada suhu 1000°C .

3.6.3 Firing (Pembakaran)

Film tebal mentah dibakar pada suhu 1000°C selama 90 menit dalam atmosfer udara dengan menggunakan tungku Carbolite RHF 600. Selama proses ini, waktu penahanan yang dipakai adalah 90 menit dan laju pemanasan serta laju pendinginannya adalah $10^{\circ}\text{C} / \text{menit}$. Waktu penahanan selama 90 menit dipilih karena berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Gustaman tentang keramik film tebal Fe_2O_3 yang ditambah 1%, 5%, dan 10% ZrO_2 (Gustaman, 2011). Pada penelitian tersebut, waktu penahanan selama 90 menit merupakan waktu penahanan yang optimal dalam proses pembakaran (*firing*) keramik film tebal Fe_2O_3 yang ditambah 1%,

5%, dan 10% ZrO_2 . Apabila lebih dari 90 menit, maka dikhawatirkan butir-butir pada film tebal akan mengalami hamburan akibat ukuran butir menjadi terlalu besar.



Gambar 3.5. Tungku Carbolite RHF 600 yang digunakan untuk proses sintering

3.6.4 Analisis XRD

Langkah ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk pada keramik film tebal Fe_2O_3 yang ditambahkan ZrO_2 .



Gambar 3.6. Difraktometer Sinar-X (XRD)

3.6.5 Pengamatan Struktur Mikro (SEM)

Langkah ini bertujuan untuk mengetahui terdapatnya ukuran butir dan pori dari keramik film tebal Fe_2O_3 yang ditambahkan ZrO_2 yang telah dibakar.



Gambar 3.7. Mikroskop Elektron Sapuan (SEM)

3.6.6 Metalisasi (Electroding)

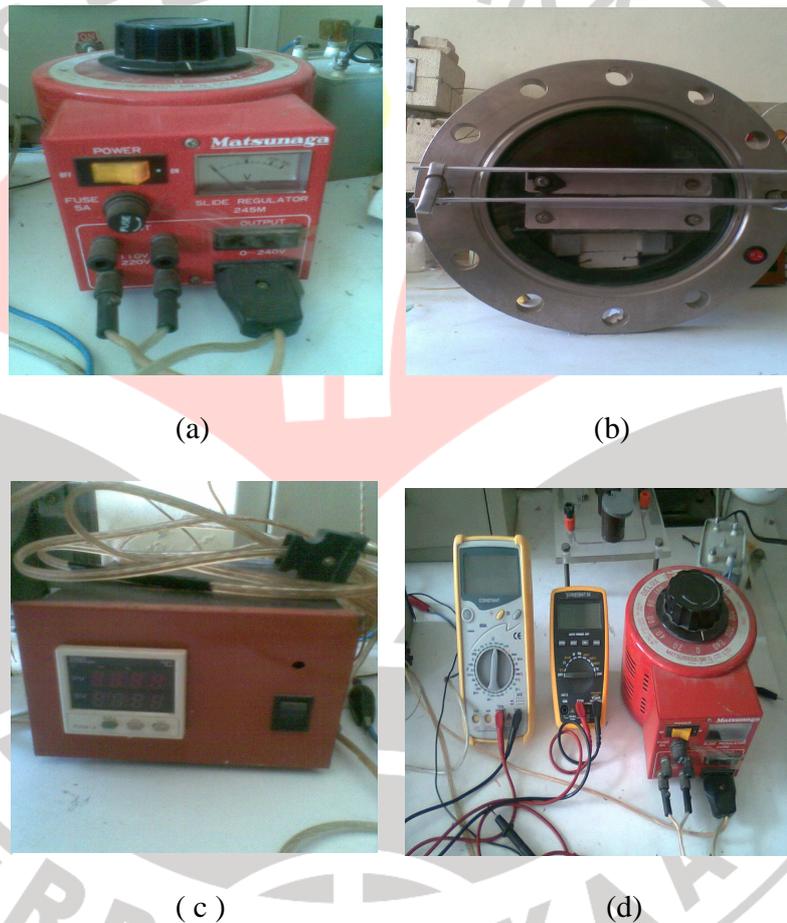
Pada langkah ini, kedua sisi film tebal dilapisi elektrode perak dengan metode *screen printing* juga agar karakteristik listriknya dapat ditentukan. Cetakan *screen* yang dipakai adalah cetakan *screen* khusus yang digunakan untuk penumbuhan pasta perak. Selanjutnya, film tebal yang sudah dimetalisasi dipanaskan pada suhu 600°C selama 10 menit.



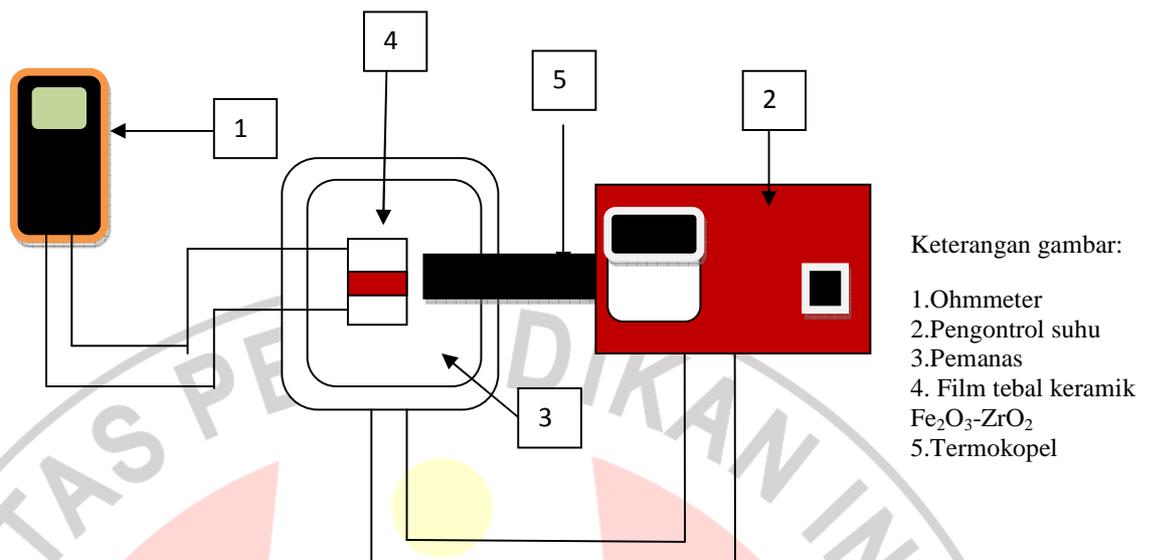
Gambar 3.8. Contoh film tebal yang sudah dimetalisasi.

3.6.7 Karakterisasi Listrik

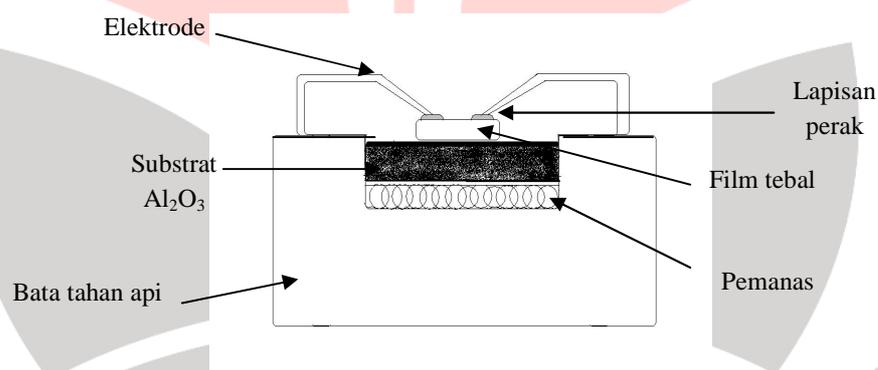
Pada tahap ini dilakukan pengamatan dan pengukuran resistansi listrik (R) dengan menggunakan multimeter *constant 88A*, sedangkan untuk memvariasikan nilai suhu (T) digunakan alat pengontrol suhu *shimaden*. Langkah ini bertujuan untuk memperoleh nilai sensitivitas keramik film tebal Fe_2O_3 yang ditambahkan ZrO_2 .



Gambar 3.9. Seperangkat alat yang digunakan untuk karakteristik listrik keramik film tebal $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. (a) Regulator tegangan listrik Matsunaga. (b) Tabung uji. (c) pengontrol suhu Shimaden. (d) Multimeter constant 88A (tengah).



Gambar 3.10. Skema rangkaian listrik untuk pengukuran $R = f(T)$



Gambar 3.11. Skema karakterisasi listrik film tebal

3.6.8 Analisis

Setelah semua data diperoleh, dilakukan analisis pada data-datanya yang meliputi karakteristik listrik untuk mengetahui pengaruh konsentrasi gas etanol terhadap film tebal, struktur mikro (SEM) dan struktur kristal (XRD).