

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli 2005 sampai Juni 2006, bertempat di Laboratorium Departemen Fisika, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok dan penggunaan peralatan karakterisasi XRD dan SEM bertempat di Program Pascasarjana Ilmu Material, FMIPA, Universitas Indonesia, Salemba. Penggunaan peralatan karakterisasi sifat ferroelektrik yang bertempat di Laboratorium Fisika Material, Departemen Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Bandung, Bandung.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian :

3.2.1 Bahan-bahan dalam penelitian ini meliputi:

- Substrat gelas *corning* dan substrat silikon
- Pelarut 2-methoksietanol ($\text{H}_3\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) 99,9%
- Bubuk Barium Asetat [$\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, 99%]
- Titanium isopropoksida [$\text{Ti}(\text{C}_{12}\text{O}_4\text{H}_{28})$, 99,999%]
- Bubuk Niobium(Nb)
- Stronsium Isopropoksida [$\text{Sr}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, 99%]
- Methanol
- Aquades
- Aceton
- H_2O_2
- NH_4OH
- HF
- HCl
- Gas oksigen (O_2) UHP

- Gas nitrogen (N₂) UHP

3.2.2 Peralatan penelitian

Peralatan penelitian yang digunakan pada penelitian ini meliputi:

- Alat timbangan Sartorius Model BL 6100
- *Spin Coating System*
- Pemotong substrat terbuat dari bahan intan
- Furnace No.Seri VULCAN 3-550 untuk proses *annealing*
- Stop watch
- Gelas ukur
- Pipet tetes
- Tabung reaksi
- Pinset
- Beaker gelas
- Pemanas (Setrika)

3.2.3 Peralatan analisis / karakterisasi

- Alat difraksi sinar-X (XRD) merk Phillips Analytical PW3710 *based*
- Alat SEM merk Jeoul seri JSM-5310LV
- Alat Polarisasi meter Radiant Technologies 66A (Charge Version 2.2)

3.2.4 Spesifikasi Peralatan

3.2.4.1 Spin Coating System

Peralatan ini merupakan hasil modifikasi dari *centrifuge* dengan spesifikasi sebagai berikut:

- batas maksimum *TIMER* 60 menit,
- kecepatan putar 2500, 3000 dan 3500 rpm
- berdinding mika dan berkerangka kayu, memiliki cerobong,
- blower dan lubang yang berguna untuk memasukkan pipa plastik untuk mengalirkan gas nitrogen dan oksigen dari tangkiber kapasitas 0,5 m³.



Gambar 3.1 *Spin Coating*

3.2.4.2. Furnace No.Seri VULCAN 3-550

Alat proses *annealing* menggunakan furnace merek *Nabertherm*, buatan jerman dengan spesifikasi sebagai berikut :

- Tegangan : 220 V
- Max oC : 1100 °C
- t = 50/60



Gambar 3.2 Furnace No.Seri VULCAN 3-550 Merek Nabertherm.

3.2.4.3. Phillips Analytical PW 3710/00

Alat XRD ini menggunakan metode bragg_bentano dengan spesifikasi sebagai berikut:

Dengan spesifikasi sebagai berikut:

- Generator *voltage* 40 kVolt
- *Tube current* 30 mA.
- Kaca penutup Pb (pencegah sinar-X keluar dari ruang alat)
- Dilengkapi software APD



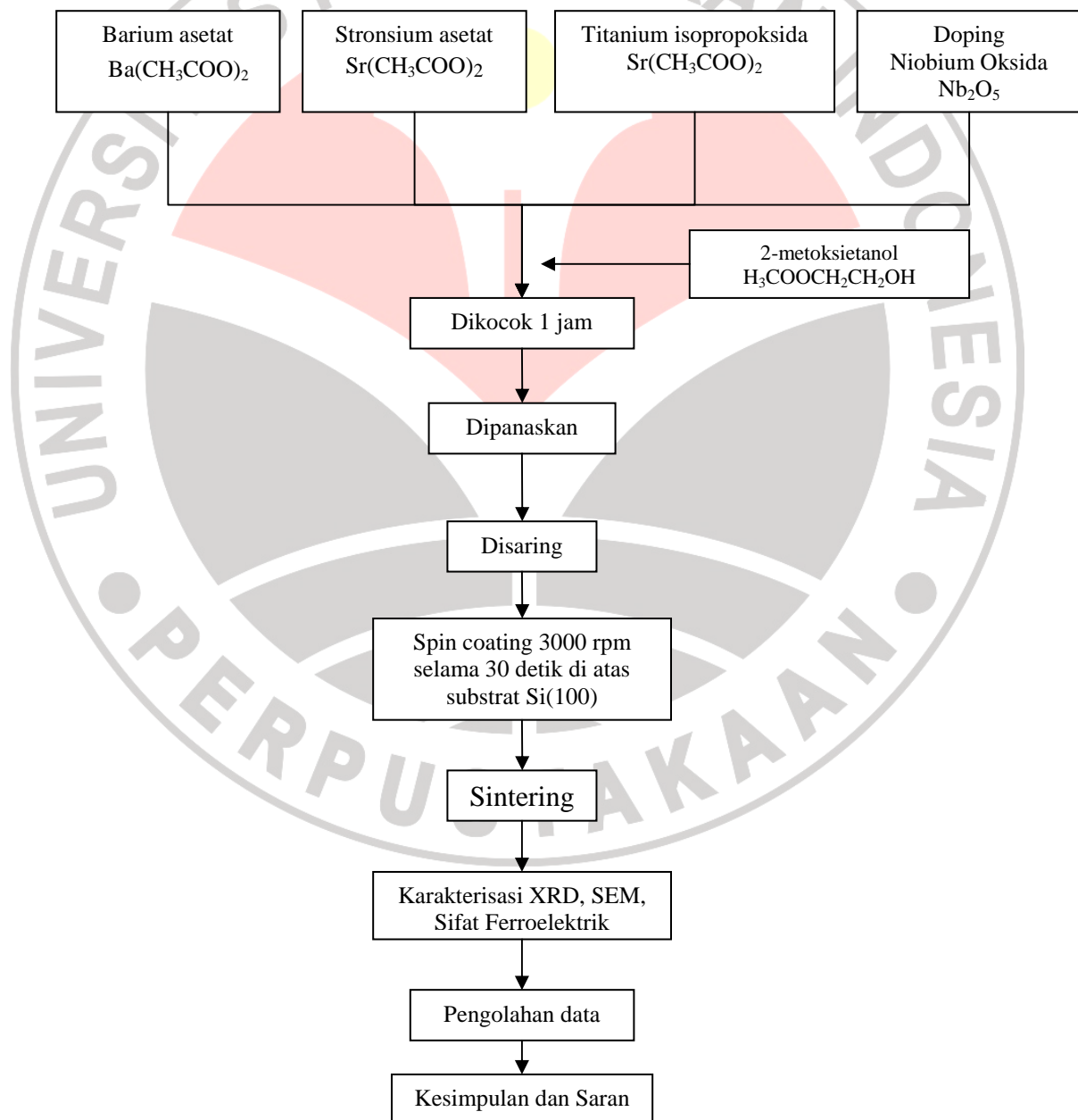
Gambar 3.3 Foto alat XRD Phillips Analytical PW 3710.

3. 2.4 Metode Penelitian

Metode penelitian dilakukan menggunakan eksperimen murni di laboratorium.

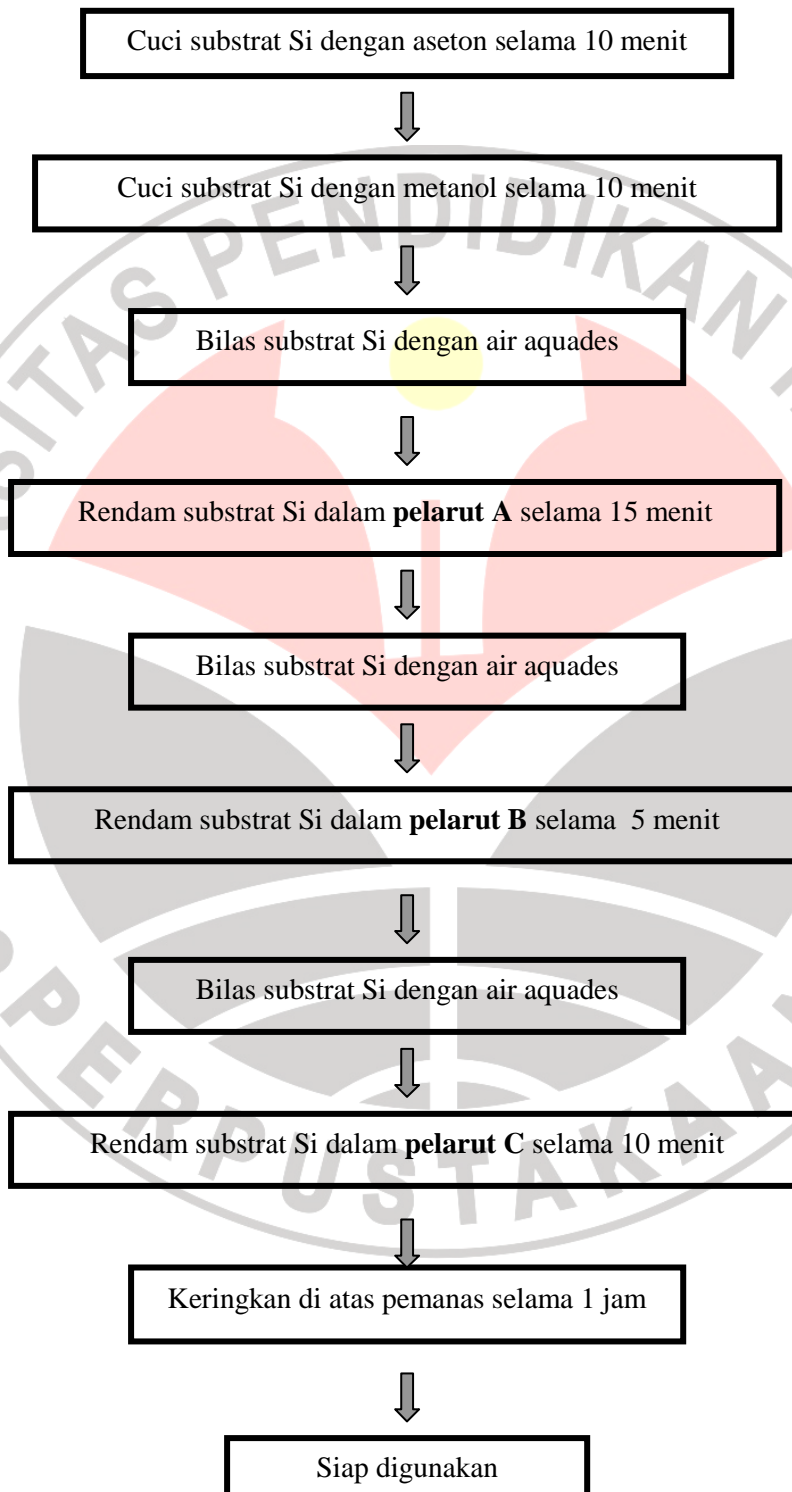
Metode penelitian yang dilakukan terdiri dari lima tahap. Tahap I adalah pembuatan

larutan BST murni dan BNST (BST didadah niobium) dengan memperhatikan faktor-faktor massa, molaritas, dan persentase doping. Tahap II adalah melakukan eksperimen pembuatan lapisan BST dan BNST di atas substrat Si (111) dan gelas *corning* dengan menggunakan metode *chemical solution deposition* (CSD) yaitu dengan teknik *spin-coating*. Tahap III adalah *sintering* film BST dan BNST; tahap IV adalah karakterisasi XRD, SEM dan uji sifat ferroelektrik. Tahap V adalah pengolahan data hasil karakterisasi pada tahap IV dan penulisan skripsi.



Gambar 3.4. Diagram alir penelitian

Gambar 3.5 menunjukkan skema tahapan perlakuan awal substrat Si sebelum substrat Si dipergunakan dalam pembuatan lapisan BST dan BNST (Irzaman dkk, 2003).

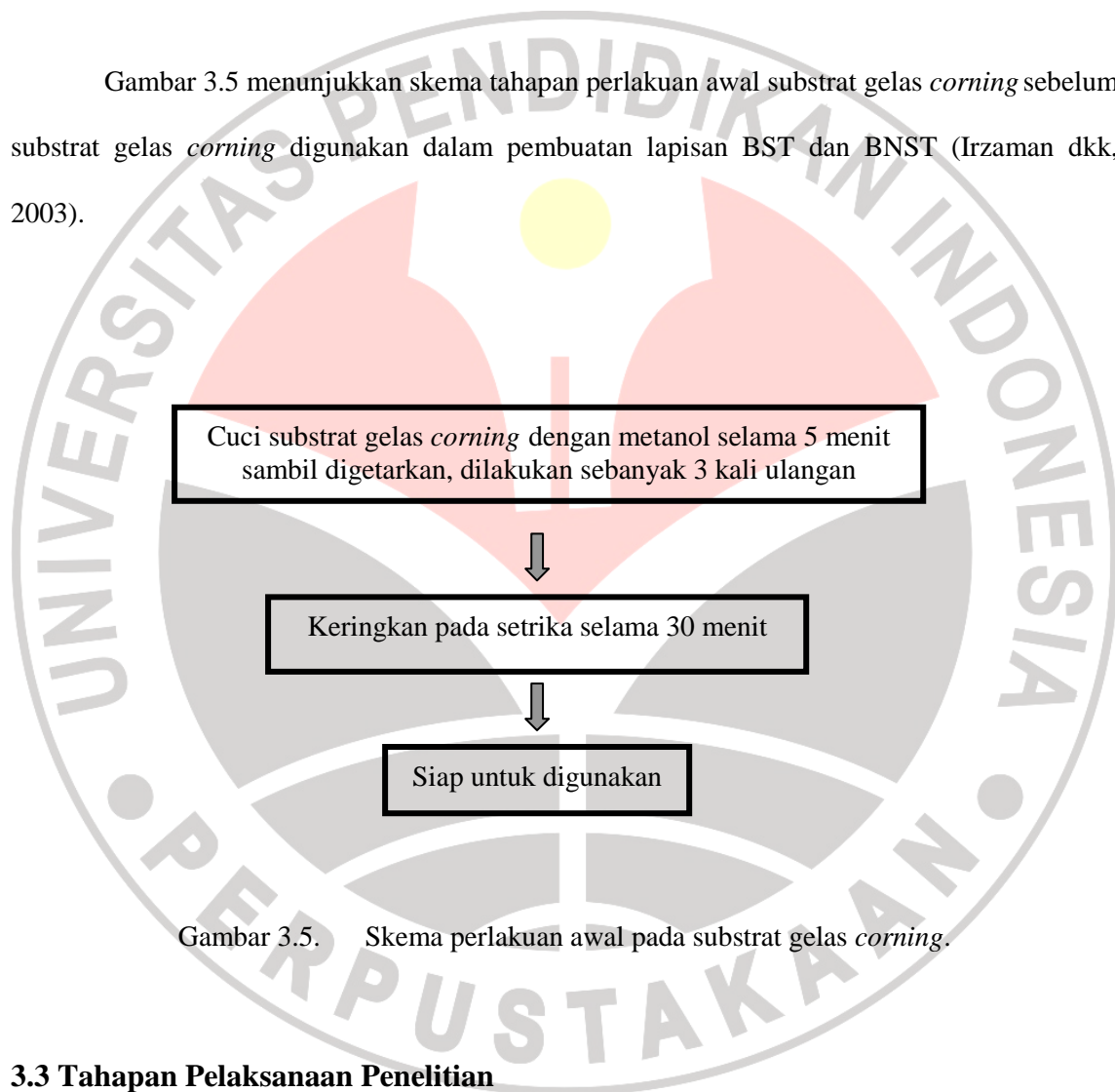


Gambar 3.4. Skema perlakuan awal substrat Si (111)

Keterangan Gambar 3.4:

- ❖ Larutan A → H_2O (aquabidest) : NH_4OH : $\text{H}_2\text{O}_2 = 5 : 1 : 1$
- ❖ Larutan B → H_2O (aquabidest) : HF = 50 : 1
- ❖ Larutan C → H_2O (aquabidest) : HCl : $\text{H}_2\text{O}_2 = 6 : 1 : 1$

Gambar 3.5 menunjukkan skema tahapan perlakuan awal substrat gelas *corning* sebelum substrat gelas *corning* digunakan dalam pembuatan lapisan BST dan BNST (Irzaman dkk, 2003).



Gambar 3.5. Skema perlakuan awal pada substrat gelas *corning*.

3.3 Tahapan Pelaksanaan Penelitian

3.3.1 Pembuatan Larutan BST

Pembuatan 1,0422 gram BST murni 1 M dengan langkah-langkah sebagai berikut: Campuran 0,6386 gram barium asetat [$\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, 99%]; 0,5142 gram bubuk stronsium asetat [$\text{Sr}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, 99%]; 1,4212 gram titanium isopropoksida

[Ti(C₁₂O₄H₂₈), 99,999%] dan 5 mL pelarut 2-methoksietanol [(H₃COCH₂CH₂OH) 99,9%] (Irzaman dkk, 2001).

3.3.2. Pembuatan larutan BST doping niobium dioksida (Nb₂O₅)

Langkah-langkah untuk membuat larutan BST yang didoping Niobium diawali dengan memperhitungkan presentase doping niobium, dengan menggunakan stoikiometri kimia. Phitungan presentase doping dapat dilihat di lampiran A.1. Menimbang bubuk barium asetat [Ba(CH₃COO)₂, 99%] seberat 0,6386 gram, bubuk stronsium asetat [Sr(CH₃COO)₂, 99%] seberat 0,2 gram, bubuk Titanium isopropoksida [Ti(C₁₂O₄H₂₈), 99,999%], 5mL pelarut 2-methoksietanol [(H₃COCH₂CH₂OH) 99,9%], dan menimbang doping Nb₂O₅ seberat 0.1040, 0.0208, dan 0.0834 gram dan titik gram sehingga berat doping yang diberikan dapat dilihat pada tabel 3.1 dibawah ini:

% doping Nb ₂ O ₅	Masa Doping Nb ₂ O ₅
1%	0.1040
2%	0,0208
4%	0,0834

Tabel 3.1 masa doping

3.3.3 Proses Pembuatan Lapisan Tipis BNST

Pembuatan lapisan BST dan BNST dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Meneteskan larutan BST di atas substrat gelas *corning* dan silikon pada *spin coating* dengan kecepatan 3000 rpm selama 30 detik, begitupun dengan lapisan BNST.

2. Memanaskan di atas pemanas ($T=130^{\circ}$) Selama 10 menit, sehingga terbentuk lapisan BST maupun BNST.
3. Melakukan hal yang sama seperti langkah 1 dan 2 sebanyak 5 kali sehingga terbentuk satu lapisan Film BST maupun BNST.
4. Melakukan proses sintering pada suhu 850°C untuk substrat Si(111) dan 450°C untuk substrat gelas corning dengan menggunakan *Furnace* No.Seri VULCAN 3-550 masing-masing selama selama 3 jam .

3.3.4 Karakterisasi XRD

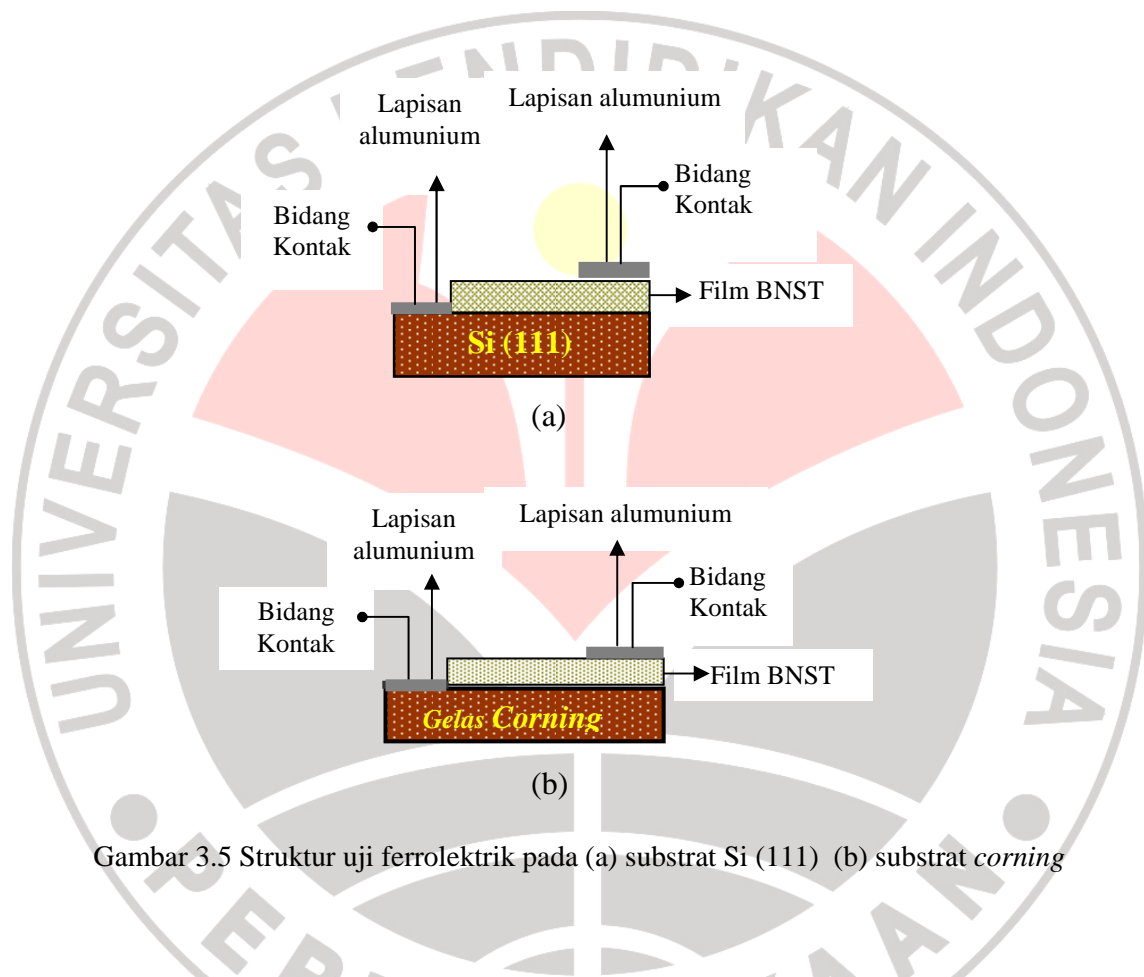
Karakterisasi XRD ini dilakukan bertujuan untuk menentukan parameter kisi dan menentukan polarisasi spontan film BNST. Target sumber sinar-X yang digunakan adalah Co (cobalt) dengan panjang gelombang $1,78896 \text{ \AA}$ untuk BNST (corning) dan dengan panjang gelombang 1.54 \AA untuk BNST (silikon), generator *voltage* 40 kVolt dan *tube current* 30 mA. Metode yang telah digunakan adalah Bragg-Bentano yang standar sudut awal 20° sampai 80° dan kenaikan setiap $0,02^{\circ}$ masing-masing 1 detik untuk setiap kenaikan sudut.

3.3.5 Karakterisasi Morfologi Permukaan Dengan Scanning Electron (SEM)

Teknik SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan atau dari lapisan yang tebalnya sekitar $20 \mu\text{m}$ dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan gambar topografi dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen (Thornton, 1967).

3.3.6 Karakterisasi Sifat Ferroelektrik (Polarisasi)

Karakterisasi sifat ferroelektrik lapisan BST dan BNST dilakukan dengan menggunakan alat Radiant Technology 66A (Charge Version 2.2) dengan tujuan untuk mendapatkan nilai polarisasi saturasi (P_s), polarisasi remanen (P_r) dan medan koersif (E_c) dari film.



Gambar 3.5 Struktur uji ferroelektrik pada (a) substrat Si (111) (b) substrat *corning*

3.3.7 Pengolahan Data

Data yang diperoleh berupa hasil XRD, SEM dan hasil pengukuran polarisasi. Data hasil XRD dari program APD dikonversi dalam bentuk EXEL dengan menggunakan program Bella V 2.2 dan untuk mengetahui puncak-puncak secara mendetil. Kemudian memulai pengolahan dengan menggunakan metode Analitik untuk mencari parameter kisi. Selanjutnya menentukan posisi atom berdasarkan parameter kisi. kemudian menentukan polarisai spontan.

