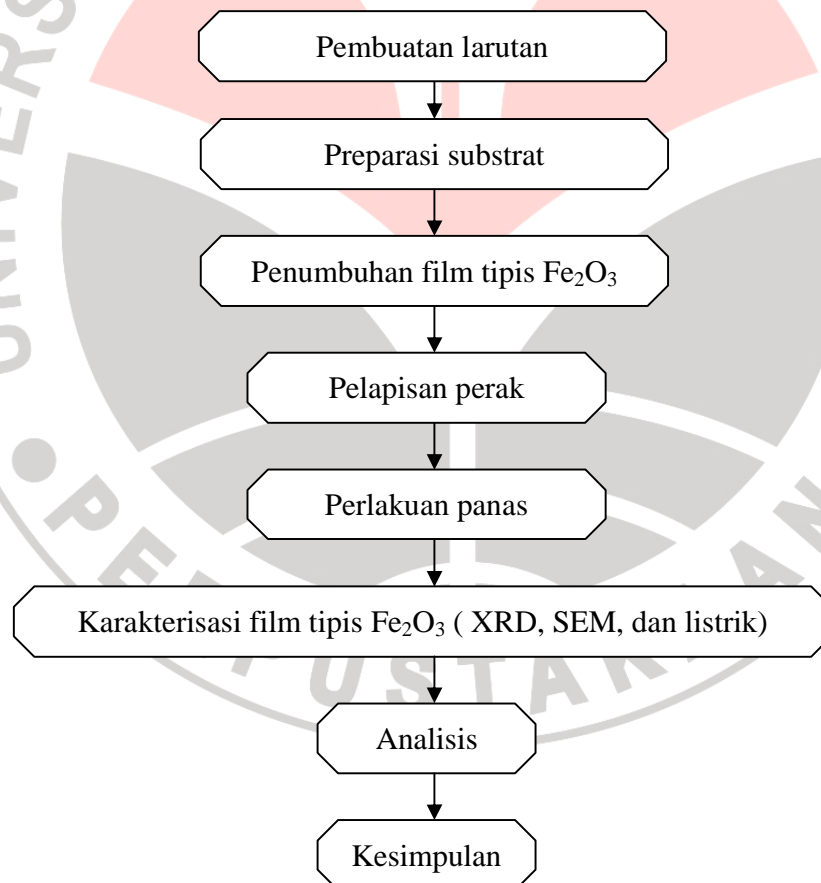


BAB III METODOLOGI PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metoda eksperimen. Penelitian dilakukan dengan beberapa tahapan yang digambarkan dalam diagram alir di bawah ini :



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

B. Langkah Kerja

1. Persiapan

Tahap ini dilakukan dengan tujuan untuk menyiapkan alat dan bahan yang akan digunakan pada proses pembuatan lapisan tipis Fe_2O_3 , sehingga dapat mempermudah proses langkah kerja selanjutnya. Adapun alat dan bahan yang digunakan adalah sebagai berikut :

a. Gelas kimia

Digunakan sebagai tempat serbuk dan larutan yang digunakan pada penumbuhan lapisan tipis Fe_2O_3 .

b. Timbangan digital

Digunakan untuk menimbang material yerosit.

c. Spatula

Digunakan untuk memindahkan material yerosit.

d. Heater

Digunakan untuk memanaskan serbuk yerosit yang dilarutkan kedalam HCL supaya larut semuanya.

e. Oven

Digunakan untuk mengeringkan endapan yerosit.

f. Tungku Sinter carbolit furnances RHF 1600

Digunakan untuk proses sintering lapisan tipis Fe_2O_3 .

g. Kertas saring

Digunakan untuk proses penyaringan endapan.

h. Corong

Digunakan pada proses penyaringan.

i. Pipet

Digunakan untuk memindahkan bahan-bahan yang berwujud cair seperti asam klorida dan asam cuka.

j. Kaca

Digunakan sebagai substrat pada proses pendeposisian.

k. Ultrasonik cleaner

Digunakan untuk membersihkan substrat kaca dari kotoran dan lemak.

l. Bata tahan api (fire brick)

Digunakan sebagai tempat lapisan tipis pada proses kalsinasi, sintering, dan perlakuan panas.

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

a. Serbuk yerosit

b. Larutan asam klorida

c. Larutan asam cuka

d. Aquades

e. Larutan asam nitrat

f. Larutan ammonia

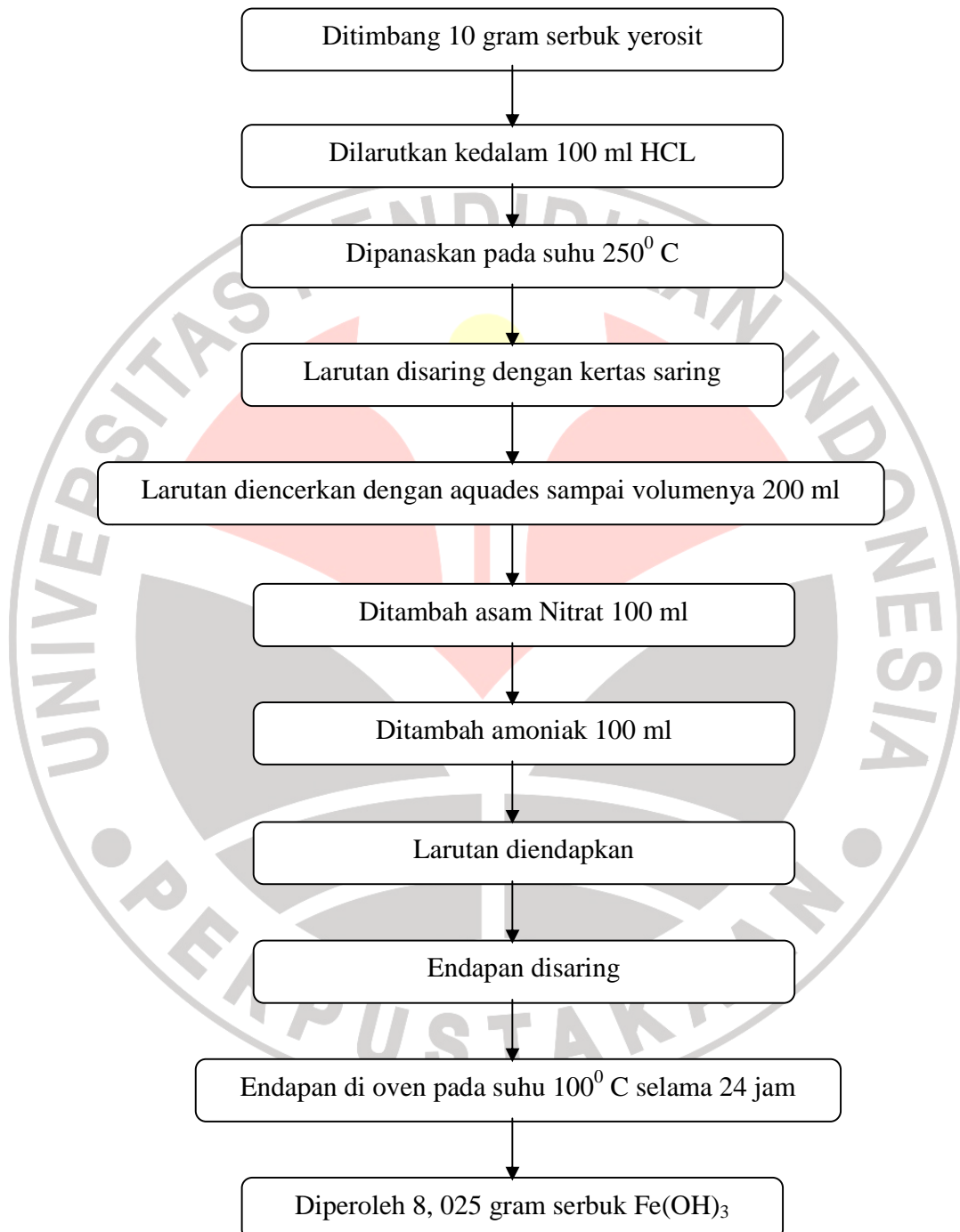
g. PEG

h. Ethanol

- i. Perak
- j. Aseton

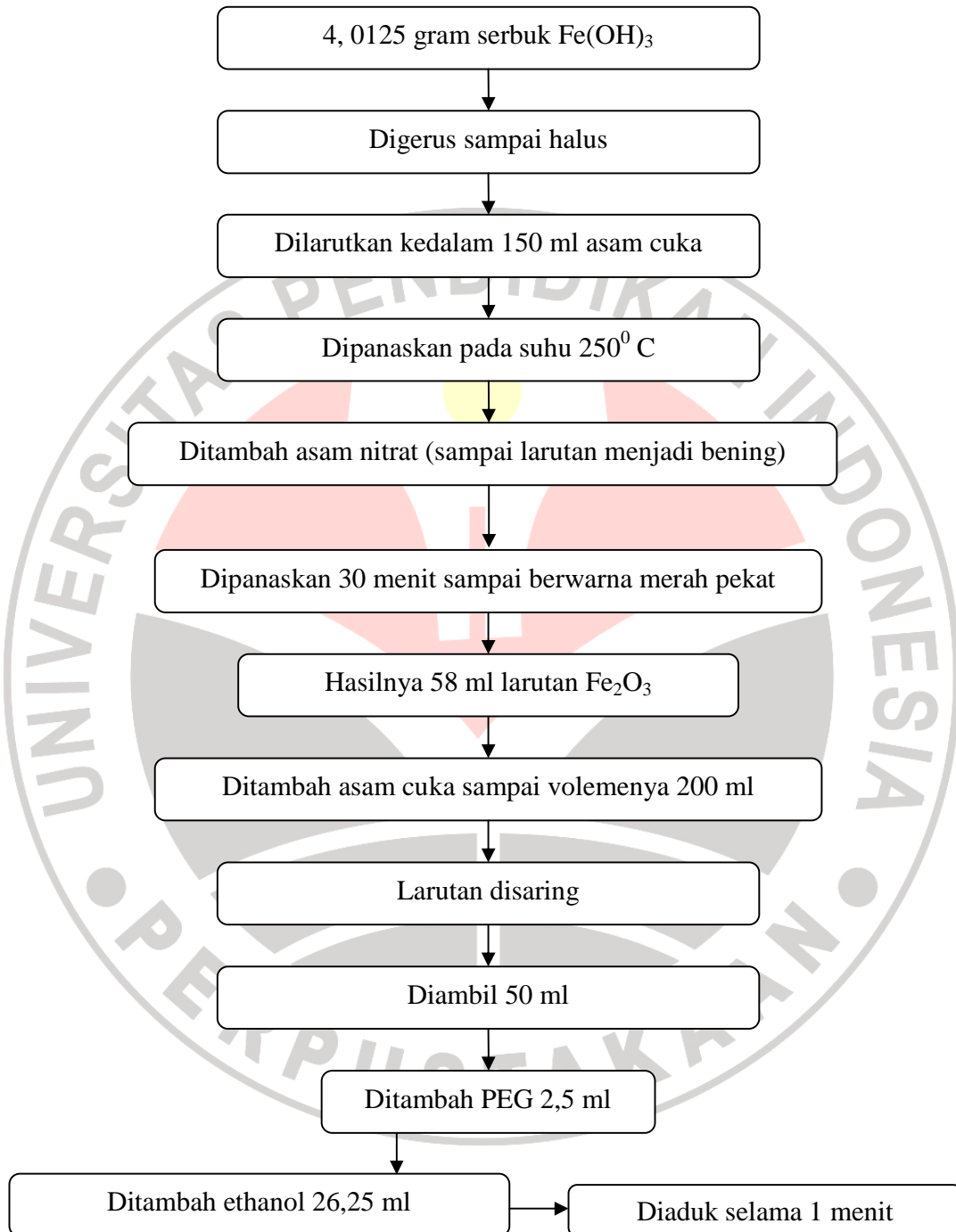
2. Pembuatan Larutan

Sebanyak 10 gram serbuk yerosit dilarutkan kedalam 100 ml HCL, dipanaskan pada suhu 250°C sampai larut. Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring dan diencerkan dengan aquades sampai volumenya 200 ml, lalu ditambah asam nitrat dan amoniak masing-masing 100 ml. Larutan kemudian diendapkan dan disaring kembali. Endapan dibersihkan dengan akuades, lalu di oven selama satu hari pada suhu 100°C sampai mengering. Alur pengolahan serbuk yerosit ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Alur Pengolahan serbuk Yarosit

Dari hasil pengovenan tersebut diperoleh serbuk $\text{Fe}_2(\text{OH})_3$ sebanyak 8,025 gram yang kemudian digerus sampai halus. Proses penggerusan ini dilakukan supaya partikel berukuran lebih kecil sehingga ukurannya lebih homogeny. Diambil 4,0125 gram serbuk Kemudian ditambah 150 ml asam cuka, dipanaskan pada suhu 250°C dan disaring. Selanjutnya ditambah asam nitrat (larutan menjadi bening) dan dipanaskan selama 30 menit sampai warnanya menjadi merah pekat. Hasilnya diperoleh 58 ml larutan yang kemudian ditambah asam cuka sampai volumenya 200 ml lalu disaring. Sebanyak 50 ml larutan diambil dan ditambah PEG 2,5 ml. Kemudian ditambah etanol dengan perbandingan 2:1 dan diaduk selama 1 menit. Alur Pembuatan Larutan Fe_2O_3 ditunjukkan pada Gambar 3.3.



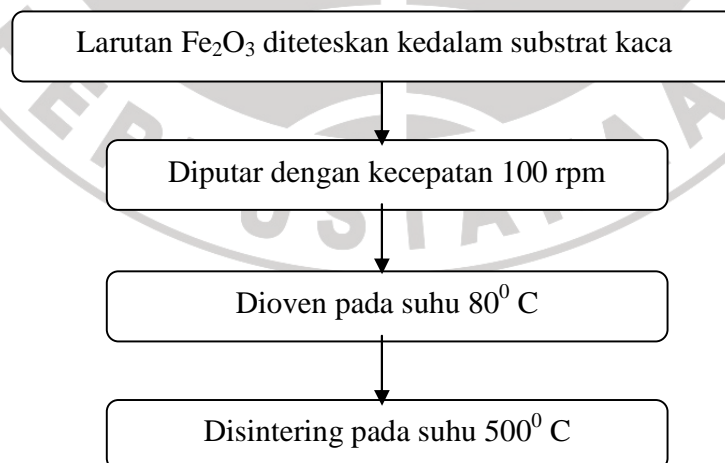
Gambar 3.3. Alur Pembuatan Larutan Fe_2O_3

3. Preparasi Substrat

Substrat kaca yang akan digunakan dalam pembuatan film tipis Fe_2O_3 ini dibersihkan dengan detergen. Kemudian kaca dicuci dengan alcohol dalam *ultrasonic bath*. Tahap terakhir kaca dikeringkan dengan *hair drier*. Langkah-langkah tersebut dilakukan dengan tujuan agar substrat bersih dari kotoran dan lemak yang dapat menghambat menempelnya partikel koloid kedalam substrat.

4. Pembuatan Lapisan Tipis

Film tipis Fe_2O_3 dibuat dengan menggunakan metode sol gel. Dengan metode ini, film tipis akan terbentuk dengan sendirinya dengan cara meneteskan larutan sol Fe_2O_3 pada substrat kemudian dibiarkan sampai terbentuk gel dan diputar pada alat spin coating dengan kecepatan 100 rpm. Setelah itu sampel diangkat, dioven pada suhu 80° dan disinter pada suhu 500° C selama 90 menit pada atmosfer udara. Alur pembuatan lapisan tipis Fe_2O_3 ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. Alur Penumbuhan lapisan tipis Fe_2O_3

5. Sintering

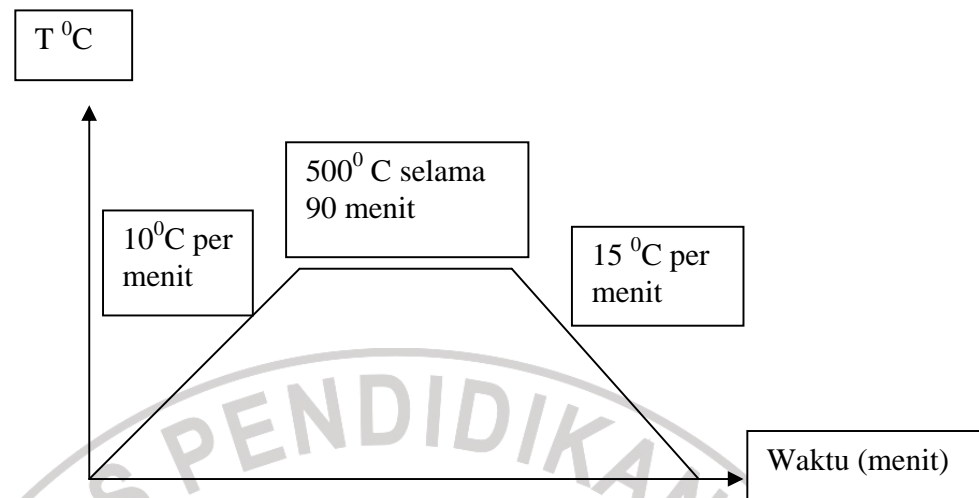
Proses sinter merupakan proses pemanasan bahan dibawah *melting point* (titik leleh sekitar 60-80%) dari bahan dasar (Van Vlack, 1994). Pada proses pemanasan ini terjadi pengurangan pori dalam lapisan tipis, dan terbentuk butiran-butiran yang baru.

Prosedur sintering adalah sebagai berikut :

- a. Hidupkan saklar panel listrik 220 volt dari VCB ke jala listrik PLN, maka akan terlihat sinyal berwarna hijau.
- b. Hidupkan tungku dengan cara membuka pintu tungku ke atas dan menekan tombol on/off dari 0 ke arah 1, maka layer program akan menunjukkan sinyal berwarna merah.
- c. Masukkan sampel atau zat yang akan dipanaskan diberi alas yang sesuai dengan bahan yang akan dipanaskan, kemudian program dijalankan.
- d. Set program manual dengan cara:
 - 1) Tekan tombol ▲ untuk kenaikan suhu and tombol ▼ untuk penurunan suhu, suhu yang diinginkan tertera pada display program.
 - 2) Tekan tombol ⤴ maka akan keluar Pr1 = program kenaikan suhu derajat/menit, diisi dengan menggunakan tombol penurunan dan kenikan suhu.
 - 3) Tekan lagi tombol ⤴ maka akan keluar PI-1 = program suhu pemanasan yang ingin dicapai, diisi dengan menekan tombol kenikan and penurunan suhu.

- 4) Tekan lagi tombol \curvearrowright maka akan keluar Pd1 = waktu yang diinginkan setelah mencapai suhu yang diinginkan (soaking time) diisi.
 - 5) Tekan tombol \curvearrowright maka akan keluar Pr2 = waktu penurunan suhu, setelah mencapai soaking time, diisi.
 - 6) Tekan lagi tombol \curvearrowright maka akan keluar PL2 = suhu penurunan yang terakhir, bisa diisi dengan 0°C atau "end" (=program sampai disini).
 - 7) Tekan tombol "run" dan pintu tungku ditutup, maka suhu akan naik sendiri secara otomatis.
 - 8) Catat waktu kenaikan suhu dan waktu (soaking time) dan penurunan suhu.
- e. Setelah selesai, matikan tungku dengan cara membuka pintu tungku dan menekan tombol "on/off" ke arah "0".
 - f. Saklar tungku di "off"kan pada VCB tungku dari jala-jala PLN.
 - g. Setelah disinter dengan variasi jumlah lapisan yang berbeda, maka hasil tersebut adalah lapisan tipis Fe_2O_3 pada substrat kaca yang dibuat dengan metode sol gel.

Secara umum proses sintering yang dilakukan pada penumbuhan lapisan tipis Fe_2O_3 dengan variasi jumlah pelapisan ditunjukkan pada Gambar 3.5 :



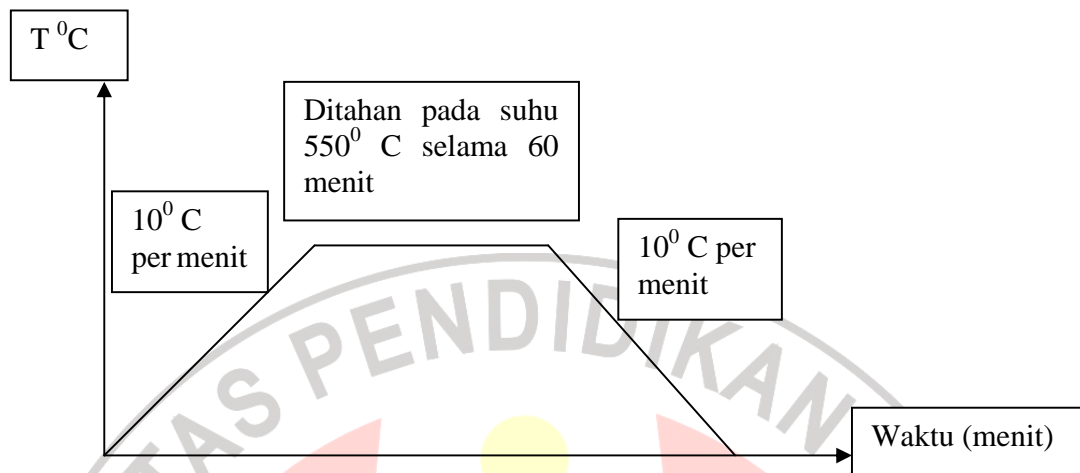
Gambar 3.5. Pola penyinteran lapisan tipis Fe_2O_3

6. Pelapisan Perak

Agar sampel dapat diukur karakteristik listriknya maka pada sampel lapisan tipis tersebut diperlukan adanya lapisan kontak. Pada penelitian ini lapisan kontak yang digunakan adalah perak. Perak merupakan senyawa kimia dengan lambang Ag dan memiliki fungsi kerja yang rendah yaitu sebesar 4,28 eV. Dengan fungsi kerja yang rendah maka kontak yang dihasilkan bersifat ohmik. Setelah sampel dilapisi dengan perak, sampel dipanaskan pada suhu 500⁰ C selama 5 menit dengan tujuan supaya lapisan perak tersebut dapat dengan kuat menempel pada sampel.

7. Perlakuan Panas

Perlakuan panas pada lapisan tipis yang telah dibuat dengan metoda sol gel dilakukan pada suhu 550⁰ C dengan waktu penahanan 60 menit dalam atmosfer gas nitrogen. Secara keseluruhan mekanismenya diperlihatkan pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6. Pola perlakuan panas

C. Karakterisasi

Proses karakterisasi yang dilakukan untuk mengetahui sifat fisis lapisan tipis Fe_2O_3 yang dibuat dengan menggunakan metode sol-gel adalah sebagai berikut :

1. Karakterisasi Struktur Kristal Dengan XRD

Karakterisasi XRD dengan menggunakan difraktometer sinar-X dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari sampel lapisan tipis Fe_2O_3 yang ditumbuhkan pada substrat kaca dan disinter pada suhu 500°C pada atmosfer udara selama 90 menit kemudian diberi perlakuan panas pada suhu 550°C pada atmosfer gas nitrogen selama 60 menit. Lapisan tipis Fe_2O_3 dikarakterisasi dengan cara ditembak dengan sinar X dengan panjang gelombang $\text{Cu K}\alpha = 1,5406\text{ nm}$, sehingga diperoleh gambaran pola difraksi sinar X yang ditunjukkan dalam bentuk grafik hubungan antara intensitas relatif terhadap 2θ . Dari pola difraksi tersebut dapat dianalisis struktur kristal, orientasi kisi dan kualitas kristal lapisan tipis Fe_2O_3 yang

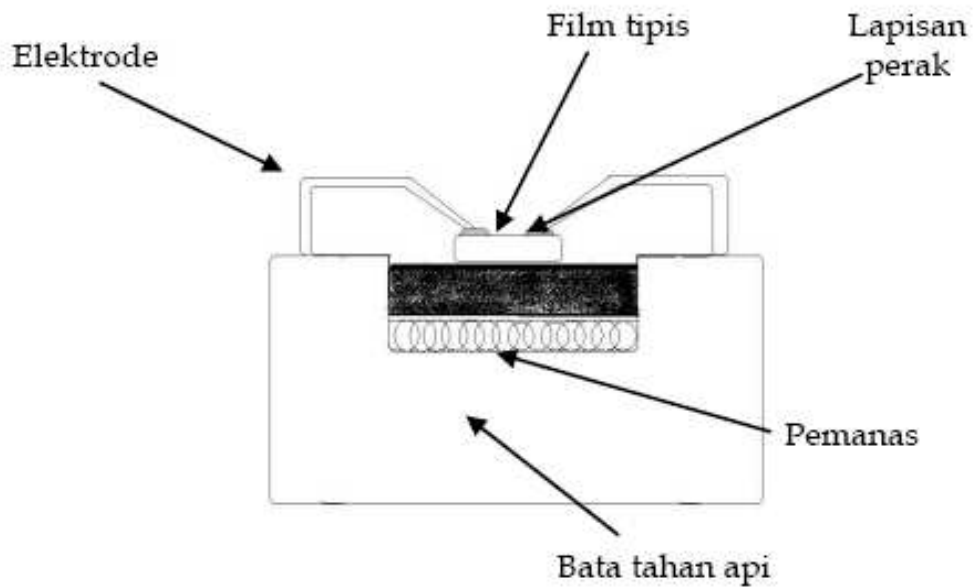
ditumbuhkan. Proses karakterisasi XRD dilakukan dilaboratorium XRD Institut Teknologi Bandung.

2. Karakterisasi Struktur Mikro dengan SEM

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mendapatkan gambaran morfologi dari sampel lapisan tipis Fe_2O_3 yang ditumbuhkan. Dari citra morfologi permukaan dapat diamati ukuran butir kristal dan porositas. Sedangkan dari morfologi penampang lintang film dapat ditentukan ketebalan lapisan. Karakterisasi SEM dilakukan di PPPGL (pusat penelitian dan pengembangan geologi kelautan) dengan menggunakan sistem peralatan SEM (scanning electron microscope).

3. Karakterisasi Sifat Listrik Dengan Pengukuran R (tahanan) terhadap (T) Temperatur

Karakterisasi sifat listrik dilakukan dengan cara melakukan pengukuran perubahan hambatan terhadap perubahan temperature (karakteristik R-T) yang bertujuan untuk mengetahui sifat kelistrikan bahan. Data yang diperoleh dari pengukuran tersebut dapat digunakan untuk menentukan nilai konduktivitas listrik dari lapisan tipis tersebut. Proses karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR-BATAN). Susunan alat yang digunakan dalam pengukuran hambatan listrik pada lapisan tipis yang dibuat dengan variasi jumlah pelapisan dua kali pelapisan adalah sebagai berikut :



Gambar 3.7. Sketsa alat uji sifat listrik (Komariah, 2009)

D. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari 2009 sampai dengan Februari 2010. Tempat penelitian ini adalah Laboratorium Teknologi Bahan Dasar, Pusat Teknologi Nuklir Bahan Dan Radiometri (PTNBR-BATAN) jalan Tamansari 71 Bandung 40132.