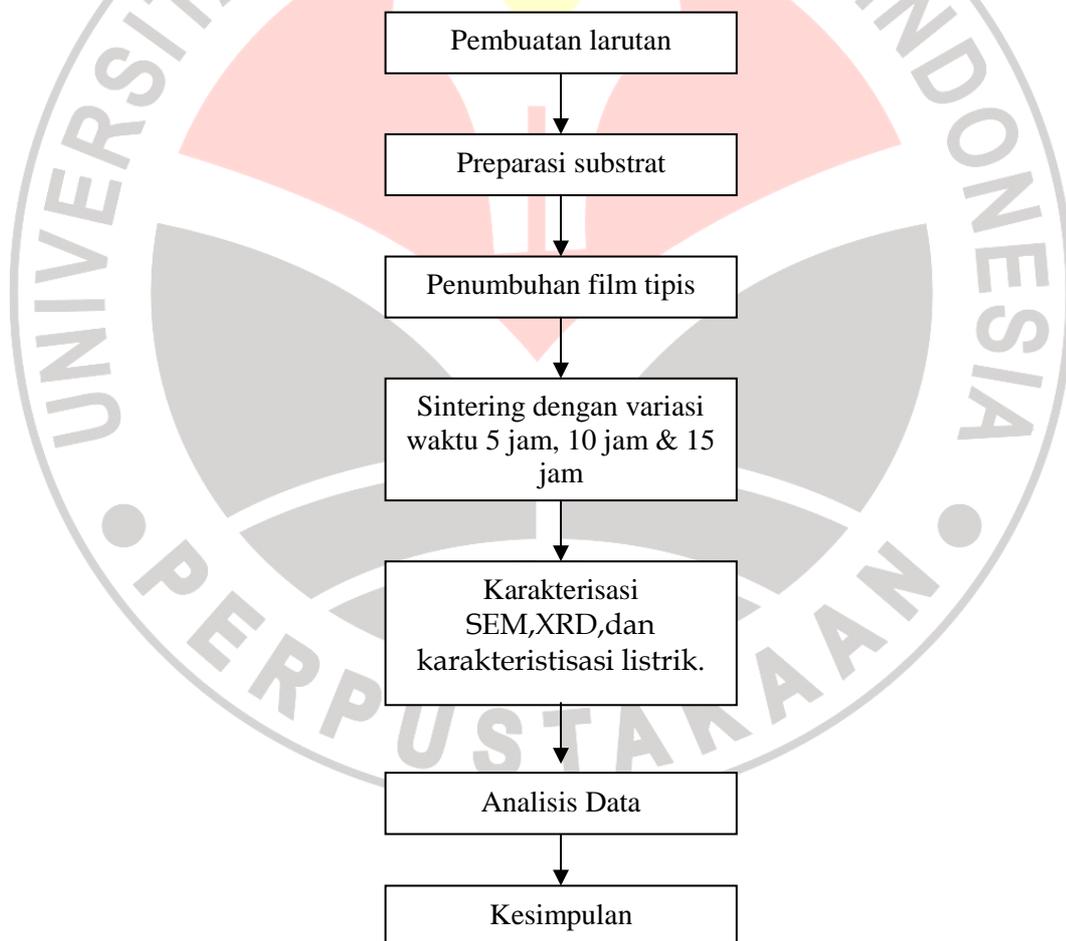


### BAB III

#### METODOLOGI PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen. Penelitian dilakukan dengan beberapa tahapan. Yaitu tahapan persiapan, tahapan pembuatan film tipis, karakterisasi, analisis data dan kesimpulan. Dengan dideskripsikan dan diinterpretasikan dengan merujuk pada referensi yang ada. Secara umum diagram alir penelitian ditunjukkan gambar di bawah ini :



Gambar 3.1 Diagram alir pembuatan film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

### 3.1 Alat Dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada pembuatan film tipis adalah :

- Serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$
- Ethanol
- PEG
- HCl
- Akuades
- Amoniak

Alat yang digunakan pada pembuatan film tipis adalah :

- Gelas kimia
- Timbangan digital
- Spatula
- Oven
- Tungku sinter carbolit furnaces RHF 1600
- Heater
- Kertas saring
- Corong
- Pipet
- Kaca/slides glass
- Alat ultrasonic
- Multitester digital

- Rangkaian power supply
- Bata tahan api
- Glass wall
- spiner

## 3.2 Langkah Kerja

### 3.2.1 Persiapan

Sebelum memulai eksperimen, persiapan yang dilakukan adalah mempersiapkan alat dan bahan yang akan digunakan. Sehingga dapat mempermudah dan memperlancar proses langkah kerja selanjutnya. Alat yang dipersiapkan adalah timbangan digital, labu elemeyer, heater, corong, pengaduk, cawan, dan kertas saring. Sedangkan bahan yang dipersiapkan adalah serbuk Fe, HCl, Aquades, Amoniak, Nitrat, alkohol dan PEG.

### 3.2.2 Pembuatan Larutan

Dalam proses pembuatan larutan yang akan digunakan, mula-mula serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ditimbang sebanyak 20 gram. Kemudian dilarutkan ke dalam HCl 100 ml. Larutan tersebut dipanaskan di atas heater pada suhu  $250^\circ\text{C}$  sampai larutan tercampur dan melarut. Untuk menghindari masih adanya yang belum larut, larutan disaring dengan menggunakan kertas saring. Larutan hasil saringan diencerkan dengan aquades 200 ml. Kemudian ditambahkan nitrat 100 ml dan amoniak 100 ml. Larutan tersebut diaduk dan diendapkan.

Selama proses pengendapan larutan, untuk menampung hasil saringan diperlukan 4 buah labu elemeyer, 4 kertas saringan dan 4 corong. Larutan yang telah mengendap kemudian di saring, dan dibagi menjadi 4 bagian. Selama proses penyaringan yang membutuhkan waktu cukup lama, dari atas saringan endapan dibersihkan dengan aquades sehingga bau menyengat amoniak berkurang. Endapan yang tertinggal di atas kertas saring kemudian dituangkan ke dalam cawan keramik dan di oven selama 24 jam dengan suhu 100°C.

Endapan yang sudah di panaskan dalam oven dan mengering, digerus menggunakan penggerus listrik dengan kecepatan 100 rpm supaya bahan benar-benar halus dan menjadi partikel yang lebih kecil. Selanjutnya, serbuk yang sudah halus ditimbang sebanyak 4.0125 gr dan dilarutkan ke dalam asam cuka 150 ml. Kemudian dipanaskan pada heater dengan suhu 250°C. Disaring kembali untuk memastikan tidak terdapat serbuk yang masuk ke dalam larutan. Hasil saringan terakhir tersebut adalah larutan Fe(OH)<sub>3</sub>.

### **3.2.3 Preparasi substrat**

Substrat yang digunakan untuk pembuatan film tipis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> adalah glass/ kaca. Sebelum digunakan untuk penumbuhan film tipis, substrat kaca di cuci dengan detergent. Kemudian kaca dicuci dengan alkohol dalam *ultrasonic bath* untuk menghilangkan debu dan lemak yang dapat menghambat menempelnya partikel koloid dalam substrat. Preparasi terakhir pada substrat adalah mengeringkannya.

### 3.2.4 Penumbuhan film tipis

Larutan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang sudah dibuat diambil 50 ml kemudian ditambahkan PEG 5 ml dan alkohol 10 ml. larutan tersebut kemudian dilapiskan pada permukaan substrat kaca dengan cara spincoating. Setelah dilakukan spincoating, kemudian disinter dengan suhu sinter  $550^\circ\text{C}$  dan waktu sinter yang berbeda-beda. Yaitu 5 jam, 10 jam dan 15 jam.

### 3.2.5 Sintering

Proses sinter merupakan proses pemanasan bahan dibawah *melting point* (titik leleh sekitar 60-80%) dari bahan dasar (Van Vlack, 1994).

Karena proses pemanasan ini sehingga terjadi pengurangan pori dalam lapisan film, dan terbentuk butiran-butiran yang baru.

Prosedur Sintering:

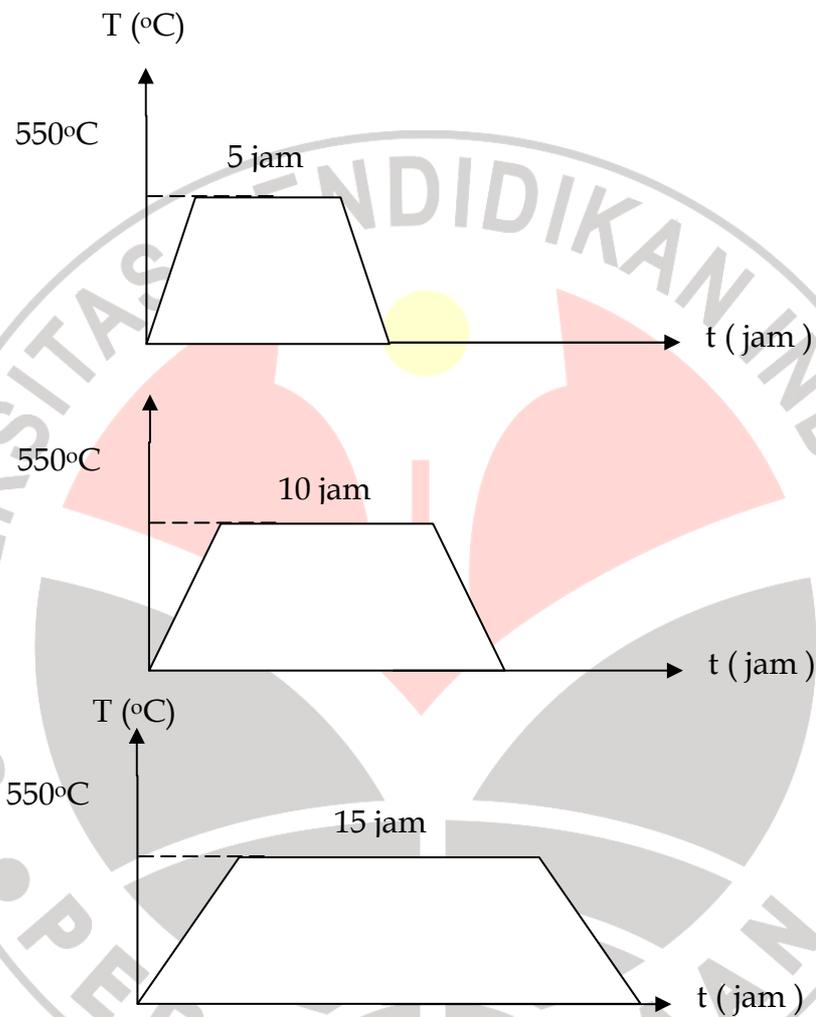
1. hidupkan saklar panel listrik 220 volt dari VCB ke jala listrik PLN, maka akan terlihat sinyal berwarna hijau.
2. hidupkan tungku dengan cara membuka pintu tungku ke atas dan menekan tombol on/off dari 0 ke arah 1, maka layer program akan menunjukkan sinyal berwarna merah.
3. masukkan sampel atau zat yang akan dipanaskan diberi alas yang sesuai dengan bahan yang akan dipanaskan, kemudian program dijalankan.
4. set program manual dengan cara:

- a) tekan tombol ▲ untuk kenaikan suhu and tombol ▼ untuk penurunan suhu, suhu yang diinginkan tertera pada display program.
- b) tekan tombol ↺ maka akan keluar Pr1 = program kenaikan suhu derajat/menit, diisi dengan menggunakan tombol penurunan and kenaikan suhu.
- c) Tekan lagi tombol ↺ maka akan keluar P1-1 = program suhu pemanasan yang ingin dicapai, diisi dengan menekan tombol kenaikan and penurunan suhu.
- d) Tekan lagi tombol ↺ maka akan keluar Pd1 = waktu yang diinginkan setelah mencapai suhu yang diinginkan (soking time) diisi.
- e) Tekan tombol ↺ maka akan keluar Pr2 = waktu penurunan suhu, setelah mencapai soking time, diisi.
- f) Tekan lagi tombol ↺ maka akan keluar PL2 = suhu penurunan yang terakhir, bisa diisi dengan 0<sup>0</sup> C atau “end” (=program sampai disini).
- g) Tekan tombol “run” dan pintu tungku ditutup, maka suhu akan naik sendiri secara otomatis.
- h) Catat waktu kenaikan suhu dan waktu (soking time) dan penurunan suhu.

5. Setelah selesai, matikan tungku dengan cara membuka pintu tungku dan menekan tombol “on/off” kearah “0”.

Saklar tungku di “off”kan pada VCB tungku dari jala-jala PLN

Secara umum diagram proses sintering dapat ditunjukkan gambar di bawah ini :



Gambar 3.2 proses sintering film tipis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Setelah disinter dengan variasi waktu yang berbeda, maka hasil tersebut adalah film tipis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada substrat kaca yang dibuat dengan metode sol gel.

### 3.2.6 Pelapisan perak

Setelah dilakukan pembuatan film tipis, maka dilakukan pelapisan perak untuk membuat kontak konduktor pada film tipis tersebut. Pelapisan perak dilakukan dengan cara *screen printing*. Lapisan perak tersebut digunakan untuk kontak konduktor ketika melakukan uji listrik.

### 3.3 Proses Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada substrat kaca yang dibuat dengan metode sol-gel meliputi karakterisasi XRD yaitu untuk mengetahui struktur kristal film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , karakterisasi dengan SEM yaitu untuk mengobservasi morfologi permukaan dan tampang lintang film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  serta sifat listrik film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  untuk mengetahui resistansi fungsi dari temperatur (R-T).

#### 3.3.1 karakterisasi Struktur Kristal dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari sampel film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada substrat kaca yang dibuat dengan metode sol-gel yang disinter pada suhu  $550^\circ\text{C}$  dan waktu sinter yang berbeda. Yaitu 5 jam, 10 jam dan 15 jam. Ketiga sampel dikarakterisasi dengan cara ditembak dengan sinar-X sehingga diperoleh gambaran pola difraksi sinar-X yang divisualkan dalam bentuk grafik hubungan antara intensitas relatif terhadap  $2\theta$ . Dari pola difraksi tersebut dapat dianalisis struktur, orientasi kisi dan kualitas kristal film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Proses karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Geologi ITB Bandung.

### **3.3.2 Karakterisasi Struktur Morfologi dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*)**

Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscope*) dilakukan untuk mendapatkan gambaran morfologi dari sampel film tipis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang ditumbuhkan. Dari citra morfologi permukaan dapat diamati ukuran butir kristal dan porositas. Karakterisasi SEM dilakukan di PPPGL (Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan) dengan menggunakan sistem peralatan SEM (*Scanning Electron Microscope*) tipe JEOL(*Japan Electron Optics Laboratory*) seri JSM-35C.

### **3.3.3 Karakterisasi Sifat Listrik Dengan Pengukuran R (resistansi) terhadap (T) Temperatur**

Uji kelistrikan adalah sebuah metode karakterisasi bahan untuk mengetahui sifat kelistrikan yang dimiliki bahan dari grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur. Selain itu juga dapat digunakan untuk mengetahui respon bahan terhadap *treatment* panas dan suasana gas yang diberikan. Apakah bahan sensitif atau tidak terhadap setiap *treatment* yang diberikan. uji sifat listrik dilaksanakan di Laboratorium Material BATAN.

## **3.4 Analisis Data**

Dari hasil pembuatan film tipis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada substrat kaca yang dibuat dengan metode sol-gel diperoleh tiga buah sampel dengan dengan variasi waktu

sintering yaitu 5 jam, 10 jam dan 15 jam dengan suhu sintering 550°C. Untuk mengetahui sifat fisis dari film tipis tersebut, dilakukan beberapa karakterisasi. Hasil dari karakterisasi dapat dihitung dan dianalisis dengan rujukan referensi yang sudah ada.

### 3.4.1 Analisis Data XRD (*X-Ray Diffraction*)

Difraktometer sinar-X merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi cuplikan berupa kristal dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Hasil dari karakterisasi XRD diperoleh gambaran pola difraksi sinar-X yang divisualkan dalam bentuk grafik hubungan antara intensitas relatif terhadap  $2\theta$ . Dari pola difraksi tersebut dapat dianalisis struktur dan orientasi kisi.

#### Menentukan Struktur Kristal Kubik.

kondisi difraksi, sinar yang dihamburkan memiliki energi yang sama dengan sinar sumber hamburan, tetapi memiliki cepat rambat yang berbeda.

$$\lambda = 2d \sin\theta \dots \dots \dots (3)$$

Pada Kristal kubik pemusatan sisi berlaku hubungan antar jarak bidang dan jarak antar atom

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \dots \dots \dots (4)$$

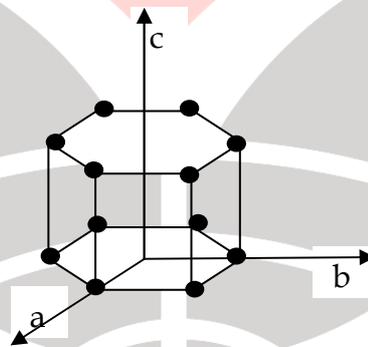
yang kemudian dikombinasikan dengan persamaan : (B.D Culity,1956)

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \dots \dots \dots (5)$$

Karena struktur pada kristal Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> adalah hexagonal maka cara menentukan struktur kristalnya adalah dengan menggunakan perhitungan hexagonal.

**Menentukan Struktur Kristal Dari Hexagonal.**

Berbagai bahan termasuk jenis logam, keramik, dan semikonduktor ada yang memiliki struktur kristal pada kisi bravais hexagonal (  $a=b \neq c; \alpha=\beta=90^\circ \gamma=120^\circ$ ). Sel satuan hexagonal ditandai oleh parameter kisi a dan c seperti pada gambar dibawah ini:



Gambar 3.3  
Struktur Hexagonal

Untuk struktur hexagonal jarak bidang pendifraksi dapat ditentukan dengan persamaan : (B.D Culity,1956)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \dots \dots \dots (6)$$

Jika persamaan diatas digabung dengan persamaan hukum Bragg,

$$\lambda = 2 d \sin \theta$$

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \dots\dots\dots(7)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2}$$

Maka akan diperoleh persamaan sebagai berikut : (B.D Culity,1956)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} \dots\dots\dots(8)$$

Dan hasilnya ialah

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[ \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \right] \dots\dots\dots(9)$$

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2$$

$$\text{Dimana } A = \frac{\lambda^2}{3a^2} \dots\dots\dots(10)$$

$$\text{dan } C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \dots\dots\dots(11)$$

Sedangkan untuk struktur hexagonal nilai  $(h^2 + hk + k^2)$  yang mungkin adalah 0,1,3,4,7,9,12,....

Dan nilai  $l^2$  yang mungkin adalah 0,1,4,9,....

### 3.4.2 Analisis Data SEM (*Scanning Electron Microscope*)

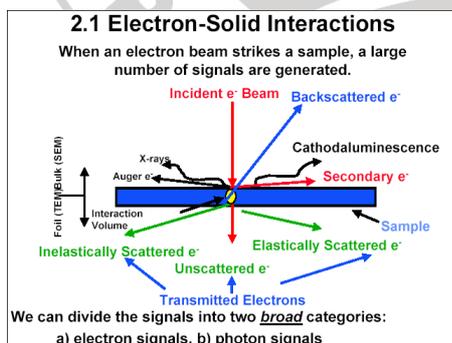
*Scanning Electron Microscope* (SEM) adalah sebuah alat karakterisasi bahan yang digunakan untuk mengetahui;

- Topografi ; gambar permukaan atau tekstur dari suatu benda

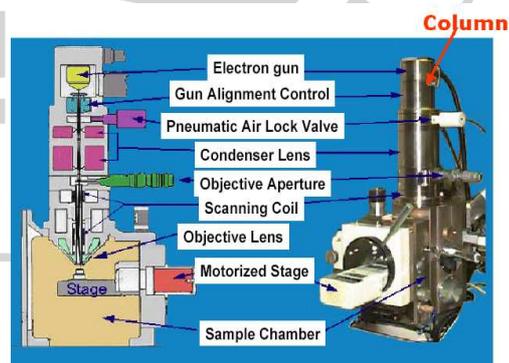
- Morfologi ; ukuran dan bentuk partikel penyusun
- Komposisi ; Gabungan dan komposisi unsur-unsur penyusun bahan
- Kristalografi ; Sifat kekrystalan yang dimiliki bahan

SEM pertama kali ditemukan pada tahun 1938 oleh Von Ardenne, dengan menggunakan prinsip tumbukan berkas elektron pada permukaan bahan. Jika seberkas elektron menumbuk suatu bahan, akan dihasilkan berkas cahaya (photon). Interaksi terjadi pada sebuah volum tertentu pada bahan. Besar kecilnya volum yang berinteraksi bergantung pada;

- Nomor atom; nomor atom besar menunjukkan jumlah atom banyak dan berkas elektron akan semakin banyak yang diserap, sehingga volum interaksi menjadi kecil
- *Accelerating voltage/AV* (pemercepat tegangan); AV besar akan menghasilkan berkas elektron yang banyak sehingga volum interaksi semakin besar
- Sudut datang; semakin besar sudut datang, volum interaksi semakin kecil.



Gambar 3.4 Mekanisme fisis proses dari SEM



Gambar 3.5 Bagian-bagian SEM

( Laboratorium DR Kebamoto,SEM)

Cara terbentuknya gambar pada SEM berbeda dengan apa yang terjadi pada mikroskop optic dan TEM. Pada SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut dipindai dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor CRT (cathode ray tube). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar bisa dilihat. Pada proses operasinya, SEM tidak memerlukan sampel yang ditipiskan, sehingga bisa digunakan untuk melihat obyek dari sudut pandang 3 dimensi.

Agar hasil yang didapatkan pada SEM berkualitas, ada beberapa persiapan preparasi bahan, yaitu :

1. Melakukan fiksasi, yang bertujuan untuk mematikan sel tanpa mengubah struktur sel yang akan diamati. fiksasi dapat dilakukan dengan menggunakan senyawa glutaraldehida atau osmium tetroksida.
1. Dehidrasi, yang bertujuan untuk memperendah kadar air dalam sayatan sehingga tidak mengganggu proses pengamatan.
2. pelapisan/pewarnaan, bertujuan untuk memperbesar kontras antara preparat yang akan diamati dengan lingkungan sekitarnya. Pelapisan/pewarnaan dapat menggunakan logam mulia seperti emas dan platina

### 3.4.3 Analisis Data Sifat Listrik Dengan Pengukuran R (resistansi) terhadap (T) Temperatur

Karakteristik listrik pada Film tipis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dilakukan dengan melakukan pengukuran tahanan yang kemudian dikonversi ke dalam tahanan jenis dengan memasukkan data dimensi, pada berbagai suhu dari 30-300°C.

### 3.5 Waktu & Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret 2009 – Oktober 2009.

Dengan agenda penelitian sebagai berikut :

No	Waktu	Kegiatan
1	Maret-April 2009	Studi literatur
2	Mei-Juni 2009	Preparasi bahan
3	Juli-Agustus 2009	Pembuatan Film tipis
4	September 2009	Karakterisasi ( struktur kristal, morfologi dan sifat listrik )
5	Oktober 2009	Pengolahan & Analisis data

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Teknologi Bahan Dasar, Pusat Teknologi Nuklir dan Radiometri (PTNBR) Jalan Tamansari No. 71 Bandung 40132.