

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Metode Penelitian**

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan metode eksperimen.

#### **3.2 Lokasi Penelitian**

Penelitian dilaksanakan di Kelompok Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR-BATAN) Jalan Tamansari No 71 Bandung 40132.

#### **3.3 Waktu Penelitian**

Hari Senin-Jum'at, pukul 08.00-16.00 WIB, mulai tanggal 9 September 2009 - 10 Januari 2010.

#### **3.4 Alat dan Bahan**

Pada penelitian ini peralatan dan bahan yang digunakan adalah sebagai berikut:

##### **3.4.1 Untuk Preparasi Bahan Baku**

1.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$
2.  $\text{CuO}$
3.  $\text{SiO}_2$

4. PbO
5. H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>
6. Terpeneol
7. Ethyl sellulosa
8. Pasta perak
9. Gelas Ukur 500 ml
10. Batang Pengaduk
11. Pipet
12. Pemanas Listrik
13. Neraca digital METTLER AB 104
14. Penggerus
15. Alumunium Foil
16. Ayakan 38  $\mu$  m
17. Sendok Kecil
18. Botol bekas film atau gelas kaca yang ukurannya kecil.

#### **3.4.2 Untuk Kompaksi**

1. Cetakan dari baja
2. Mesin kompaksi

#### **3.4.3 Untuk Membuat Film tebal CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>**

1. Pasta CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>
2. Screen Printing
3. Substrat Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### 3.4.4 Untuk Pembakaran

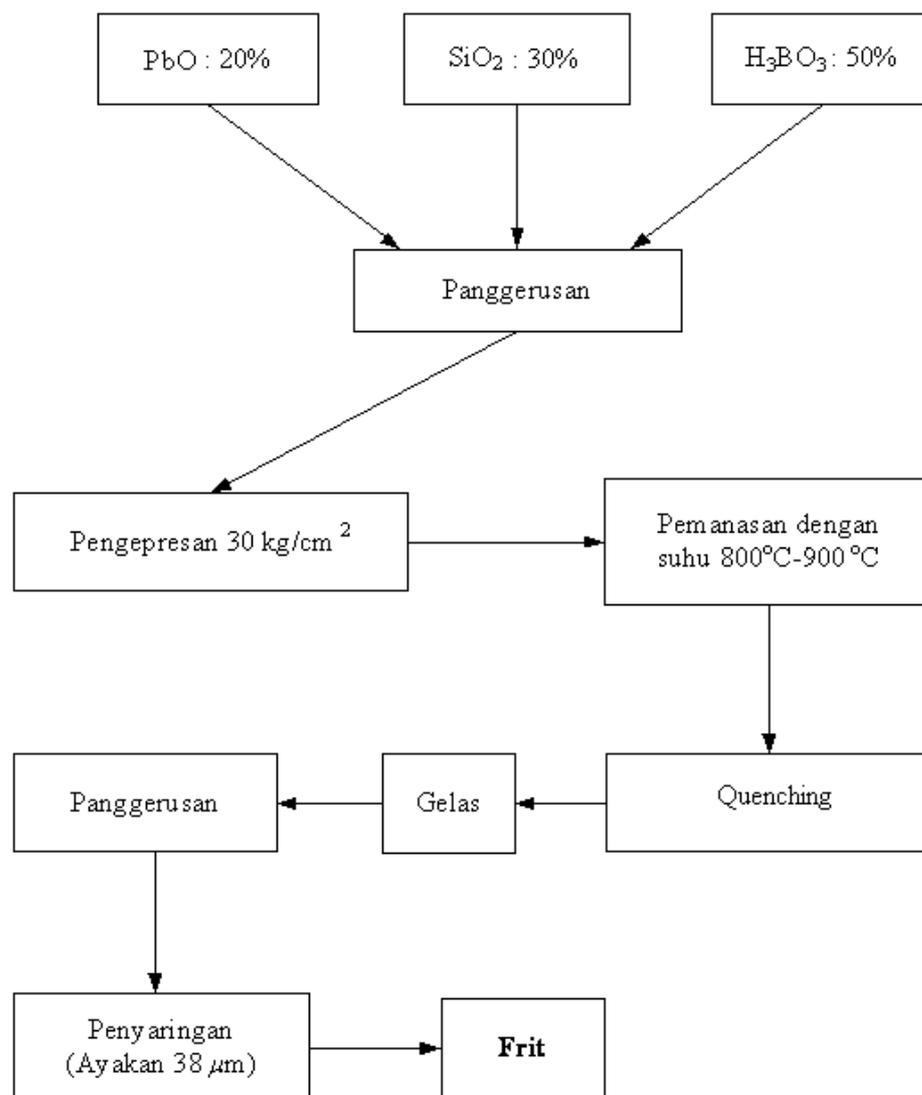
1. Keramik
2. Cawan Porselen
3. Oven Pemanas
4. Tungku Sinter TUBE
5. Gas Oksigen ( $O_2$ ) dengan kemurnian 99,995 %
6. Gas Nitrogen ( $N_2$ ) dengan kemurnian 99,995 %



### 3.5 Pembuatan Frit

#### 3.5.1 Diagram Alir Pembuatan Frit

Pembuatan frit ini dilakukan dalam beberapa tahapan, yaitu persiapan bahan yang akan digunakan, penimbangan, pencampuran bahan, pemanasan, pressing, dan penggerusan. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada diagram alir pembuatan frit pada Gambar 3.1:



Gambar 3.1 Diagram alir pembuatan frit.

### 3.5.2 Langkah-langkah pembuatan Frit

Langkah-langkah pembuatan frit adalah sebagai berikut:

1. Pembuatan frit merupakan campuran dari senyawa  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{PbO}$  serta dengan bahan  $\text{B}_2\text{O}_3$ , dengan komposisi masing-masing senyawa tersebut dibuat dengan perbandingan sebagai berikut 20% untuk  $\text{PbO}$ , 30% untuk  $\text{SiO}_2$  dan 50% untuk  $\text{B}_2\text{O}_3$  dalam 15 gram. Dengan menggunakan perhitungan stoikiometri kimia pada Lampiran 1, didapat :

$$\text{PbO} = 3.0 \text{ gram}$$

$$\text{SiO}_2 = 4.5 \text{ gram}$$

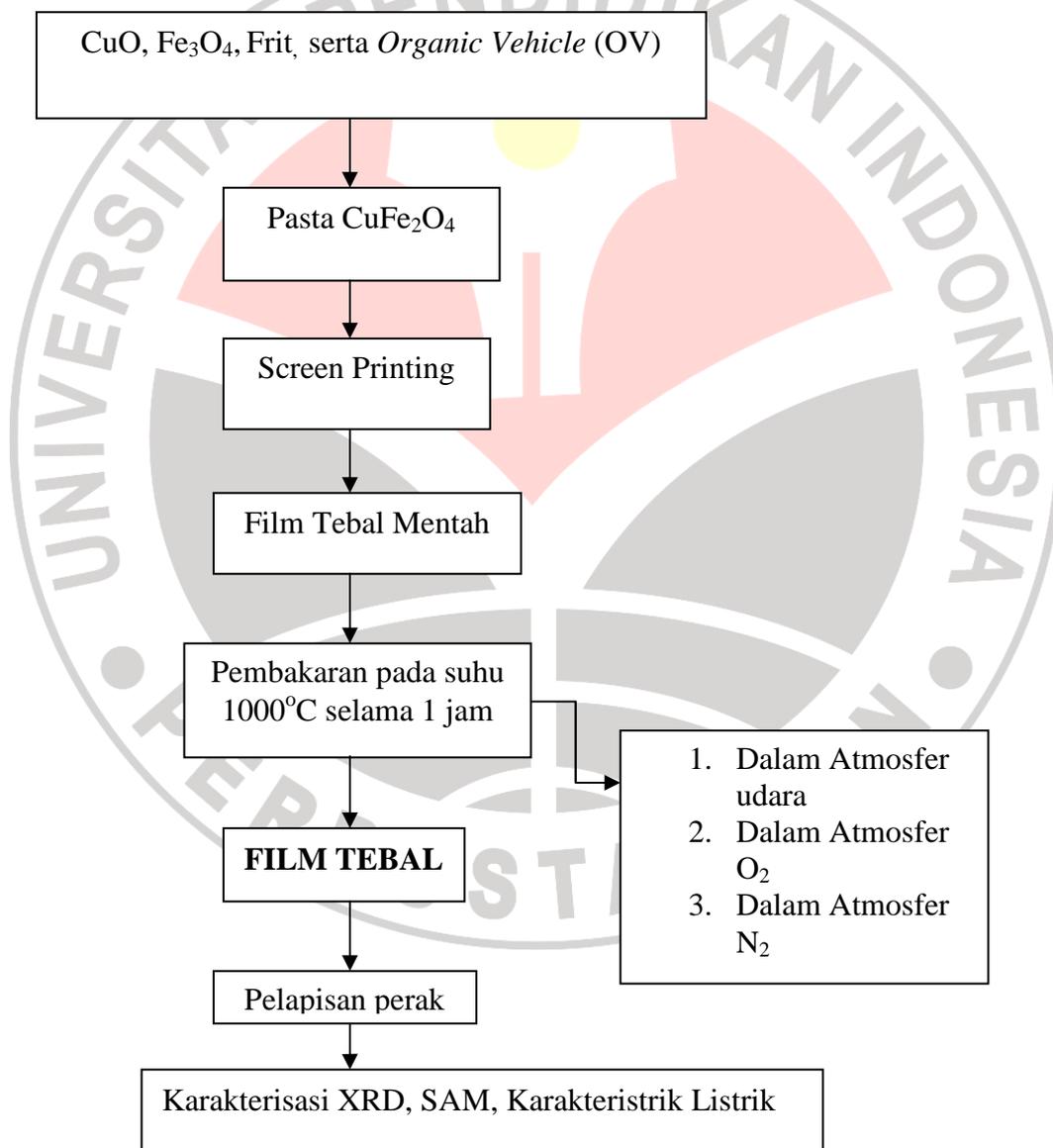
$$\text{B}_2\text{O}_3 = 7.5 \text{ gram}$$

2. Kemudian menimbang masing-masing sample  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{PbO}$  dan  $\text{H}_3\text{BO}_3$  sesuai dengan komposisinya dari hasil perhitungan diatas.
3. Mencampur campuran tersebut kemudian ditaruh dalam penggerus untuk selanjutnya digerus.
4. Setelah digerus dan tercampur merata sampel dipress dengan  $30 \text{ kg/cm}^2$ .
5. Kemudian sampel yang telah dipress dikalsinasi dengan suhu  $800^\circ\text{C}$ - $900^\circ\text{C}$ .
6. Setelah sampel mencair pada suhu  $800^\circ\text{C}$ - $900^\circ\text{C}$ , dilakukan pendinginan cepat (Quenching) dengan cara menenggelamkan sampel yang telah mencair tersebut kedalam air sampai berbentuk gelas.
7. Setelah terbentuk gelas, kemudian gelas tersebut digerus.
8. Setelah digerus kemudian hasil gerusan diayak dengan ayakan  $38 \mu \text{ m}$ .
9. Hasil inilah yang dinamakan dengan frit (gelas dalam bentuk serbuk)

### 3.6 Pembuatan Film Tebal $\text{CuFe}_2\text{O}_4$

#### 3.6.1 Diagram Alir Pembuatan Film Tebal $\text{CuFe}_2\text{O}_4$

Pembuatan film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  ini dilakukan dalam beberapa tahapan, yaitu persiapan bahan yang akan digunakan, penimbangan, pencampuran bahan, screen printing, pembakaran, dan karakterisasi. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada diagram alir pembuatan film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  pada Gambar 3.2:



Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ .

### 3.6.2 Langkah- langkah pembuatan Film Tebal $\text{CuFe}_2\text{O}_4$

Pembuatan Film Tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  merupakan campuran dari berbagai senyawa yaitu  $\text{CuO}$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Frit, serta *Organic Vehicle* yang sering disebut dengan OV. OV yang digunakan pada eksperimen ini merupakan campuran dari terpineol dengan ethyl sellulosa. Langkah-langkah pembuatan film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  diantaranya:

1. Komposisi masing-masing senyawa tersebut dibuat dengan perbandingan persentase berat sebagai berikut: 66.99 % untuk senyawa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{CuO}$  33.01 % dalam 20 gram. Dengan menggunakan perhitungan stoikiometri pada Lampiran 1, didapat masing-masing massa sebagai berikut:  
 $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 13,3522$  gram  
 $\text{CuO} = 6,6505$  gram
2. Setelah itu dilakukan penggerusan selama 3x15 menit, setelah digerus baru dikalsinasi pada suhu  $800^\circ$  selama 2 jam, setelah itu gerus kembali, dan setelah digerus baru lakukan penyaringan dengan ayakan  $38 \mu\text{m}$ .
3. Setelah itu baru penambahan frit sebesar 5 % dari masa keseluruhan. Dengan menggunakan perhitungan stoikiometri kimia pada Lamiran 1, maka akan didapat massa frit secara keseluruhan adalah 15 gram. Maka besarnya massa frit yang diperlukan adalah 0.75 gram.
4. Setelah itu dilakukan penimbangan dan pencampuran dengan cara digerus, setelah digerus yang lama  $\pm 3$  jam dan terlihat semua sudah tercampur dan homogen baru lakukan penambahan *organic vehicle* (OV) sebesar 35% yaitu 7.21 gram.

5. Kemudian menaruh semua campuran tersebut kedalam kotak film dan kemudian diaduk dengan rata, setelah rata baru disimpan selama 1 hari agar pastinya lebih homogen. Setelah disimpan, baru dilakukan screen printing campuran tersebut ke substrat. Substrat yang telah di “screen printing” campuran sampel bahan, kemudian dibakar pada suhu 1000°C selama 1 jam di dalam atmosfer nitrogen (N<sub>2</sub>) (kandungan oksigen 0%), atmosfer udara (kandungan oksigen 20%), dan atmosfer oksigen (O<sub>2</sub>) (kandungan oksigen 100%).
6. Hasilnya merupakan keramik film tebal CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.
7. Kemudian keramik film tebal itu dilapisi pasta perak agar karakteristik listriknya dapat dihitung.
8. Dilakukan karakterisasi XRD, SEM, dan karakteristik listrik keramik film tebal CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.