

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Mei 2008 sampai dengan Agustus 2008. Pembuatan pasta ZnO:Al dilakukan di Pusat Penelitian Elektronika & Telekomunikasi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (PPET LIPI). Pembuatan film ZnO:Al dilakukan di PT. LEN industri. Karakterisasi XRD dilakukan di Lab Teknik Pertambangan, Institut Teknologi Bandung, karakterisasi SEM dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan (P3GL) Bandung, karakterisasi listrik dilakukan di PPET LIPI dan karakterisasi spektroskopi UV-vis dilakukan di Lab karakterisasi, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Bandung.

#### **3.2. Pembuatan Pasta ZnO:Al dan Pencucian Substrat**

##### **3.2.1. Pembuatan partikel ZnO:Al**

Serbuk seng asetat dihidrat (ZnAc) dilarutkan ke dalam campuran etanol absolut dan dietilene glikol (DEG) [perbandingan volume etanol : DEG = 3 : 1] hingga diperoleh larutan ZnAc 0,34 M. Sedikit Alumunium nitrat nonahidrat ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) ditambahkan ke dalam larutan ZnAc sebagai sumber doping Al (perbandingan atomik Al/Zn =  $1,0 \times 10^{-2}$ ). Larutan ZnAc diaduk dan dipanaskan menggunakan *magnetic stirer* hingga suhunya naik secara perlahan. Setelah mencapai suhu 120°C pengadukan dihentikan. Larutan terus dipanaskan hingga mencapai suhu 160°C tanpa diaduk. Setelah itu, larutan dijaga pada suhu 160°C

selama 45 menit sampai terbentuk suspensi koloid ZnO:Al. Setelah suspensi ZnO:Al terbentuk pemanasan dihentikan dan larutan ZnO:Al didiamkan selama satu malam agar mengendap.

Untuk menguji endapan yang terbentuk merupakan kristal ZnO:Al maka endapan putih ZnO:Al dipisahkan, dicuci dengan *DI water*, dikeringkan dan digerus sehingga diperoleh serbuk putih. Serbuk ZnO:Al tersebut kemudian dikarakterisasi dengan XRD.

### 3.2.2. Pembuatan Pasta ZnO:Al

Untuk membuat pasta kedalam larutan ZnO:Al ditambahkan seng klorida (ZnCl) dan etil selulosa yang berfungsi sebagai *adhesive* dan *binder* (perbandingan massa ZnCl : etil selulosa : ZnAc = 2 : 5 : 15). Larutan diaduk dan dipanaskan sampai larutan ZnO:Al mengental. Kemudian pasta ZnO:Al yang terbentuk disaring dan dimasukkan ke dalam wadah yang tertutup dan disimpan di dalam lemari es. Pasta ZnO:Al yang terbentuk diperlihatkan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1. Pasta ZnO:Al

### 3.2.3. Pencucian Substrat

Pada penelitian ini substrat yang digunakan adalah kaca preparat. Sebelum digunakan kaca dicuci menggunakan *Di water* dan setelah itu direndam dalam larutan isopropil alkohol (IPA) dan digetarkan menggunakan *ultrasonic* selama 10 menit lalu dikeringkan. Setelah kering, kaca disimpan dalam wadah yang tertutup.

### 3.3. Proses *Printing*

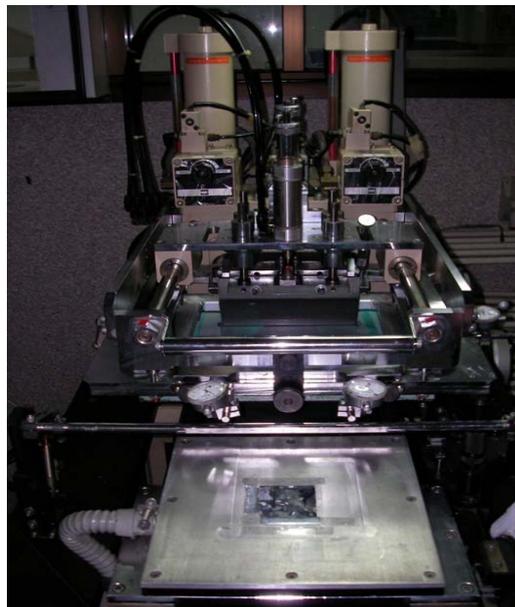
Gambar 3.2 memperlihatkan mesin *screen printer* yang digunakan pada proses *printing*. Sebelum dilakukan proses *printing* terlebih dahulu dilakukan proses persiapan. Prosedur yang harus dilakukan sebelum melakukan proses *printing* adalah sebagai berikut:

- Siapkan peralatan dan bahan-bahan untuk proses *printing*, seperti: substrat, pasta, spatula, *tweezer*, *screen* yang sudah dibersihkan.
- Pasta yang akan dipakai diaduk sampai homogen.
- On-kan *power supply*, putar kran udara dari kompresor dan cek tekanan udara mesin *screen printer* dan platen akan naik.
- Cek tombol-tombol pada mesin *screen printer* dalam posisi ‘*Set Up*’

Setelah proses persiapan selesai, proses *printing* dimulai. Prosedur menggunakan mesin *screen printer* adalah sebagai berikut:

- Nyalakan kompresor dan buka saluran udara ke mesin *screen printer*.
- On-kan power pada *screen printer*.
- Substrat yang telah bersih diletakan pada *Workholder*.

- On-kan *vacuum* untuk memegang substrat agar tidak bergeser atau terlepas.
- *Screen printer* diset pada posisi 'Set Up'.
- Pasang *screen frame* pada platen sementara platen pada posisi 'up' (pada penelitian ini *screen* yang digunakan memiliki 400 *mesh*).
- Atur jarak *Snap-off* dan tekanan *squeegee* (jarak *Snap-off* = 1mm, tekanan *squeegee* = 4 skala).
- Pasta yang telah diaduk rata dituangkan di atas *screen* pada salah satu sisi yang dekat dengan *squeegee*.
- *Squeegee* diturunkan dan proses *printing* dimulai.



Gambar 3.2. Mesin *screen printer*

#### 3.4. Proses *Drying*

Setelah proses *printing* selesai, substrat yang telah dilapisi pasta didiamkan selama 15 menit. Kemudian masukan substrat yang telah dilapisi pasta

ke dalam pemanas inframerah untuk proses *drying*. Pada penelitian ini, temperatur *drying* dipilih  $120^{\circ}\text{C}$  dan waktu *drying* 5 menit. Gambar 3.3 memperlihatkan pemanas inframerah yang digunakan pada penelitian ini.



Gambar 3.3 Pemanas inframerah

### 3.5. Proses *Firing*

Setelah proses *drying* tahap selanjutnya adalah proses *firing*. Proses *firing* berlangsung dalam tungku ban berjalan. Gambar 3.4 memperlihatkan tungku ban berjalan yang digunakan pada penelitian ini. Pada penelitian ini sampel hasil *screen printing* masing-masing dibakar pada temperatur *firing*  $300^{\circ}\text{C}$ ,  $400^{\circ}\text{C}$ ,  $500^{\circ}\text{C}$ , dan  $600^{\circ}\text{C}$  dengan waktu *firing* 25 menit. Prosedur menggunakan alat tungku ban berjalan adalah sebagai berikut:

- *Power supply* dinyalakan, pada panel *conveyor belt furnace* akan menyala lampu merah.

- Tekan tombol 'Power On' pada *conveyor belt furnace* dan pada panel akan menyala lampu hijau.
- Buka kran saluran udara ke *conveyor belt furnace*. Tekanan udara minimal 60 psi (dapat dilihat pada meter penunjuk tekanan yang berada di filter udara maupun *conveyor belt furnace* bagian bawah).
- Masukkan *password* pada komputer dengan menekan tombol nomor 4 di panel *furnace* atau tombol F4 pada *keyboard*. Tekan tombol nomor 1 atau F1 untuk masuk ke main menu.
- Pilih *Recipe control* dan pilih salah satu resep yang ada (KFF1).
- Set aliran udara dengan mengatur *flow meter* dengan harga :

*Entrance Eductor* = 40                      *Transition Tunel* = 50  
*Entrance Baffle* = 50                      *Exit Eductor* = 50  
*Zone 1* = 50                                      *Plenum* = 35  
*Zone 2 – 3* = 50                                *Cooling* = 60

- Tekan kembali tombol F1 dan masuk ke *Zone Status* kemudian set pada harga:

Tabel 3.1 *Zone status*

	Temperatur <i>Firing</i>			
	300	400	500	600
zone 1	300	400	500	600
zone 2	300	400	500	600
zone 3	300	400	500	600

- Atur kecepatan *belt* pada 4 ipm (untuk waktu *firing* 25 menit).

- Setelah parameter proses diset, *furnace* diaktifkan dengan menekan tombol 4 pada panel.
- Jika monitor menunjukkan temperatur yang diset telah tercapai, substrat dimasukkan ke dalam *furnace*.
- Setelah substrat keluar dari *furnace*, dilakukan proses *cooling down* dengan menekan kembali tombol 4 pada panel.
- Proses pembakaran pasta selesai, sampel diletakan pada *workholder*.
- Setelah proses *firing* selesai sampel siap untuk proses karakterisasi.



Gambar 3.4. Tungku ban berjalan

### **3.6. Karakterisasi Film Oksida Konduktif Transparan ZnO:Al**

#### **3.6.1. X-Ray Diffraction (XRD)**

Pada penelitian ini XRD digunakan untuk mengetahui karakteristik kristal partikel ZnO:Al yang terbentuk. Dari data XRD ini dapat diketahui struktur dan ukuran kristal, orientasi dominan dan parameter kisi partikel ZnO:Al.

Difraktometer sinar-X yang digunakan pada penelitian ini adalah Philips analytical PW1710 based dengan radiasi Cu  $K\alpha$  ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ).

### **3.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Pada penelitian ini *Scanning electron microscope* (SEM) tipe JEOL seri JSM-35C digunakan untuk mengetahui struktur morfologi film oksida konduktif transparan ZnO:Al. SEM digunakan karena memberikan gambar permukaan material dengan magnifikasi tinggi (*high-magnification*). Dari gambar-gambar SEM ini, hubungan antara morfologi permukaan film oksida konduktif transparan ZnO:Al dan temperatur *firing* dipelajari.

### **3.6.3. Four-Point Probe**

Pada penelitian ini alat empat probe (*four-point probe*) digunakan untuk mengukur resistivitas film oksida konduktif transparan ZnO:Al pada temperatur ruangan. Dari nilai resistivitas dapat ditentukan nilai konduktivitas film oksida konduktif transparan ZnO:Al.

### **3.6.4. Spektroskopi UV-Vis**

Pada penelitian ini spektroskopi UV-Vis digunakan untuk mengukur transmitansi film oksida konduktif transparan ZnO:Al untuk panjang gelombang visibel (300 – 800 nm). Dari data spektroskopi UV-Vis ini, pengaruh temperatur *firing* terhadap transmisi cahaya film oksida konduktif transparan dianalisa.