

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Metode Penelitian**

Untuk mendapatkan jawaban dari permasalahan penelitian ini maka dipilih metode eksperimen.

#### **3.2 Lokasi Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR-BATAN) Jalan Tamansari no. 71 Bandung, 40132.

#### **3.3 Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan sejak tanggal 02 Agustus 2010 hingga 30 Oktober 2010. Penelitian dilakukan setiap hari kerja dari pukul 08:00 WIB sampai dengan pukul 17:00 WIB.

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

**Alat :**

- Gelas kimia (100 ml, 50 ml)
- Kertas timbangan
- Timbangan
- Spatula

- Termokopel
- Penahan panas dari Al dan kapas
- Pipet sedot
- Penjepit
- Cawan keramik
- Kaca arloji
- Kompor pemanas
- Pengontrol suhu
- Mixing elektrik
- Penggerus
- Tungku Carbolite
- Alat screen printing
- Penyapu (*squeegee*)
- Meja kaca
- Perekat (*double tape*)
- Penggaris
- Pemotong keramik
- Multimeter
- *Power supply*

**Bahan:**

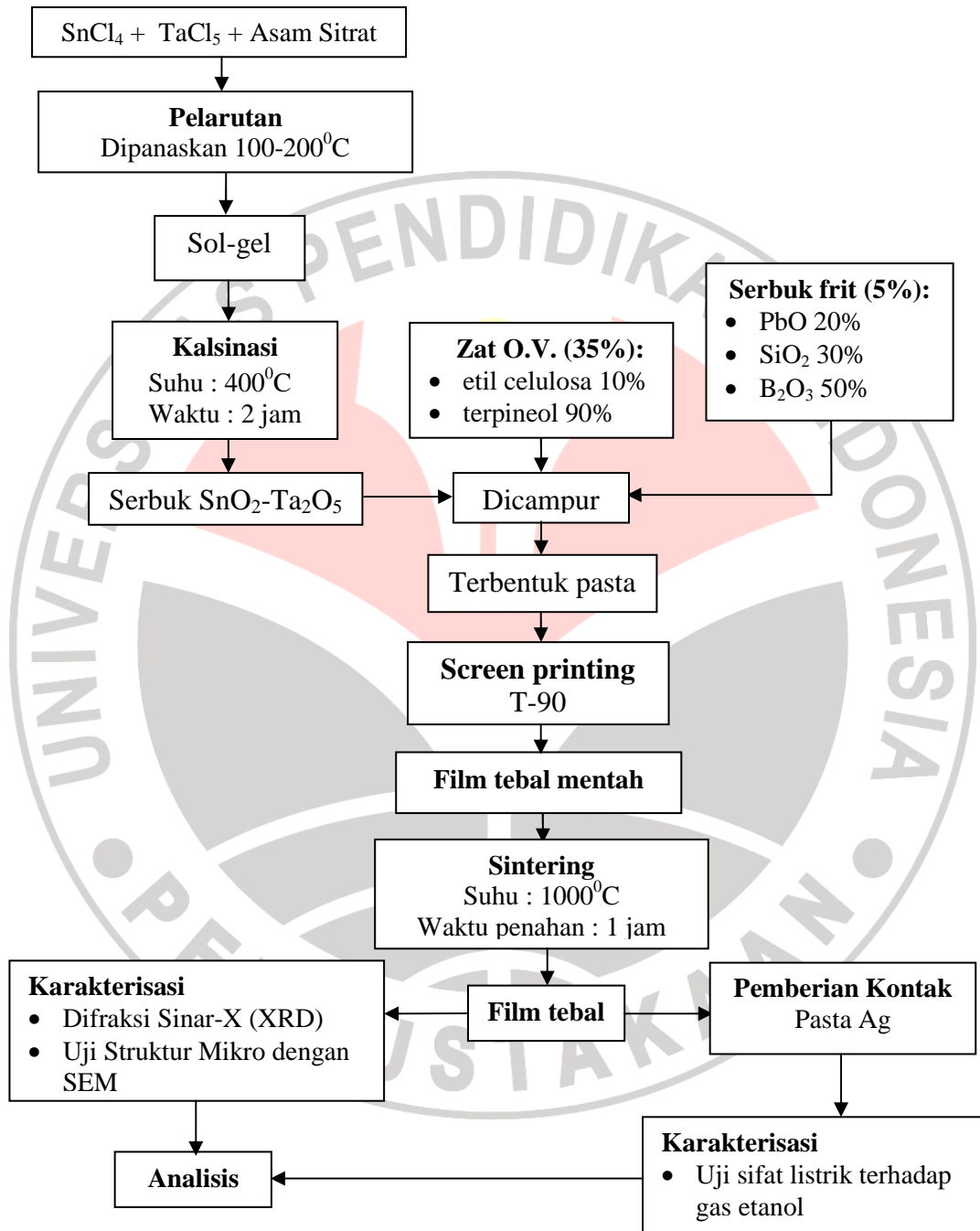
- $\text{SnCl}_4$
- Asam Sitrat
- $\text{TaCl}_5$

- HCl teknis
- Serbuk frit, yang terdiri dari PbO, SiO<sub>2</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- OV (*Organic Vehicle*)
- Substrat Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)
- Aquades
- Alkohol (etanol)
- Aseton
- Pasta perak (Ag)

### 3.5 Alur Pembuatan Keramik Film Tebal SnO<sub>2</sub>- Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dengan Screen Printing

Pada penelitian ini, alur pembuatan keramik film tebal SnO<sub>2</sub>-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dilakukan dengan beberapa tahapan. Mulai dari preparasi bahan sampai dihasilkan sol gel SnO<sub>2</sub>-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> yang dibuat pada suhu 200<sup>0</sup>C. Setelah terbentuk gel, dikalsinasi pada suhu 400<sup>0</sup>C selama 2 jam. Kemudian digerus sampai menjadi serbuk dengan menggunakan alat gerus listrik selama ± 2 x 10 menit. Langkah selanjutnya yaitu pencampuran dengan serbuk frit, dimana frit dibuat dari bahan PbO, SiO<sub>2</sub> dan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Setelah pencampuran dengan serbuk frit diberi OV (*organic Vehicle*) yang terbuat dari zat etil selulose yang ditambah terpineol sehingga terbentuklah pasta. Pasta tersebut dioleskan di atas substrat alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) kemudian dilakukan screen printing dengan menggunakan screen T-90 sehingga terbentuklah film tebal mentah. Setelah itu dilakukan proses sintering dengan suhu 1000<sup>0</sup>C. Kemudian dilakukan uji karakterisasi difraksi sinar-x (XRD) dan uji

karakteristik listrik. Untuk lebih jelasnya, alur pembuatan keramik film tebal ini digambarkan pada diagram alur pada gambar 3.1 berikut.



**Gambar 3.1** Skema diagram alur penelitian

### 3.6 Prosedur Percobaan

#### 3.6.1 Preparasi Serbuk

$\text{SnO}_2$  dibuat dengan menggunakan bahan  $\text{SnCl}_4$  yang dilarutkan dalam HCl (tidak ditentukan besarnya mol HCl, karena HCl hanya berfungsi sebagai pelarut  $\text{SnCl}_4$ ). Sedangkan  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  dibuat dengan menggunakan bahan  $\text{TaCl}_5$  yang dilarutkan dalam HCl (tidak ditentukan besarnya mol HCl, karena HCl hanya berfungsi sebagai pelarut  $\text{TaCl}_5$ ). Dimana komposisinya diperlihatkan pada tabel 3.6.1 berikut.

**Tabel 3.1** Komposisi campuran  $\text{SnO}_2$  dan  $\text{Ta}_2\text{O}_5$

% mol		% berat		massa dalam gram (7 gram)	
$\text{SnO}_2$	$\text{Ta}_2\text{O}_5$	$\text{SnO}_2$	$\text{Ta}_2\text{O}_5$	$\text{SnO}_2$	$\text{Ta}_2\text{O}_5$
99	1	94.4079	5.592104	6.608553	0.391447

Dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Mr SnO}_2 = 150.71 \text{ dan } \text{Ta}_2\text{O}_5 = 441.89$$

$$\text{persen berat SnO}_2 = \frac{(99\% \times \text{MrSnO}_2)}{(99\% \times \text{MrSnO}_2) + (1\% \times \text{MrTa}_2\text{O}_5)} \times 100\%$$

Dan,

$$\text{persen berat Ta}_2\text{O}_5 = \frac{(1\% \times \text{MrTa}_2\text{O}_5)}{(99\% \times \text{MrSnO}_2) + (1\% \times \text{MrTa}_2\text{O}_5)} \times 100\%$$

Perhitungan massa dalam gram (massa 7 gram):

$$\text{massa SnO}_2 = \frac{\% \text{berat SnO}_2}{100} \times 7 \text{ gram}$$

Dan,

$$\text{massa Ta}_2\text{O}_5 = \frac{\% \text{berat Ta}_2\text{O}_5}{100} \times 7 \text{ gram}$$

Untuk mendapatkan  $\text{SnO}_2$  sebanyak 6.608553 gram dibutuhkan  $\text{SnCl}_4$  sebanyak 11.42366 gram, dengan rincian sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{massa SnCl}_4 \text{ yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{Mr SnCl}_4 \\ &= 0.043849 \times 260.52 \\ &= 11.42366 \text{ gram} \end{aligned}$$

Untuk mendapatkan  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  sebanyak 0.391447 gram dibutuhkan  $\text{TaCl}_5$  sebanyak 0.480997 gram, dengan rincian sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Massa TaCl}_5 \text{ yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{Mr TaCl}_5 \\ &= 0.001343 \times 358.21 \\ &= 0.480997 \end{aligned}$$

Untuk asam sitrat dibutuhkan sebanyak 11.5272 gram dalam 300 ml air, dengan rincian sebagai berikut:

mol Asam sitrat 0.2 M dalam 1 liter air adalah

$$\text{mol} = 0.2M \times 1 \text{ liter} = 0.2 \text{ mol, sehingga}$$

$$\text{massa} = \text{mol} \times \text{Mr}_{\text{asam sitrat}}$$

$$= 0.2 \text{ mol} \times 192.12$$

$$= 38.424 \text{ gram}$$

Maka asam sitrat yang dibutuhkan dalam 300 ml air adalah

$$M = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} \times \frac{1000 \text{ ml}}{300 \text{ ml}}$$

$$0.2 M = \frac{\text{Massa}}{192.12} \times \frac{1000 \text{ ml}}{300 \text{ ml}}$$

$$\text{Massa asam sitrat yang dibutuhkan} = 11.5272 \text{ gram}$$

### 1. Pembuatan senyawa organik atau *organic Vehicle* (OV)

Senyawa organik atau *organic Vehicle* (OV) sangat dibutuhkan dalam proses pembuatan keramik film tebal, karena senyawa ini berfungsi sebagai senyawa yang dapat memberikan sifat fluida pada partikel-partikel logam dan senyawa gelas. Bahan yang digunakan dalam pembuatan OV ini diantaranya adalah 90% *α-terpienol* dan 10% *etil selulose*. Kedua bahan ini kemudian dicampurkan dan diaduk secara perlahan sampai kedua senyawa tersebut larut. Senyawa organik (OV) yang telah dicampurkan tersebut selanjutnya dicampurkan dengan serbuk  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  pada proses *mixing* dengan perbandingan 65%  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  dan 35% campuran senyawa organik (OV).

### 2. Pembuatan senyawa gelas (*Frit*)

Pada penelitian ini, bahan yang digunakan sebagai senyawa gelas (*Frit*) adalah 20%  $\text{PbO}$ , 30%  $\text{SiO}_2$ , dan 50%  $\text{B}_2\text{O}_3$ . Proses pembuatan *frit* ini melalui beberapa tahapan diantaranya penggerusan, press, pemanasan, quenching. *frit* sendiri berfungsi sebagai pengikat partikel-partikel logam dan pembentuk lapisan yang dapat menempelkan partikel-partikel logam pada substrat. Banyaknya *frit* yang dicampurkan ke dalam serbuk  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  yaitu 5% dari berat serbuk  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .

### 3.6.2 Pelarutan

Pada proses ini,  $\text{SnCl}_4$  dan  $\text{TaCl}_5$  dilarutkan ke dalam larutan HCl teknis hingga larut, kemudian ditambahkan air sehingga volumenya menjadi 300 ml. Proses pelarutan ini berlangsung selama kurang lebih 5 jam dan pada suhu pemanasan  $200^\circ\text{C}$ . Pada pelarutan asam sitrat dilakukan dengan penambahan 300 ml air. Sehingga total volume ketika dicampurkan menjadi 600 ml.

### 3.6.3 Sol-Gel

Setelah proses pelarutan, dilakukan pemanasan pada suhu  $200^\circ\text{C}$  sehingga terbentuk gel.

### 3.6.4 Kalsinasi

Dari proses sol gel, dilanjutkan pada proses kalsinasi sehingga terjadi proses penguapan dan menghasilkan butiran-butiran kasar  $\text{SnO}_2$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$ . Proses kalsinasi ini dilakukan pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

### 3.6.5 Penggerusan

Butiran-butiran kasar hasil proses kalsinasi kemudian digerus agar dihasilkan butiran-butiran serbuk yang halus.

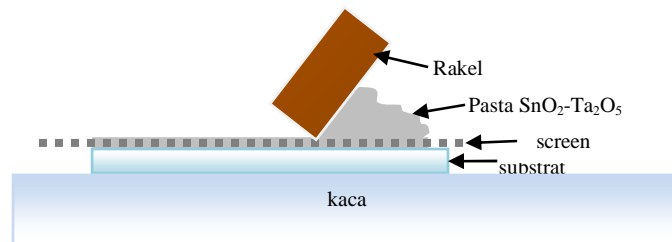


### 3.6.6 Pencampuran (Mixing)

Pada proses pencampuran, serbuk  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  dicampurkan dengan serbuk frit, komposisinya yaitu 95% serbuk  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  dan 5% serbuk frit. Kemudian campuran tersebut ditambahkan OV sebesar 35%. OV bertujuan agar memberikan sifat fluida dengan viskositas tertentu sehingga terbentuk pasta  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ . Setelah bahan tersebut dicampurkan dan di aduk sampai rata, kemudian dидiamkan selama kurang lebih satu hari agar campuran tersebut berikatan, maka terbentuklah pasta.

### 3.6.7 Screen Printing

Proses *screen printing* ini dilakukan seperti pada penyablonan yaitu dengan mengoleskan pasta  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  di atas substrat alumina dengan menggunakan screen T-90. Proses ini dilakukan dengan menumbuhkan pasta film tebal di atas substrat alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dengan cara melewatkannya ke dalam pori-pori screen. Pertama-pertama rekatkan substrat alumina di atas meja kaca, kemudian memposisikan *screen* di atas substrat. Setelah itu, oleskan sedikit pasta secara merata di atas *screen* yang tepat di atas substrat. Lalu sapu pasta menggunakan rakel agar terdorong ke dalam pori-pori *screen* dan menempel pada substrat. Setelah itu, *screen* diangkat dan terbentuklah film tebal mentah.



**Gambar 3.2** Pembuatan film tebal dengan teknik *screen printing*

### 3.6.8 Sintering

Setelah film tebal mentah terbentuk, langkah selanjutnya adalah proses sintering. Proses ini dilakukan di lingkungan udara pada suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  dengan waktu penahan 1 jam dan laju pemanasan serta laju pendinginannya sekitar  $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ .

### 3.6.9 Karakterisasi XRD

Setelah terbentuk film tebal, dilakukan karakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-x. Karakterisasi XRD ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk pada sampel. Dengan menggunakan panjang gelombang tetap (1.5405 Angstrom). Pengujian XRD ini dilakukan di Laboratorium XRD di PTNBR-BATAN Bandung.

### 3.6.10 Pemberian Kontak

Kemudian, keramik film tebal yang sudah disinter tersebut harus dilapisi kontak konduktor yaitu pasta perak (Ag) dengan cara screen printing. Screen yang digunakan adalah screen khusus untuk penumbuhan

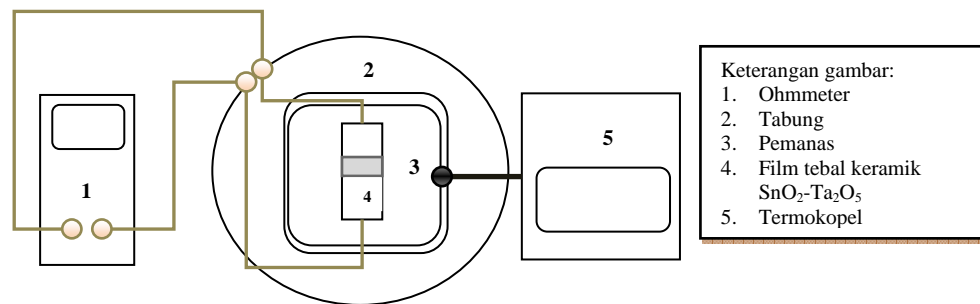
pasta perak. Pemberian kontak konduktor dimaksudkan sebagai jalur penghubung untuk rangkaian listrik. Setelah itu, keramik film tebal yang telah diolesi perak tersebut di panaskan pada suhu  $600^{\circ}\text{C}$  selama 10 menit.



**Gambar 3.3** Keramik film tebal  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  yang telah diberi kontak perak

### 3.6.11 Karakterisasi Sifat Listrik

Karakterisasi sifat listrik merupakan serangkaian proses untuk mengetahui nilai sensitivitas keramik film tebal  $\text{SnO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$  yang diukur dari nilai resistansi film tebal ketika berada dalam suasana gas. Resistansi diukur menggunakan multimeter *constant 88A*, untuk memvariasikan nilai suhu digunakan alat pengontrol suhu (termokopel) dan gas yang digunakan adalah etanol. Skema rangkaian listrik dapat dilihat pada gambar 3.4 berikut.



**Gambar 3.4** Skema rangkaian listrik untuk pengukuran  $R = f(T)$

Pengukuran resistansi yang dilakukan di suasana gas etanol dengan konsentrasi gas etanol yang ditunjukkan pada tabel 3.2 berikut.

**Tabel 3.2** Variasi konsentrasi gas etanol

Massa etanol (g)	Konsentrasi gas (ppm)
0.0069	407
0.0092	547
0.0108	639

### 3.6.12 SEM (*Scanning Electron Microscope*)

SEM (*Scanning Electron Microscope*) bertujuan untuk mengetahui struktur mikro dari film tebal  $\text{SnO}_2$  salah satunya yaitu porositas serta ukuran butirnya. Dengan adanya uji SEM ini, maka dapat dilihat bahwa film tebal yang telah di buat layak digunakan sebagai divais sensor gas atau tidak. Pengujian SEM ini dilakukan di Laboratorium SEM di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung.



**Gambar 3.5** Alat *Scanning Electron Microscope* (SEM)

