

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Metode Penelitian**

Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah metode eksperimen.

#### **3.2 Lokasi Penelitian**

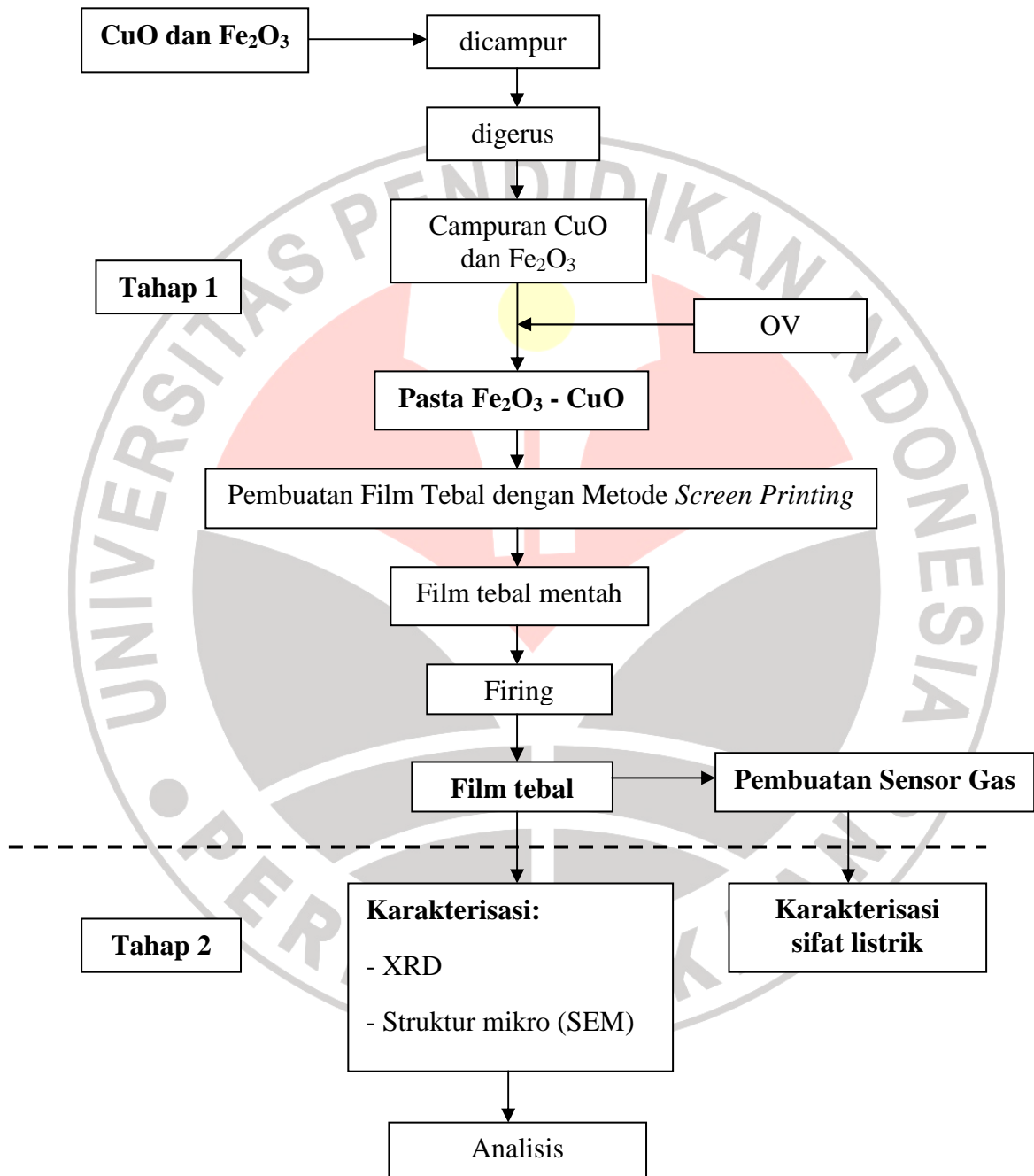
Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Fisika Bahan, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR-BATAN) Jalan Tamansari no. 71 Bandung, 40132. Karakterisasi difraksi sinar-X untuk sampel keramik film tebal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang ditambah 10% m CuO dan dibakar selama 90 menit dilakukan di laboratorium XRD jurusan Teknik Pertambangan ITB jalan Ganesa 10 Bandung, 40132. Sedangkan karakterisasi struktur mikro (SEM) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan (PPPGL), jalan Dr. Djunjunan no.236, Bandung, 40174.

#### **3.3 Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan sejak tanggal 27 Mei 2010 hingga 30 Agustus 2010. Penelitian dilakukan setiap hari kerja dari pukul 08:00 WIB sampai dengan pukul 17:00 WIB.

### 3.4 Diagram Alir Penelitian

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen dengan diagram alir penelitian adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

### 3.5 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

#### 3.5.1 Alat

Alat yang digunakan diantaranya:

1. Gelas ukur
2. Spatula
3. Alat *screen printing*
4. Penyapu (*squeegee*)
5. Meja kaca
6. Perekat (*double tape*)
7. Tungku pemanas *muffle*
8. Pemotong keramik
9. Pengontrol suhu
10. Pengering (*screen dryer*)
11. Multimeter
12. *Power supply*

#### 3.5.2 Bahan

Bahan yang digunakan diantaranya:

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

4. Perak
5. Aseton
6. Hexanon

### 3.6 Prosedur Penelitian

#### 3.6.1 Tahap I

Pada tahap pertama ini, meliputi pembuatan film tebal keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang ditambah 10% m CuO meliputi proses pencampuran  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan CuO, pembuatan pasta, *screen printing*, pembakaran (*firing*), pemberian kontak dan aging.

##### 3.6.1.1 Pencampuran $\text{Fe}_2\text{O}_3$ dan CuO

Pada tahap ini  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan CuO disediakan. Setelah itu,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ditimbang dengan neraca digital sebanyak 10 gram, sedangkan CuO ditimbang sebanyak 1 gram. Setelah kedua bahan ditimbang kemudian digerus selama 4x15 menit di dalam mesin penggerus dengan kecepatan 100 rpm, agar kedua bahan menjadi homogen.

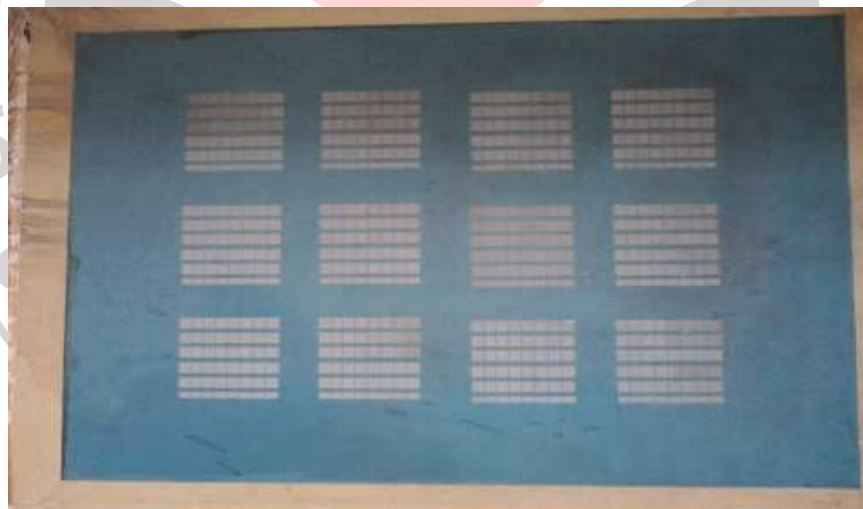
##### 3.6.1.2 Pembuatan Pasta

Tahap selanjutnya adalah penambahan OV 35%. OV bertujuan agar memberikan sifat fluida dengan viskositas tertentu sehingga terbentuk pasta  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  - CuO.

##### 3.6.1.3 Pembuatan Film Tebal dengan Metode *Screen Printing*

Setelah terbentuk, pasta  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  - CuO dioleskan di atas substrat alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dengan metode yang *snap off*. Metode *snap off* adalah metode

menumbuhkan pasta film tebal di atas substrat dengan cara melewatkannya ke dalam pori-pori screen. Untuk melakukan metode snap off tersebut. Pertama-pertama adalah menyiapkan substrat alumina berukuran relatif kecil, hal ini dimaksudkan untuk memudahkan pengolesan pasta. Kemudian substrat direkatkan di atas meja kaca menggunakan perekat yang bertujuan agar substrat tidak bergerak ketika pasta dioleskan sehingga tidak terjadi kesalahan. Kemudian memposisikan *screen* di atas substrat. Setelah itu, mengambil sedikit pastanya lalu dioleskan tepat diatas substratnya secara merata di atas *screen*. Pasta yang disebarakan harus setipis mungkin agar tidak banyak pasta yang terbang. Lalu sapu pasta menggunakan *squeegee* agar terdorong ke dalam pori-pori *screen* dan menempel pada substrat.



Gambar 3.2 *Screen* yang digunakan dalam metode *screen printing*

#### 3.6.1.4 Pembakaran (*Firing*)

Setelah film tebal mentah terbentuk, langkah selanjutnya adalah proses pembakaran (*firing*). Proses pembakaran ini dilakukan di lingkungan udara pada suhu  $900^{\circ}\text{C}$  dan waktu yang dibutuhkan adalah 90 menit. Nilai suhu  $900^{\circ}\text{C}$  dipilih karena  $\text{CuO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  memiliki nilai titik leleh sebesar  $1200^{\circ}\text{C}$  dan  $1565^{\circ}\text{C}$  (Material Safety Data Sheet, 2003). Hal ini dilakukan karena dalam proses *firing*, suhu yang digunakan berkisar 0,6 - 0,8 dari nilai titik lelehnya (Barsoum, 2007). Laju pemanasannya sekitar  $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  dan laju pendinginannya pun sekitar  $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ .

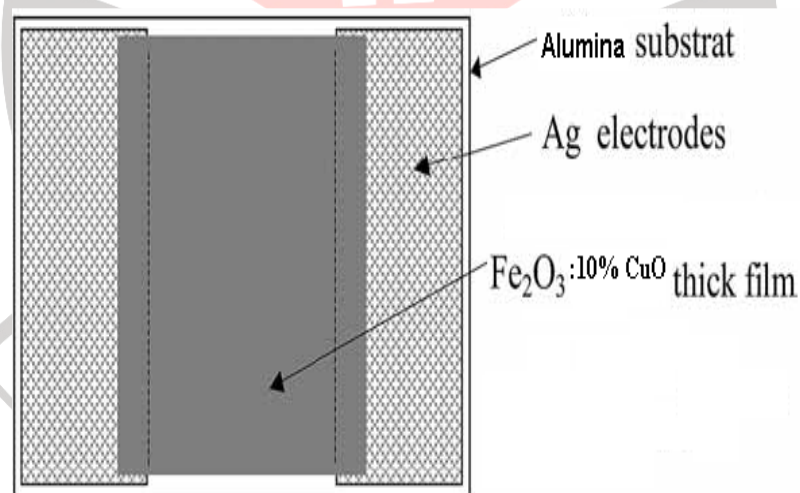


Gambar 3.3 Keramik Tebal  $\text{Fe}_2\text{O}_3:10\%$  mol  $\text{CuO}$  setelah dibakar

#### 3.6.1.5 Pembuatan Sensor Gas

Setelah keramik film tebal matang, keramik tersebut harus dilapisi logam perak dengan menggunakan metode yang sama yaitu screen printing.

Hanya saja, screen yang digunakannya berbeda dengan yang pertama, bentuk screennya kali ini lebih kecil yaitu hanya berdimensi 5 mm x 5 mm. Dan penumbuhan peraknya pun menggunakan metode snap off pula. Sebelum melakukan metode snap off ini, keramik terlebih dahulu dipotong-potong menjadi 8 bagian, yang mana masing-masingnya berdimensi 12 mm x 6 mm. namun, tidak semua potongan kecil itu dilapisi perak, pisahkan 2 bagian untuk dites XRD dan SEM. Lalu cara melakukan snap off pun sama saja, hanya ketika menyapukan logam perak diatas keramik film tebal matang, harus sangat berhati-hati sekali, harus sekali penyapuan jadi, tidak boleh berulang-ulang. Setelah itu, keramik film tebal yang telah diolesi perak tersebut di panaskan pada suhu 600° C selama 10 menit.



Gambar 3.4 Ilustrasi sensor gas keramik film tebal  $\text{Fe}_2\text{O}_3+10\%$  mol CuO



### 3.6.2 Tahap II

Pada tahap kedua ini, dilakukan 2 karakterisasi, sampel keramik film tebal yang tidak dibuat menjadi sensor gas, dikirimkan untuk di pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) yang bertujuan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk. Selain itu untuk mengetahui nilai parameter kisi kristal keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{CuO}$  yang terbentuk.



Gambar 3.5 Seorang operator yang sedang mengoperasikan mesin XRD

Karakterisasi kedua yang dilakukan yaitu uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui struktur mikro keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{CuO}$ . Dapat juga untuk mengetahui besar ukuran butir kristal  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{CuO}$  yang terbentuk pada saat proses sintering.





Gambar 3.6 Seorang operator yang sedang mengoperasikan mesin SEM

Karakterisasi terakhir adalah karakterisasi sifat listrik untuk mengetahui nilai sensitivitas keramik film tebal  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{CuO}$ . Ketika melakukan pengukurannya, yang diukur adalah resistansi listrik menggunakan multimeter *constant* 88A, sedangkan untuk memvariasikan nilai suhu digunakan alat pengontrol suhu.

Mekanisme ketika pengujian sifat listrik adalah:

1. Memasang multimeter pada set alat penguji sensor gas.
2. Memasukkan divais sensor gas ke dalam tabung penguji lalu kunci rapat.
3. Mengeset suhu dan tegangan.
4. Mencatat nilai hambatan yang terbaca di multimeter (Hambatan pada medium udara,  $R_0$ ).
5. Setelah hambatan yang terbaca sangat kecil dan tidak mampu terbaca oleh multimeter, kecil kan suhu dan tegangan hingga ke posisi awal.

6. Lalu buka pintu tabung penguji, masukkan gas etanol yang akan di uji, caranya menggunakan suntikan, terdapat 3 ukuran suntikan, gunakan mulai dari suntikan yang berukuran kecil. Setelah itu, kunci kembali pintu tabung penguji rapat-rapat yang bertujuan agar tidak ada gas yang keluar maupun gas yang masuk ke dalam tabung penguji.
7. Diamkan selama 15 menit yang bertujuan agar gas etanol menyebar keseluruhan penjurur tabung penguji
8. Mengeset suhu dan tegangan kembali.
9. Mencatat nilai hambatan yang terbaca di multimeter (Hambatan pada medium gas,  $R_g$ )
10. Setelah hambatan yang terbaca sangat kecil dan tidak mampu terbaca oleh multimeter, kecil kan suhu dan tegangan hingga ke posisi awal.
11. Buka tabung penguji, lalu set kembali suhu dan tegangan dengan posisi pintu tabung terbuka, bertujuan agar terjadi proses oksidasi kembali.
12. setelah mencapai suhu tertentu, kecil kan suhu dan tegangan hingga ke posisi awal sehingga tabung siap untuk digunakan kembali.
13. Ulangi langkah 6-12 untuk ukuran jarum suntik yang berbeda.