

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metoda Penelitian

Metoda yang digunakan dalam penelitian ini adalah metoda eksperimen dan studi literatur. Penelitian dilakukan dengan beberapa tahapan. Yaitu tahapan persiapan, tahapan pembuatan lapisan, karakterisasi, analisis data dan kesimpulan. Dengan dideskripsikan dan diinterpretasikan dengan merujuk pada referensi yang ada.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Serbuk yarosit
2. PEG
3. Asam Klorida (HCL)
4. Ethanol
5. Aquades
6. Substrat kaca
7. Nitrat
8. Amoniak
9. Perak
10. Aseton

3.2.2 Alat-alat Penelitian

Dalam proses pembuatan lapisan keramik Fe_2O_3 dengan teknik *spincoating* alat-alat yang digunakan adalah:

1. **Timbangan digital**

Berguna untuk menimbang massa serbuk yarosit sebelum dilarutkan.

2. **Gelas Ukur**

Digunakan untuk wadah (tempat) larutan Fe_2O_3 yang telah dilarutkan.

3. **Heater (pemanas)**

Digunakan sebagai sumber panas yaitu dengan melewati arus ketika melarutkan serbuk Fe_2O_3 .

4. **Multimeter digital**

Digunakan untuk pembacaan skala resistansi (hambatan) kawat yang digunakan dalam pembuatan heater.

5. **Kertas Saring**

Digunakan untuk menyaring larutan setelah dipanaskan, untuk memisahkan material-material yang tercampur pada larutan

6. **Termokopel**

Digunakan untuk mengatur kestabilan panas pada heater

7. **Ultrasonik cleaner**

Digunakan untuk membersihkan substrat kaca preparat sebelum lapisan ditumbuhkan

8. **Pipet**

Digunakan untuk menyedot larutan ketika dipindahkan dari gelas ukur

9. Tungku carbolite

Digunakan untuk proses kalsinasi pada sampel, yang dapat ditentukan suhu pemanasannya.

3.3 Prosedur Pembuatan Lapisan Keramik Fe_2O_3

Adapun langkah-langkah dalam pembuatan lapisan keramik Fe_2O_3 sebagai berikut:

1. Material Serbuk

Pada pembuatan lapisan ini, material yang digunakan adalah Serbuk yosorit. Dengan perbandingan molaritas adalah 0,3M. Pelarut yang digunakan adalah HCl dan Aquade. Etanol ditambahkan pada larutan Fe_2O_3 dan ditambahkan PEG.

2. Penimbangan

Material serbuk yosorit ditimbang 5 gram dan massa material ini di dapat dari perhitungan perbandingan molarita adalah 0.3 M.

3. Pelarutan

Material serbuk yosorit yang telah ditimbang dilarutkan. serbuk yosorit dilarutkan ke dalam 100 ml HCl dan ditambahkan 100 ml Nitrat.

4. Pembersihan substrat

Substrat yang digunakan adalah kaca preparat. Sebelum kita menumbuhkan lapisan, substrat kaca yang disiapkan terlebih dahulu dibersihkan menggunakan ultrasonik klener dengan alkohol. Hal ini dimaksudkan untuk menghilangkan atau membersihkan kotoran atau kerak yang menempel pada

kaca, di samping itu juga untuk menghindari kontaminasi dengan bahan lain. Selain itu pembersihan ini berguna untuk mendapatkan daya rekat yang bagus pada waktu penumbuhan lapisan.

5. Pemanasan dalam Oven

Larutan Fe_2O_3 yang telah dilarutkan dipanaskan pada suhu 100°C selama 24 jam.

6. Pencampuran (*mixing*)

Larutan yang telah didiamkan selama 24 jam, dicampur yaitu mencampurkan 5ml larutan PEG

7. Pencelupan

Kaca yang telah dibersihkan menggunakan etanol. Setelah kaca dilap dan kering, kaca tersebut dicelupkan pada larutan dan ditarik dengan kecepatan 5 cm/menit.

8. Pemanasan

Agar ikatan yang terbentuk menjadi lebih kuat maka dilakukan pemanasan, dengan suhu 100°C selama 10 menit.

9. Sintering

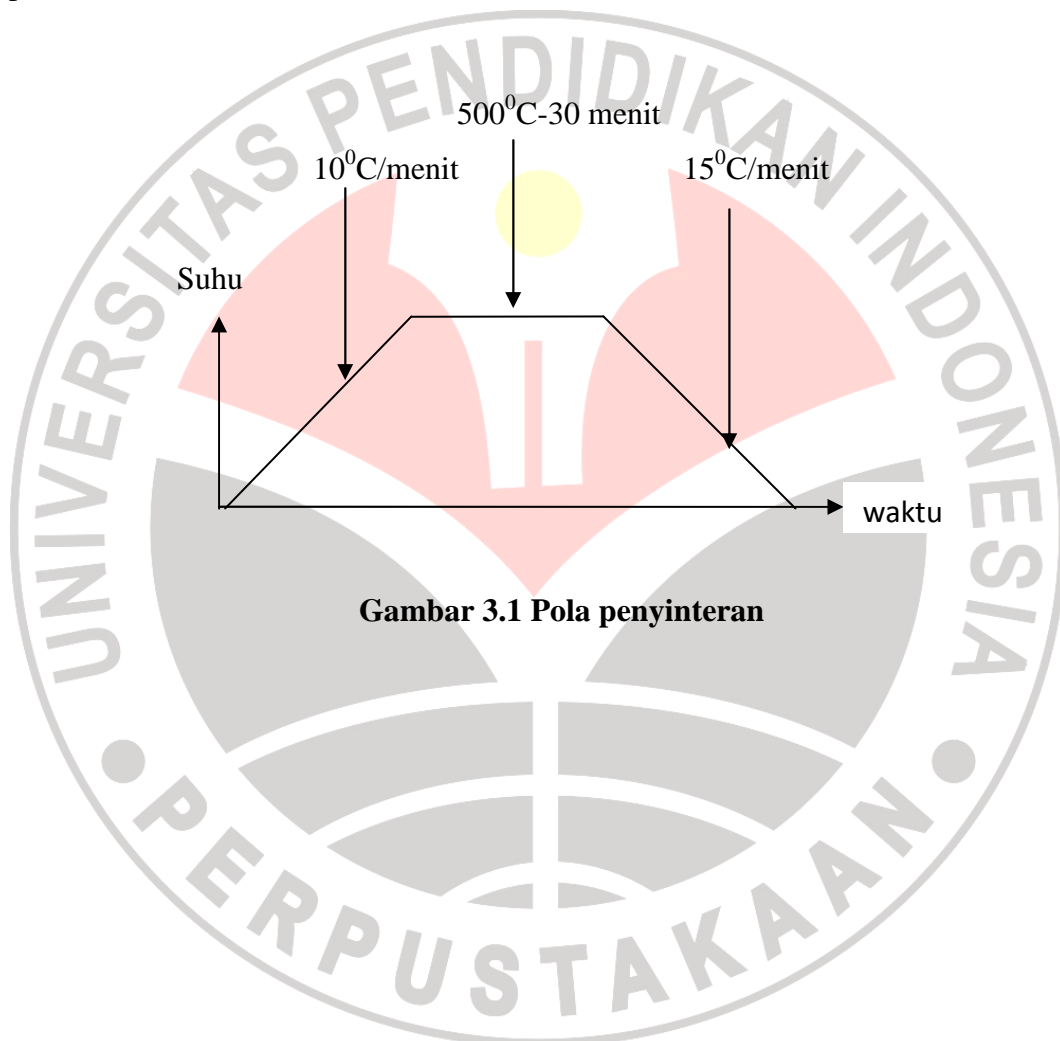
Prosedur Sintering:

1. Hidupkan saklar panel listrik 220 volt dari VCB ke sumber 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 dan kenaikan suhu.
 - c) Tekan lagi tombol ⤵ maka akan keluar Pl-1 = program suhu pemanasan yang ingin dicapai, diisi dengan menekan tombol kenikan dan 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 0⁰ C atau “end” (= program sampai disini).
 - g) Tekan tombol “run” dan pintu tungku ditutup, maka suhu akan naik sendiri secara otomatis.
 - h) Catat waktu kenikan 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.

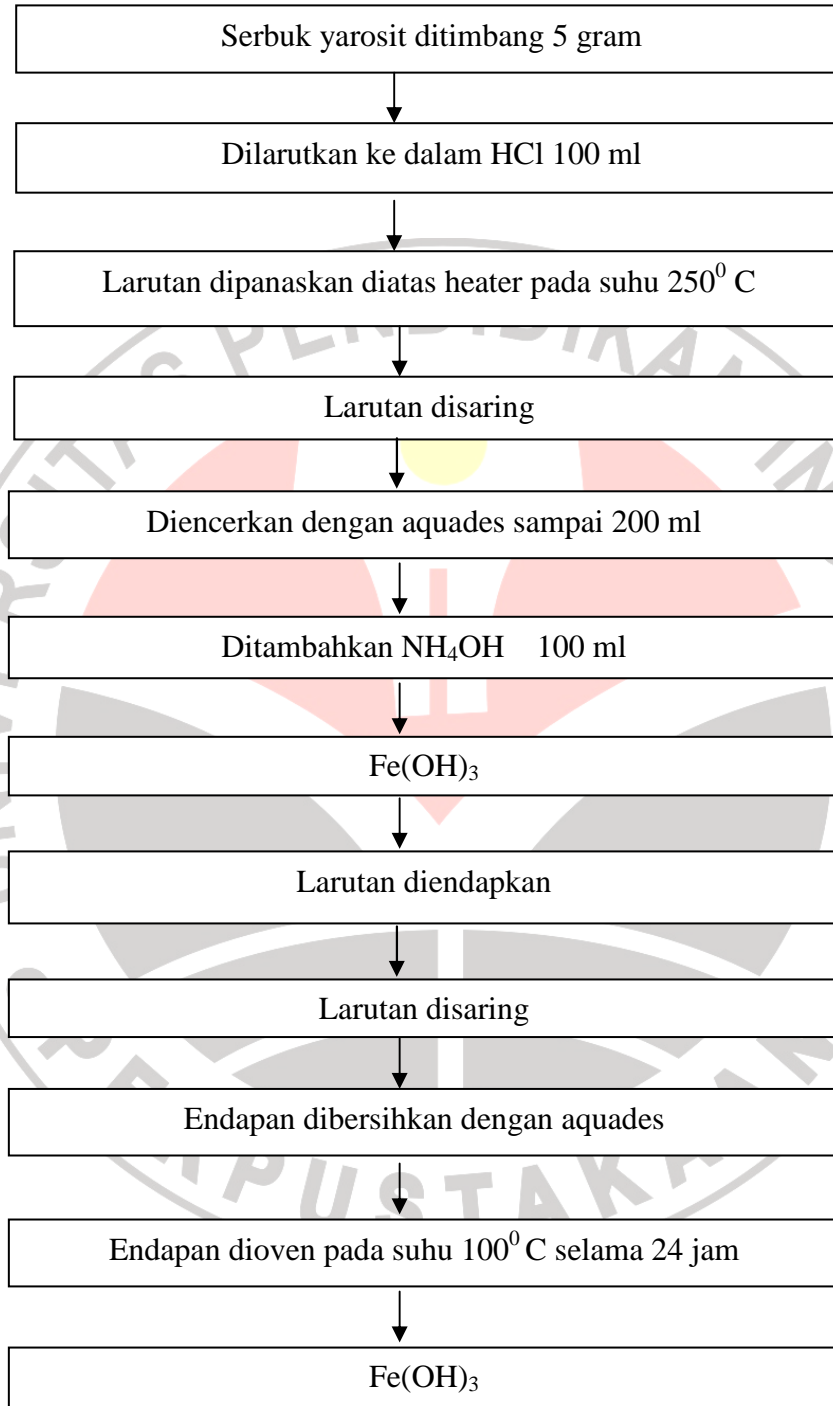
Untuk proses pembuatan, lapisan keramik Fe_2O_3 pada substrat gelas, dibakar pada suhu 500°C . Ditahan selama 30 menit, dengan kenaikan suhu $10^\circ/\text{menit}$ dan penurunan suhu $15^\circ/\text{menit}$.



Gambar 3.1 Pola penyinteran

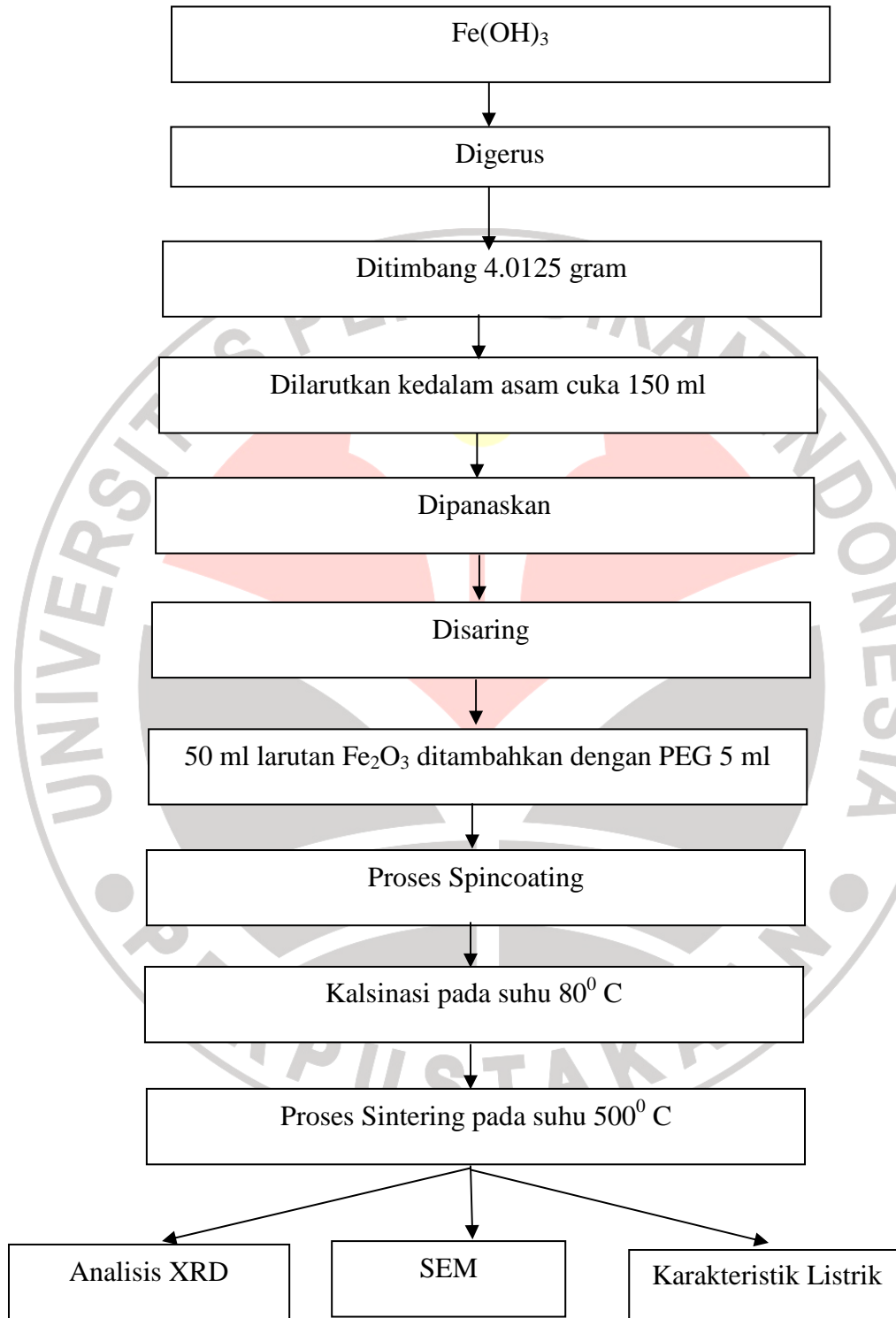
3.4 Alur Pembuatan Lapisan Keramik Fe_2O_3 dengan Metode *Spincoating*

- **Pembuatan Fe_2O_3**



Gambar 3.2 Alur pembuatan lapisan keramik Fe_2O_3 dengan metode *Spincoating*

- **Pembuatan Keramik Fe₂O₃**



Gambar 3.3 Pembuatan Lapisan Keramik Fe₂O₃

Tabel 3.1 Komposisi Kimia Serbuk Mineral Yarosit (Serbuk Awal) dan Hasil Pengolahan

No	Oksida	Kadar (% Berat) sebelum pengolahan	Kadar (% Berat) sesudah pengolahan
1	Fe ₂ O ₃	55.9	91.8
2	SiO ₂	24.4	1.26
3	Al ₂ O ₃	2.48	1.19
4	TiO ₂	3.59	1.20
5	CaO	0.23	0.19
6	MnO	0.049	0.054
7	K ₂ O	2.31	1.02
8	Na ₂ O	3.22	2.11
9	MgO	2.50	0.67
10	LOI	5.31	0.506

3.5 Karakterisasi Lapisan Keramik Fe₂O₃

3.5.1 Karakterisasi Struktur Kristal

Karakterisasi struktur kristal merupakan salah satu karakterisasi penunjang dari penelitian ini. Proses dilakukan dengan menggunakan Difragtometer sinar-X (XRD). Pada karakterisasi ini, film Fe₂O₃ yang telah jadi dipotong menggunakan alat pemotong keramik. Kemudian sampel tersebut diletakkan pada *holder*, kemudian ditekan menggunakan kaca dengan tekanan secukupnya agar sampel tidak bergeser ataupun jatuh pada saat proses berlangsung, lalu dimasukkan ke dalam *box* XRD dan siap dikarakterisasi.

Karakterisasi ini dilakukan dalam rangka mengetahui struktur kristal yang terbentuk, mengetahui parameter kisi, dan mengetahui pembentukan lapisan

keramik Fe_2O_3 . Proses karakterisasi ini dilakukan di Departemen Tambang Institut Teknologi Bandung (ITB). Dengan menggunakan sistem peralatan XRD yaitu *Philips analytical X-Ray* tipe PW1710 (Gambar alat lihat di Lampiran 2).

3.5.2 Karakterisasi Struktur Mikro

Karakterisasi penunjang lainnya adalah karakterisasi struktur mikro dengan menggunakan mikroskop optik. Pada karakterisasi ini, lapisan keramik Fe_2O_3 yang telah jadi dipotong menggunakan alat pemotong keramik untuk dilakukan analisis/pemeriksaan permukaan gambar topografi dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh specimen.

Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui struktur mikro Kristal yang terbentuk, ukuran butir, dan juga pertumbuhan butir film tersebut. Proses karakterisasi ini dilakukan di Departemen Tambang Pusat Pengembangan dan Penelitian Geologi dan Kelautan (P3GL) dengan menggunakan sistem peralatan SEM (*Scanning Electron Microscope*) tipe JEOL(*Japan Electron Optics Laboratory*) seri JSM-35C (Gambar alat lihat di Lampiran 2).

3.5.3 Pengukuran Resisistansi

Sebelum dilakukan pengukuran tahanan film tipis Fe_2O_3 terlebih dahulu dilakukan pembentukan pola pada screen dan pencetakan/pemasangan elektroda dibutuhkan peralatan screen printing.

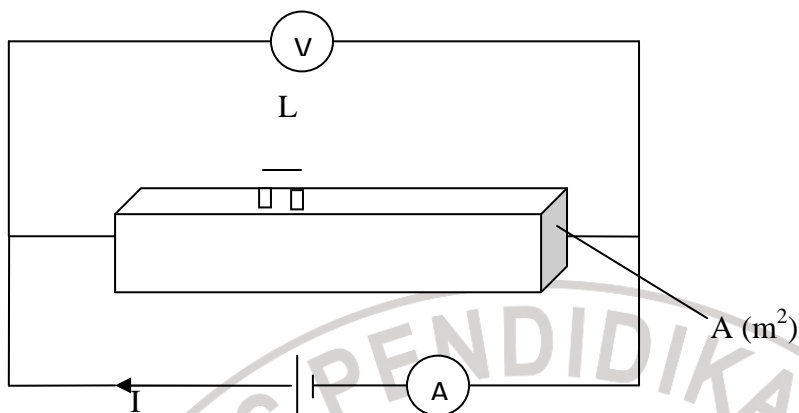
3.5.4 Proses Pencetakan/pemasangan Elektroda

Sebelum melakukan pencetakan pada film, maka substrat yang di atasnya terdapat lapisan keramik terlebih dahulu diletakan pada lubang meja pemegang substrat dan substrat digeser sampai pas pada pola yang diinginkan. Kemudian screen dengan rangka diletakan di atasnya.

Proses pencetakan/pemasangan elektroda di atas substrat yang sudah dilapisi film dilakukan dengan meletakan pasta di atas screen, kemudian melakukan penyaputan pasta menggunakan rakel (*squeegee*). Setelah pola terbentuk kemudian dilakukan pengeringan (*drying*) pengeringan dengan menempatkan substrat tersebut pada furnace dengan suhu antara 250 °C sampai 500 °C selama jangka waktu 15 menit.

3.5.5 Proses Pengukuran Tahanan

Setelah elektroda terpasang, kemudian dilakukan pengukuran tahanan dengan merangkai alat terlebih dahulu, pengambilan data pengukuran tahanan yang diukur pada rentang suhu ruang sampai 400°C . Proses karakterisasi ini dilakukan di Bagian Fisika Bahan BATAN Bandung (Gambar alat lihat di Lampiran 2).



Gambar 3.4 Susunan alat untuk mengukur resistansi

Arus I mengalir dari satu kontak elektroda ke kontak lainnya pada semikonduktor dengan penampang A (m^2) dan panjang L (jarak antar dua kontak) dan diberi tegangan pada semikonduktor tersebut seperti yang terlihat pada Gambar 3.4 di atas.

$$\frac{I}{A} = \rho \frac{V}{L}$$

Resistansi R dari semikonduktor diberi sebagai $R = V/I$

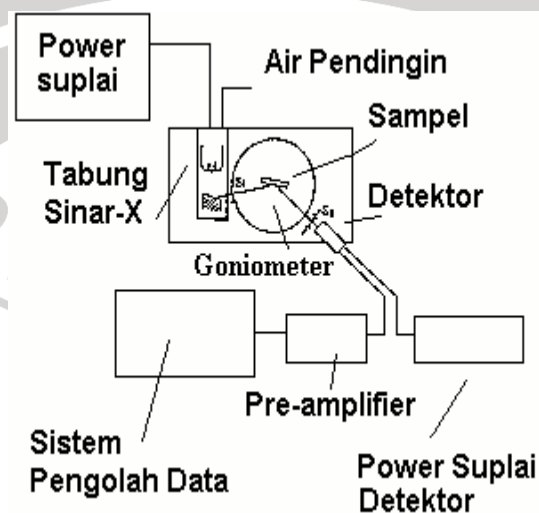
Bila ingin mengukur Resistivitas pada sebuah titik dari sebuah semikonduktor, digunakan metoda empat probe, sumber tegangan dipasang pada dua probe terluar untuk menghasilkan arus I . Sebuah voltmeter dihubungkan pada kedua probe ditengah masing-masing. Dengan mengukur V dan I dan T (Suhu) dapat ditentukan R pada berbagai suhu.

3.6 Analisis Data

Dari hasil pembuatan lapisan keramik Fe_2O_3 pada substrat kaca yang dibuat dengan metode sol-gel diperoleh tiga buah sampel dengan dengan variasi jumlah lapisan yaitu 1 kali pelapisan, 2 kali pelapisan dan 3 kali pelapisan dengan suhu sintering 500°C . Untuk mengetahui sifat fisis dari lapisan keramik tersebut, dilakukan beberapa karakterisasi. Hasil dari karakterisasi dapat dihitung dan dianalisis dengan rujukan referensi yang sudah ada.

3.6.1 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 2θ . Dari pola difraksi tersebut dapat dianalisis struktur dan orientasi kisi.



Gambar 3.5 Skema difraksi sinar –X (XRD)

Menentukan Struktur Kristal Kubik.

kondisi difraksi, sinar yang dihamburkan memiliki energi yang sama dengan sinar sumber hamburan, tetapi memiliki cepat rambat yang berbeda (Persamaan 1).

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

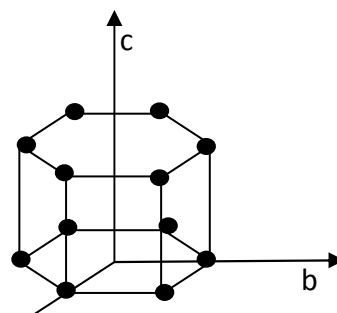
$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

yang kemudian dikombinasikan dengan persamaan (2) : (B.D Culity,1956)

Karena struktur pada kristal Fe_2O_3 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 2.4

Struktur Hexagonal

Untuk struktur hexagonal jarak bidang pendifraksi dapat ditentukan dengan persamaan(4) : (B.D Culity,1956)

Jika persamaan diatas digabung dengan persamaan hukum Bragg (persamaan 1),

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} \dots\dots\dots(8)$$

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

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

Dan hasilnya ialah

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

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \dots\dots\dots(9)$$

Dimana $A = \frac{\lambda^2}{3a^2}$ dan $C = \frac{\lambda^2}{4c^2}$

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,...

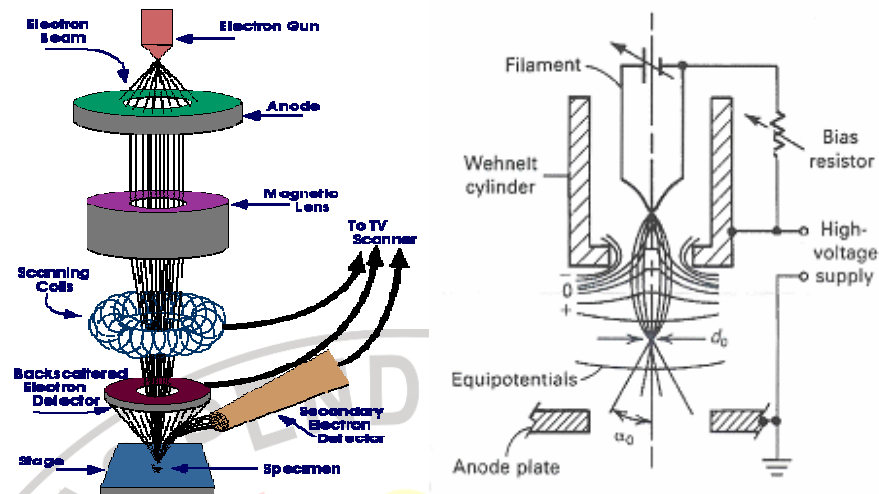
3.6.2 Analisis Data SEM (*Scanning Electron Microscope*)

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 kekristalan 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 3.6 Cara kerja SEM (Anonim, 2001)

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

1. Melakukan fiksasi, yang bertujuan untuk mematkan 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

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

Karakteristik listrik pada lapisan keramik Fe_2O_3 dilakukan dengan melakukan pengukuran tahanan yang kemudian dikonversi ke dalam tahanan jenis dengan memasukkan data dimensi, pada berbagai suhu dari suhu ruang- 400°C menggunakan persamaan :

$$R = (\rho \cdot A) / L$$

dengan ρ : tahanan jenis listrik (Ohm.cm),

R : tahanan listrik (Ohm)

A : luas penampang(cm^2)

L : tebal (cm)

Proses pengujian dilakukan dengan memasukan bahan pada sebuah tabung yang telah dihubungkan dengan sebuah tegangan listrik dan termokopel. Pertama dihitung nilai resistivitasnya. Pengukuran resistivitas dilakukan dengan metode Van der Pauw. Untuk setiap kenaikan suhu dari termokopel tersebut dalam keadaan udara bebas kemudian diplot grafik R terhadap T.

3.7 Waktu & Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Juli 2009 – November 2009.

Dengan agenda penelitian sebagai berikut :

No	Waktu	Kegiatan
1	Juli 2009	Studi literatur
2	Agustus 2009	Preparasi bahan
3	September 2009	Pembuatan lapisan keramik

4	Oktober 2009	Karakterisasi (struktur kristal, morfologi dan sifat listrik)
5	November 2009	Pengolahan & Analisis data

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

