

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Metode Penelitian**

Pada penelitian ini, metode yang digunakan yaitu metode studi literatur dan eksperimen. Sampel berupa keramik film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MnO-ZnO}$  yang dibuat dari campuran serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang berasal dari mineral yarosit alam,  $\text{MnO}$  dan  $\text{ZnO}$  dengan komposisi :  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  50% mol ;  $\text{MnO}$  25% mol ;  $\text{ZnO}$  25% mol dengan proses *screen printing* dan dibakar pada suhu  $1000^\circ\text{C}$ ,  $1100^\circ\text{C}$ , dan  $1200^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Kemudian dilakukan analisis struktur kristal film tebal menggunakan *X – Ray Diffraction* (XRD) dan analisis struktur mikro film tebal menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Karakterisasi listrik film tebal dilakukan dengan mengukur hambatan menggunakan rangkaian listrik dan tungku pemanas. Dari data hambatan dan suhu didapatkan data konstanta termistor yang merupakan ukuran kelayakan material untuk dapat digunakan sebagai termistor NTC.

#### **B. Lokasi Penelitian**

Penelitian mengenai pengaruh suhu pembakaran terhadap keramik film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MnO-ZnO}$  untuk termistor NTC, dilakukan di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) yang beralamat di Jalan Tamansari No. 71 Bandung 40312.

#### **C. Alat dan Bahan yang digunakan**

##### **1. Alat yang digunakan**

- a) Cawan dan pengaduk
- b) Tabung film
- c) Lakban
- d) Neraca digital (Metler Tolledo)
- e) Alat penekan
- f) *Holder*

- g) Spatula
- h) *Tissue*
- i) Multimeter
- j) *Screen* dengan ukuran T90
- k) *Screen* metalisasi ukuran T120
- l) Silet
- m)Capit buaya
- n) Seperangkat alat pengukur suhu
- o) Termokopel
- p) Spidol
- q) Plastik klip tempat sampel
- r) Mikrometer
- s) Penggaris
- t) Kertas amplas
- u) Tungku pembakaran
- v) Kawat
- w)Kertas timbangan
- x) Analysis Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X – Ray System JEOL JSM – 6360LA

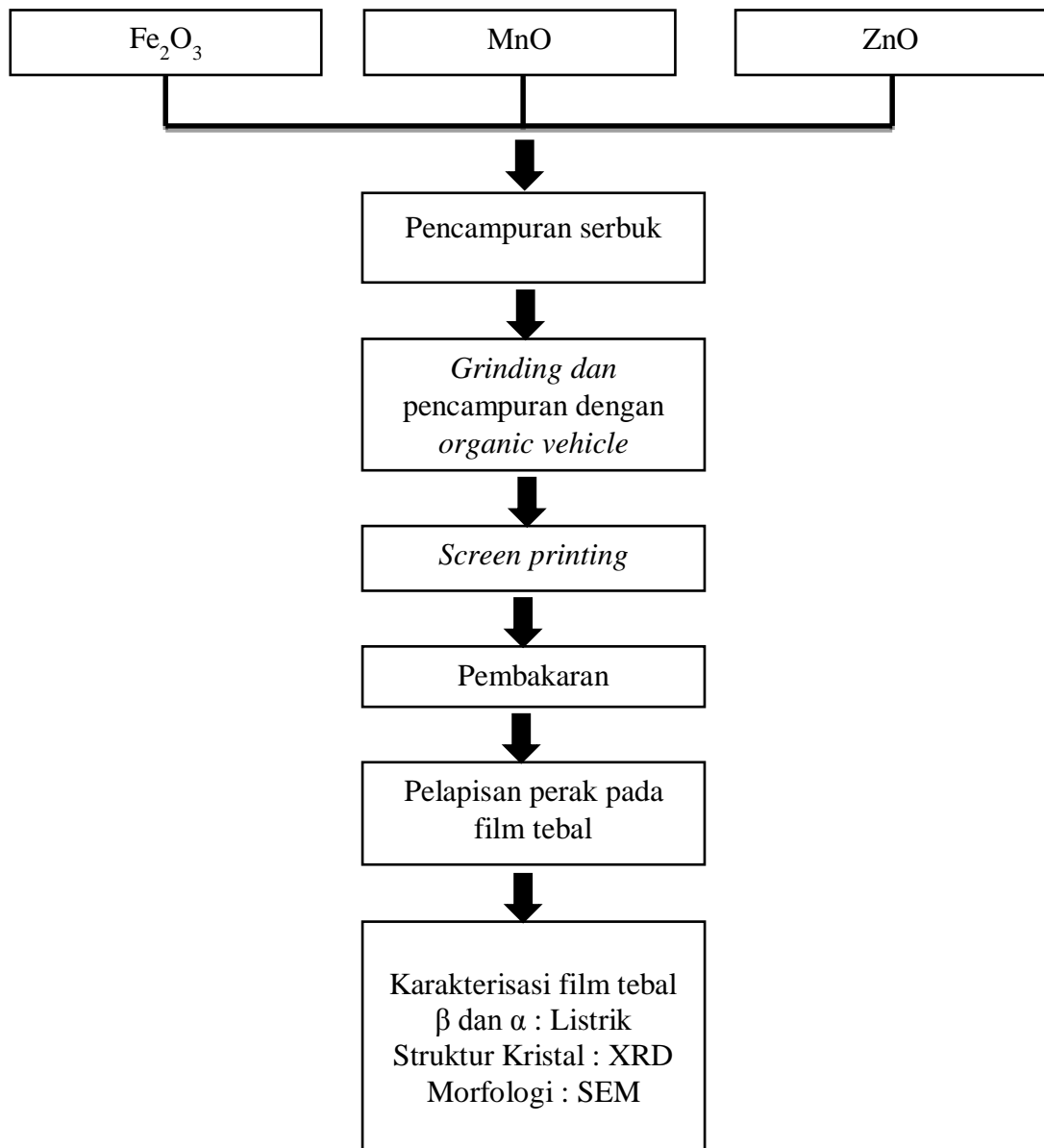
## **2. Bahan-bahan yang digunakan**

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a) Zat MnO
- b) Zat ZnO
- c) Zat Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- d) *Organic vehicle*
- e) Aseton
- f) Alkohol
- g) Perak
- h) Substrat alumina
- i) Alumunium foil

#### D. Prosedur Penelitian

Dalam penelitian ini pembuatan keramik film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ –  $\text{MnO}$ –  $\text{ZnO}$  dilakukan melalui beberapa tahap yaitu : pencampuran serbuk, penggerusan (*grinding*) dan pencampuran dengan *organic vehicle*, proses *screen printing*, dan proses pembakaran. Kemudian dilakukan karakterisasi listrik dan karakterisasi stuktur mikro film tebal. Namun sebelum dilakukan pengukuran hambatan, film tebal harus melalui proses *metalisisasi*. Prosedur penelitian yang dilakukan secara rinci ditunjukkan oleh Gambar 3.1.



**Gambar 3.1.** Diagram alur pembuatan keramik film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ – $\text{MnO}$ – $\text{ZnO}$ .

Berdasarkan diagram alur prosedur penelitian diatas, pembuatan keramik film tebal berbasis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MnO-ZnO melalui beberapa tahapan dengan penjelasan masing – masing tahapan adalah sebagai berikut :

### 1. Pencampuran serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan MnO dan ZnO

Serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO dan ZnO dicampurkan dengan komposisi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 50% mol ; MnO 25% mol ; ZnO 25% moldengan massa total yang diinginkan yaitu 4 gram. Pada penelitian sudah digunakan serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang sudah dikopresipitasi.Massa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO dan ZnO yang digunakan dalam penelitian ditunjukkan dalam Tabel 3.1.

**Tabel 3.1.** Massa bahan yang digunakan dalam pembuatan film tebal.

| Bahan                          | % massa (gram) | % berat |
|--------------------------------|----------------|---------|
| MnO                            | 0.6016         | 15.0389 |
| ZnO                            | 0.6900         | 17.2500 |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 2.7084         | 67.7110 |

### 2. Grinding dan pencampuran *organic vehicle*

Serbuk yang telah dicampurkan digrinding selama 2 jam sehingga didapatkan serbuk dengan butiran yang sangat halus dan partikel yang lebih kecil. Setelah dilakukan proses *grinding* massa campuran bahan berkurang. Campuran bahan awal memiliki berat awal 4 gram setelah digrinding massa campuran bahan menjadi 3.7382 gram. Kemudian campuran bahan dicampurkan dengan *organic vehicle* dengan perbandingan sebesar 30% wt : 70% wt. Setelah didapatkan pasta campuran Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO, dan ZnO, pasta didiamkan dahulu selama ± 24 jam agar pasta siap digunakan.OV yang ditambahkan adalah sebanyak :

$$\frac{100}{70} \times 3.7382 \text{ gram} = 5.3402 \text{ gram}$$

Sehingga banyaknya OV yang ditambahkan adalah :

$$5.3402 \text{ gram} - 3.7382 \text{ gram} = 1.6020 \text{ gram}$$

### 3. *Screen printing*

Setelah pasta berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{MnO} - \text{ZnO}$  digunakan, film tebal dibuat dengan menggunakan metode *screen printing*. *Screen printing* dilakukan menggunakan *screen* T90 yang memiliki ketebalan  $\pm 0.67$  mm dengan menyapukan pasta sekali atau dua kali di atas substrat alumina menggunakan rakel sampai hasil *printing* yang dihasilkan baik yaitu memiliki permukaan yang rata atau memiliki tebal yang seragam. Namun sebelum proses *screen printing* dilakukan, alat yang digunakan harus dibersihkan terlebih dahulu menggunakan alkohol agar tidak ada partikel lain yang ikut menempel di atas substrat.

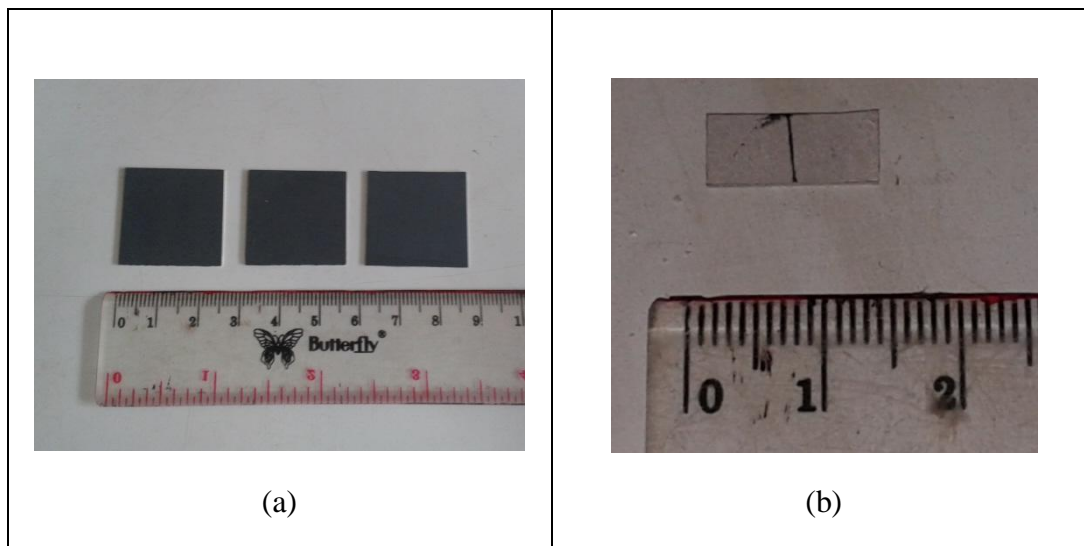
### 4. Pembakaran

Film tebal yang sudah *printing* ini, kemudian dibakar pada tiga suhu yang berbeda yaitu  $1000^\circ\text{C}$ ,  $1100^\circ\text{C}$ , dan  $1200^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Suhu pembakaran ini dipilih karena disesuaikan dengan produk akhir film tebal yang diinginkan dan suhu pembakaran dipilih dibawah suhu leleh bahan. Proses *sintering* adalah suatu proses pemadatan dari sekumpulan serbuk pada suhu tinggi mendekati titik leburnya hingga terjadi perubahan struktur mikro seperti pengurangan jumlah dan ukuran pori, pertumbuhan butir, peningkatan densitas dan penyusutan (Indiani & Umiati, 2009). Tujuan proses pembakaran ini adalah untuk memadatkan pasta sehingga pasta menjadi lebih padat dan keras serta menempel diatas substrat. Proses pembakaran dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran. Setelah proses pembakaran selesai, didapatkan film tebal dengan suhu pembakaran yang berbeda kemudian film tebal dipotong menjadi 4 bagian yang sama besar atau memiliki ukuran  $1.5 \times 0.5$  cm.

### 5. Pelapisan perak pada film tebal

Untuk mengetahui karakteristik listrik dari film tebal yang dihasilkan maka harus dilakukan pelapisan pasta perak pada film tebal terlebih dahulu seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.2. Pelapisan perak pada film tebal berfungsi sebagai kontak logam atau kontak ohmik sehingga resistansi film tebal dapat diukur ketika diberikan panas. Pelapisan perak pada film tebal yang sudah dipotong

menggunakan metode *screen printing* dan *screen* T120. Setelah pasta perak disapukan di atas film tebal, kemudian film tebal dibakar pada suhu  $600^{\circ}\text{C}$  selama 10 menit.



**Gambar 3.2.** Film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{MnO} - \text{ZnO}$  (a) yang sudah dibakar pada suhu  $1000^{\circ}\text{C}$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$ , dan  $1200^{\circ}\text{C}$  (b) yang sudah dilapisi perak dan dipotong menjadi ukuran  $1.5 \times 0.5$  cm.

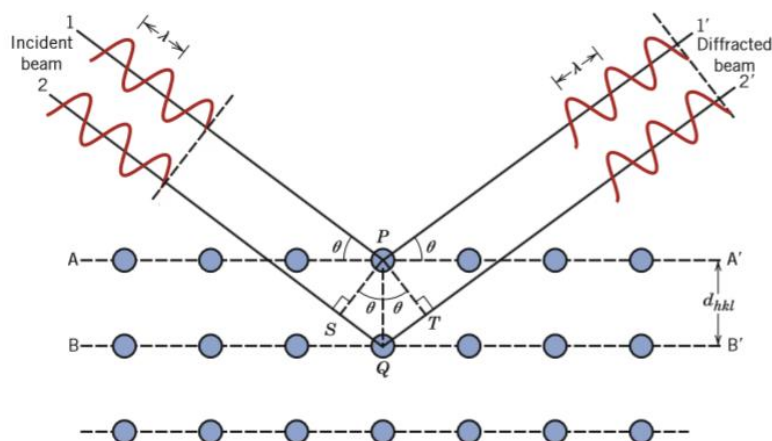
## E. Karakterisasi film tebal

### 1. Analisis XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dan parameter kisi yang dimiliki oleh keramik. Karakterisasi XRD keramik film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{MnO} - \text{ZnO}$  yang disinter pada suhu sinter yang berbeda yaitu  $1000^{\circ}\text{C}$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$ , dan  $1200^{\circ}\text{C}$  dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui struktur kristal yang dimiliki oleh film tebal dan untuk mengetahui apakah struktur kristal yang dihasilkan oleh masing – masing film tebal memiliki struktur kristal yang sama atau tidak. Dalam penelitian ini karakterisasi XRD dilakukan di Departemen Teknik Pertambangan Institut Teknologi Bandung dengan menggunakan *Philips 1835 Diffractometer* dengan sumber difraksi  $\text{CuK}\alpha$  ( $1,54060$  Angstrom).

Hasil XRD yang didapatkan berupa intensitas dan sudut  $2\theta$ . Puncak difraksi pada sudut  $2\theta$  tertentu yang dihasilkan oleh masing – masing film tebal dibandingkan dengan sudut  $2\theta$  yang terdapat di JCPDS untuk fase

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan struktur kristal heksagonal dan fase  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  dengan struktur kristal kubik atau spinel. Sudut  $2\theta$  yang sesuai menunjukkan jika sinar – X seluruhnya didifraksikan tepat oleh fase tersebut. Hasil XRD dari masing – masing film tebal dianalisis menggunakan *software Microsoft excel 2010* sehingga didapatkan grafik XRD dari masing – masing film tebal.



**Gambar 3.3.** Difraksi sinar – x oleh bidang atom (sumber: Callister, W. D., 2007, hal. 68).

Perhitungan parameter kisi menggunakan puncak difraksi yang terbentuk akibat sinar – X yang didifraksikan seluruhnya atau terjadi interferensi maksimum oleh bidang kisi seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.3. Parameter kisi dapat dihitung menggunakan hukum Bragg pada persamaan 3.1.

$$2d \sin \Theta = \lambda \quad (3.1)$$

$d$  adalah jarak antar bidang pendifraksi yang dapat ditentukan dengan persamaan 3.2. Sehingga perhitungan parameter kisi  $a$  untuk struktur kubik dapat menggunakan persamaan 3.7 (Cullity, B.D., 1956. Hal. 301):

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (3.2)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \Theta}{\lambda^2} \quad (3.3)$$

$$\sin^2 \Theta = \left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.4)$$

$$\sin^2 \Theta = A(h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.5)$$

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (3.6)$$

$$a = \frac{\lambda}{2}\sqrt{A} \quad (3.7)$$

Jika struktur kubik memiliki nilai  $h^2 + k^2 + l^2$  yang memungkinkan yaitu:

SC : 1,2,3,4,5,6,7,8,9,10,11,12,13,14,16,...

BCC : 2,4,6,8,10,12,14,16,...

FCC : 3,4,8,11,12,16,19,20,24,...

maka A merupakan nilai yang sering muncul pada hasil pembagian  $\frac{\sin^2\theta}{h^2+k^2+l^2}$ .

Struktur kristal rhombohedral memiliki dua parameter kisi yaitu a dan c serta jarak antar bidang kisi ditunjukkan oleh persamaan 3.8 (Cullity, B.D., 1956. Hal. 310). Sehingga perhitungan parameter kisi untuk struktur rhombohedral adalah sebagai berikut :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2+hk+k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (3.8)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2\theta}{\lambda^2} \quad (3.9)$$

$$\sin^2\theta = \left( \frac{\lambda^2}{4} \right) \left[ \frac{4}{3} \left( \frac{h^2+hk+k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \right] \quad (3.10)$$

$$\sin^2\theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \quad (3.11)$$

$$A = \frac{\lambda^2}{3a^2} \quad \text{dan} \quad C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (3.12)$$

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3A}} \quad (3.13)$$

$$c = \frac{\lambda}{2}\sqrt{C} \quad (3.14)$$

Jika struktur rhombohedral yang mungkin memiliki nilai  $(h^2 + hk + k^2)$  adalah 0,1,3,4,7,9,12,...., dan nilai  $l^2$  yang mungkin adalah 0,1,4,9,...., maka nilai A dan 4C adalah nilai yang paling sering muncul.

## 2. Analisis SEM

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi film tebal. Hasil karakterisasi SEM berupa foto dengan perbesaran tertentu sehingga butir, batas butir dan pori terlihat cukup jelas. Berdasarkan foto yang dihasilkan dapat ditentukan ukuran butir dari film tebal yang disinter pada suhu yang berbeda. Karakterisasi SEM dilakukan di Pusat Survei Geologi dengan



menggunakan alat Analisis Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X – Ray System JEOL JSM – 6360LA. Ukuran butir masing – masing film tebal dapat dihitung dengan metode *intercept* menggunakan persamaan 3.8 (ASTM E112, 2013, hlm. 12):

$$\bar{l} = \frac{nL}{M N_i} \quad (3.15)$$

$\bar{l}$  = Rata-rata diameter butir

n = Jumlah garis uji

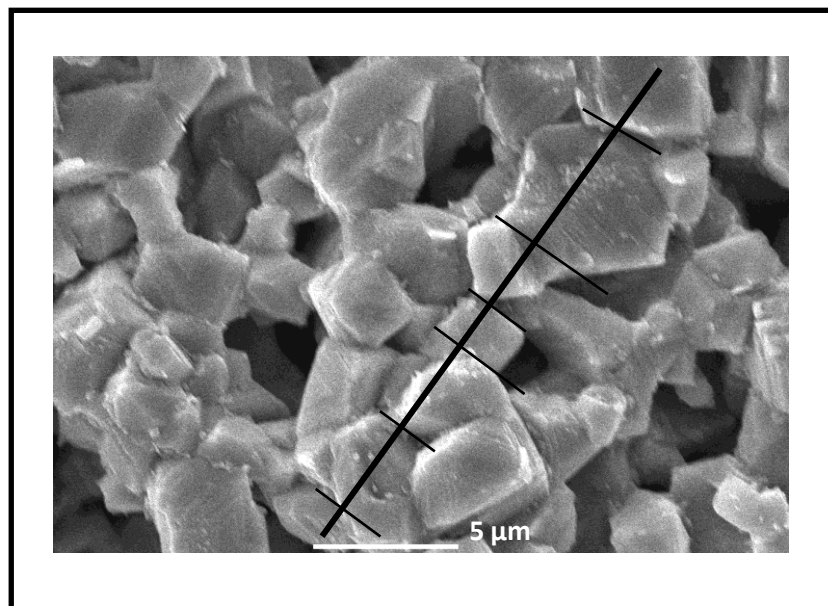
L = Panjang garis uji

M = Pembesaran Foto

$N_i$  = Jumlah batas butir yang terpotong

Langkah – langkah untuk menghitung ukuran butir adalah sebagai berikut :

1. Menentukan perbesaran foto yang digunakan dalam perhitungan menggunakan perbandingan yaitu perbandingan ukuran foto dengan ukuran sebenarnya.
2. Membuat garis uji sepanjang 10 cm di setiap daerah dimana butir berkumpul, hindari daerah yang memiliki pori. Semakin banyak garis uji yang digunakan maka semakin akurat ukuran butir yang dihasilkan.



**Gambar 3.4.** Membuat garis uji pada foto SEM.

3. Menghitung jumlah butir yang dilewati oleh garis uji.
4. Menghitung ukuran butir dengan menggunakan persamaan 3.15.

### 3. Analisis Sifat Listrik

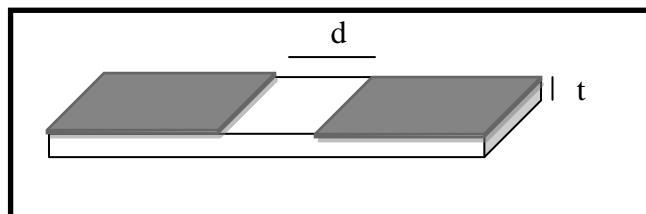
Analisis sifat listrik film tebal dilakukan dengan mengukur nilai resistansi pada film tebal yang telah dilapisi perak. Pengukuran resistansi dimulai pada suhu 40°C sampai dengan 200°C dengan beda suhu 5°C. Alat pengukur resistansi yang digunakan adalah multimeter, sedangkan untuk mengukur temperatur film tebal digunakan termokopel. Karakterisasi listrik yang ditinjau adalah konstanta termistor, sensitivitas, dan resistivitas film tebal yang dihasilkan.

Langkah – langkah untuk mengukur hambatan keramik film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MnO-ZnO}$  adalah sebagai berikut :

1. Menyiapkan film tebal yang akan diukur hambatannya
2. Mengukur hambatan film tebal di suhu ruang
3. Menutupi bagian ujung film tebal dengan menggunakan aluminium foil, bagian yang tidak terlapisi oleh perak jangan ditutup oleh aluminium foil agar pembacaan hambatan lebih akurat.
4. Menjepit masing – masing ujung dengan penjepit buaya yang sudah *disolder* dengan kawat tembaga yang sudah dihampelas kedua ujungnya terlebih dahulu.
5. Memasang isolator panas untuk meletakkan termokopel di antara penjepit buaya namun tetap dekat dengan bagian film tebal yang tidak terlapisi oleh perak
6. Menghubungkan kawat tembaga yang paling ujung dengan multimeter menggunakan capit buaya.
7. Memasukkan film tebal ke dalam tungku pemanas
8. Menyalakan alat pemanas yaitu *heat controller*
9. Mencatat hambatan yang dihasilkan dari suhu 40°C - 200°C dengan rentang suhu 5°C. Catat hambatan listrik ketika suhu naik dan suhu turun.

Jika hasil proses *metalisisasi* atau pelapisan perak pada film tebal menghasilkan film tebal dengan parameter yang berbeda dengan parameter film

tebal ditunjukkan pada Gambar 3.4, maka data hambatan yang dihasilkan harus dinormalisasikan agar parameter masing–masing film tebal sama dengan memilih salah satu film tebal yang dinilai memiliki parameter yang paling ideal untuk digunakan sebagai acuan. Pada penelitian ini digunakan film tebal yang disinter pada suhu sinter 1000°C sebagai acuan.



**Gambar 3.5.**Film tebal dengan parameter yang ideal.

Untuk melakukan normalisasi data maka dilakukan pengukuran tebal ( $t$ ) film tebal menggunakan mikrometer sekrup dengan pengukuran pada tiga tempat yang berbeda yaitu pada kedua ujung dan tengah sehingga didapatkan nilai rata – rata dari tebal film tebal dan pengukuran jarak antar pelat perak ( $d$ ) dengan menggunakan mikroskop optik agar data jarak antar pelat perak lebih akurat dengan prosedur pengukuran sebagai berikut :

1. Menyalakan mikroskop kemudian memfokuskan layar dan menyalakan lampu penerang
2. Meletakkan film tebal tepat di bawah lensa mikroskop dengan meletakkan daerah yang tidak dilapisi perak tepat berada di tengah
3. Menempatkan titik focus (+) pada salah satu ujung logam perak film tebal
4. Mereset ulang pembacaan skala pada alat
5. Menggeser film tebal ke arah kanan sehingga titik focus (+) tepat berada di sebrang titik awal (di sisi kiri)
6. Catat skala yang terukur pada sumbu – X

Dari langkah 1 – 6, didapatkan data tebal film tipis ( $t$ ) dan jarak antar logam perak ( $d$ ) dari masing – masing film tebal berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{--MnO--ZnO}$  seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.2.

**Tabel 3.2.** Hasil pengukuran dimensi film tebal.

| Suhu pembakaran<br>(°C) | $t$<br>(mm) | $d$<br>(mm) |
|-------------------------|-------------|-------------|
| 1000                    | 6,94        | 0,41        |
| 1100                    | 7,06        | 0,30        |
| 1200                    | 6,78        | 0,39        |

Normalisasi data dilakukan dengan menggunakan film tebal dengan suhu pembakaran 1000 °C sebagai acuan sehingga perhitungan normalisasi data menggunakan persamaan :

$$\frac{d_{1000}}{d_x} \times R_x = R \quad (3.16)$$

$$\frac{t_{1000}}{t_x} \times R = R_N \quad (3.17)$$

dengan :  $d_{1000}$  = jarak antar logam perak pada film tebal dengan suhu pembakaran 1000°C

$d_x$  = jarak antar logam perak pada film tebal dengan suhu pembakaran X°C

$R_x$  = resistansi awal film tebal dengan suhu pembakaran X°C

$R$  = resistansi akhir film tebal dengan suhu pembakaran X°C

$t_{1000}$  = tebal film tebal dengan suhu pembakaran 1000°C

$t_x$  = tebal film tebal dengan suhu pembakaran X°C

$R_N$  = resistansi film tebal dengan suhu pembakaran X°C yang sudah di normalisasi