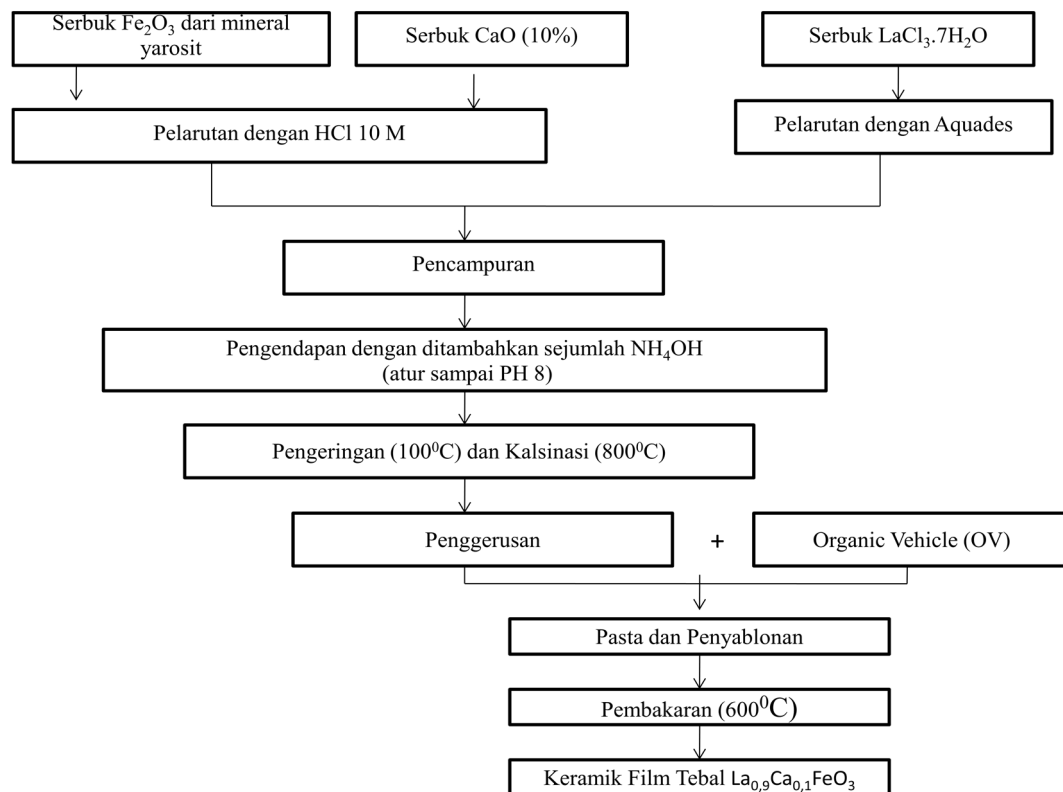


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini yaitu metode eksperimen. Dalam pelaksanaannya serbuk Fe_2O_3 yang digunakan berasal dari sintesis mineral yarosit yang dilarutkan dalam larutan HCl 10 M. Tahapan-tahapan dalam pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ dijelaskan dalam diagram alur yang terdapat pada Gambar 3.1 berikut :



Gambar 3.1 Diagram Alur Pembuatan Keramik Film Tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$

Setelah keramik film tebal dibuat langkah selanjutnya yaitu melakukan karakterisasi pada keramik film tebal untuk mengetahui karakteristik struktur mikro (*microstructure*). Ada dua jenis karakterisasi yang dilakukan untuk mengetahui struktur mikro, diantaranya yaitu : karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk mengetahui struktur kristal pada sampel keramik

Nenden Ika Ariyani CD, 2017

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KERAMIK FILM TEBAL $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ UNTUK SENSOR GAS ETANOL DENGAN MEMANFAATKAN Fe_2O_3 HASIL EKSTRAKSI DARI MINERAL YAROSIT

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

film tebal, karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui morfologi pada sampel keramik film tebal. Kemudian, sampel keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ dilakukan pengujian sifat listrik melalui data sensitivitas listrik yang menunjukkan respon keramik terhadap keberadaan gas etanol.

Penelitian pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ dilakukan di Laboratorium Fisika Bahan, Pusat Sains Teknologi dan Nuklir Terapan Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTNT-BATAN) Bandung. Penelitian ini dilaksanakan dalam kurun waktu ± 6 bulan yaitu dari bulan 09 Januari – 07 Juli 2017.

3.2 Prosedur Penelitian

Pada tahapan ini akan dijelaskan terkait alat dan bahan, proses pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ secara rinci.

3.2.1 Alat dan Bahan

Berikut ini alat dan bahan yang diperlukan dalam pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ sebagai sensor gas etanol.

a. Alat – alat yang diperlukan

Tabel 3.1

Alat – alat Pembuatan Keramik Film Tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$

No	Nama Alat/Bahan	Kegunaan
1	Kertas Timbang	Digunakan sebagai alas untuk menimbang bahan serta untuk menyimpan bahan yang sudah ditimbang.
2	Spatula	Digunakan untuk mengambil bahan yang akan ditimbang serta untuk mengambil pasta sampel dan meletakkan pada penyaput dalam proses <i>screen printing</i> .
3	Timbangan Digital / Neraca Digital	Digunakan untuk menimbang bahan yang diperlukan.
4	<i>Hot Plate</i>	Sebagai tempat untuk memanaskan dan

Nenden Ika Ariyani CD, 2017

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KERAMIK FILM TEBAL $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ UNTUK SENSOR GAS ETANOL DENGAN MEMANFAATKAN Fe_2O_3 HASIL EKSTRAKSI DARI MINERAL YAROSIT

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

mencampurkan larutan.

No	Nama Alat/Bahan	Kegunaan
5	Pipet	Sebagai alat untuk menambahkan larutan sedikit demi sedikit.
6	<i>Magnetic stirrer</i>	Sebagai pengaduk larutan.
7	Termometer 100 ⁰ C	Sebagai pengukur temperatur pada larutan.
8	Batang Pengaduk	Sebagai pengaduk larutan.
9	Kertas Saring	Untuk memisahkan antara filtrat dan hasil endapan.
10	Corong (<i>Funnel</i>)	Sebagai tempat penahan kertas saring pada saat penyaringan.
11	Labu Filtrasi (<i>Filtration Flask</i>)	Untuk menampung filtrat hasil penyaringan.
12	<i>Beaker Glass</i> (Gelas ukur)	Tempat yang digunakan untuk melarutkan Fe ₂ O ₃ , LaCl ₃ .7H ₂ O dan CaO.
13	Lumpang dan Alu (<i>Mortar and Pestle</i>)	Untuk menggerus dan menghaluskan serbuk sampel.
14	Tungku (<i>furnace</i>)	Untuk mengeringkan sampel, kalsinasi serta pembakaran pada sampel.
15	Mangkuk Porselen	Tempat yang digunakan untuk meletakkan sampel pada saat melakukan pengeringan, kalsinasi dan pembakaran pada sampel. Serta digunakan untuk menyimpan etanol pada saat pengujian sifat listrik keramik film tebal La _{0,9} Ca _{0,1} FeO ₃ .
16	Set Alat <i>Screen Printing</i>	Tempat yang digunakan untuk menyablon/mencetak keramik film tebal. Terdiri atas : <i>Screen</i> dan penyaput (<i>squage</i>).
17	pH Meter	Alat yang digunakan untuk mengetahui pH Larutan

18	<i>Double Tape</i>	Digunakan untuk merekatkan substrat yang akan di <i>screen printing</i> agar tidak mudah bergerak.
----	--------------------	--

No	Nama Alat/Bahan	Kegunaan
19	Multimeter	Digunakan untuk mengukur sifat listrik keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$
20	Suntikan	Digunakan untuk menuangkan cairan etanol kedalam cawan, yang kemudian dimasukkan kedalam <i>chamber</i> .

b. Bahan - bahan yang diperlukan

Tabel 3.2

Bahan – bahan Pembuatan Keramik Film Tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$

No	Nama Alat/Bahan	Kegunaan
1	Serbuk Fe_2O_3 dari Mineral Yarosit	Sebagai bahan utama yang digunakan dalam pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$
2	Serbuk $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Sebagai bahan utama yang digunakan dalam pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$
3	Serbuk CaO	Sebagai bahan utama yang digunakan dalam pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$
4	HCl 10 M	Sebagai bahan utama untuk melarutkan Fe_2O_3 , CaO.
5	Aquades	Sebagai bahan utama untuk melarutkan $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.
6	NH_4OH	Sebagai bahan utama untuk mengendapkan dan meningkatkan pH.
7	α – Terpienol dan Etyhl Cellulose	Sebagai bahan utama untuk membuat larutan <i>Organic Vehicle</i> (OV).
8	Substrat	Sebagai media yang digunakan untuk melapiskan pasta perak dan pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$.
9	Pasta Perak	Pasta konduktif yang dilapiskan pada substrat.

Nenden Ika Ariyani CD, 2017

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KERAMIK FILM TEBAL $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ UNTUK SENSOR GAS ETANOL DENGAN MEMANFAATKAN Fe_2O_3 HASIL EKSTRAKSI DARI MINERAL YAROSIT

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

- 10 Aseton Cairan yang digunakan untuk membersihkan *screen printing* yang telah digunakan.
- 11 Etanol (C_2H_6O) 96 % Jenis senyawa dalam wujud cair yang akan *disensing*.

3.2.2 Proses Pembuatan

Ada beberapa tahapan yang dilakukan dalam proses pembuatan keramik film tebal $La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$, berikut tahapan-tahapannya :

a. Persiapan Bahan

Tahapan ini diawali dengan menimbang sejumlah bahan (serbuk) yang diperlukan dalam proses pembuatan keramik film tebal diantaranya yaitu serbuk Fe_2O_3 yang berasal dari sintesis mineral yarosit, serbuk $LaCl_3 \cdot 7H_2O$ serta serbuk CaO dengan kadar seperti yang ditunjukkan oleh tabel 3.3 berikut ini :

Tabel 3.3
Kandungan Bahan Pembuatan Keramik Film Tebal $La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$

	$La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$ (gram)
Fe_2O_3	0.82436 gram
$LaCl_3 \cdot 7H_2O$ (98%)	2.396318224 gram
CaO	0.0967 gram

b. Pelarutan Bahan

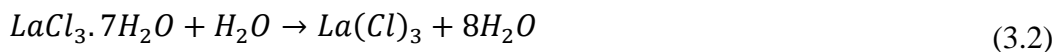
Langkah yang harus dilakukan untuk mendapatkan keramik film tebal setelah sejumlah bahan yang diperlukan telah tersedia yaitu melarutkan seluruh bahan dengan menggunakan pelarut berupa HCl 10 M serta aquades. Pelarut HCl 10 M digunakan untuk melarutkan bahan yang mengandung oksida seperti Fe_2O_3 dan CaO . Sedangkan aquades digunakan untuk melarutkan $LaCl_3 \cdot 7H_2O$. Proses pelarutan dikerjakan diatas *hot plate* dengan temperatur *plate* serta kecepatan *stirrer* diatur sesuai dengan karakteristik larutannya. Gambar 3.2a, Gambar 3.2b dan Gambar 3.2c berikut ini menunjukkan dokumentasi pelarutan serbuk Fe_2O_3

dan CaO menggunakan pelarut berupa HCl 10 M serta serbuk $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan menggunakan pelarut berupa aquades.



Gambar 3.2 (a) Larutan $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{HCl}$; (b) Larutan $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{aquades}$; (c) Larutan $\text{CaO} + \text{HCl}$ (kiri), larutan $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{aquades}$ (tengah), larutan $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{HCl}$ (kanan)

Reaksi kimia yang terjadi pada proses pelarutan ditunjukkan oleh persamaan (3.1), (3.2) dan (3.3) berikut ini :



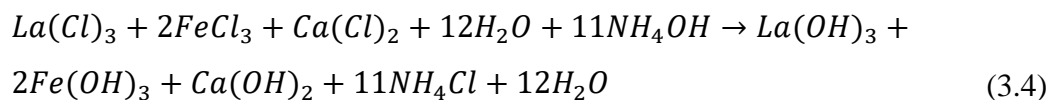
c. Pengendapan

Proses pengendapan diawali dengan mencampurkan bahan-bahan yang sudah larut diatas *hot plate* sambil diaduk, kemudian setelah temperatur larutan campuran mencapai 80°C ditambahkan NH_4OH sedikit demi sedikit hingga pH larutan campuran mencapai pH 8 serta sudah tampak endapan berwarna kecoklatan, kemudian endapan didiamkan selama 24 jam agar semakin banyak terdapat endapan. Dokumentasi proses pengendapan ditunjukkan oleh Gambar 3.3a dan Gambar 3.3b berikut ini :



Gambar 3.3 (a) Campuran $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang telah ditambahkan NH_4OH hingga pH 8, (b) Hasil endapan $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$

Reaksi kimia yang terjadi pada saat proses pengendapan berlangsung sesuai persamaan (3.4) berikut ini :



d. Penyaringan

Setelah endapan dibiarkan selama semalam, endapan beserta filtrat disaring menggunakan kertas saring yang diletakkan diatas corong sampai filtrat dan endapan dalam beker glass habis. Gambar 3.4a dan Gambar 3.4b di bawah ini menunjukkan dokumentasi proses penyaringan. Agar ketika dibakar tidak tercium bau amonia, maka pada saat penyaringan bilas endapan dengan menggunakan aquades sedikit demi sedikit.



Gambar 3.4 (a) Proses penyaringan (tampak samping); (b) Hasil endapan (residu) bahan yang diendapkan

e. Pengeringan

Proses pengeringan dilakukan untuk mengurangi kadar H_2O dalam endapan. Hasil endapan diletakkan dalam cawan kemudian dimasukkan dalam tungku pembakaran pada temperatur $100^{\circ}C$ hingga sampel kering.



Gambar 3.5 (a) Tungku yang digunakan untuk pengeringan hasil endapan, (b) Endapan $La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$ yang akan dikeringkan, (c) Endapan $La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$ hasil dikeringkan

f. Kalsinasi

Sampel yang telah dikeringkan selanjutnya dikalsinasi pada temperatur $800^{\circ}C$ selama 2 jam. Ada beberapa tujuan kalsinasi, diantaranya yaitu untuk memulai proses pembentukan senyawa dari unsur-unsur penyusunnya, untuk membuat suatu struktur kimia dan kristalografi yang lebih seragam (homogenisasi

Nenden Ika Ariyani CD, 2017

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KERAMIK FILM TEBAL $La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$ UNTUK SENSOR GAS ETANOL DENGAN MEMANFAATKAN Fe_2O_3 HASIL EKSTRAKSI DARI MINERAL YAROSIT

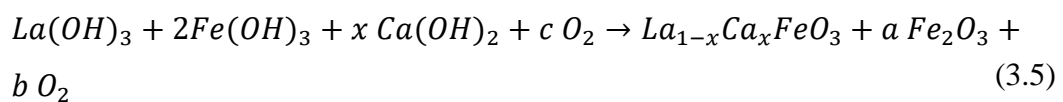
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

ukuran partikel), serta untuk mengurangi penyusutan bahan pada saat proses sintering (Muhamad Sopian, Lilim. 2006).

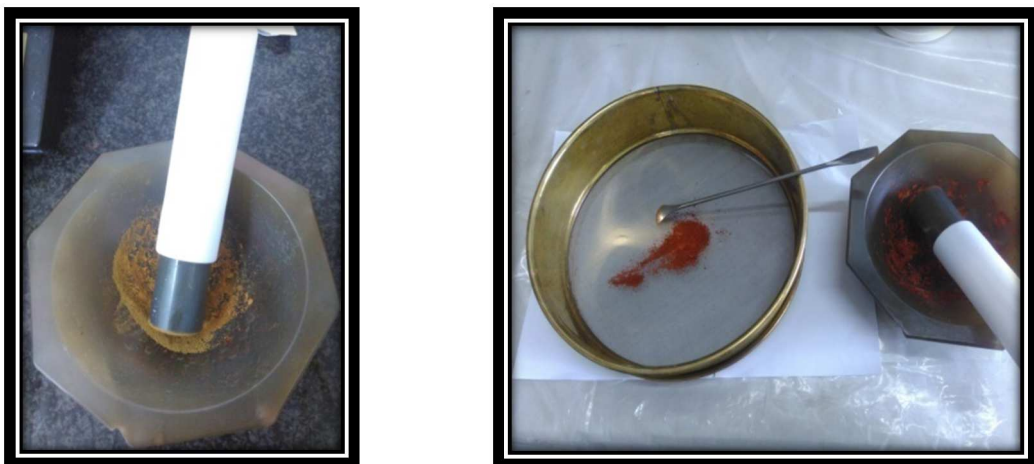


Gambar 3.6 (a) Tungku Kalsinasi, (b) Serbuk $La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$ yang akan dikalsinasi

Reaksi kimia yang terjadi pada saat proses kalsinasi, yaitu seperti yang ditunjukkan oleh persamaan (3.5) berikut ini :



g. Tahapan Penggerusan



Gambar 3.7 (a) Proses Penggerusan Nanopartikel $La_{0,9}Ca_{0,1}FeO_3$, (b) Alat dan Bahan untuk Pengayakan Nanopartikel yang Telah Digerus

Penggerusan dilakukan untuk memperkecil ukuran serbuk $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang telah dikalsinasi. Dokumentasi pada saat tahap penggerusan ditunjukkan oleh Gambar 3.7 (a) dan Gambar 3.7 (b).

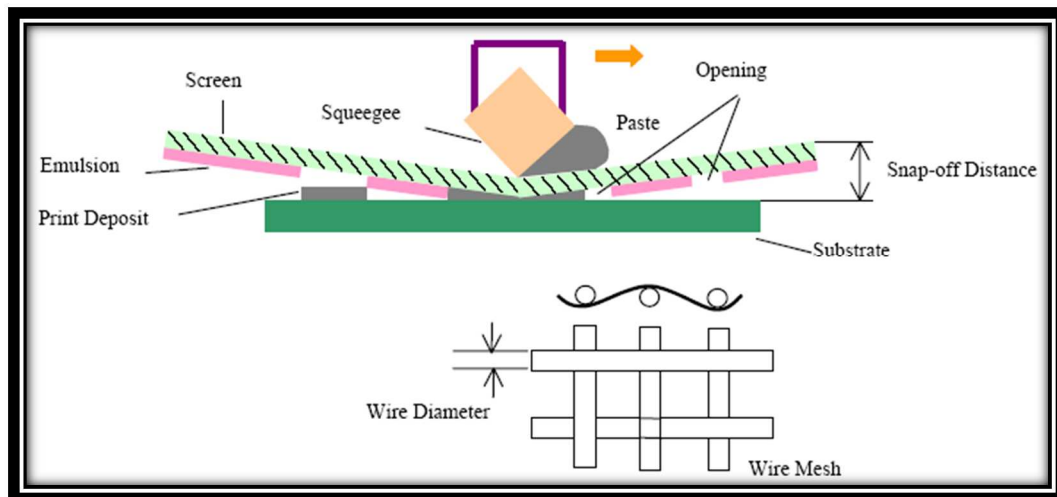
h. Pencetakan / *screen printing*

Sampel yang telah dikalsinasi kemudian digerus menggunakan *mortar* dan *pastle* hingga halus serta disaring untuk menghasilkan serbuk dengan ukuran kecil. Serbuk yang telah berukuran kecil selanjutnya dicampur dengan *Organic Vehicle* (OV) hingga terbentuk pasta. *Organic Vehicle* (OV) tersusun atas senyawa α -*Terpienol* dan *Ethyl cellulose* dengan persentase konsentrasi masing-masing adalah 90 % dan 10 %, untuk mendapatkan OV 1 gram dapat dilakukan melalui pencampuran α -*Terpienol* sebanyak 0,9 gram serta 0,1 gram *Ethyl Cellulose*. Sedangkan, perbandingan antara nanopartikel (serbuk $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$) dengan *Organic Vehicle* (OV) secara berurutan adalah 70 % dan 30 %. Sehingga, jika ingin membuat 3 gram pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ maka serbuk nanopartikel $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ sebanyak 2,1 gram dicampurkan dengan 0,9 gram OV. Pasta yang telah dibuat selanjutnya dicetak dengan menggunakan set alat *screen printing*.

Sebelum pencetakan pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ hal yang perlu dilakukan yaitu melapiskan pasta perak pada substrat alumina (Al_2O_3). Pelapisan pasta perak pada substrat bertujuan agar substrat bersifat konduktif (resistansinya kecil). Prosedur pelapisan substrat dengan pasta perak adalah seperti berikut ini :

- a. Meletakkan *Screen 120 mesh* beserta rangkanya di atas meja, kemudian mengunci rangka *screen* menggunakan holder sampai terkunci dengan benar.
- b. Meletakkan substrat di atas meja yang telah ditempelkan *double tip* di atasnya, kemudian membersihkan substrat dengan menggunakan alkohol
- c. Meletakkan pasta perak yang akan dicetak di atas *screen* menggunakan spatula pada rakel (*squage*)
- d. Meratakan atau mencetak pasta perak (penyaputan pasta perak) menggunakan rakel (*squage*)

Penyaputan dalam proses *screen printing* bertujuan untuk memindahkan pasta ke atas substrat dengan cara menekan pasta pada *screen*. Tegangan permukaan akan menahan pasta pada substrat saat posisi *screen* kembali ke keadaan semula. Oleh karena itu, faktor geometri penyaput seperti : bentuk, bahan dan tekanan penyaput sangat penting untuk menjamin umur penyaput dan *screen*. Selain itu, kecepatan penyaputan juga dapat mempengaruhi terhadap kualitas *screen printing*. Kelebihan pelapisan pasta dengan menggunakan teknik *screen printing* seperti yang terdapat dalam jurnal Pan, J., Tonkay, G.L., Quintero, A., (1999) yaitu lebih murah (*Low Cost*), *quick turn around and good gasketing (no smear)*. Gambar 3.8 menunjukkan skema proses *screen printing* dikutip dari jurnal Pan, J., Tonkay, G.L., Quintero, A., (1999).



Gambar 3.8 Skema Proses *Screen Printing* (Pan, J., Tonkay, G.L., Quintero, A., 1999)

Posisi penyaput harus menjadikan sisi tajam membentuk sudut 45° - 60° terhadap permukaan *screen*. Setelah pasta perak dilapiskan dalam substrat langkah selanjutnya yaitu proses pembentukan konduktor pada pasta perak tersebut, berikut ini tahapannya :

1. Perataan (*leveling*)

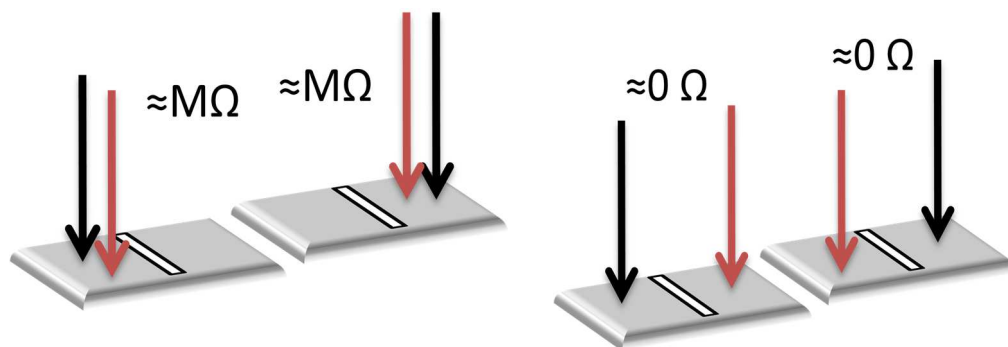
Pada proses perataan bertujuan agar tidak terdapat bekas bentuk *screen* pada lapisan pasta perak. Proses ini dilakukan dengan meletakkan substrat yang telah dilapisi pasta pada suhu ruangan ($\pm 26^{\circ}\text{C}$) selama 15 menit.

2. Pemanggangan (*firing*)

Proses ini dilakukan untuk mengubah pasta yang telah dilekatkan agar menjadi konduktor. Proses ini dilakukan dengan meletakkan substrat yang telah mengalami proses perataan dan pengeringan ke dalam *furnace* pada temperatur 600°C selama 10 menit.

3. Pendinginan (*cooling*)

Substrat hasil pemanggangan diletakkan pada suhu ruangan. Setelah seluruh tahapan dilakukan dalam proses pembentukan konduktor, langkah selanjutnya yaitu mengecek nilai resistansi pada pasta perak yang telah dilapiskan diatas substrat menggunakan multimeter. Substrat yang telah dilapiskan pasta perak sudah bersifat konduktor jika dicek dengan menggunakan multimeter hasilnya seperti Gambar 3.9 (a) dan 3.9 (b) berikut ini :

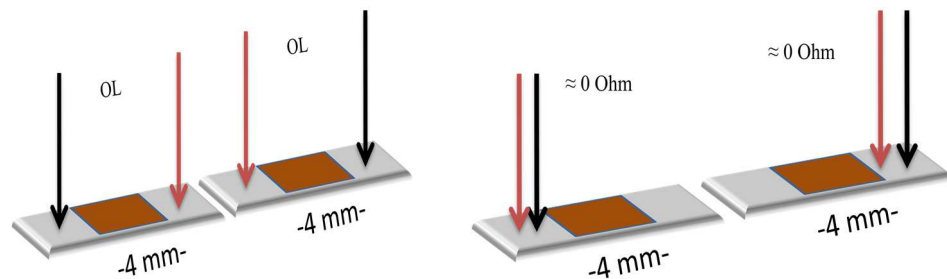


Gambar 3.9 (a) Pengukuran Resistansi pada Salah Satu Ujung Substrat yang Telah dilapisi Pasta Perak, (b) Pengukuran Resistansi pada Kedua Ujung Substrat yang Telah dilapisi Pasta Perak

Setelah substrat dimetalisasi melalui pelapisan pasta perak, langkah selanjutnya yaitu pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ dengan melapiskan pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ pada substrat yang telah dimetalisasi. Adapun prosedur pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang digunakan untuk sensor gas adalah sebagai berikut :

1. Meletakkan *Screen* berukuran 90 *mesh* beserta rangkanya di atas meja, kemudian mengunci rangka *screen* menggunakan holder sampai terkunci dengan benar.

2. Meletakkan substrat yang telah dimetalisasi (dilapisi pasta perak) di atas meja yang sudah ditempelkan *double tip* di atasnya
3. Meletakkan pasta yang akan dicetak (pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$) di atas *screen* pada rakel (*squage*) menggunakan spatula
4. Meratakan atau mencetak pasta (penyaputan pasta) menggunakan rakel (*squage*)
5. Mengeringkan substrat yang telah dilapisi pasta perak dan pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ didalam tungku (*furnace*) pada temperatur 600°C selama 2 jam.
6. Mengecek nilai resistansi pada pasta perak yang telah dilapiskan pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ diatas substrat menggunakan multimeter, nilai resistansi pada keramik yang telah dilapiskan pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ harus seperti Gambar 3.10 (a) dan Gambar 3.10 (b) berikut ini :



Gambar 10 (a) Pengukuran Resistansi antar Lapisan Konduktif (Perak) pada Keramik Film Tebal, (b) Pengukuran Resistansi Salah Satu Lapisan Konduktif (Perak) pada Keramik Film Tebal

i. Tahapan Pembakaran (*Firing*)

Proses ini merupakan proses pemanasan bahan dibawah *melting point* (titik leleh sekitar 60 – 80 %) dari bahan dasar (Van Vlack, 1994). Ada beberapa kali tahapan pembakaran pada pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$, diantaranya yaitu :

1. Pembakaran serbuk $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$

Pembakaran serbuk $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ dilakukan setelah serbuk dikalsinasi. Temperatur yang diperlukan dalam proses pembakaran serbuk $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yaitu 800°C selama 2 jam.

2. Pembakaran Pasta Perak

Pembakaran pada proses ini bertujuan untuk mengubah pasta yang telah dilekatkan agar menjadi konduktor. Temperatur yang diperlukan dalam proses ini yaitu 600°C selama 10 menit.

3. Pembakaran pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$

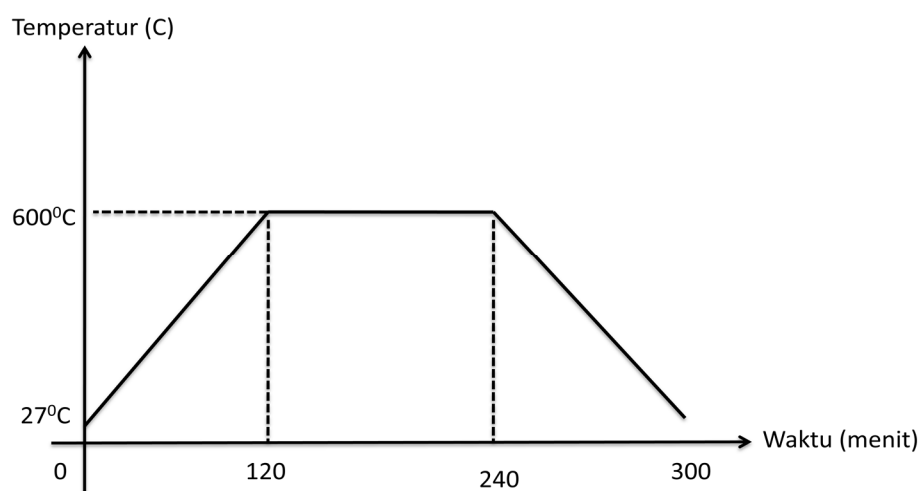
Proses pembakaran pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ bertujuan agar pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang telah dicetak pada substrat yang telah dimetalisasi dapat melekat. Temperatur yang diperlukan dalam proses ini yaitu 600°C selama 2 Jam.

3.3 Analisis Data

3.3.1 Analisis XRD (*X-Ray Diffraction*)

Analisis XRD merupakan salah satu karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui struktur kristal pada sampel keramik film tebal. Data yang didapatkan dari hasil analisis XRD diantaranya, yaitu struktur kristal, orientasi kristal (hkl) serta parameter kisi (a, b, c, α, β dan γ) yang terbentuk pada keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$. Dalam penelitian ini karakterisasi XRD pada keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ dilakukan pada tanggal 10 Juli 2017 di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung, Jl. Diponegoro No.57, Bandung, 40122. Perangkat peralatan yang digunakan sebagai pengujian XRD ialah Merk PANalytical X'Pert PRO seri PW3040/x0 X'Pert PRO buatan Belanda. Sumber difraksi yang digunakan yaitu sinar $\text{Cu K}\alpha 1$ dengan panjang gelombang $1,540598 \text{ \AA}$. Sampel yang dikarakterisasi XRD dalam bentuk keramik film tebal dengan ukuran keramik yang dikarakterisasi $1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$. Keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang dikarakterisasi XRD dibuat dengan metode *Screen Printing* pada substrat alumina yang tidak dimetalisasi. Berikut ini prosedur pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang digunakan untuk karakterisasi XRD :

1. Meletakkan *Screen* berukuran 90 *mesh* beserta rangkanya di atas meja, kemudian mengunci rangka *screen* menggunakan holder sampai terkunci dengan benar.
2. Meletakkan substrat yang belum dimetalisasi (belum dilapisi pasta perak) di atas meja yang sudah ditempelkan *double tip* di atasnya, kemudian membersihkan substrat dengan menggunakan alkohol
3. Meletakkan pasta yang akan dicetak (pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$) di atas *screen* menggunakan spatula
4. Meratakan atau mencetak pasta (penyaputan pasta) menggunakan rakel (*squage*)
5. Mengeringkan substrat yang telah dilapisi pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ diatas *hot plate* pada temperatur 50°C sampai kering (± 15 menit).
6. Melakukan kegiatan seperti yang ditunjukkan pada langkah ke-1 sampai langkah ke-5 dalam prosedur pembuatan keramik film tebal untuk karakterisasi XRD hingga tiga kali pelapisan pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$. Hal ini bertujuan agar keramik film yang telah dilapisi pasta LaFeO_3 dan $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ bagian substrat ketika di XRD tidak muncul.
7. Membakar substrat yang telah dilapisi pasta $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ pada temperatur 600°C selama 2 jam, dengan temperatur kenaikan sebesar $5^\circ\text{C}/\text{menit}$. Seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.11 berikut ini :



Gambar 3.11 Kurva Temperatur Fungsi Waktu pada Saat Pembakaran Sampel Keramik Film Tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$

Nenden Ika Ariyani CD, 2017

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KERAMIK FILM TEBAL $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ UNTUK SENSOR GAS ETANOL DENGAN MEMANFAATKAN Fe_2O_3 HASIL EKSTRAKSI DARI MINERAL YAROSIT

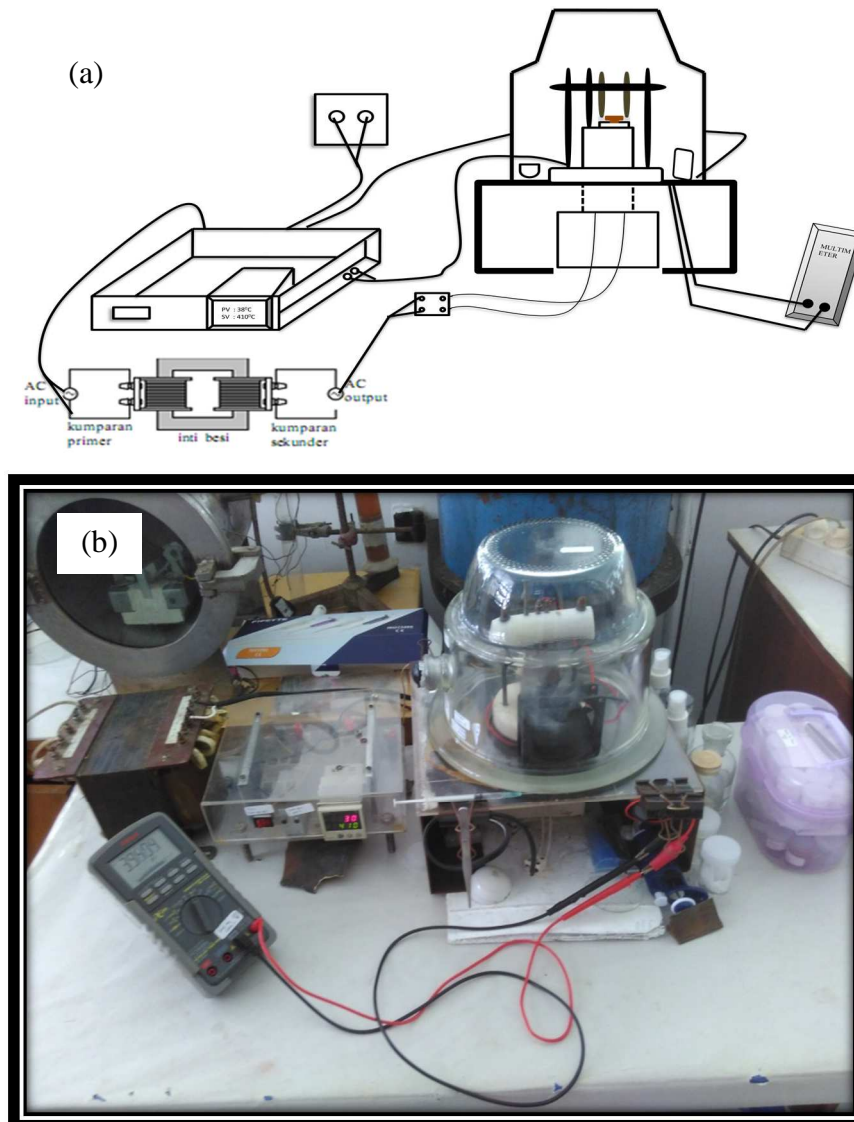
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.3.2 Analisis SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Analisis sampel menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi pada sampel keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$. Keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang akan dianalisis menggunakan SEM dibuat dengan metode *Screen Printing* pada substrat alumina yang tidak dimetalisasi serta temperatur pembakaran yang digunakan adalah 600°C selama 2 jam dengan temperatur kenaikan sebanyak 5°C setiap menit. Prosedur pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang digunakan untuk karakterisasi SEM sama seperti prosedur pembuatan keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ untuk karakterisasi XRD. Karakterisasi SEM dilaksanakan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung, Jl. Diponegoro No.57, Bandung, 40122. Jenis peralatan yang digunakan ialah *Scanning Electron Microscope JEOL JSM-6360LA*, yang dilengkapi dengan *Energy Dispersive System (EDS)* buatan Jepang.

3.3.3 Uji Sifat Listrik

Uji sifat listrik dilakukan untuk mengetahui karakteristik listrik keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yang telah dibuat melalui data sensitivitas yang menunjukkan respon keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ terhadap adanya gas etanol. Uji karakteristik sifat listrik diawali dengan meletakkan sampel yang akan diuji diatas permukaan logam dalam chamber, kemudian bagian ujung lapisan perak (elektroda) pada sampel dijepit menggunakan tembaga. Sebelum sampel diuji, sebaiknya dilakukan kalibrasi alat dengan cara menghubungkan kabel yang terhubung pada elektroda terhadap multimeter, atur sedemikian rupa hingga resistansi yang terbaca dalam multimeter berorde Ohm. Setelah sampel ditutup menggunakan chamber langkah selanjutnya yaitu menyalakan multimeter dan *switch on* pada thermostat, kemudian atur SV (*Set Value*) yang menunjukkan temperatur maksimum untuk mengukur resistansi fungsi temperatur pada sampel. Set alat yang digunakan untuk mengukur sifat listrik sampel ditunjukkan oleh Gambar 3.12a dan 3.12b berikut ini :



Gambar 3.12 (a) Desain Set Alat Pengukuran Sifat Listrik pada Keramik Film Tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ (b) Set Alat Pengukuran Sifat Listrik Keramik Film Tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ (Set Alat Sensor Gas) di PSTNT-BATAN Bandung

Temperatur yang digunakan untuk menguji karakteristik sifat listrik keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ dimulai pada temperatur ruang (24°C) sampai temperatur 410°C . Multimeter yang digunakan dalam uji sifat listrik ini memiliki nilai maksimum sebesar $51\text{ M}\Omega$, maka resistansi mulai terbaca multimeter khusus yang menggunakan sampel berupa keramik film tebal $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_3$ yaitu pada temperatur $> 260^{\circ}\text{C}$.