

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian tentang sintesis keramik film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  dengan penambahan  $\text{MgO}$  10 % mol pada suhu  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  dan karakteristik listriknya di media udara dan gas etanol ini dilaksanakan mulai bulan Juli 2007 sampai dengan April 2008. Pembuatan sampel dan alat karakteristik listrik di media udara dan gas etanol dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Listrik, Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri-Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR - BATAN) di jalan Tamansari No. 71 Bandung.

Adapun proses analisis XRD (*X-Ray Diffractometry*) dilakukan di Laboratorium Departemen Pertambangan, Institut Teknologi Bandung (ITB) dengan menggunakan sistem peralatan XRD, *Philip Analytical X-Ray B. V.* dan analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan di PPPGL (Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan) dengan menggunakan sistem peralatan SEM tipe *JEOL seri JSM-35C*.

#### 3.2 Bahan-Bahan Penelitian

##### 3.2.1 Bahan untuk Preparasi Serbuk

1. Serbuk  $\text{CuO}$
2. Serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$
3. Serbuk  $\text{MgO}$

### 3.2.2 Bahan untuk Pembuatan Pasta

1. Serbuk SiO<sub>2</sub>
2. Serbuk PbO
3. Serbuk H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>
4. Ethyl Cellulose
5.  $\alpha$  – Terpeneol

### 3.2.3 Bahan untuk Fabrikasi Film Tebal

1. Substrat Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)
2. Pasta konduktif perak
3. Alkohol
4. Aceton
5. Aquades

## 3.3 Peralatan Penelitian

Peralatan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini terdiri atas:

### 3.3.1 Peralatan Preparasi Serbuk

1. Neraca digital
2. Alat penggerus merk *Karl Kolb, Scientific Technical Supplies D-6072*
3. Saringan (ayakan) 38  $\mu$ m
4. *Hot Plate* merk *RCT Basic (IKA LABORTECHNIK)*
5. Beaker gelas
6. Pipet tetes, spatula

### **3.3.2 Peralatan Pembuatan Pasta**

1. Alat penggerus merk *Karl Kolb, Scientific Technical Supplies D-6072*
2. Neraca Digital
3. Alat Pres (Kompaksi)
4. Alat Quenching
5. Spatula

### **3.3.3 Peralatan Fabrikasi Film Tebal**

1. Screen nilon T 150, 20x 30
2. Pemotong kaca
3. Rakel (Squeegee)
4. Tungku Carbolite RHF 600
5. Tissue, double tape, pinset
6. Beaker gelas

### **3.3.4 Peralatan Analisis atau Karakterisasi**

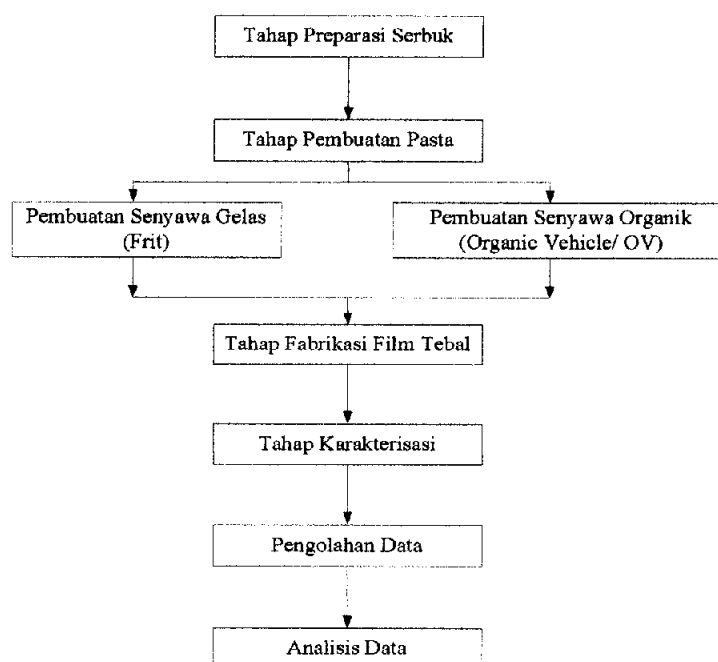
1. Set alat karakterisasi listrik:
  - a. Tungku tabung
  - b. Power Supply
  - c. Termokopel
  - d. Slide Regulator
  - e. Heater
2. Alat XRD (*X-Ray Diffractometer*) merk *Philip Analytical X-Ray B. V.*
3. SEM (*Scanning Electron Microscopy*) tipe *JEOL seri JSM-35C*

### 3.4 Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam fabrikasi film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  ini adalah metode *screen printing* dengan teknik *snap off*. Metode ini merupakan salah satu teknik pembuatan film tebal yang dilakukan dengan mencetak pasta pada substrat dimana pada saat pencetakan pada *screen* yang berada dalam suatu bingkai diberi jarak antara *screen* dengan substrat sebesar 2 mm. Proses fabrikasi film tebal dalam penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap meliputi tahap preparasi serbuk, tahap pembuatan pasta, tahap pembuatan film tebal, dan tahap karakterisasi listrik di media udara dan gas etanol serta sifat-sifat film tebal yang dibuat untuk selanjutnya dianalisis.

#### 3.4.1 Alur Proses Penelitian

Secara umum alur proses pembuatan film tebal ini digambarkan sebagai berikut:

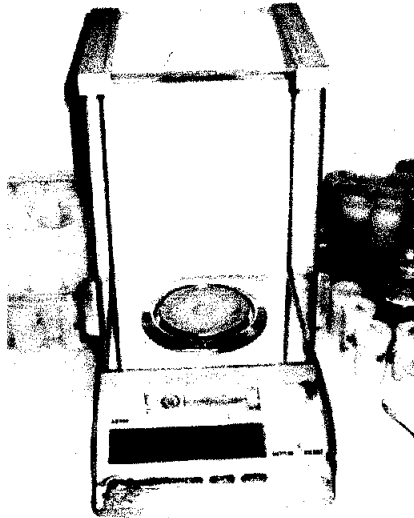


Gambar 3.1 Alur proses penelitian.

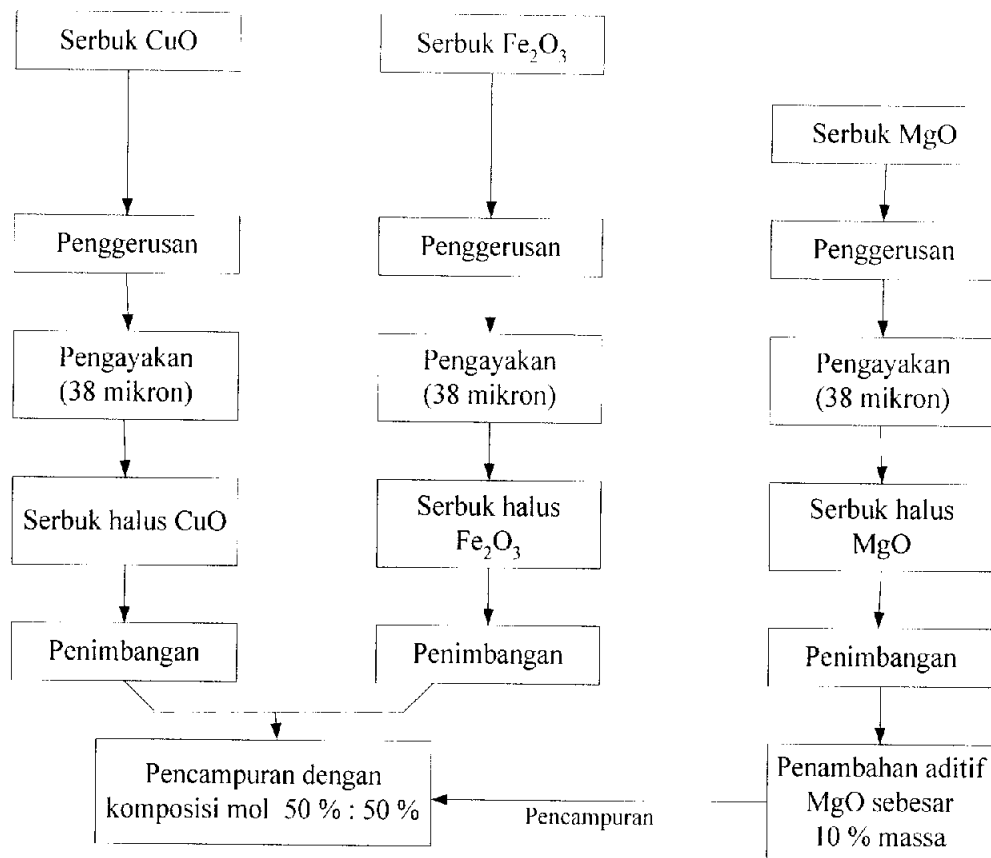
### 3.4.2 Prosedur Pembuatan Film Tebal

#### 3.4.2.1 Tahap preparasi serbuk

Pada tahap ini semua bahan yang digunakan yaitu serbuk  $\text{CuO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{MgO}$  ditimbang sesuai dengan komposisinya. Untuk bahan  $\text{CuO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ditimbang dengan perbandingan persentase mol sebesar 50:50. Adapun berat total yang diinginkan sebanyak 5 gram untuk bahan campuran tersebut. Untuk bahan aditif  $\text{MgO}$  yang ditambahkan sebesar 10 % massa.

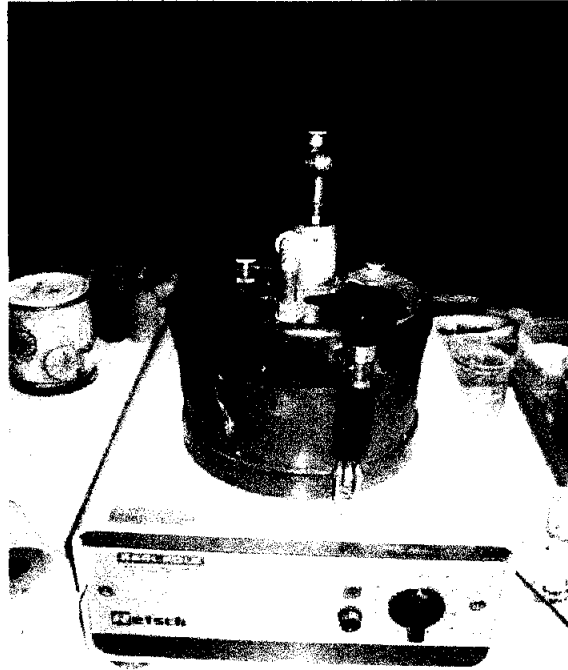


Gambar 3.2 Neraca digital.



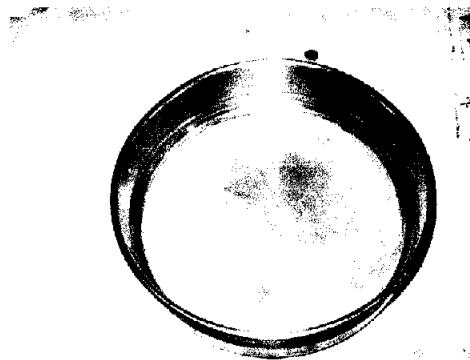
**Gambar 3.3** Tahap preparasi serbuk.

Serbuk CuO (99%, Aldrich) sebanyak 1,6027 gram dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebanyak 3,2217 gram di campur sesuai komposisi mol dengan perbandingan 45:45 lalu digerus selama kurang lebih satu jam menggunakan alat penggerus merk *Karl Kolb*. Tujuannya untuk menghaluskan ukuran butir. Demikian pula serbuk MgO dilakukan penggerusan selama 5 x 10 menit di selang istirahat masing-masing selama 5 menit agar mesin penggerus tidak terlalu panas. Jadi dilakukan penggerusan selama kurang lebih satu jam.



**Gambar 3.4** Mesin penggerus merk *Karl Kolb Scientific Technical Supplies D-6072*.

Setelah digerus kemudian dilakukan penyaringan menggunakan saringan ukuran  $< 38 \mu\text{m}$  agar dapat meloloskan serbuk yang homogen sehingga memperkecil ukuran butir.



**Gambar 3.5** Saringan ukuran  $< 38 \mu\text{m}$ .

Karena serbuk  $\text{CuO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{MgO}$  yang digunakan agak kasar, maka untuk menyaring bahan dibantu dengan aquades sampai semua bahan lolos dari saringan dan ditampung dalam suatu beaker gelas. Setelah itu beaker gelas dipanaskan pada *hot plate* dengan temperatur  $150\text{ }^\circ\text{C}$ .



**Gambar 3.6** Hot Plate merk RCT Basic (IKA LABORTECHNIK).

Setelah dilakukan penimbangan, campuran bahan  $\text{CuO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ditambah dengan  $\text{MgO}$  sebanyak 10 % massa total bahan utama yang diinginkan. Selanjutnya dilakukan penggerusan kembali sampai semua bahan tercampur rata.

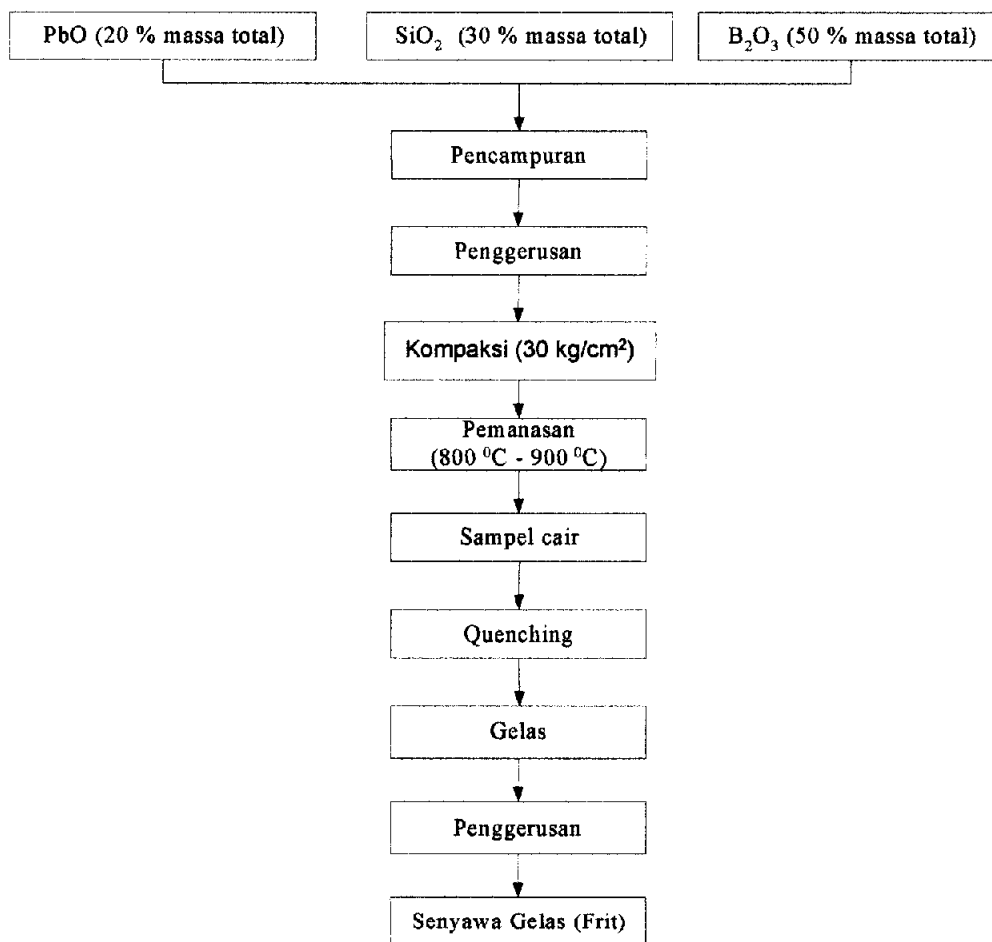
#### 3.4.2.2 Tahap pembuatan pasta

Pasta yang dibuat dalam penelitian ini merupakan campuran antara frit (senyawa gelas), OV (*organic vehicle* atau senyawa organik), dan senyawa keramik. Untuk proses awal dilakukan pembuatan senyawa frit yang terdiri atas campuran antara serbuk  $\text{PbO}$ ,  $\text{SiO}_2$ , dan  $\text{B}_2\text{O}_3$  dengan % komposisi masing-



masing bahan yaitu 20 %, 30 %, dan 50 % massa total frit yang diinginkan.

Gambar 3.7 menunjukkan alur pembuatan senyawa gelas (frit) yang melalui beberapa tahapan.



**Gambar 3.7** Alur pembuatan senyawa gelas (frit).

Total frit yang dibuat yaitu dalam 15 gram sehingga massa PbO, SiO<sub>2</sub>, dan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> masing-masing sebanyak 3 gram; 4,5 gram; dan 7,5 gram. Semua bahan digerus untuk memperoleh campuran yang homogen.

Untuk memperoleh  $B_2O_3$  dari serbuk  $H_3BO_3$  maka dapat menggunakan persamaan reaksi berikut ini:  $2 H_3BO_3 \rightarrow B_2O_3 + 3 H_2O$

$$\begin{aligned} \text{Berat } H_3BO_3 &= 2 \times \text{mol } B_2O_3 \times \text{Mr. } H_3BO_3 \\ &= 2 \times \frac{7,5 \text{ gram}}{61,832} \times 69,619 \\ &= 16,889 \text{ gram} \end{aligned}$$

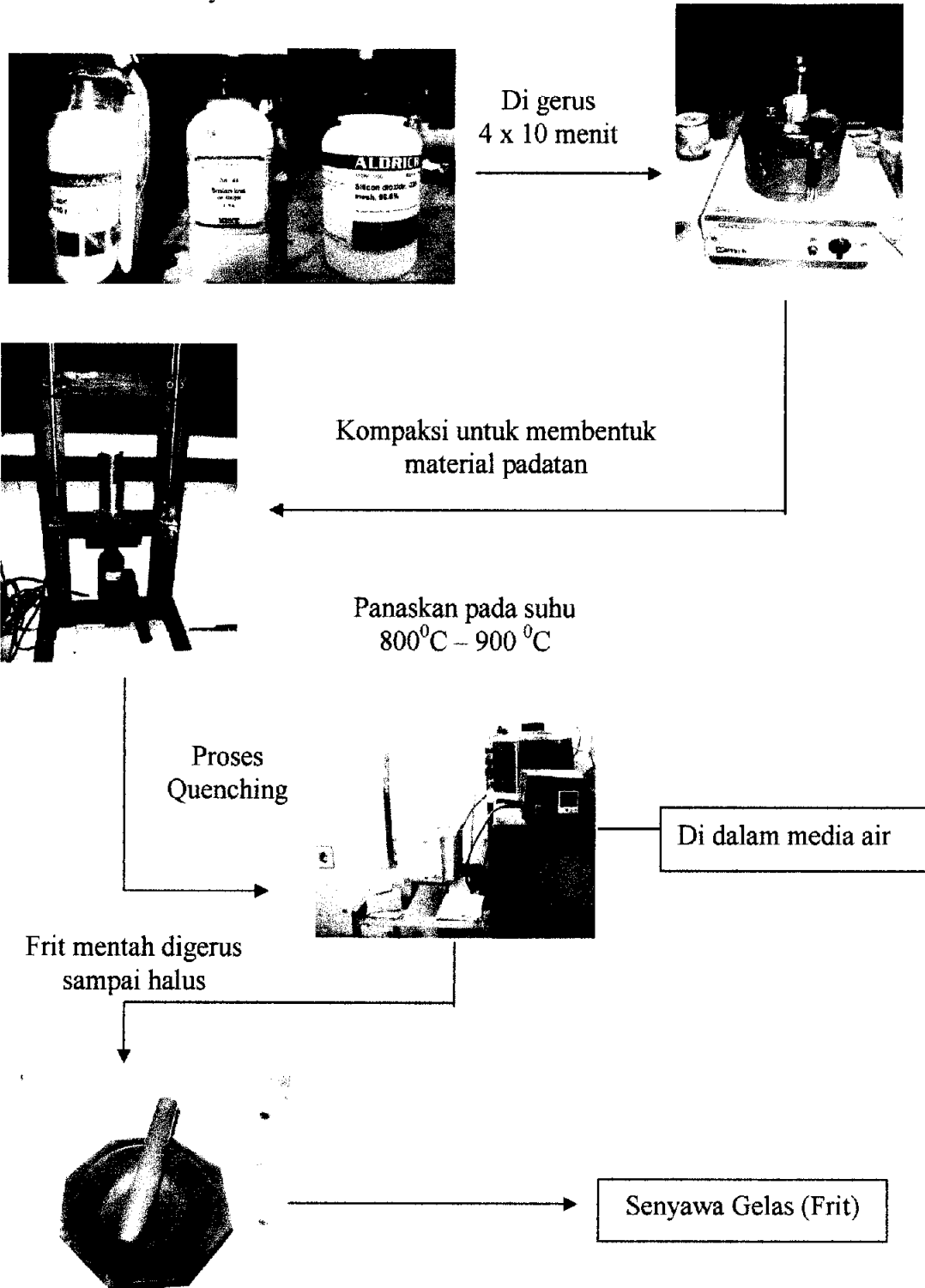
Setelah itu proses selanjutnya yaitu kompaksi pada alat *pres* penekan tunggal. Sebelum di *pres*, alat cetakan diberi terlebih dulu bahan pelumas yaitu *Zinc Stearat* yang fungsinya untuk memperlancar aliran atau distribusi partikel di dalam cetakan ke semua arah. Proses kompakan ini akan membentuk campuran serbuk  $PbO$ ,  $SiO_2$ , dan  $B_2O_3$  menjadi material padatan dalam bentuk pelet. Tekanan kompaksi yang digunakan pada proses kompaksi ini yaitu sebesar  $30 \text{ kg/cm}^2$ . Tekanan kompaksi yang terlalu besar dapat mempengaruhi rapat massa pelet menjadi besar tapi kekuatannya rendah karena partikel-partikel serbuk patah pada tekanan yang terlalu besar.



**Gambar 3.8** Pelet mentah hasil kompaksi sebagai bahan senyawa gelas

(frit).

## Bahan-bahan senyawa frit

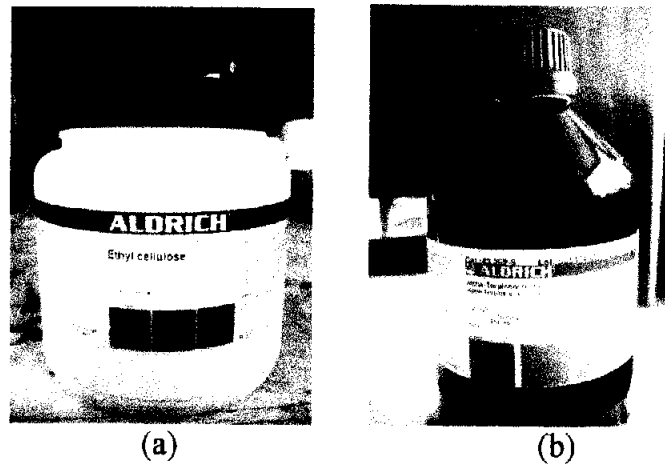


Gambar 3.9 Skema proses pembuatan frit.

Material kompakan berbentuk *pellet* tadi kemudian dipanaskan pada temperatur sekitar 800 °C sampai dengan 900 °C. Pada rentang temperatur tersebut material kompakan akan mencair mencapai titik lelehnya sehingga akan diperoleh material cair. Setelah semua sampel mencair, dilakukan proses *quenching* yaitu proses pendinginan secara cepat di dalam media air untuk memperoleh sampel berbentuk padatan kembali yang strukturnya cukup keras seperti gelas. Sampel dengan cepat didinginkan sampai suhunya lebih rendah, biasanya sampai suhu ruang dan medium pendinginannya biasanya adalah air. Proses *quenching* dilakukan agar material yang berbentuk cairan berubah menjadi padatan kembali.

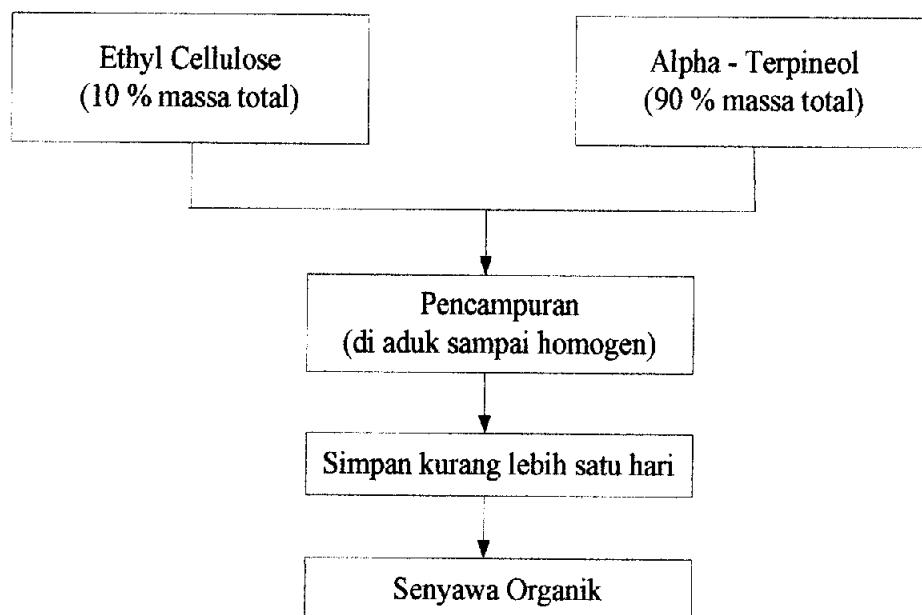
Untuk itu maka dilakukan penggerusan sampai semua frit mentah menjadi halus. Penggerusan ini menggunakan *Mortar Agate*. Hasil gerusan berupa serbuk kemudian disaring menggunakan saringan < 38 µm. Tujuannya adalah untuk memperhalus serbuk sehingga hanya bahan homogen saja yang diloloskan. Material serbuk inilah yang merupakan senyawa gelas (frit) yang memungkinkan partikel-partikel bahan keramik dapat menempel pada substrat saat pencetakan.

Setelah pembuatan frit, tahap selanjutnya yaitu pembuatan OV (*Organic Vehicle*) yaitu berupa senyawa organik yang tujuannya untuk memberikan sifat kental (fluid) pada saat dicampur dengan senyawa gelas dan keramik semikonduktor. Pada fabrikasi film tebal ini digunakan senyawa organik berupa campuran  $\alpha$  - *Terpineol* sebesar 90 % dan *Ethyl Cellulose* sebesar 10 % dari massa total OV yang diinginkan.



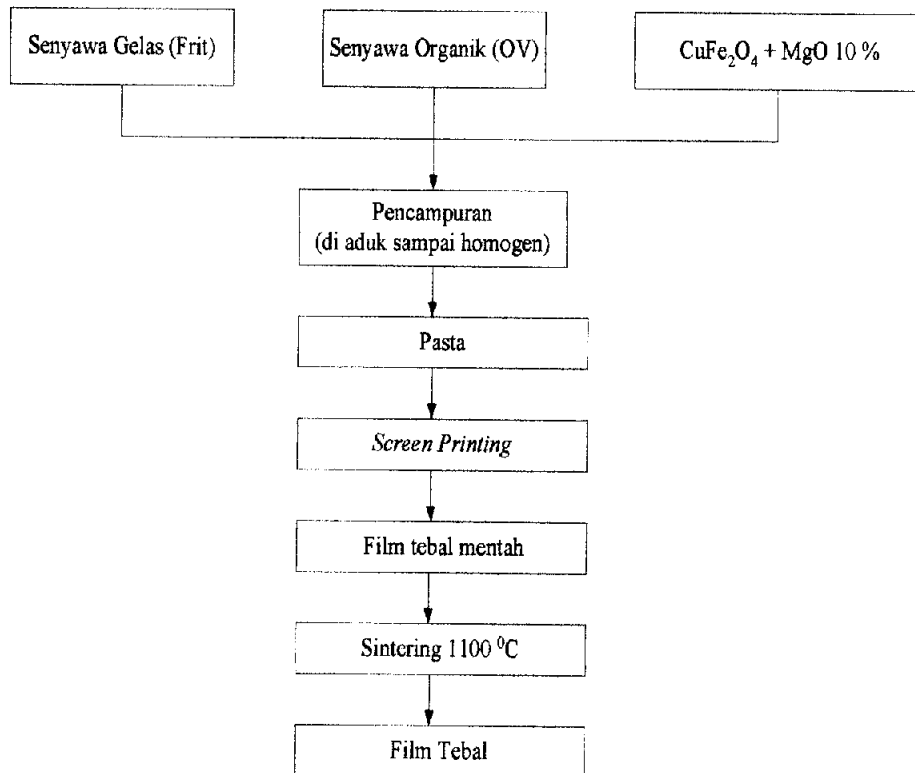
**Gambar 3.10** (a) Ethyl cellulose, (b)  $\alpha$  - Terpineol.

Total senyawa organik yang dibuat dalam penelitian ini sebanyak 20 gram. Campuran  $\alpha$  - Terpineol dan Ethyl Cellulose diaduk sampai homogen lalu simpan selama satu hari hingga mengental. Adapun langkah pembuatan senyawa organik ini adalah:



**Gambar 3.11** Alur pembuatan senyawa organik (*Organic Vehicle / OV*).

Tahap akhir dari pembuatan pasta yaitu pencampuran senyawa gelas (frit), senyawa organik, dan serbuk olahan yang telah ditentukan komposisinya pada tahap preparasi serbuk. Langkah pembuatannya sebagai berikut:



**Gambar 3.12** Alur pembuatan film tebal.

Pencampuran pertama dilakukan dengan mencampurkan frit dan serbuk menurut prosentase penambahan massa tadi dengan cara penggerusan sampai bahan tercampur rata. Penambahan frit yang diberikan pada masing-masing sampel komposisinya adalah sebesar 5 % dan komposisi senyawa keramik sebesar 65 %. Banyaknya frit yang ditambahkan pada sampel adalah 5 % sehingga frit yang di butuhkan:

$$\frac{100}{95} \times 5 \text{ gram} = 5,26 \text{ gram} - 5 \text{ gram} = 0,26 \text{ gram}$$

Pencampuran kedua yaitu senyawa gelas (frit) dan bahan keramik yang sudah digerus dicampurkan dengan senyawa organik yang ditambahkan sebesar 30 % pada masing-masing sampel. Banyaknya OV yang ditambahkan yaitu:

$$\begin{aligned} &\triangleright \frac{100}{70} \times \text{berat akhir setelah ditambah frit} \\ &\triangleright \frac{100}{70} \times (5 + 0,26) \text{ gram} = 7,51 \text{ gram} - 5,26 \text{ gram} \\ &= 2,25 \text{ gram} \end{aligned}$$

Pencampuran ini ditempatkan dalam suatu wadah kemudian semua campuran diaduk sampai mengental dan berbentuk pasta. Pasta inilah yang siap dicetak pada substrat alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) menggunakan metode *screen-printing*.

#### 3.4.2.3 Tahap fabrikasi film tebal

Substrat alumina ukuran 5,1 cm x 5,1 cm dengan ketebalan 1,04 mm dipotong menggunakan alat pemotong kaca menjadi bagian-bagian kecil berukuran 1,7 cm x 1,7 cm. Substrat sebelum digunakan dalam pembentukan sistem perlu untuk dibersihkan dari segala kemungkinan kotoran yang dapat menurunkan kemampuan sistem yang akan dibangun. Kotoran yang mungkin dapat menempel pada substrat ada yang bersifat dapat larut dalam air dan tidak dapat larut dalam air. Untuk menghilangkan kotoran pada substrat, maka diperlukan pembersihan substrat dengan alkohol yang tinggi kadar kemurniannya.

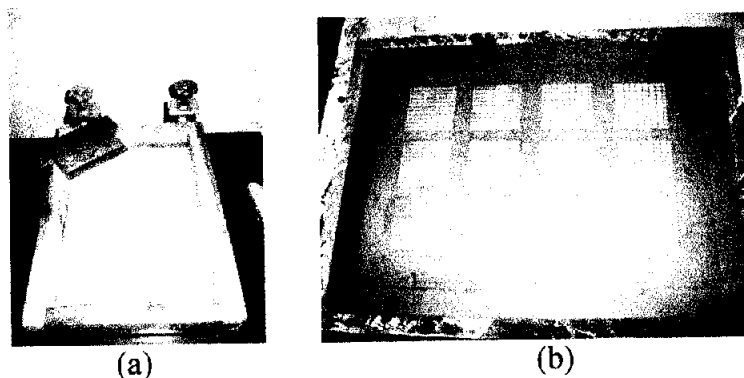
Substrat pertama kali dibersihkan dengan menggunakan kain, tissue, kapas yang ditekan pada substrat, dengan tujuan pembersihan awal untuk menghilangkan kotoran yang melekat. Kemudian apabila substrat sudah bersih, maka substrat dicuci dengan alkohol. Pencucian substrat dengan alkohol

menggunakan kain atau kapas atau direndam dalam alkohol selama beberapa menit. Proses pembersihan diberikan pada semua sisi substrat.

Setelah substrat dikeringkan, pasta yang telah dibuat tadi diletakkan pada *screen* yang berada dalam suatu bingkai dan *screen* diletakkan kurang lebih 2 mm di atas substrat alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Proses pencetakan (*printing*) dilakukan dengan menyaput pasta secara berulang dengan urutan yang tepat menggunakan *rakel* (*squeegee*). Penyaputan berfungsi 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.

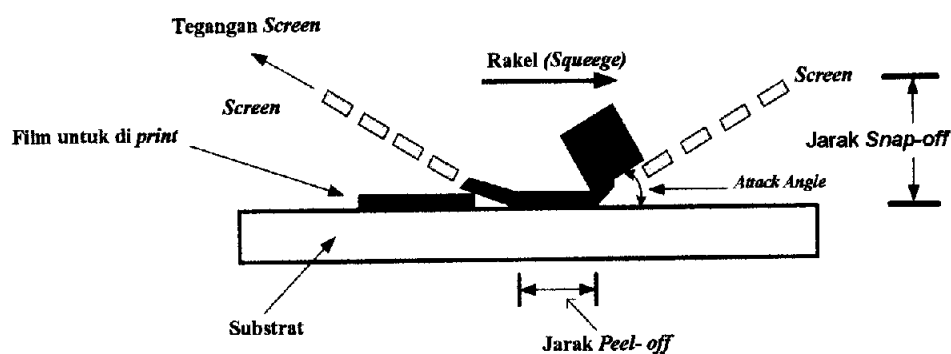
Sebelum melakukan pencetakan pasta pada substrat, maka substrat terlebih dahulu diletakkan pada kaca dan ditemplei *double tape* agar substrat tidak ikut menempel ke *screen* ketika dilakukan pencetakan. Kemudian *screen* dengan rangka diletakkan di atasnya.



**Gambar 3. 13** (a) Screen nilon polos, (b) Screen pola.



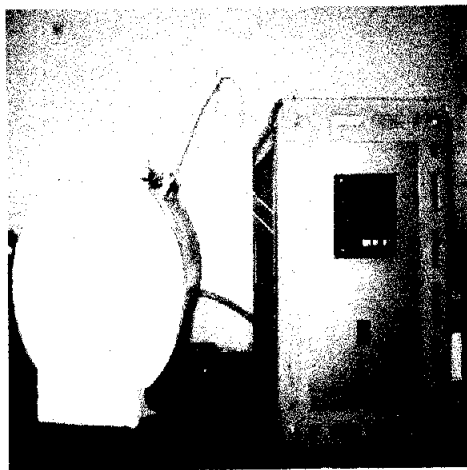
Proses pencetakan di atas substrat dilakukan dengan meletakkan pasta di atas *screen*, kemudian melakukan penyaputan pasta menggunakan rakel (*squeegee*). Posisi rakel harus menjadikan sisi tajam membentuk sudut  $45^{\circ}$  sampai  $60^{\circ}$  terhadap permukaan *screen*. Tekanan rakel terhadap *screen* akan berpengaruh terhadap hasil cetakan. Bila tekanan terlalu ringan maka pasta yang akan dilewatkan *screen* sangat sedikit.



**Gambar 3.14** Proses penyaputan menggunakan rakel (*squeegee*) pada proses *screen printing* dengan teknik *snapp-off* (Reed, 1988).

Ada dua macam metode pencetakan dengan menggunakan penyaput, yaitu metode *off contact (snap off)* dan metode *direct contact*. Pada metode *off contact*, *screen* kontak langsung dengan substrat hanya pada saat penyaput melintasi substrat. Jarak antara bagian bawah *screen* dengan permukaan substrat sekitar 0,5–3 mm. Celah ini disebut jarak *snap off*. Pada metode kontak langsung (*direct contact*) saat penyaput bergerak melintasi substrat tidak terjadi peregangan *screen*, karena *screen* berhubungan langsung dengan substrat. Dalam penelitian ini metode pencetakan yang digunakan adalah metode *snap off*.

Teknik penyaputan yang dilakukan yaitu teknik *snap off* dimana kontak langsung terjadi pada saat penyaputan dan ada jarak antara substrat dan *screen* kurang lebih pada penelitian ini adalah sebesar 2 mm. Ada banyak parameter yang dapat mempengaruhi kualitas dari hasil *screen-printing*. Proses pencetakan memegang peranan sangat penting untuk menghasilkan produksi yang berkualitas sehingga proses ini perlu dikontrol dengan baik.



(a)



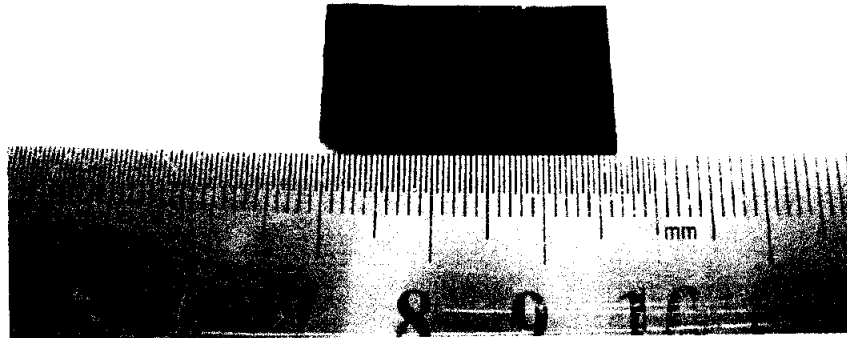
(b)

**Gambar 3. 15** (a) Tungku pemanas jenis *Muffle*,

(b) Tungku pemanas (tipe *Muffle*, merk *Karbolit*).

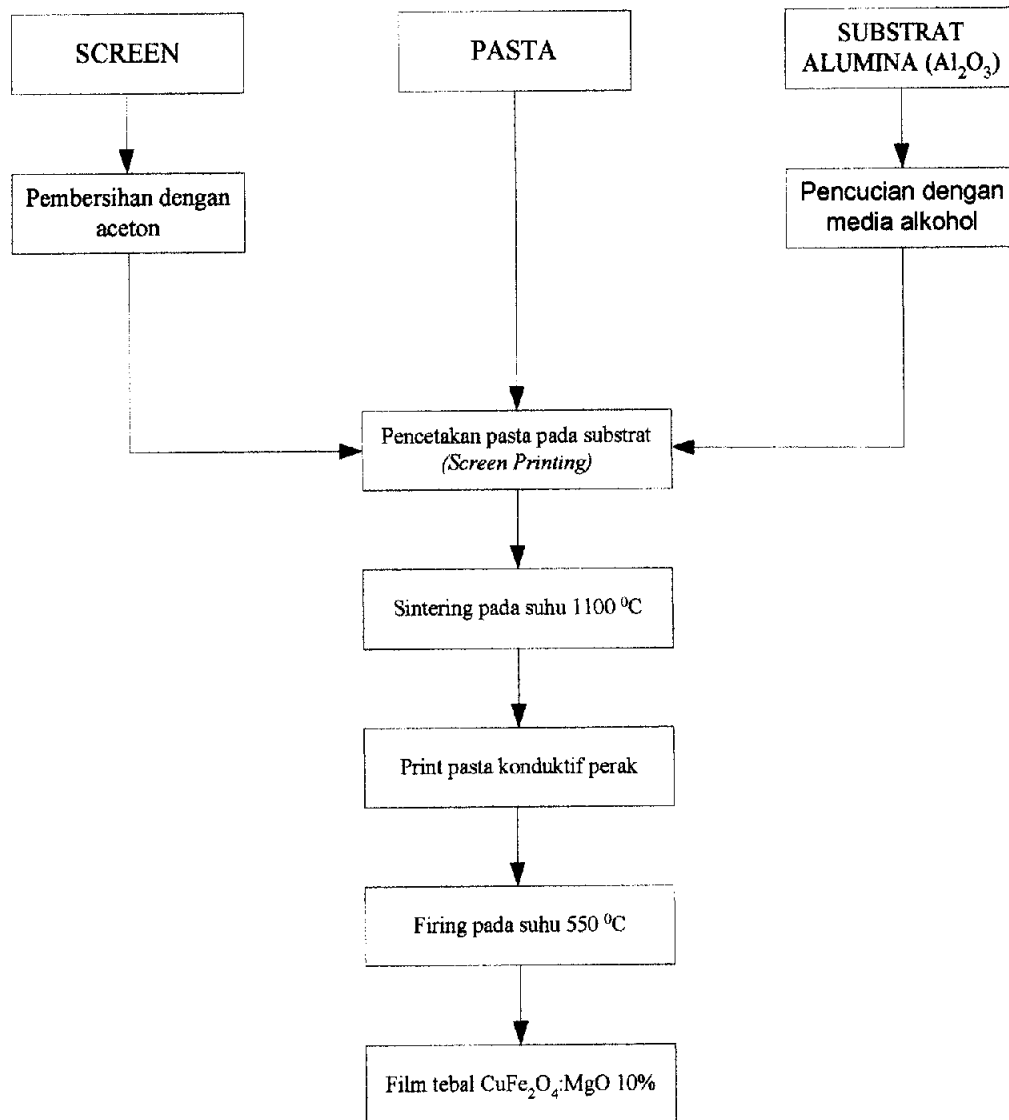
Langkah selanjutnya yaitu proses sintering pada temperatur  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 30 menit di atmosfer udara pada tungku sintering. Tujuannya supaya partikel penyusun dalam bahan berikatan kuat karena ada perpindahan atom maupun materi yang berlangsung disebabkan adanya difusi, aliran plastis, dan aliran viskos yang bersuperposisi secara kompleks.

**$\text{CuFe}_2\text{O}_4$  - 10% MgO**  
**1100°C – 30 m – 10 -10 - Udara**



**Gambar 3.16** Hasil sintering  $\text{CuFe}_2\text{O}_4 + 10\%$  MgO pada suhu 1100 °C.

Tahap berikutnya adalah pelapisan logam (metalikasi) pada film tebal yang telah disinter menggunakan pasta konduktif perak pada *screen* yang berpola. Proses pencetakannya sama seperti pencetakan pertama yaitu dengan memberi jarak antara substrat dan *screen* sebesar 2 mm. Film tebal mentah dikeringkan untuk selanjutnya dipanaskan pada temperatur 550 °C selama tujuh menit. Suhu pemanasan yang diambil harus sesuai dengan karakteristik logam pelapis dan perlakuan panas ini dapat dilakukan bersamaan dengan langkah metalikasi. Penempelan pasta konduktif perak ini sebagai kontak pada film tebal sehingga dapat diukur karakteristik listriknya. Tahap fabrikasi film tebal dengan metode *screen printing* ini secara rinci digambarkan alurnya sebagai berikut:



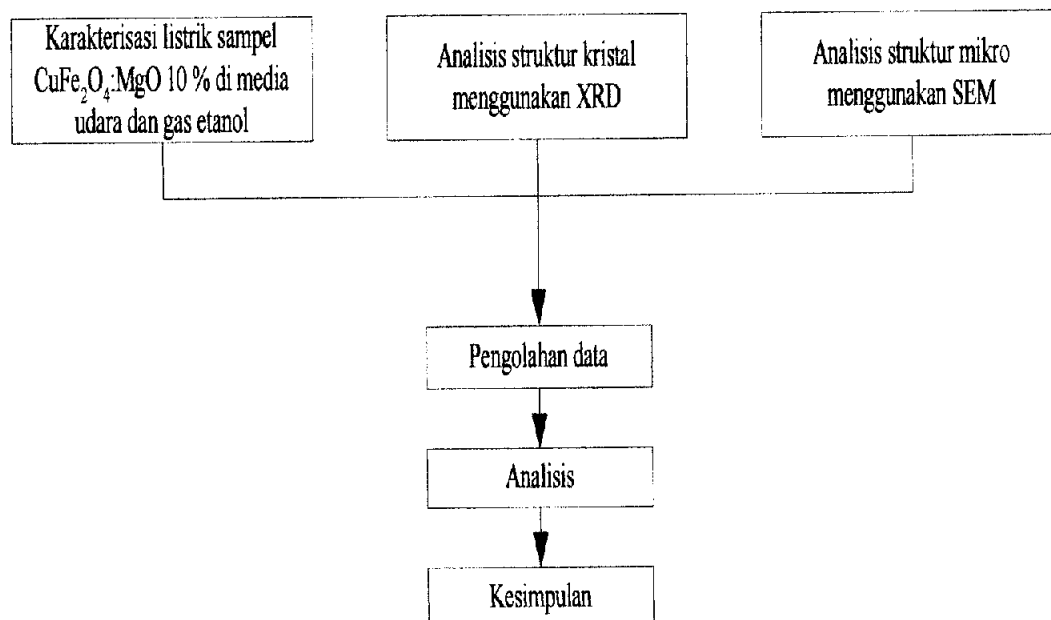
**Gambar 3.17** Metode fabrikasi film tebal dengan metode *screen printing*.

Parameter proses meliputi *setting* yang tepat seperti kecepatan dan tekanan rakel (*squeegee*) dan jarak antara *screen* dan substrat akan mempengaruhi juga kualitas film tebal yang dibuat. Ketepatan waktu dan temperatur pada proses *firing* sangat penting pada proses pembuatan film tebal ini. Temperatur yang terlalu tinggi atau waktunya terlalu lama dapat menyebabkan film pecah (*cracking*) atau meleleh (*melting*). Selain itu waktu pembakaran yang terlalu lama

dapat menyebabkan film menciut (*shrinkage*) dan terkelupas (*peelback*). Untuk itu perlu diperhatikan parameter-parameter proses fabrikasi agar kualitas film tebal yang dibuat hasilnya baik.

### 3.4.3 Tahap karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan meliputi analisis difraksi sinar X untuk mengetahui struktur kristal film tebal, analisis SEM untuk mengetahui morfologi permukaan film, dan karakterisasi listrik untuk mengetahui tahanan listriknya di media udara dan gas etanol yang diberikan. Tahap karakterisasi ini digambarkan alur penelitiannya pada Gambar 3.18.

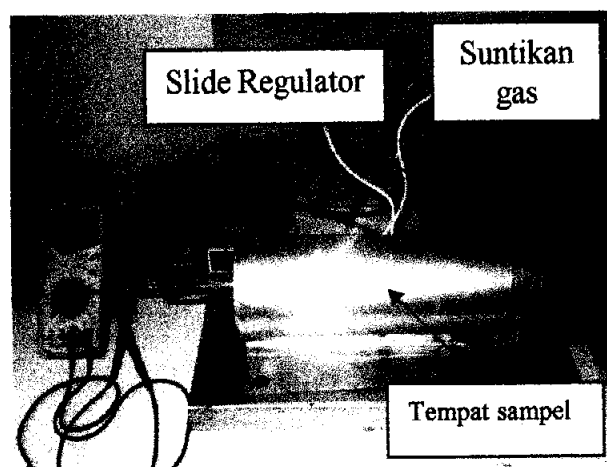


**Gambar 3.18** Tahap karakterisasi sampel dalam bentuk film tebal.

### 3.4.3.1 Karakterisasi Listrik

Untuk mengetahui respon sampel film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  dengan penambahan massa  $\text{MgO}$  10 % massa terhadap gas uji (etanol) dilakukan pengukuran tahanan listrik sampel pada kondisi atmosfer udara dan kondisi atmosfer alkohol untuk berbagai temperatur di dalam tabung reaktor yang dibuat dengan konfigurasi seperti diperlihatkan pada Gambar 3.19.

Pada konfigurasi ini peralatan catu daya (*Power Supply*), Slide Regulator, Heater, dan Multimeter diletakkan di luar tabung, sedangkan sampel film tebal dibungkus kertas alumina dan dililit dengan kawat tembaga yang terhubung ke Multimeter. Sementara itu Termokopel sebagai divais yang dapat mengikuti perubahan temperatur dengan cepat berada di dalam tabung dan diletakkan di bawah sampel. Sampel film tebal ini berada di dalam reaktor yang terisolasi (terbuat dari tabung kaca *pyrex* yang tahan panas sampai  $700\text{ }^\circ\text{C}$  berdiameter 2,7 cm yang diletakkan di dalam tungku sebagai heater).



Gambar 3.19 Set alat uji karakterisasi listrik.

Pada pengukuran ini tegangan berasal dari *Power Supply* dan pada saat yang bersamaan nilai tahanan sampel diukur mulai dari temperatur 100 °C hingga mencapai temperatur 300 °C. Data tahanan listrik sampel terhadap temperatur diukur pada saat kondisi di udara dan setelah diberi gas uji etanol dengan konsentrasi etanol yang bervariasi yaitu 0,1 ml, 0,3 ml, dan 0,5 ml. Setelah diperoleh data tahanan listrik yang cukup stabil maka etanol dimasukkan ke dalam tabung dengan cara disuntikkan. Etanol mula-mula diuapkan sampai suhu 300 °C lalu didinginkan kembali. Setelah suhu turun, maka tahan uap etanol tadi selama kurang lebih satu jam untuk selanjutnya diukur tahanan listriknya di media gas etanol untuk tiap kenaikan suhu.

#### **3.4.3.2 Analisis Struktur Kristal dengan XRD**

Analisis difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari sampel film tebal yang dibuat. Sampel dikarakterisasi dengan cara ditembak dengan sinar-X (panjang gelombang Cu K $\alpha$  = 1,54056 Å) sehingga diperoleh gambaran pola difraksi sinar-X dalam bentuk grafik hubungan antara intensitas relatif terhadap  $2\theta$ . Dari pola difraksi tersebut dapat dianalisis struktur dan kualitas kristal film tebal CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang dibuat. Proses analisis XRD dilakukan di Teknik Pertambangan, Institut Teknologi Bandung dengan menggunakan sistem peralatan XRD, *Philip Analytical X-Ray B. V.*

### 3.4.3.2 Analisis Struktur Morfologi dengan SEM

Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan untuk mendapatkan gambaran morfologi dari sampel film tebal. Dari citra morfologi permukaan ini dapat diamati ukuran butir kristal dan porositas. Analisis SEM dilakukan di PPPGL (Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan) dengan menggunakan sistem peralatan SEM tipe JEOL seri JSM-35C.

Sampel film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  mula-mula ditempel pada *specimen holder* lalu dibersihkan menggunakan *hand blower*. Sampel selanjutnya diberi lapisan tipis (*coating*) berupa *gold palladium*. Setelah dilapisi maka sampel dimasukkan ke dalam *specimen chamber* untuk diamati gambar struktur mikronya pada layar SEM dan dianalisis.



