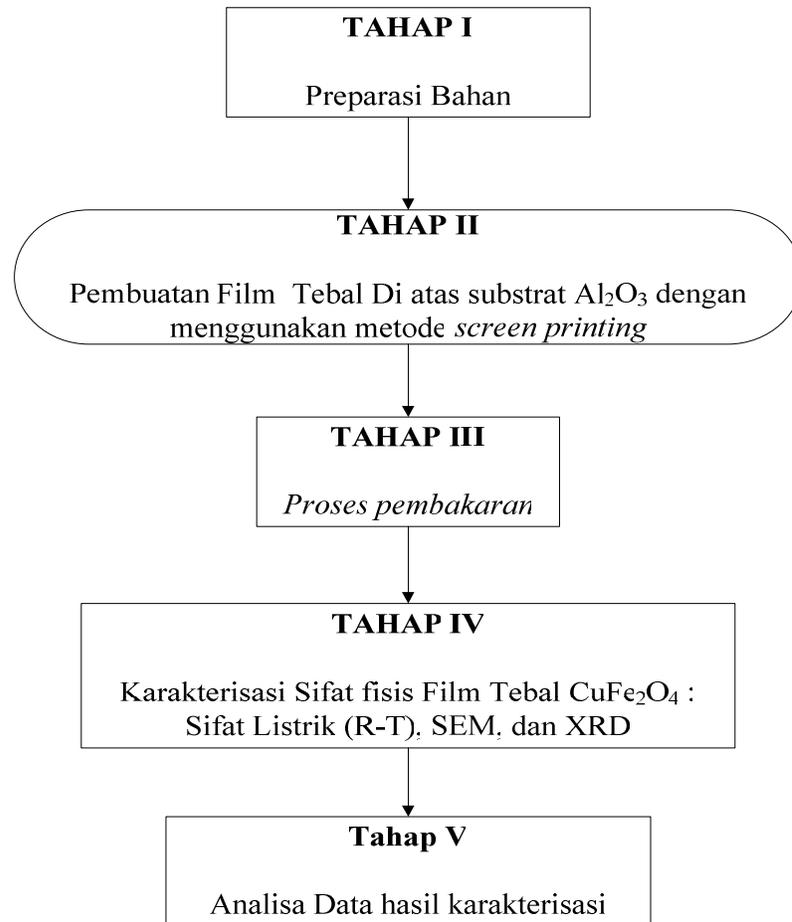


## BAB III

### METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam pembuatan lapisan film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  yaitu dengan menggunakan *screen printing* (penyablonan). Teknik *screen printing* merupakan salah satu metode pembuatan film tebal yang konstruksinya sangat sederhana dan tidak membutuhkan biaya yang cukup mahal. Namun dengan teknik yang digunakan ini kita tidak mengetahui ketepatan lapisan film yang dihasilkan.

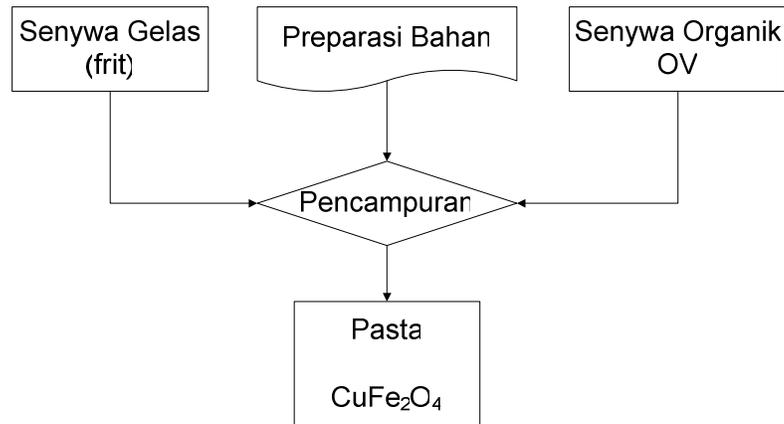
Teknik pembuatan film tebal dengan menggunakan metode *screen printing* meliputi beberapa tahapan proses yaitu: diawali dengan preparasi bahan pasta, dalam preparasi bahan pasta ini meliputi preparasi bahan olah, pembuatan senyawa gelas dan senyawa organik sebagai campuran yang digunakan untuk pembuatan pasta, setelah bahan pasta  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  jadi kemudian dilakukan proses pen-*screen*-an diatas substrat, setelah pelapisan film  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  dilanjutkan dengan proses *sinter* dan diakhiri dengan proses karakterisasi sifat fisis film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ . secara umum mekanisme penelitian yang dilakukan ditunjukkan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Alur proses penelitian.

### 3.1 Preparasi Bahan Pasta CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

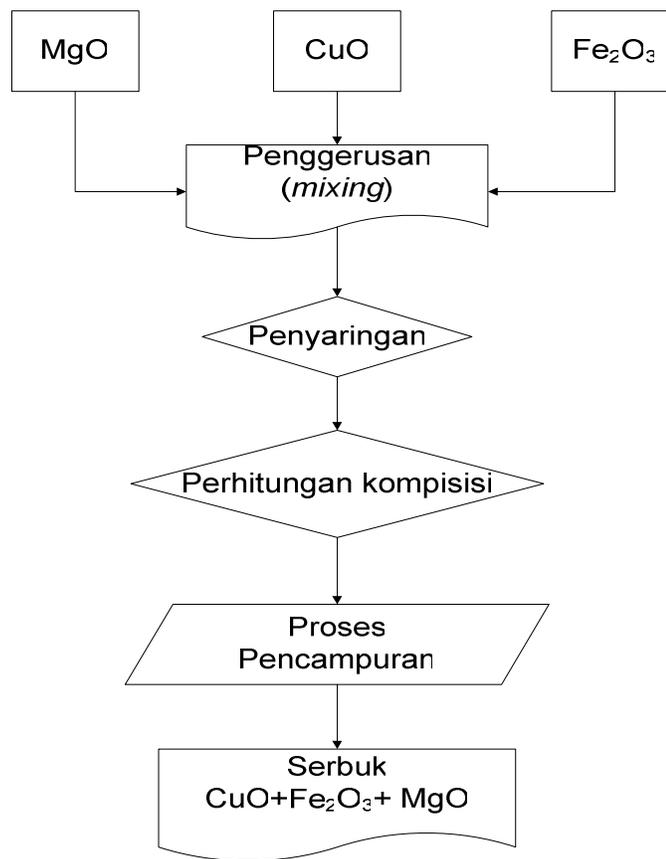
Proses pembuatan pasta CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> diawali dengan persiapan bahan olah, kemudian pembuatan senyawa gelas dan senyawa organik, kemudian dilanjutkan dengan proses pencampuran sehingga membentuk pasta. Secara umum proses pembuatan pasta CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ditunjukkan pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Alur proses pembuatan Pasta  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ .

### 3.1.1 Pesiapan Bahan Olah.

Dalam penelitian yang dilakukan ini, serbuk olah yang digunakan yaitu  $\text{CuO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{MgO}$  sebagai dopping.  $\text{CuO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{MgO}$  yang digunakan menggunakan bahan yang diproduksi oleh Aldrich, karena bahan ini telah memiliki kemurnian yang cukup tinggi yaitu sekitar 99,6%. Agar menghasilkan pasta yang hasilnya bagus, maka ada beberapa proses yang perlu diperhatikan dalam preparasi serbuk olah ini. Proses yang dilakukan pada tahap persiapan serbuk olah diantaranya yaitu penggerusan untuk masing-masing serbuk olah, selama 10 jam dengan menggunakan mortar agate, setelah penggerusan selesai proses selanjutnya adalah penyaringan, lalu dilanjutkan dengan proses penghitungan komposisi serbuk yang akan digunakan, kemudian dilanjutkan dengan proses pencampuran.



Gambar 3.3 Alur proses preparasi serbuk olah.

### 3.1.1.1 Proses Penggerusan (*mixing*).

Proses penggerusan dilakukan dengan menggunakan mesin penggerus atau *mortar agate*. Proses ini dilakukan selama 10 jam untuk masing masing bahan (CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan MgO), dalam setiap 10 menit penggerusan mesin penggerus tersebut dидiamkan selama 10 menit hal ini dilakukan agar *mortar agate* tersebut tidak terlalu panas, karena jika terlalu panas akan mempengaruhi karakteristik pada serbuk olah yang dihasilkan. Proses penggerusan ini bertujuan untuk memperhalus partikel-partikel.

### 3.1.1.2 Proses Penyaringan.

Proses penyaringan dilakukan dengan menggunakan saringan yang berukuran  $< 38 \mu\text{m}$ , dengan menggunakan saringan yang berukuran  $< 38 \mu\text{m}$  ini berarti hanya partikel yang ukurannya lebih kecil dari  $38 \mu\text{m}$  saja yang bisa lolos. Proses ini bertujuan agar terjadi kehomogenan partikel dalam bahan

### 3.1.1.3 Perhitungan Komposisi.

Perhitungan komposisi untuk masing-masing serbuk oksida logam menggunakan persamaan berikut:

- Perhitungan perubahan mol ke % berat:

$$\%beratCuO = \frac{axMrCuO}{(axMrCuO) + (bxMrFe_2O_3) + (cxMrMgO)} \times 100\%$$

$$\%beratFe_2O_3 = \frac{axMrFe_2O_3}{(axMrCuO) + (bxMrFe_2O_3) + (cxMrZnO)} \times 100\%$$

$$\%beratZnO = \frac{axMrMgO}{(axMrCuO) + (bxMrFe_2O_3) + (cxMrMgO)} \times 100\%$$

- Perhitungan perubahan % berat ke berat (gram):

$$BeratCuO = \frac{\%beratCuO}{100} \times \text{berat seluruh serbuk yang diinginkan}$$

$$\text{BeratFe}_2\text{O}_3 = \frac{\% \text{beratFe}_2\text{O}_3}{100} \times \text{berat seluruh serbuk yang diinginkan}$$

$$\text{BeratMgO} = \frac{\% \text{beratMgO}}{100} \times \text{berat seluruh serbuk yang diinginkan}$$

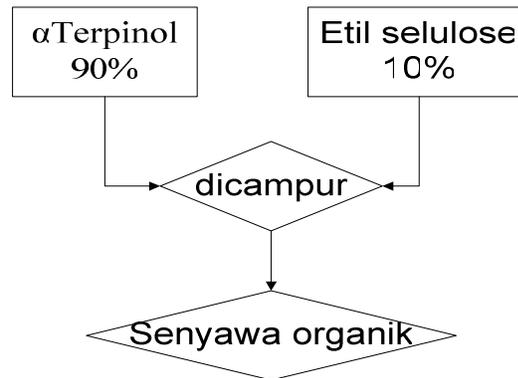
Bahan	Dalam % mol	Dalam 5 gram massa total
CuO	45	1.602387 g
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	45	3.217144 g
MgO	10	0.180469 g

#### 3.1.1.4 Proses pencampuran.

Proses pencampuran dilakukan dengan cara menggerus kembali semua bahan yang telah dihitung komposisinya dalam waktu 4 x 10 menit. Proses ini bertujuan agar semua bahan (CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan MgO) dapat tercampur secara merata dan memperoleh campuran yang homogen.

#### 3.1.2 Pembuatan Senyawa Organik atau OV (*Organic Venicle*).

Senyawa organik dalam pasta berfungsi sebagai senyawa yang memberikan sifat fluida pada partikel-partikel logam dan senyawa gelas. Dengan terbentuknya sifat fluida, maka pasta dapat dicetak pada substrat dengan metode *screen printing*. Senyawa organik yang biasanya digunakan antara lain, yaitu: terpenten dan resin. Salah satu pembuatan senyawa organik seperti yang diperlihatkan pada Gambar dibawah ini:

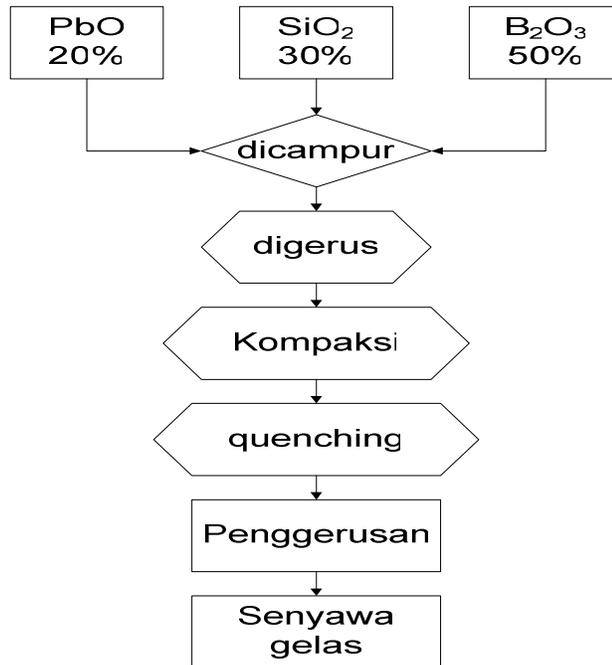


Gambar 3.4 Mekanisme pembuatan senyawa organik

Proses pencampuran  $\alpha$ -terpinol dengan etil selulose yaitu dengan cara diaduk langsung dengan perlahan sampai semua senyawa  $\alpha$ -terpinol larut dalam etil selulose, dan tidak ada gelembung dalam larutan senyawa organik tersebut.

### 3.1.3 Pembuatan Senyawa Gelas (*Frit*).

Pembuatan senyawa gelas sangatlah penting, karena senyawa gelas berfungsi sebagai pengikat partikel-partikel logam serta pembentuk lapisan yang memungkinkan penempelan partikel-partikel logam pada substrat. Senyawa gelas yang sering digunakan antara lain, yaitu: Bismuth Oksida, Cadmium Oksida, frit, dan Timbal Borrosilikat. Mekanisme pembuatan senyawa gelas dapat dilihat pada Gambar dibawah ini:



Gambar3.5 Mekanisme pembuatan senyawa gelas.

### 3.1.4 Proses Pencampuran.

Metode selanjutnya setelah kita ketiga bahan telah selesai di olah yaitu pencampuran ketiga bahan tersebut. Pencampuran ketiga bahan tersebut tidak dilakukan dengan sembarangan karena jika dilakukan dengan sembarangan, maka kualitas film yang dihasilkan pun kurang baik. Untuk komposisi pembuatan film tebal ini yaitu 5% senyawa gelas dari massa bahan  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , dan 30% senyawa organik dari massa bahan  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,

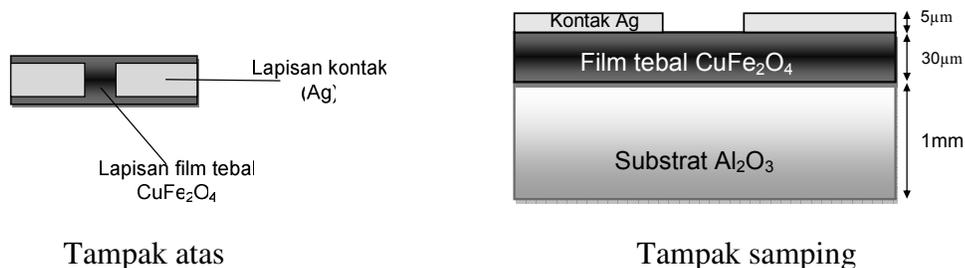
$$m_{\text{senyawagelas}} = \left( \frac{100}{5} \times m_{\text{CuFe}_2\text{O}_4} \right) - m_{\text{CuFe}_2\text{O}_4}$$

$$m_{\text{senyawaorganik}} = \left( \frac{100}{30} \times m_{\text{CuFe}_2\text{O}_4} \right) - m_{\text{CuFe}_2\text{O}_4}$$

Setelah kita mengetahui berat yang dibutuhkan untuk masing masing bahan, kemudian dilakukan pencampuran hingga benar-benar merata dan membentuk seperti pasta.

### 3.2 Proses *Screen Printing*.

Proses *screen printing* dilakukan di atas substrat alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), *screen* yang digunakan dalam penelitian ini memiliki ukuran 180 mesh. Proses ini dilakukan dua kali proses yang pertama yaitu proses pelapisan film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  (*thick film*) diatas substrat alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dan proses pelaisan kontak diatas film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ . Proses *screen printing* film tebal ini dilakukan tiga atau empat kali pelapisan sampai semua lapisan pada subtrat terlapsi semuanya secara merata setelah selesai proses ini, kemudian film tebal tersebut disinter. Proses pelapisan kontak dias film tebal yang sudah dibakar dilakukan hanya dua kali pelapisan sampai semuanya merata setelah proses ini selesai film tersebut dipanaskan kembali sampai suhu  $550^\circ\text{C}$  dan ditahhan selama 5 menit. Sampai akhirnya dihasilkan filme tebal yang siap untuk dikarakterisasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.6 Gambaran film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  dari atas dan samping.

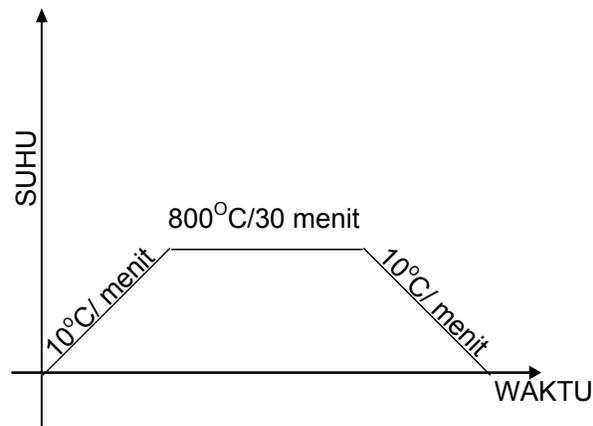
*Screen* yang digunakan dalam proses ini ada dua jenis , yaitu *screen* yang hanya digunakan untuk pelepasan film diatas substrat dan *screen* yang digunakan untuk pelapisan kontak.

### 3.3 Proses Pembakaran (*firing*) .

Proses pembakaran merupakan proses pemanasan bahan dibawah *melting point* (titik leleh sekitar 60-80%) dari bahan dasar (Van Vlack, 1994). Karena proses pemanasan ini sehingga terjadi pengurangan pori dalam lapisan film, dan terbentuk butiran-butiran yang baru.

Untuk proses pembakaran lapisan film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  disinter pada temperatur  $800^\circ\text{C}$  dan  $1000^\circ\text{C}$ . Dalam proses pembakaran ini lamanya waktu penahan yang dibutuhkan yaitu selama 30 menit. Proses ini tentunya disesuaikan dengan sifat dari bahan dasarnya itu sendiri seperti yang telah dijelaskan di atas.

Grafik proses pembakaran sampel dapat dilihat pada Gambar 3.7



Gambar 3.7 Grafik pembakaran sampel dengan kenaikan  $10^\circ\text{C}/\text{menit}$  kemudian dinaikan sampai  $800^\circ\text{C}$ , kemudian ditahan selama 30 menit dan diturunkan dengan penurunan  $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ .

### **3.4 Proses Karakterisasi.**

Proses karakterisasi yang dilakukan untuk mengetahui sifat fisis film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  yang dicetak diatas substrat  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alumina). Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi sifat listrik film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  untuk mengetahui resistansi fungsi dari temperatur (R-T) pada keadaan udara normal dan pada keadaan pengujian dengan menggunakan gas alkohol, karakterisasi dengan SEM yaitu untuk mengobservasi morfologi permukaan dan tampang lintang film, dan karakterisasi dengan XRD yaitu untuk menginvestigasi struktur kristal film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ .

#### **3.4.1. Karakterisasi Sifat Listrik Dengan Pengukuran R (resistansi) terhadap (T) Temperatur.**

Pengukuran resistansi sebagai fungsi dari temperatur (R-T) bertujuan untuk mengetahui karakteristik dari film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4:\text{MgO}$  seperti sensitivitas, selektivitas, stabilitas, dan waktu respon. Namun dalam pengukuran yang dilakukan ini yang diukur hanyalah sensitivitas. Pengukuran tersebut dilakukan pada media yang berbeda, pengujian pertama dilakukan pada media udara biasa (tanpa gas uji) pengukuran kedua dilakukan dalam media yang ditambah dengan gas uji.

##### **3.4.1.1. Menentukan Konsentrasi Gas.**

Pada pengukuran dalam medium gas etanol. Etanol cair dimasukkan langsung kedalam *chamber* kemudian ditunggu selama 45 menit atau sampai

semua etanol menguap dan tersebar merata dalam *chamber* tersebut. Konsentrasi gas etanol dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan dibawah ini:

$$C = \frac{m}{V} \times \frac{22.4}{Mr} 10^6$$

Dengan C : konsentrasi (ppm)  
 m : massa etanol cair (g)  
 V : volume *chamber* (m<sup>3</sup>)  
 Mr : massa molekul relatif.

### 3.4.2. Karakterisasi Struktur Kristal dengan XRD (*X-Ray Diffraction*).

Karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari sampel film tebal CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang ditumbuhkan diatas substrat alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang disinter pada temperatur 800°C dan 1000°C dengan lama proses sinter selama 30menit. Ketiga sampel dikarakterisasi dengan cara ditembak dengan sinar-X (panjang gelombang Cu K $\alpha$  = 1,5405 Å) sehingga diperoleh Gambaran pola difraksi sinar-X yang divisualkan dalam bentuk grafik hubungan antara intensitas relatif terhadap 2 $\theta$ . Dari pola difraksi tersebut dapat dianalisis struktur, orientasi kisi dan kualitas kristal film tebal CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang ditumbuhkan. Proses karakterisasi XRD dilakukan di PTNBR-BATAN (Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – Badan Tenaga Nuklir Nasional) Bandung .

### **3.4.3. Karakterisasi Morfologi dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*).**

Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscope*) dilakukan untuk mendapatkan Gambaran morfologi dari sampel film tebal  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  yang di buat. Dari citra morfologi permukaan dapat diamati ukuran butir kristal dan porositas, sedangkan dari morfologi penampang lintang film dapat ditentukan ketebalan film. Karakterisasi SEM dilakukan di PPPGL (Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan) dengan menggunakan sistem peralatan SEM (*Scanning Electron Microscope*) tipe JEOL(*Japan Electron Optics Laboratory*) seri JSM-35C.