

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Metode Penelitian**

Metode penelitian eksperimental (*experimental research*) merupakan metode penelitian yang digunakan pada penelitian ini, yaitu melakukan pengamatan secara langsung sebab akibat dari suatu proses. Dalam penelitian ini, obyek yang diamati adalah nilai transmitansi dan nilai resistansi pada berbagai variasi rasio massa (w/w)  $NH_4F: SnCl_2 \cdot 2H_2O$  dan temperatur pendeposisi.

### **3.2 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Surya dan Energi Alternatif Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Brawijaya dan Laboratorium Nano Bioenergi Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Sebelas Maret pada bulan April sampai Mei 2018.

### **3.3 Variabel Penelitian**

Variabel-variabel yang terdapat pada penelitian ini adalah:

#### 1. Variabel Bebas

Variabel bebas merupakan variabel yang nilainya ditentukan peneliti yang harganya dan kondisinya dapat diubah-ubah dengan menggunakan metode tertentu sehingga menghasilkan variabel terikat dari objek penelitian, dan dapat diperoleh korelasi antar keduanya. Dalam penelitian ini variabel bebas yang digunakan adalah rasio massa  $NH_4F: SnCl_2 \cdot 2H_2O$  dan temperatur pendeposisi.

#### 2. Variabel Terikat

Variabel terikat merupakan variabel yang nilai dan kondisinya bergantung pada variabel bebas yang telah ditentukan. Variabel terikat yang diamati pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

- Nilai transmitansi (%)
- Nilai resistansi ( $\Omega$ )

### 3. Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol merupakan variabel yang nilainya dibatasi atau selalu dijaga konstan oleh peneliti pada setiap melakukan penelitian. Berikut variabel terikat pada penelitian ini:

- Pelarut menggunakan etanol 96%
- Pengadukan larutan menggunakan *magneic stirer* selama 5 jam
- Larutan yang dideposisikan sebanyak 7 ml
- Kecepatan pendeposisian sesuai dengan spesifikasi alat yaitu 0,4 ml/min
- Temperatur lingkungan dianggap konstan

## 3.4 Alat dan Bahan Penelitian

### 3.4.1 Alat Penelitian

Berikut adalah komponen utama pada penelitian:

#### 1. *Nebulizer OMRON NE-C28*

Alat ini digunakan untuk pendeposisian agar larutan prekursor teratomisasi dan menempel pada permukaan substrat.



Gambar 3.1 *Nebulizer OMRON NE-C28*

Spesifikasi alat :

*Power consumption* : 138VA, 230 V/ 50 Hz

*Nebulizer rate* : 0,4 ml/min

*Particle size* : *MMD approximately 3 μm (based on EN 13544-1)*

*Medication cup capacity* : 7 ml (cc) max

*Appropriate medication quantities* : 2 – 7 ml (cc)

*Operating temperature / Humidity : + 10 °C to 40 °C, 30% to 85% RH*

## 2. Magnetic Stirrer

Digunakan untuk mengadukan larutan agar tercipta larutan yang homogen, dengan kecepatan dan temperatur pengadukan yang sudah ditentukan.



*Gambar 3.2 Magnetic Stirrer*

|  |  |
|--|--|
| Spesifikasi alat :                       |  |
| <i>Hotplate/Stirrer</i>                  | : <i>MS-H280-Pro</i>                     |
| <i>Temp range</i>                        | : <i>25 - 280°C</i>                      |
| <i>Speed range</i>                       | : <i>200-1500 rpm (10rpm increments)</i> |
| <i>Temp increments</i>                   | : <i>1°C</i>                             |
| <i>Temp control accuracy with PT1000</i> | : <i>±0.5°C</i>                          |
| <i>Heating rate (1 liter water)</i>      | : <i>6 K/min</i>                         |
| <i>Speed/Heat display</i>                | : <i>LED</i>                             |
| <i>Motor type</i>                        | : <i>DC Brushless Motor</i>              |
| <i>Heat Output</i>                       | : <i>500 W</i>                           |
| <i>Stirring capacity</i>                 | : <i>3 L</i>                             |
| <i>Plate diameter</i>                    | : <i>5.3"</i>                            |
| <i>Plate material</i>                    | : <i>Ceramic</i>                         |
| <i>Dimensions</i>                        | : <i>10.2"L x 6"W x 3.2"H</i>            |
| <i>Weight</i>                            | : <i>5 lbs</i>                           |
| <i>Voltage</i>                           | : <i>110 Volts 60 Hz, 515 W</i>          |

## 3. Timbangan Digital

Digunakan untuk mengukur berat Tin (II) Chloride ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan Amonium Flouride ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) agar sesuai dengan kosentrasi yang sudah ditentukan.



*Gambar 3.3 Timbangan Digital*

Spesifikasi alat :

*Merk* : *CHQ*

*Type* : *JZC-TSE*

*Kapasitas* : 3 kg x 0,1 gr/6 kg x 0.2 gr

: 15 kg x 1 gr/ 0.5 gr

: 30 kg x 1 gr

*Power* : *Batre rechargeable*

*Display* : *LED (Double Display)*

*Pan size* : 21 cm x 25 cm

#### 4. *Digital Ultrasonic Cleaner*

Alat ini digunakan untuk membersihkan kotoran pada kaca sebelum dilakukan pendeposisian.



*Gambar 3.4 Digital Ultrasonic Cleaner*

Spesifikasi alat :

*Type* : *CD-3800*

*Power* : *220-240 Volt AC*

*Max Capacity* : 600 ml  
*Frequency* : 42000 Hz  
*Dimension* : 21 x 15 x 14 cm  
*Weight* : 1.04 kg

#### 5. Kompor Listrik

Digunakan untuk memanaskan *hotplate* (tempat peletakkan kaca) saat proses pendeposisian agar larutan yang teratomisasi dapat menempel ke permukaan kaca.



Gambar 3.5 Kompor Listrik

Spesifikasi alat :

Daya listrik : 600 Watt  
 Tegangan : 220 V, 50 Hz  
 Pengaman : *Thermostat* dan *thermofuse*  
 Berat : 3 kg  
 Dimensi : 30 x 11 x 35 cm

#### 6. *Temperature Controller*

Digunakan untuk mengatur daya listrik yang masuk agar kompor listrik dapat menghasilkan panas yang sesuai dengan temperatur yang kita inginkan dan menjaga agar tetap stabil selama proses pendeposisian.



Gambar 3.6 *Temperature Controller*

Spesifikasi alat :

*Type* : TCA-6131PC

*Dimension* : 48 x 48 mm

*Temp. Range* : 0 - 1200 °C

*Supply* : 220VAC, 50/60Hz, 7 VA Max

*Amb. Temp* : 50 °C Max

7. Gelas Ukur

Digunakan untuk mengukur jumlah larutan yang digunakan.

8. Selang dan cerobong

Digunakan untuk meneruskan larutan dari nebulizer ke *hotplate*.

9. *Stopwatch*

Digunakan untuk mengukur lamanya waktu saat pengadukan dan pendeposisian.

10. Statif dan Klem

Digunakan untuk memegang tabung larutan pada nebulizer, agar tabung larutan tingginya sama dengan tinggi cerobong.

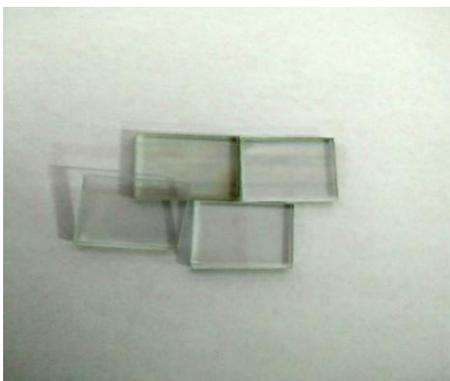
11. *Aluminium Foil*

Digunakan untuk melapisi *hotplate* saat pendeposisian dan sebagai isolator pada saat larutan disimpan.

### 3.4.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Kaca sebelum pelapisan



Gambar 3.7 Kaca sebelum pelapisan

Spesifikasi :

Ukuran : 20 x 20 mm

Tebal : 3 mm

Bahan : *Soda Lime* ( $\text{Na}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$ )

## 2. Tin (II) Chloride ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )



Gambar 3.8 Tin (II) Chloride

### *Description*

*Catalogue Number* : 107815

*Replaces* : SX0885-1

*Synonyms* : *Tin dichloride, dihydrate, Stannous chloride*

### *Product Information*

*CAS number* : 10025-69-1

*EC number* : 231-868-0

*Grade* : ACS, ISO, Reag. Ph Eur

*Hill Formula* :  $\text{Cl}_2\text{Sn} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

*Chemical formula* :  $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

*Molar Mass* : 225.63 g/mol

*HS Code* : 2827 39 10

### *Physicochemical Information*

*Boiling point* : 623 °C (1013 hPa) (*senyawa anhidrat*)

*Density* : 2.71 g/cm<sup>3</sup> (20 °C)

*Melting Point* : 246 °C (*senyawa anhidrat*)

*pH value* : 1 - 2 (100 g/l, H<sub>2</sub>O, 20 °C)

*Bulk density* : 1250 kg/m<sup>3</sup>

*Solubility* : 1187 g/l (20 °C)

3. Amonium Fluoride ( $NH_4F$ )Gambar 3.9 Amonium Flouride ( $NH_4F$ )

## Spesifikasi :

*Catalogue Number* : 101164  
*Replaces* : AX1295; AX1295-1  
*Synonyms* : Fluoroammonium

*Product Information*

*CAS number* : 12125-01-8  
*EC index number* : 009-006-00-8  
*EC number* : 235-185-9  
*Grade* : ACS  
*Hill Formula* :  $FH_4N$   
*Chemical formula* :  $NH_4F$   
*Molar Mass* : 37.04 g/mol  
*HS Code* : 2826 19 10

*Physicochemical Information*

*Density* : 1.01 g/cm<sup>3</sup> (20 °C)  
*pH value* : 6 (50 g/l, H<sub>2</sub>O, 20 °C)  
*Bulk density* : 250 - 350 kg/m<sup>3</sup>  
*Solubility* : 820 g/l

## 4. Etanol 96%



Gambar 3.10 Etanol 96%

Spesifikasi :

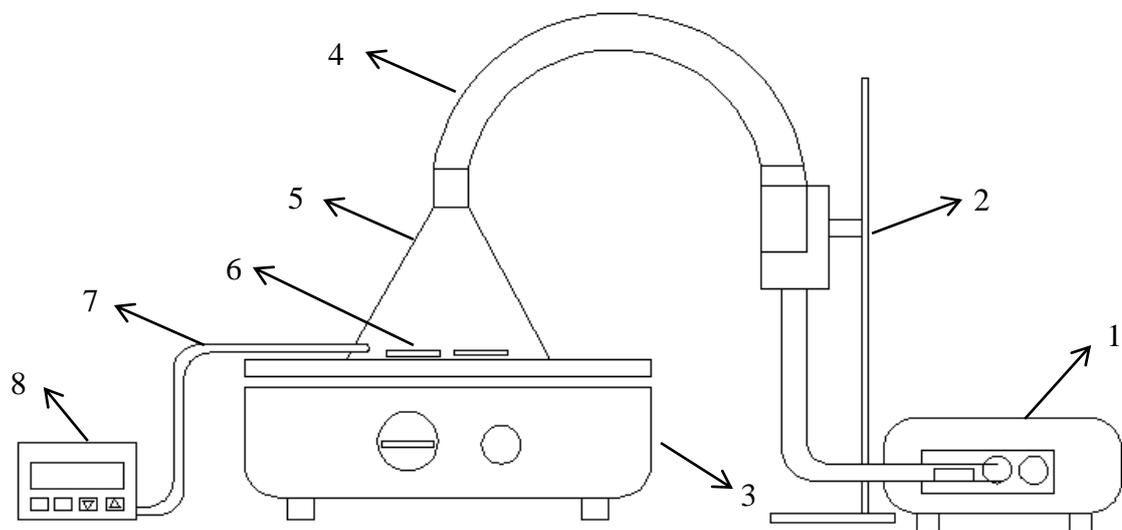
Merk : Brataco

Kandungan : 96%

Volume : 1 liter

### 3.5 Instalasi Penelitian

Instalasi penelitian merupakan gambaran dari rakitan instalasi selama proses pembuatan FTO dengan menggunakan metode *spray pyrolysis deposition*. Konsep instalasi dapat dilihat pada Gambar 3.9



- |                           |                           |
|---------------------------|---------------------------|
| 1. Nebulizer OMRON NE-C28 | 5. Cerobong               |
| 2. Statif                 | 6. Kaca FTO               |
| 3. Kompor listrik         | 7. Thermocouple           |
| 4. Selang                 | 8. Temperature Controller |

Gambar 3.11 Instalasi alat penelitian

### 3.6 Pembuatan FTO

Proses pembuatan FTO dengan metode *spray pyrolysis deposition* merupakan proses pembuatan nanopartikel konduktif yang dibentuk melalui penyemprotan larutan prekursor oleh nebulizer yang mengalami atomisasi berupa *droplet* keatas permukaan kaca yang dipanasi dengan menggunakan *hot plate*. *Droplet* yang menyentuh permukaan kaca yang panas akan membentuk partikel oksida yang menempel pada permukaan kaca. Larutan FTO dibuat dengan variasi rasio massa 2%, 4%, 6%, 8%, dan 10%wt ( $NH_4F: SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ) pada temperatur tetap 400 °C, dan variasi kedua dengan kosentrasi tetap 4%wt pada variasi temperatur 300, 350, 400, 450, dan 500°C.

### 3.7 Prosedur Pembuatan FTO

Berikut adalah prosedur pembuatan FTO:

#### 1. Pembuatan larutan prekursor

Larutan prekursor dibuat dari pencampuran antara Tin (II) Chloride ( $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ) dengan Amonium Flouride ( $NH_4F$ ) yang dilarutkan dalam 100 ml etanol 96%. 12 g  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$  dilarutkan dengan etanol lalu diaduk dengan *magnetic stirer* sampai homogen. Timbang  $NH_4F$  sesuai variasi yang ditentukan 2%, 4%, 6%, 8%, 10%wt yaitu seberat 0,24 g, 0,48 g, 0,72 g, 0,96 g, dan 1,2 g. Larutkan  $NH_4F$  yang sudah ditimbang dengan etanol dan diaduk dengan *magnetic stirer* sampai homogen.  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$  dan  $NH_4F$  yang sudah dilarutkan dicampurkan kedalam sebuah wadah yang tertutup rapat dan diaduk dengan *magnetic stirer* selama 5 jam.

#### 2. Persiapan pendeposisian kaca

Kaca yang sudah dipotong-potong seukuran 20 x 20 x 3 mm, dimasukkan kedalam wadah yang sudah berisi etanol, kemudian dimasukkan kedalam *digital ultrasonic cleaner* selama 8 menit. Hal ini bertujuan agar semua kotoran yang tertempel pada kaca bisa rontok dan meningkatkan daya adhesi kaca. Setelah itu kaca dikeluarkan dengan pinset dan diusahakan tidak sampai tersentuh tangan agar tidak ada kotoran baru yang tertempel pada kaca.

#### 3. Proses *spray pyrolysis deposition*

Kaca yang sudah dibersihkan diletakkan diatas *hotplate*, letakkan cerobong diatasnya yang berfungsi untuk membatasi agar larutan prekursor yang sudah teratomisasi tidak menyebar ke lingkungan. Cerobong dihubungkan melalui selang ke nebulizer. Larutan prekursor dimasukkan ke dalam nebulizer sebanyak 7 ml. Temperatur diatur tetap menggunakan *temperature controller* pada 400 °C untuk variasi rasio massa 2%, 4%, 6%, 8%, dan 10%wt. Sedangkan untuk variasi selanjutnya rasio massa diatur tetap yaitu 4%wt dan temperatur berbeda-beda yaitu 300, 350, 400, 450, dan 500 °C.

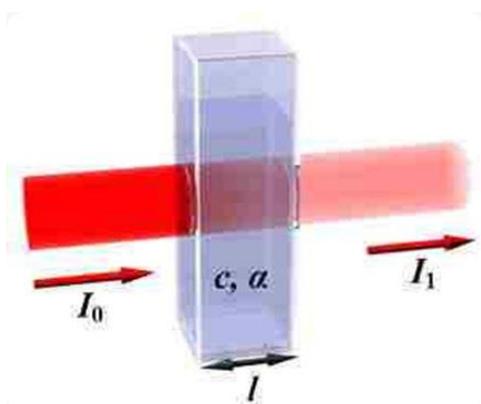
### 3.8 Pengujian FTO

#### 3.8.1 Pengujian UV-Vis *Spectrophotometer*

Spectrophotometer adalah alat yang digunakan untuk menentukan presentase transmitansi cahaya (%T) pada panjang gelombang tertentu. Spectrophotometer UV-Vis pada penelitian ini memancarkan sinar ultraviolet (UV) dan sinar tampak (Vis). Sinar

ultraviolet (UV) memiliki panjang gelombang dari 200-350 nm, dan sinar tampak (*visible*) memiliki panjang gelombang 350-800 nm. Ketika cahaya dengan berbagai panjang gelombang (cahaya polikromatis) mengenai suatu zat, maka cahaya dengan panjang gelombang tertentu saja yang akan diserap. Di dalam suatu molekul yang memegang peranan penting adalah elektron valensi dari setiap atom yang ada hingga terbentuk suatu materi. Elektron-elektron yang dimiliki oleh suatu molekul dapat berpindah (eksitasi), berputar (rotasi) dan bergetar (vibrasi) jika dikenai suatu energi. Jika zat menyerap cahaya tampak dan UV maka akan terjadi perpindahan elektron dari keadaan dasar menuju ke keadaan tereksitasi. Perpindahan elektron ini disebut transisi elektronik. Apabila cahaya yang diserap adalah cahaya inframerah maka elektron yang ada dalam atom atau elektron ikatan pada suatu molekul hanya akan bergetar (vibrasi). Sedangkan gerakan berputar elektron terjadi pada energi yang lebih rendah lagi misalnya pada gelombang radio.

Atas dasar inilah spektrofotometri dirancang untuk mengukur konsentrasi suatu zat yang ada dalam suatu sampel. Dimana zat yang ada dalam sel sampel disinari dengan cahaya yang memiliki panjang gelombang tertentu. Ketika cahaya mengenai sampel sebagian akan diserap, sebagian akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan. Pada spektrofotometri, cahaya datang atau cahaya masuk atau cahaya yang mengenai permukaan zat dan cahaya setelah melewati zat tidak dapat diukur, yang dapat diukur adalah  $I_t/I_0$  atau  $I_0/I_t$  (perbandingan cahaya datang dengan cahaya setelah melewati materi (sampel)). Proses penyerapan cahaya oleh suatu zat dapat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 3.12 Proses penyerapan cahaya saat uji UV-Vis  
Sumber : Muruganatham, G. (2012)

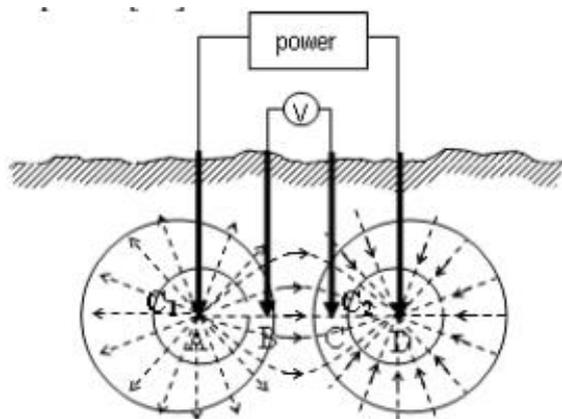
Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi (A) sedangkan cahaya yang dihamburkan diukur sebagai transmitansi (T), Berdasarkan hukum Lambert-Bee, rumus yang digunakan untuk menghitung banyaknya cahaya yang dihamburkan :

$$T = \frac{I}{I_0} \text{ atau } \%T = \frac{I}{I_0} \times 100 \dots \dots \dots (3-1)$$

Dimana  $I_0$  merupakan intensitas cahaya datang dan  $I$  adalah intensitas cahaya setelah melewati sampel.

### 3.8.2 Pengukuran Resistance

Pengukuran *sheet resistance* menggunakan metode *4 point probe*. Probe 4 titik banyak dipilih karena hasilnya sangat akurat. Adanya dua probe yang mengukur tegangan aman dari aliran arus listrik sehingga tahanan terukur merupakan murni tahanan bahan, tidak tercampur tahanan tambahan dari probe luar. Probe luar dapat menyumbang tahanan karena panas yang timbul akibat aliran arus listrik dapat menyumbang tahanan. Metode probe 4 titik seperti ini juga sering disebut metode Kelvin jika probe diganti dengan kawat penghantar. Metode Kelvin dapat digunakan untuk mengukur resistansi bahan yang nilainya dari yang sangat kecil sampai yang sangat besar, bahkan sampai jutaan ampere. Untuk arus yang sangat besar digunakan tahanan yang sangat kecil (orde mili ohm).



Gambar 3.13 Probe 4 titik di kedalaman bahan  
Sumber : Toifur, M (2014)

Jika pada probe 2 titik posisi probe arus dan tegangan menyatu, maka pada probe 4 titik posisi keduanya dibedakan. Probe arus merupakan probe bagian luar (A dan D) sedangkan probe tegangan merupakan probe bagian dalam (B dan C) sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 3.13. Jika jarak antara A dan B adalah  $X_{AB}$ , dan jarak antara titik A dan titik C adalah  $X_{AC}$  maka untuk sumber arus positif di A beda potensial antara titik B dan C adalah

$$V_{BC+} = -\rho I \int_{X_{AB}}^{X_{AC}} \frac{dr}{4\pi r^2} = -\frac{\rho I}{4\pi} \int_{X_{AB}}^{X_{AC}} \frac{dr}{r^2}$$

$$= -\frac{\rho I}{4\pi} \left[ \frac{1}{r} \right]_{X_{AB}}^{X_{AC}} = -\frac{\rho I}{4\pi} \left[ \frac{1}{X_{AC}} - \frac{1}{X_{AB}} \right] \dots\dots\dots(3-2)$$

Sedangkan untuk beda potensial antara titik B dan C akibat aliran arus dari sumber arus negatif di titik C, batas integrasi diukur dari titik D. Jika jarak dari B ke D adalah  $X_{BD}$  dan jarak dari titik C ke D adalah  $X_{CD}$  maka

$$\begin{aligned} V_{BC-} &= -\rho(-I) \int_{X_{BD}}^{X_{CD}} \frac{dr}{4\pi r^2} = -\frac{\rho I}{4\pi} \int_{X_{BD}}^{X_{CD}} \frac{dr}{r^2} \\ &= \frac{\rho I}{4\pi} \left[ \frac{1}{r} \right]_{X_{BD}}^{X_{CD}} = \frac{\rho I}{4\pi} \left[ \frac{1}{X_{CD}} - \frac{1}{X_{BD}} \right] \dots\dots\dots(3-3) \end{aligned}$$

Beda potensial total antara titik B dan C adalah

$$V_{BC} = V_{BC+} + V_{BC-} = \frac{\rho I}{4\pi} \left[ \frac{1}{X_{AB}} - \frac{1}{X_{AC}} + \frac{1}{X_{CD}} - \frac{1}{X_{BD}} \right] \dots\dots\dots(3-4)$$

Jika jarak antar probe adalah s beda potensial total antara titik B dan C adalah

$$V_{BC} = \frac{\rho I}{4\pi} \left[ \frac{1}{s} - \frac{1}{2s} + \frac{1}{s} - \frac{1}{2s} \right] = \frac{\rho I}{4\pi s} \dots\dots\dots(3-5)$$

Dengan demikian maka resistivitas bahan

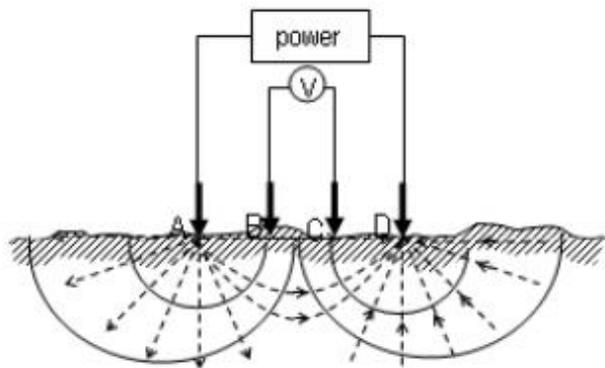
$$\rho = 4\pi s \frac{V_{BC}}{I} \dots\dots\dots(3-6)$$

Pada penelitian ini dilakukan pengukuran probe 4 titik pada permukaan sehingga arus merambat membentuk permukaan setengah bola sehingga beda potensial antara titik B dan C separuh beda potensial probe 4 titik di kedalaman bahan, maka resistivitas bahan menjadi

$$\rho = 2\pi s \frac{V_{BC}}{I} \dots\dots\dots(3-7)$$

$$R_{sh} = k \left[ \frac{V}{I} \right] \dots\dots\dots(3-8)$$

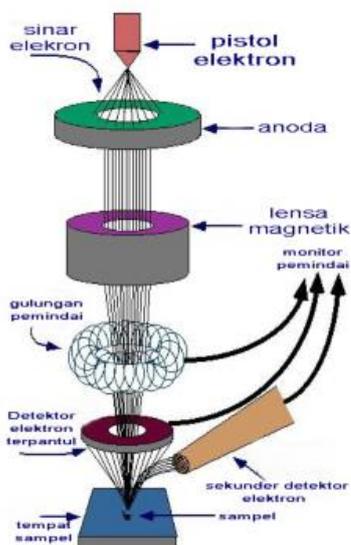
Dimana k adalah faktor geometri, pada kasus lapisan yang sangat tipis (*semi-infinite thin sheet*)  $k = 4,53$  atau  $\pi/\ln 2$ . (Paul Friedberg, 2002)



Gambar 3.14 Probe 4 titik di permukaan bahan  
 Sumber : Toifur, M (2014)

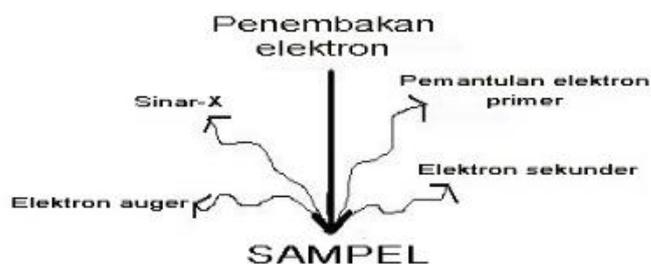
### 3.8.3 Pengujian *Scanning Electron Microscopy*

*Scanning electron microscope* adalah sebuah alat yang dapat menampilkan gambaran permukaan sampel dengan jelas. Berbeda dengan mikroskop biasa yang menggunakan sinar tampak, SEM menggunakan elektron sebagai sumber pembentukan gambar. SEM memiliki keunggulan daripada mikroskop biasa. Resolusi yang besar memungkinkan perbesaran gambar pada tingkatan yang lebih tinggi dari mikroskop biasa. Satu hal lain yang menjadi keuntungan dari SEM adalah pembentukan gambar yang jelas dari sampel.



Gambar 3.15 Skema kerja SEM  
Sumber : Murugantham, G. (2012)

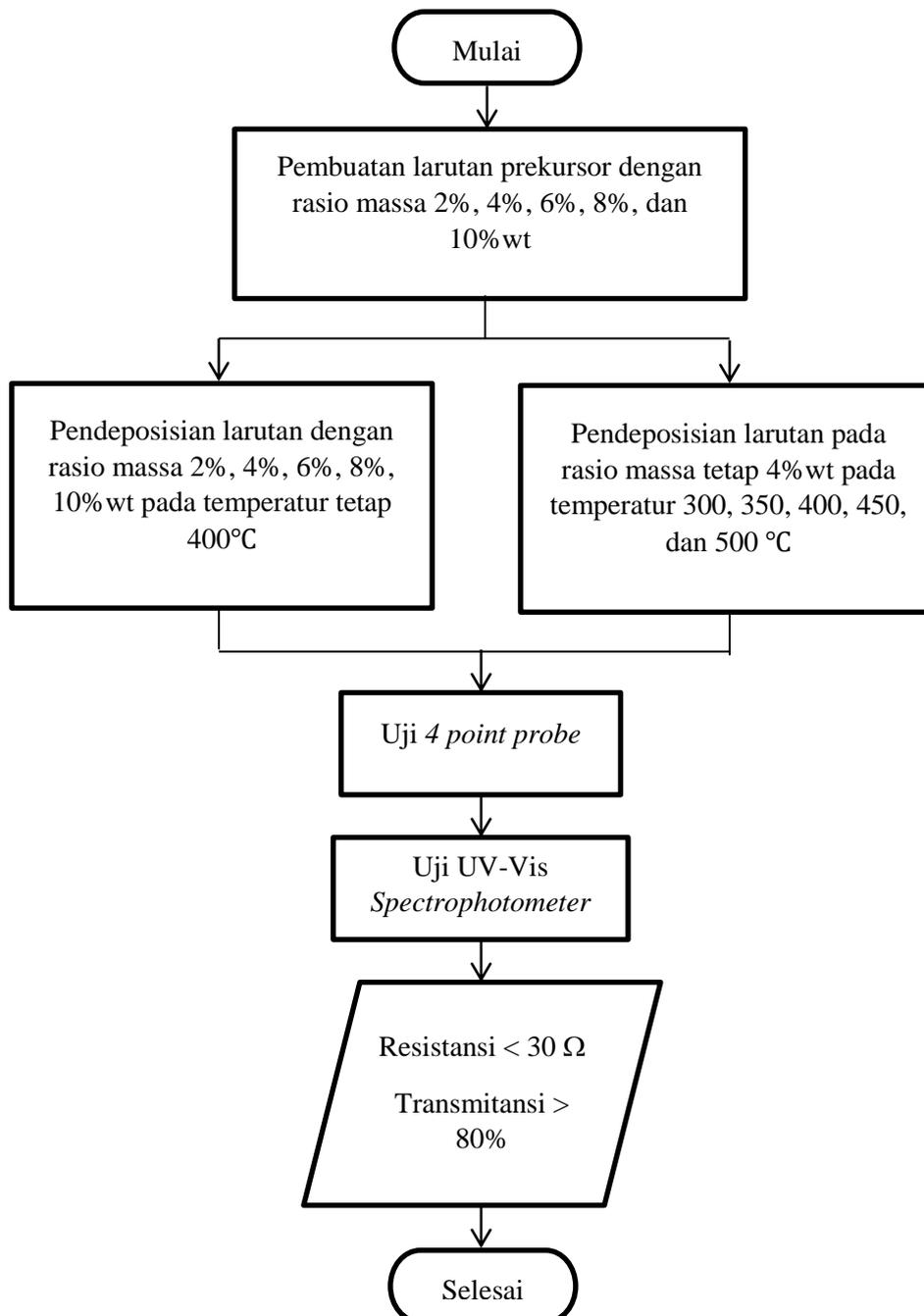
Sebuah tembakan elektron dihasilkan pada bagian paling atas dari mikroskop oleh penembak elektron. Tembakan elektron kemudian mengikuti jalur vertikal melewati mikroskop yang tersimpan dalam ruang vakum. Tembakan elektron ini kemudian melewati medan elektromagnetik dan lensa magnetik yang memfokuskan arah penembakan pada sampel. Ketika elektron mengenai sampel, elektron dan sinar-X dikeluarkan dari sampel



Gambar 3.16 Penghamburan elektron dan sinar-X  
Sumber : Murugantham, G. (2012)

Detektor akan mengumpulkan sinar-X, elektron terpantulkan dan elektron sekunder. Kemudian detektor akan mengkonversi data tersebut dalam bentuk sinyal yang dikirimkan pada sebuah layar.

### 3.9 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.17 Diagram alir penelitian

