

## **BAB IV**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **4.1. Tempat dan waktu penelitian**

Penelitian ini akan dilakukan di beberapa laboratorium di lingkungan Universitas Brawijaya yaitu Laboratorium Biofisika dan laboratorium Fisika Material mulai bulan Agustus 2016.

#### **4.2 Alat dan Bahan**

##### **4.2.1 Alat**

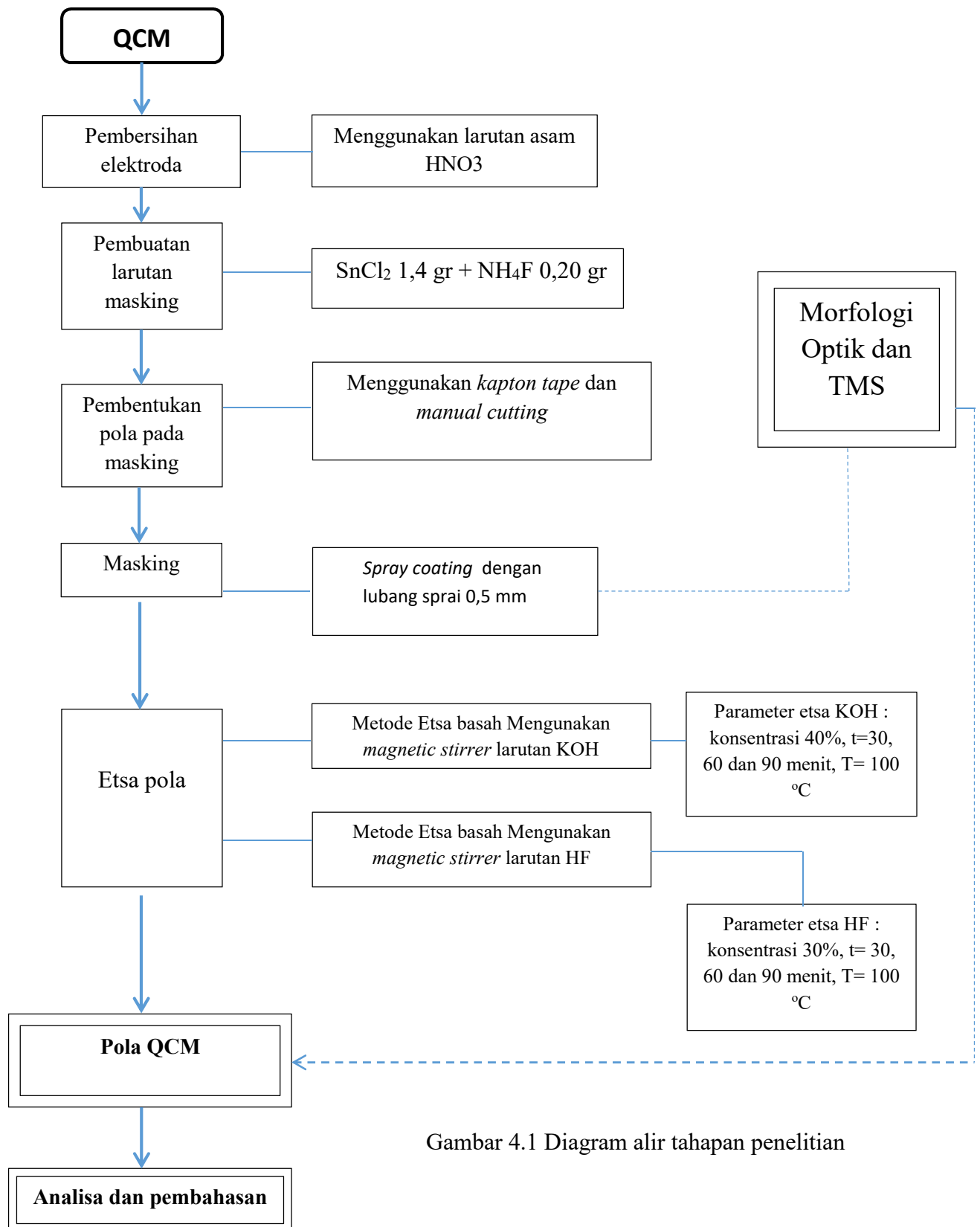
Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ultrasound bath branson 2510, TMS, hot plate, tanur, *Spray coating*, mikroskop optik, timbangan digital, dan unit computer/laptop.

##### **4.2.2 Bahan**

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah QCM, HNO<sub>3</sub>, HF (PA), KOH (PA) Acetone, Etanol (PA) Aquades, NH<sub>4</sub>F dan serbuk SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O.

#### **4.3 Prosedur Penelitian**

Tahapan penelitian secara keseluruhan yang akan dilakukan ditunjukkan dalam blok diagram pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Diagram alir tahapan penelitian

### 4.3.1 Persiapan sensor

Sensor QCM yang digunakan memiliki elektroda yang terbuat dari perak. Biasanya pada awal pembelian, Sebelum dilakukan modifikasi permukaan QCM dibersihkan terlebih dahulu dengan menggunakan alat ultrasound bath branson 2510 dengan etanol dan aquades.

### 4.3.2 Pembersihan elektroda

Sebelum dilakukan modifikasi, elektroda pada QCM harus dihilangkan terlebih dahulu menggunakan larutan asam HNO<sub>3</sub> dengan cara diusapkan menggunakan *cotton bud* hanya pada bagian elektroda sampai elektroda benar-benar hilang, kemudian QCM dibersihkan menggunakan aquades dan etanol dengan cara direndam.

### 4.3.3 Pembuatan larutan SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O

Larutan SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O dengan konsentrasi 8% dibuat dengan cara melarutkan padatan SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O + NH<sub>4</sub>F dalam etanol sebagai pelarut.

Penentuan konsentrasi yang digunakan berdasarkan perumusan berikut:

$$\text{Konsentrasi (\%)} = \frac{\text{Massa SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O (gram)} + \text{Massa NH}_4\text{F (gram)}}{\text{Volume pelarut (ml)}} \times 100$$

Padatan  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  selanjutnya dimasukkan ke dalam botol dan dilarutkan dengan pelarut  $\text{NH}_4\text{F}$  dengan mengkondisikan botol tertutup rapat untuk menghindari terjadinya penguapan. Untuk mempercepat proses pelarutan, campuran  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dapat dilarutkan dengan bantuan alat ultrasound bath branson 2510 selama 20 menit dan diperoleh larutan timah berwarna putih pekat.

#### **4.3.4 Pembuatan Pola *masking***

Pembuatan profil *masking* diatas  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  menggunakan *manual cutting* dengan menempelkan kapton tape yang telah dibuat pola dengan alat *papper cutting* sebelum proses pelapisan *masking*  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

#### **4.3.5 Pelapisan**

Pembuatan *masking* pada QCM menggunakan larutan  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Proses pelapisan *masking*  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan menggunakan alat Spray dengan konsentrasi  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  8%. Pelapisan dilakukan dengan cara menyemprot  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  pada spesimen dengan jarak 10-15 cm dari permukaan spesimen dengan kondisi tegak.

#### **4.3.6 Pemanasan**

Pemanasan dilakukan sebanyak tiga kali. Pemanasan pertama dilakukan pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 20-30 menit, pemanasan tersebut dilakukan setelah penghilangan elektroda yang bertujuan untuk mengeringkan spesimen.

Pemasanan kedua dilakukan setelah pelapisan  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebagai *masking* yang bertujuan untuk merekatkan lapisan  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  pada spesimen dengan suhu 300-350 °C menggunakan tanur selama 1 jam. Pemanasan ketiga dilakukan setelah tahap etsa, yang bertujuan untuk mengeringkan spesimen agar tidak ada lagi sisa larutan etsa yang bereaksi.

#### 4.3.7 Etsa Pola

QCM  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan *masking* pola yang telah terbentuk kemudian di etsa dengan varian dua larutan berbeda dan parameter yang berbeda dengan teknik etsa basah menggunakan alat hot plate.

Proses etsa yang pertama menggunakan larutan KOH dengan konsentrasi larutan KOH 40% dilarutkan dengan aquades. Panaskan air menggunakan hot plate hingga suhu 100 °C dan selanjutnya rendam QCM-larutan etsa pada hot plate/magnetic stirrer. Parameter yang harus diatur diantaranya adalah suhu yang diusahakan tetap stabil pada 100 °C dan lama waktu perendaman 30, 60 dan 90 menit.

Proses etsa yang kedua menggunakan larutan HF dengan konsentrasi larutan HF 30% dilarutkan dengan aquades. Panaskan air menggunakan hot plate hingga suhu pada 100°C dan selanjutnya perendaman QCM-larutan pada hot plate/magnetic stirrer. Parameter yang harus diatur diantaranya adalah suhu yang diusahakan tetap stabil pada 100°C dan lama waktu perendaman 30,60 dan 90 menit.

Membersihkan sisa *masking*  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  menggunakan larutan kimia  $\text{HNO}_3$  dengan cara diusap pada bagian yang akan dihilangkan dan dilanjutkan dengan perendaman dengan aquades selama 15 menit untuk membersihkan sisa *masking*.

Kemudian QCM-profil di sterilkan dengan proses perendaman dengan larutan ethanol selama 30 menit dan dikeringkan dengan dipanaskan pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Selanjutnya dilakukan evaluasi morfologi menggunakan mikroskop optik untuk melihat profil yang terbentuk dan dilanjutkan dengan pengamatan melakukan TMS untuk mengamati permukaan dan tingkat kedalaman profil etsa QCM.