

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada Oktober 2014 sampai dengan April 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik/Kimia Fisik Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung. Sementara karakterisasi dilaksanakan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada, Yogyakarta; Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) dan Pusat Studi Teknologi Bahan Maju (PSTBM) BATAN Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, Banten.

B. Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca digital merek KERN ABT 220-4M (Jerman), botol kaca, corong, bola penghisap, labu ukur, gelas beker, gelas ukur, pipet tetes, batang magnet, *stirrer*, gelas petri, *hair dryer*, oven, *sonic cleaner*, tabung reaksi yang dilengkapi rak dan pipet ukur 0,5 ml; 1 ml serta 5 ml. Sedangkan untuk karakterisasi sampel menggunakan XRD merek PANalytical Empyrean PIXcel^{1D} (Belanda), SEM yang dilengkapi dengan EDS merek HITACHI seri SU3500 (Jepang), TEM

yang dilengkapi SAED merek JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0 (Jepang) dan uji ulasan spektrofotometer UV-Vis menggunakan Cary 100 versi 12.00 (Amerika Serikat).

Sementara itu, bahan yang digunakan adalah titanium isopropoksida $[\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4]$ 97% merek Aldrich, 2-propanol pro alanisis (isopropanol) merek Merck, asam sulfat (H_2SO_4) 96% merek Aldrich, tween-80 merek Merck, aquabides merek IPHA Laboratories, *methylene blue* (MB) merek Merck, tisu dan plastik *press*.

C. Prosedur Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini terdiri atas beberapa tahapan antara lain sintesis S-TiO₂, kalsinasi, karakterisasi sampel dengan menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, SEM untuk mengetahui morfologi mikrostruktur dan TEM untuk mengetahui distribusi ukuran kuantitatif sampel. Adapun secara terperinci tahapan-tahapan proses tersebut dapat diterangkan lebih lanjut.

1. Sintesis S-TiO₂

Untuk memperoleh TiO₂ dilakukan dengan mensintesis hasil pencampuran antara tween-80, isopropanol, titanium isopropoksida dengan kemurnian 97% dan H₂SO₄ 96% dengan komposisi tertentu. Dalam hal ini isopropanol berfungsi sebagai pelarut dan H₂SO₄ berfungsi sebagai sumber doping sulfur. Adapun proses sintesis tersebut dilakukan dengan terlebih

dahulu menimbang tween-80 yang berbentuk larutan ke dalam botol untuk diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 menit. Selanjutnya dilakukan pengukuran isopropanol menggunakan labu ukur. Hasil pengukuran tersebut kemudian dicampurkan ke botol dan pengadukan dilanjutkan selama 10 menit. Setelah itu, titanium isopropoksida dicampurkan ke dalam botol menggunakan pipet ukur dan bola hisap. Pipet ukur tidak boleh dibiarkan terlalu lama bersentuhan dengan udara ketika sedang memindahkan titanium isopropoksida. Hal tersebut dikarenakan ketika terlalu lama bersentuhan dengan udara maka titanium isopropoksida akan berubah menjadi padatan putih seperti salju. Lalu pengadukan dilanjutkan selama 20 menit sebelum akhirnya dicampur dengan H_2SO_4 1M. H_2SO_4 dicampurkan ke dalam botol menggunakan pipet ukur dan bola hisap dengan variasi komposisi sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Perbandingan komposisi bahan untuk sampel S-TiO₂

Sampel	Tween-80 (gr)	Isopropanol (ml)	Titanium Isopropoksida (ml)	H ₂ SO ₄ (ml)
A	0	40,15	3,4	0
B	2	40,15	3,4	5
C	4	40,15	3,4	5
D	6	40,15	3,4	5
E	8	40,15	3,4	5

Pengadukan saat pencampuran H_2SO_4 dilakukan selama 12 jam sehingga diketahui perbedaan tingkat kekeruhan di antara kelima sampel A, B, C, D dan E. Setelah keempat bahan tercampur maka selanjutnya dilakukan

pengeringan menggunakan oven pada suhu ~ 70 °C selama 24 jam sampai terbentuk serbuk TiO₂.

2. Kalsinasi

Proses kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan zat-zat lain yang terdapat pada bubuk TiO₂ seperti isopropanol dan kadar uap air (H₂O) yang berlebih. Kalsinasi dilakukan menggunakan *furnace* selama 10 jam pada suhu 400 °C yang bertujuan untuk meningkatkan porositas. Adapun proses kalsinasi sampel dilakukan secara bertahap. Mula-mula sampel dimasukkan ke dalam *furnace* pada suhu awal 0 °C sampai dengan 120 °C dengan kenaikan suhu 1 °C/menit. Kemudian *furnace* dibiarkan konstan pada suhu 120 °C selama 1 jam dengan tujuan untuk menghilangkan kadar uap air. Setelah itu, suhu dinaikkan 1 °C/menit hingga mencapai suhu 200 °C. Pada suhu tersebut, *furnace* kembali dibiarkan konstan selama 1 jam untuk menghilangkan zat-zat lain yang berlebih. Kemudian suhu kembali dinaikkan 1 °C/menit hingga mencapai suhu 400 °C. Selanjutnya, *furnace* dibiarkan konstan pada suhu 400 °C selama 10 jam hingga diperoleh padatan TiO₂.

3. Karakterisasi S-TiO₂

Adanya penelitian terkait nanomaterial ini tidak lepas dari adanya pengukuran atau karakterisasi. Karakterisasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui bahwa nanomaterial yang telah disintesis sudah

mencapai skala nano. Selain itu, karakterisasi diharapkan mampu menunjukkan sifat-sifat fisika maupun kimia nanomaterial tersebut. Skala nano sangat berpengaruh terhadap sifat fisika maupun kimia karena mampu menghasilkan sifat-sifat baru yang berbeda dari material sejenis dengan ukuran yang lebih besar. Proses karakterisasi TiO₂ ini dilakukan dengan menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, SEM untuk mengetahui morfologi mikrostruktur dan TEM untuk mengetahui distribusi ukuran kuantitatif struktur mikronya. Kombinasi ketiganya akan memberikan hasil yang mengkonfirmasi ukuran material sudah dalam skala nano atau belum.

a. Karakterisasi XRD

Karakteristik XRD merupakan proses yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal suatu sampel. Proses karakterisasi ini dilakukan dengan menggunakan alat XRD merek PANalytical Empyrean PIXcel^{1D}. Hal pertama yang dilakukan dalam proses karakterisasi ini adalah meletakkan sampel bubuk yang telah dibuat ke dalam tempat cuplikan dan diratakan dengan menggunakan kaca. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam difraktometer yang akan menembakkan sinar-X melalui berbagai sudut hingga diperoleh data kuantitatif pada sudut tertentu. Data tersebut kemudian disimpan dalam format xxx.xy (ekstensi xy) yang selanjutnya digunakan untuk menggambar grafik dengan Matlab 2009a. Selanjutnya data diolah menggunakan perangkat lunak PCPDFWin, Origin 8 dan Rietica.

b. Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM merupakan suatu proses yang bertujuan untuk melihat morfologi struktur mikro dari suatu material. Proses ini terdiri atas tahapan preparasi dan tahapan pengamatan struktur mikro. Pada tahapan preparasi untuk karakterisasi SEM terdiri atas persiapan sampel dan *coating* (pelapisan emas).

Persiapan sampel merupakan tahapan awal dalam preparasi SEM. Proses ini dilakukan dengan cara menyiapkan kelima sampel yang akan dikarakterisasi dan kelima sampel tersebut diletakkan pada *double tape* karbon yang menempel pada *stub* atau pemegang cuplikan dengan menggunakan pinset sehingga tangan tidak menyentuh permukaan sampel secara langsung. Kemudian dibentuk sesuai dengan permukaan *stub* atau pemegang cuplikan yang digunakan yaitu berupa lingkaran.

Proses selanjutnya setelah sampel selesai dipersiapkan yaitu *coating*. Proses *coating* ini dilakukan pada sampel yang tidak bersifat konduktif. Proses *coating* dilakukan dengan cara meletakkan *stub* yang berisi sampel ke dalam DC *sputtering*. Pada proses ini sampel dilapisi dengan emas dengan tujuan agar struktur mikro sampel mampu teridentifikasi ketika dikarakterisasi karena emas bersifat konduktif.

Setelah sampel selesai dipersiapkan maka sampel telah siap untuk dikarakterisasi dengan alat SEM yang dilengkapi dengan EDS merek HITACHI seri SU3500. Adapun hal pertama yang dilakukan dalam melakukan karakterisasi dengan menggunakan alat SEM yaitu memasukkan sampel ke dalam alat SEM yang telah divakumkan sebelumnya. Selanjutnya, dilakukan pengaturan tegangan dan skala perbesaran sesuai dengan yang diinginkan. Kemudian dilakukan penentuan fokus dan daerah yang akan dilakukan pengujian. Setelah proses selesai maka hasil foto siap untuk dicetak.

c. Karakterisasi TEM

Karakterisasi TEM merupakan suatu proses yang bertujuan untuk mengetahui distribusi ukuran kuantitatif struktur mikro dari suatu material. Resolusi TEM yang tinggi mampu menunjukkan ukuran material hingga skala nano. Selain itu, resolusi tinggi pada TEM juga dapat menentukan lokasi atom-atom di dalam sampel. Sampel yang dikarakterisasi harus dibuat setipis mungkin agar mampu tertembus elektron. Material yang terlalu tebal menyebabkan elektron tidak mampu menembus sampel sehingga gambar yang diperoleh tidak ada.

Proses karakterisasi diawali dengan mencampurkan sampel dengan dispersan. Terdapat tiga dispersan yang umumnya digunakan antara lain aquabides, etanol dan aseton yang disesuaikan dengan identitas sampel. Selanjutnya, sampel diletakkan pada *grid* atau substrat yang

diketahui memiliki lubang-lubang tak kasat mata. Setelah sampel selesai dipersiapkan maka sampel telah siap untuk dikarakterisasi dengan alat TEM yang dilengkapi SAED merek JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0. Mula-mula sampel dimasukkan ke dalam alat TEM yang telah divakumkan sebelumnya. Kemudian dilakukan pengaturan tegangan sehingga elektron mampu menembus daerah terang atau lubang-lubang tak kasat mata pada grid. Kemampuan elektron tersebut yang selanjutnya digunakan untuk menunjukkan daerah sampel. Setelah itu, dilakukan penentuan fokus dan daerah yang akan dilakukan pengujian sehingga diperoleh hasil foto dengan skala pengukuran tertentu. Hasil foto tersebut dapat diolah untuk menentukan distribusi ukuran partikel menggunakan program ImageJ.

ImageJ merupakan sebuah program pengolahan gambar digital berbasis bahasa Java. ImageJ dapat menampilkan, mengedit, menganalisis, memproses, menyimpan dan mencetak warna 8 bit dan skala keabuan, 16 bit integer serta 32 bit. ImageJ mulai dikembangkan oleh Wayne Rasband di NIH pada tahun 1997. Program ini dapat membaca gambar dengan format TIFF, PNG, GIF, JPEG, BMP, DICOM, FITS dan RAW. ImageJ dapat digunakan untuk menghitung luas dan nilai statistik piksel objek dengan intensitas tertentu. Selain itu, program ini dapat digunakan untuk mengukur jarak dan sudut. Program ini mendukung standar fungsi pengolahan gambar seperti operasi logika dan aritmatika antara gambar, operasi biner, manipulasi kontras, analisis Fourier (FFT), mempertajam, memperhalus dan

mendeteksi tepi. Program ini hanya dibatasi oleh memori yang tersedia. Dalam hal ini, penentuan distribusi ukuran partikel dilakukan dengan terlebih dahulu melakukan pengukuran skala atau ukuran piksel pada batang skala gambar. Pengukuran dimulai dengan membuat garis lurus pada batang skala yang digunakan sebagai skala acuan melalui *toolbar analyzer* dan memilih *set scale*. Setiap butiran sampel dihitung sebanyak empat kali pengulangan yaitu vertikal, horizontal dan diagonal. Selanjutnya, hasil pengukuran dapat diperoleh dengan menggunakan *toolbar analyzer* dan memilih *set measurement*.

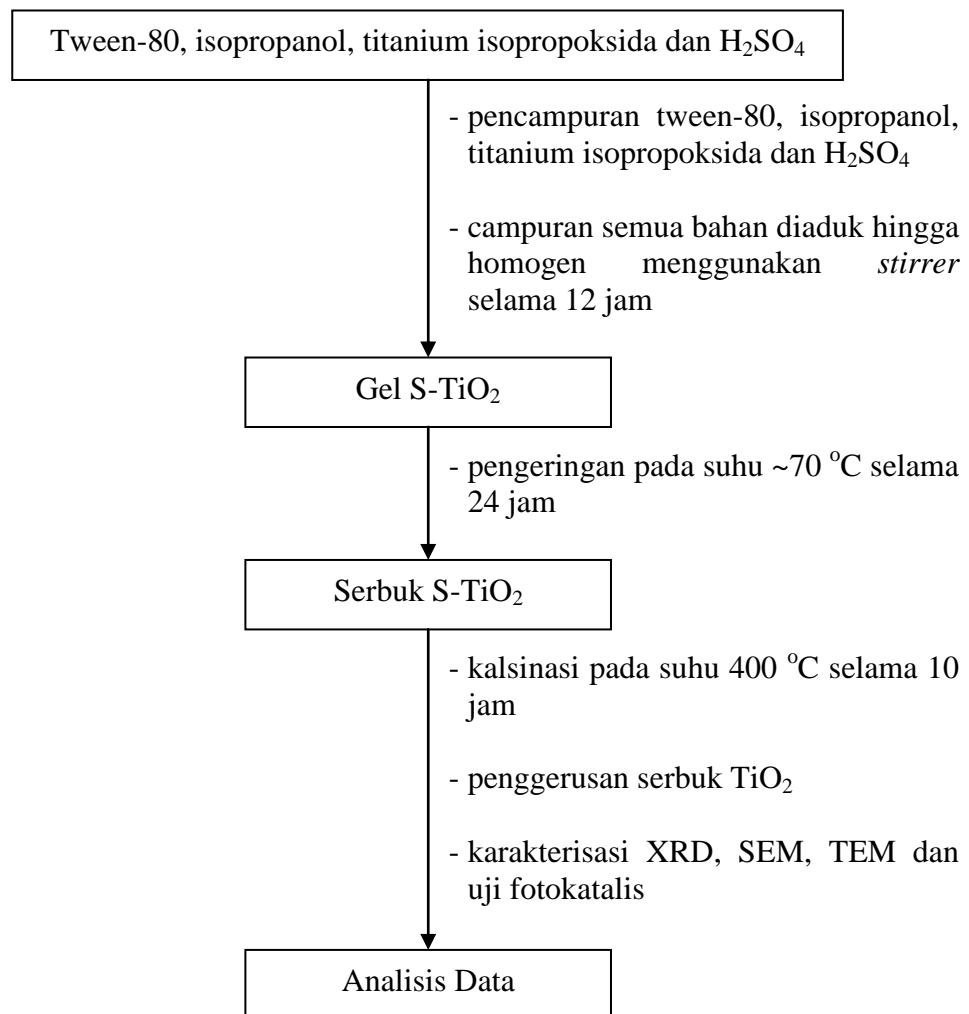
d. Uji Fotokatalis

Uji fotokatalis bertujuan untuk mengetahui sifat katalis sampel, dimana dalam proses tersebut memerlukan bantuan energi foton atau cahaya seperti cahaya matahari dan lampu UV. Uji fotokatalis dilakukan dengan membuat larutan 10 ppm. Pada pembuatan larutan tersebut dibutuhkan *methylene blue* 2 mg yang dilarutkan dengan aquades ke dalam labu ukur berkapasitas 200 ml. Setelah itu, larutan diaduk menggunakan *stirer* hingga homogen. Kemudian, ditambahkan 0,4 gr S-TiO₂ ke dalam larutan tersebut dan diaduk kembali di bawah penyinaran lampu UV Ultra Vitalux 230 E27 Osram. Selanjutnya, dilakukan pengambilan larutan sebanyak 20 ml setiap 15 menit selama 1 jam. Selain itu, dilakukan pula pengujian dengan metode yang sama di bawah sinar matahari pada pukul 11.30-12.30 WIB. Percobaan

yang sama juga dilakukan dengan menggunakan TiO_2 untuk mengganti S- TiO_2 . Keseluruhan larutan yang telah disinari selanjutnya diuji *scan* spektrofotometer UV-Vis menggunakan Cary 100 versi 12.00 untuk memperoleh data absorbansi pada panjang gelombang tertentu.

D. Diagram Alir Penelitian

Secara sederhana diagram alir dari metode penelitian ini tampak seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian S- TiO_2