

III. PROSEDUR PERCOBAAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Agustus 2012 sampai dengan Desember 2012, di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Pusat Survey Geologi, Bandung dan karakterisasi SEM serta UV-Vis dilakukan di Laboratorium Biomasa Kimia FMIPA Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

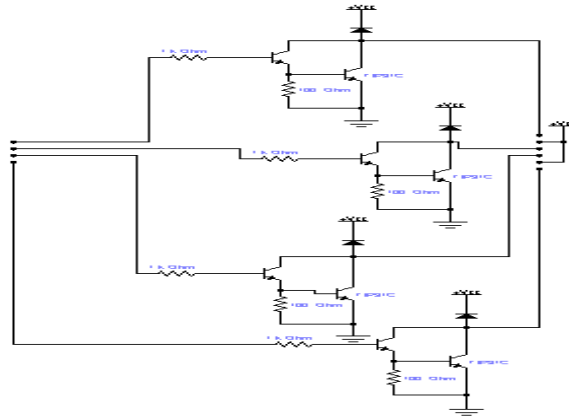
1. Alat

Adapun peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah beaker gelas 250 ml, magnetik stirrer, gelas ukur, pipet tetes, lemari pendingin, tisu, dan plastik penutup beaker gelas (plastik press).

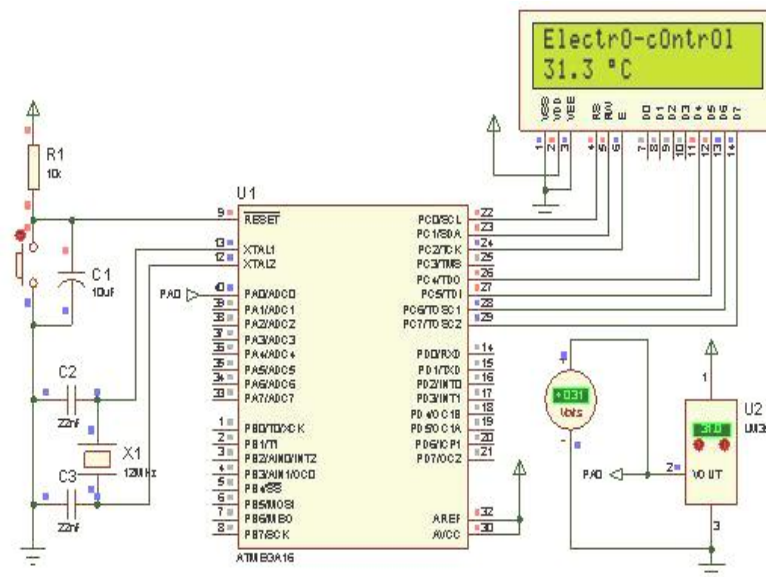
2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium (IV) isopropoxide ($\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4$, 97 %, Aldrich), etanol (99,9 %), acetic acid (99 %), aquades, detergen, kaca preparat, motor stepper, mikrokontroler ATMEGA 16, resistor, transistor, kabel pelangi, PCB, header, adaptor dan dioda.

Gambar 3.1 dan Gambar 3.2 merupakan rangkaian motor stepper dan rangkaian mikrokontroler ATMEGA 16.



Gambar 3.1. Rangkaian motor stepper.



Gambar 3.2. Rangkaian mikrokontroler ATMEGA 16.

C. Prosedur Eksperimen

Langkah-langkah dalam pembuatan lapisan tipis TiO₂ adalah:

1. Preparasi substrat kaca preparat

Langkah-langkah dalam mempreparasi kaca preparat adalah:

- a) Mencuci substrat kaca preparat dengan detergen, kemudian dibilas dengan aquades.
- b) Membersihkan seluruh permukaan substrat kaca dengan aseton.
- c) Mengeringkan substrat kaca preparat di ruangan bebas udara kotor.
- d) Membungkus kaca preparat dengan alumunium foil agar tetap bersih.

2. Preparasi Larutan

Langkah-langkah pada preparasi larutan adalah:

- a) Menyiapkan larutan titanium (IV) isopropoxide sebanyak 9 ml, ethanol sebanyak 180 ml, acetic acid sebanyak 3,8 ml, dan aquades sebanyak 1 ml.
- b) Mencampurkan etanol, aquades, dan acetic acid pada beaker gelas 250 ml dan menambahkan titanium (IV) isopropoxide secara perlahan.
- c) Mengaduk campuran bahan dengan magnetik stirrer selama 16 jam dengan beaker glass ditutup dengan plastik press.
- d) Mendinginkan campuran bahan pada lemari es selama 3 hari pada suhu 4 °C.

3. Pembuatan Lapisan Tipis TiO₂

Penumbuhan film TiO₂ dilakukan dengan metode pelapisan celup. Percobaan ini dimulai dengan membuat larutan campuran 180 ml etanol, 3,8 ml acetic acid, dan 1 ml aquades di dalam beaker gelas 250 ml. Kemudian menambahkan titanium (IV) isopropoxide secara perlahan. Selanjutnya campuran diaduk dengan magnetic stirrer selama 16 jam dan didinginkan selama 3 hari pada suhu 4 °C pada lemari pendingin. Proses pelapisan kaca dilakukan dengan metode pelapisan celup. Lama waktu penarikan dikontrol secara elektronika dengan menggunakan motor dinamo. Proses pelapisan dilakukan selama 6 kali pencelupan dengan lama pencelupan masing-masing 10 menit. Setelah dilakukan proses pelapisan, sampel dikeringkan pada suhu 120 °C dan dikalsinasi selama 4 jam pada temperatur 500 °C. Proses pembuatan lapisan tipis TiO₂ ditunjukkan pada Gambar 3.3.



(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 3.3. Proses pembuatan lapisan tipis TiO₂, (a) pencampuran bahan, proses penarikan sampel, (c) proses pengeringan dan (d) proses kalsinasi.

Tabel variasi pembuatan lapisan tipis TiO₂ ditunjukkan pada Tabel 3.1 dibawah ini.

Tabel 3.1. Variasi pembuatan lapisan tipis TiO₂

Nama Sampel	Lama Pencelupan (menit)	Waktu Penarikan (menit)
A	10	1
B	10	2
C	10	3
D	10	4
E	10	5
F	10	6

Langkah-langkah yang dilakukan dalam pembuatan lapisan tipis TiO₂ yaitu:

1. Menyiapkan substrat kaca yang telah dibersihkan.
2. Menyiapkan alat pelapisan celup.
3. Meletakkan substrat kaca pada alat pelapisan celup.
4. Pencelupan dilakukan selama 6 kali dengan variasi waktu yang berbeda, yaitu 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 menit.
5. Mengeringkan substrat kaca dengan oven pada suhu 120 °C.
6. Substrat kaca dikalsinasi pada temperatur 500 °C selama 4 jam.

D. Karakterisasi dengan XRD

Untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dari lapisan tipis TiO₂ dilakukan karakterisasi XRD. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Pusat Survey Geologi, Bandung menggunakan *PANalytical Type X'Pert PRO Pw 3040/xo*.

Langkah-langkah yang dilakukan untuk memperoleh pola difraksi sampel adalah:

1. Tegangan dan arus yang digunakan sebesar 30 kV dan arus 30 mA dengan panjang gelombang (λ) logam target Cu sebesar 1,54506 Å.

2. Memasang celah divergen pada 1° .
3. Memilih rentang data difraksi (θ) dalam rentang 20° - 80° dengan ukuran langkah $0,05^\circ$ dan waktu per step adalah 1 detik.
4. Mengambil data difraksi, sedangkan pola difraksi sampel dapat diperoleh secara langsung dari komputer.

E. Karakterisasi dengan SEM

Untuk mengetahui struktur mikro dari lapisan tipis TiO_2 dilakukan karakterisasi SEM. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Biomassa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung menggunakan *Carl Zeis Type EVO MA 10*.

Langkah-langkah pengambilan gambar dalam uji SEM adalah:

1. Menyiapkan sampel yang akan di analisa kemudian merekatkannya pada *specimen holder*.
2. Membersihkan sampel yang sudah dipasang pada *holder* dengan *hand blower*.
3. Memasukkan sampel dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis berupa gold-paladium selama empat menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Memasukkan sampel dalam *specimen chamber* (ruang sampel). Pengamatan gambar pada layar SEM dengan mengatur perbesaran sesuai yang diinginkan.
5. Pemotretan gambar.

F. Analisis Sifat Optis

Untuk mengukur parameter sifat optis dari lapisan tipis TiO₂ menggunakan spektrometer UV-Vis yg dilakukan di Laboratorium Biomassa Kimia Jurusan Kimia Universitas Lampung menggunakan *Varian Type Cary 50*. Pada pengukuran parameter sifat optis didapatkan data berupa panjang gelombang maksimum dan besarnya nilai absorbansi dari masing-masing sampel lapisan tipis TiO₂.

G. Pengukuran Resistivitas Sampel

Untuk mengetahui resistivitas lapisan tipis TiO₂ dilakukan pengukuran resistivitas (ρ) sampel dilakukan. Pengujian dilakukan menggunakan metode pengukuran empat titik (*four probe*). Pada metode ini probe diletakkan pada garis lurus sejajar diatas permukaan sampel, dengan mengalirkan arus I melalui dua elektroda terluar dan tegangan V diukur melalui dua elektroda terdalam.

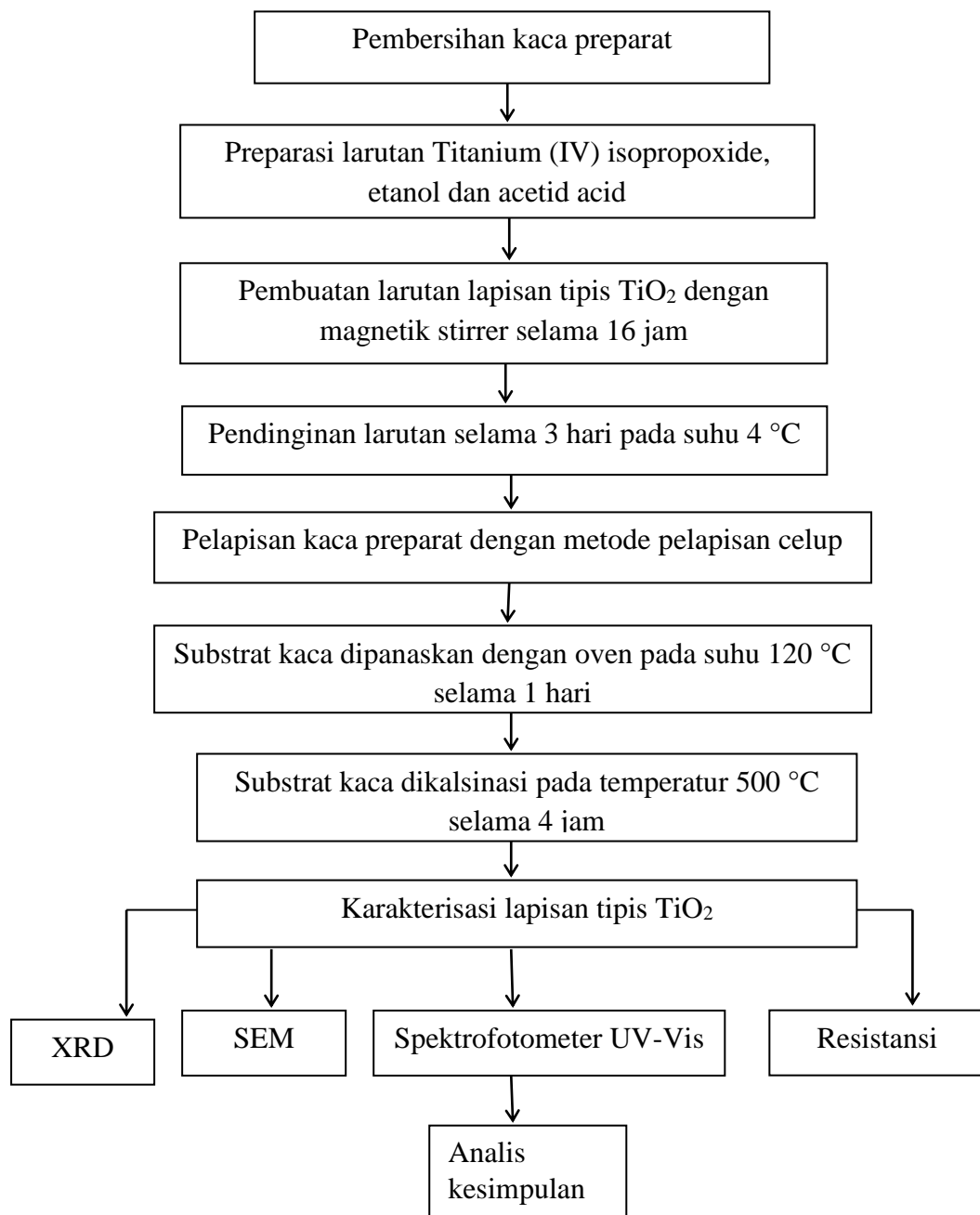
Langkah-langkah pengukuran sampel adalah sebagai berikut:

1. Menghubungkan empat buah kawat tembaga dengan empat buah elektroda pada permukaan sampel menggunakan pasta perak tipe ESL 9912A sebagai kontak ohmik dengan posisi sejajar.
2. Menghubungkan empat buah kawat dengan empat buah elektroda pada papan PCB.
3. Menghubungkan dua elektroda terluar dengan sumber tegangan dan amperemeter untuk mengetahui arus I yang mengalir dan menghubungkan dua elektroda terdalam dengan voltmeter untuk mengetahui tegangannya.

4. Mengukur besarnya arus I yang mengalir dan besarnya tegangan, sehingga nilai resistivitasnya dapat dihitung dengan persamaan (2.1).

H. Diagram Alir Penelitian

Secara sederhana diagram alir penelitian pembuatan lapisan tipis TiO₂ sebagai pengaruh waktu penarikan dapat dilihat pada Gambar 3.4 di bawah ini.



Gambar 3.4. Diagram alir penelitian.