

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni 2012 sampai Desember 2012 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Biomassa FMIPA Universitas Lampung dan Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Pasteur Bandung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat

Dalam penelitian ini alat yang digunakan antara lain: timbangan, *beaker glass*, *magnetic stirrer*, *mortal* dan *pestle*, cawan tahan panas, penekan hidrolik, *oven*, *furnace*, multimeter, solder, lampu UV Osram 300 V, serta karakterisasi sampel menggunakan XRD merk Shimadzu XD 610, menggunakan SEM-EDS (Model EVO MO 10 ZEISS) dan uji fotokatalis menggunakan Spektrometer UV-VIS.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ (titanium butoksida) dengan kemurnian 99% dari *aldrich*, HCl dengan kadar 37%, dan

C₄H₉OH (butanol), sekam padi, KOH 5%, kertas saring, tisu, aluminium foil dan kertas label.

C. Prosedur Kerja

Adapun langkah-langkah yang dilakukan adalah pembuatan serbuk TiO₂, preparasi komposit TiO₂/SiO₂, *pressing*, *kalsinasi*, karakterisasi struktur menggunakan XRD, analisis mikrostruktur dan analisis elemental menggunakan SEM-EDS, serta uji fotokatalis menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis.

1. Preparasi Sol TiO₂

Pembuatan sol TiO₂ diawali dengan pencampuran bahan titanium butoksida dengan kemurnian 99%, HCl dengan kadar 37%, dan butanol. Pencampurannya dilakukan dengan perbandingan molar 1:0,2:4,2. Dalam hal ini butanol berfungsi sebagai pelarut dan HCl sebagai katalis. Selanjutnya semua bahan yang telah dicampur di *stirr* selama 12 jam pada suhu kamar dengan penambahan HCl sebanyak 40 µl/jam.

Dalam penelitian ini sampel TiO₂ yang dibuat sebanyak 6 sampel dengan perbandingan komposisi antara titanium butoksida, butanol dan HCl 20: 50: 0,48 ml secara berturut-turut.

2. Preparasi Silika Sol dari Sekam Padi

Langkah awal dalam sintesis nanopartikel titania-silika adalah mendapatkan filtrat (silika sol) dari sekam padi. Untuk mendapatkan filtrat (silika *sol*) dari sekam padi dapat dilakukan melalui proses ekstraksi. Namun sebelum melakukan proses

tersebut, sekam padi terlebih dahulu dibersihkan dari senyawa-senyawa organik dengan cara mencuci sekam padi dengan air hingga bersih dan merendamnya. Kemudian sekam padi yang telah tenggelam diambil sebab kandungan silikanya relatif tinggi dan direndam kembali dengan air panas selama 6 jam. Setelah itu, sekam padi pilihan siap untuk diekstraksi menjadi filtrat dengan cara melarutkannya sebanyak 50 g dengan larutan KOH 5% di dalam *beaker glass* dan diaduk hingga sekam padi tenggelam dalam larutan tersebut. Selama proses pengadukan campuran tersebut, perlu dilakukannya pemanasan selama 30 menit menggunakan kompor listrik. Proses pelarutan dan pemanasan, berguna untuk memperoleh hasil ekstraksi yang optimal. Setelah pemanasan selesai, silika *sol* disaring menggunakan saringan. Hasil penyaringannya (silika *sol*) dituangkan ke dalam *beaker glass* dan dilakukan proses penjenuhan (penuaan) selama 24 jam agar memperoleh silika *sol* ($\text{Si}(\text{OH})_4$) yang homogen.

3. Sintesis Komposit Titania-Silika

Sintesis komposit titania-silika dilakukan dengan metode sol-gel dimana titania sol dan silika sol dicampur dengan perbandingan molar 1:1, 1:0,25, 1:0,20, 1:0,10, 1:0,05, 1:0,01. Dengan perbandingan molekul seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Perbandingan komposisi antara titania-silika.

| No | Sampel | Titania (ml) | Silika (ml) |
|----|--------|--------------|-------------|
| 1 | A | 20 | 42 |
| 2 | B | 20 | 10 |
| 3 | C | 20 | 8 |
| 4 | D | 20 | 4 |
| 5 | E | 20 | 2 |
| 6 | F | 20 | 0,5 |

Titania sol dihasilkan dari pencampuran bahan titanium butoksida dengan kemurnian 99%, HCl dengan kadar 37%, dan butanol. Pencampurannya dilakukan dengan perbandingan molar 1:0,2:4,2. Dalam hal ini butanol berfungsi sebagai pelarut dan HCl sebagai katalis. Selanjutnya semua bahan yang telah dicampur di *stirr* selama 12 jam pada temperatur ruangan. Titania *sol* yang dihasilkan kemudian ditambahkan ke dalam larutan silika *sol* sambil di *stirr* selama 3 jam sampai terbentuk *gel*. *Gel* yang terbentuk kemudian didiamkan selama 24 jam agar mengalami penuaan (*aging*) dan dipanaskan pada suhu 120 °C selama 12 jam. Setelah dikeringkan material ditumbuk sampai halus dan dilanjutkan dengan proses pressing dan kalsinasi. Proses kalsinasi berfungsi untuk menghilangkan zat-zat lain yang terdapat pada serbuk TiO₂ seperti butanol, HCl dan kadar uap air (H₂O). *Kalsinasi* dilakukan menggunakan tungku pembakaran, selama 7 jam pada suhu 500 °C, ditahan pada suhu 200 °C selama 3 jam dan waktu naik 1 jam.

4. Karakterisasi Sampel

Sampai saat ini, dimensi kriteria nanometer adalah dalam ukuran kurang dari 100 nm (Saxton, 2007). Karakterisasinya juga dapat memberikan informasi tentang sifat-sifat fisis maupun kimia nanomaterial tersebut. Ini sangat penting karena ketika dimensi material menuju nilai beberapa nanometer (kurang dari 10 nm), banyak sifat fisis maupun kimiawi yang bergantung pada ukuran. Ini menghasilkan sejumlah kekayaan sifat dan peluang memanipulasi atau menggenerasi sifat-sifat baru yang tidak dijumpai pada material ukuran besar (Mikrajuddin, 2009). Untuk keperluan karakterisasi TiO₂ dan komposit TiO₂/SiO₂ dilakukan dengan menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui struktur mikronya.

Kombinasi kedua uji ini akan dapat mengkonfirmasi dengan jelas sampel manakah yang menunjukkan hasil terbaik dari penambahan sol silica terhadap pembuatan nanokomposit titania-silika. Selain itu uji fotokatalis untuk melihat aktivitas fotokatalis meningkat atau tidak.

a. Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi difraksi sinar x bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dengan komposisi dasar pembentuk senyawa keramik mullite setelah dilakukan proses *sintering*. Langkah-langkah untuk melakukan proses karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) adalah:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, yaitu sampel dengan perbandingan 1:1, kemudian direkatkan pada kaca dan dipasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan lilin perekat.
2. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian diletakan pada *sampel stand* dibagian *goniometer*.
3. Memasukkan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “*start*” pada menu komputer, dimana sinar x akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,54 Å.
5. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ

tertentu dapat dicetak oleh mesin *printer*.

6. Mengambil sampel *setelah pengukuran* cuplikan selesai.
7. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t).

Setelah data diperoleh analisis *kualitatif* dengan menggunakan *search match analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan pangkalan data (data base PDF = *Power Diffraction File data base*).

b. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

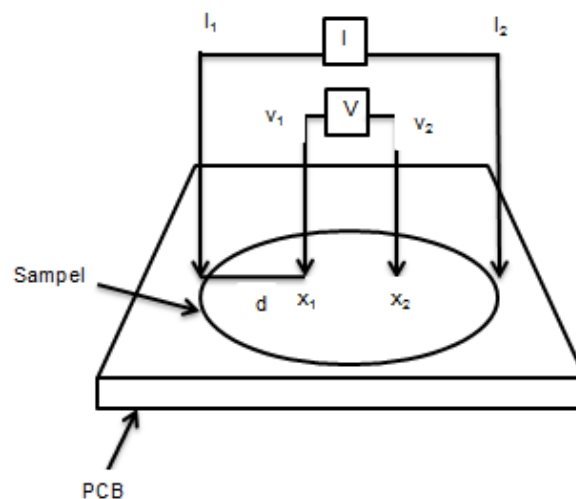
Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur keramik mullite untuk sampel tanpa sintering dan setelah sintering. Langkah-langkah dalam proses SEM adalah:

1. Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacuum column*, dimana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
2. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke satu titik di sampel.
3. sinar elektron tersebut akan dipantulkan ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat signal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.

c. Uji Resistivitas dengan Metode 4 Titik Probe

Pengukuran resistivitas nanokomposit titania silika dengan sampel yang telah dikalsinasi pada suhu 500 °C sebagai material semikonduktor. Adapun langkah pengukuran panas jenis pada sampel sebagai berikut:

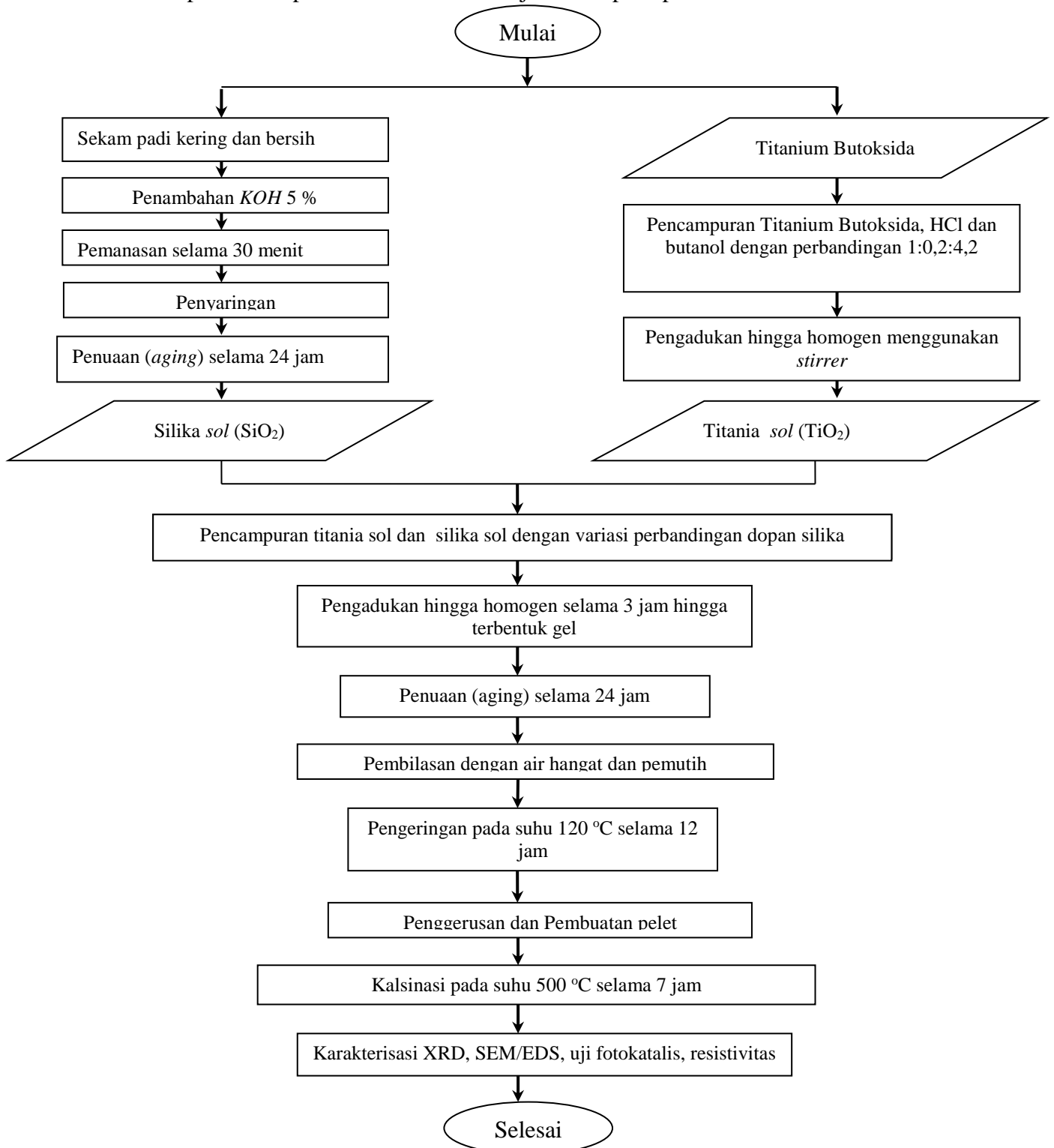
1. Sampel berbentuk bulat komposit titania silika berbasis titanium butoksida dan silika sekam padi sebanyak 6 sampel.
2. Meletakkan dua buah kawat ke permukaan sampel pada posisi sejajar dan dilekatkan menggunakan pasta perak kemudian dipanaskan pada suhu 100 °C.
3. Kawat disambungkan dengan membuat dua buah elektroda pada papan PCB.
4. Menyambungkan elektroda pada sampel ke alat ukur arus/tegangan untuk mengukur arus dan tegangan yang muncul pada masing-masing sampel. Seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Rangkaian pengukuran resistivitas menggunakan metode 4 titik probe.

D. Diagram Alir Penelitian

Preparasi komposit titania-silika ditunjukkan seperti pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Diagram alir pembentukan komposit titania-silika.