

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Mei sampai November 2023 bertempat di Laboratorium Fisika Material Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam serta di Laboratorium Sains Fakultas Pendidikan Teknik dan Kejuruan Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

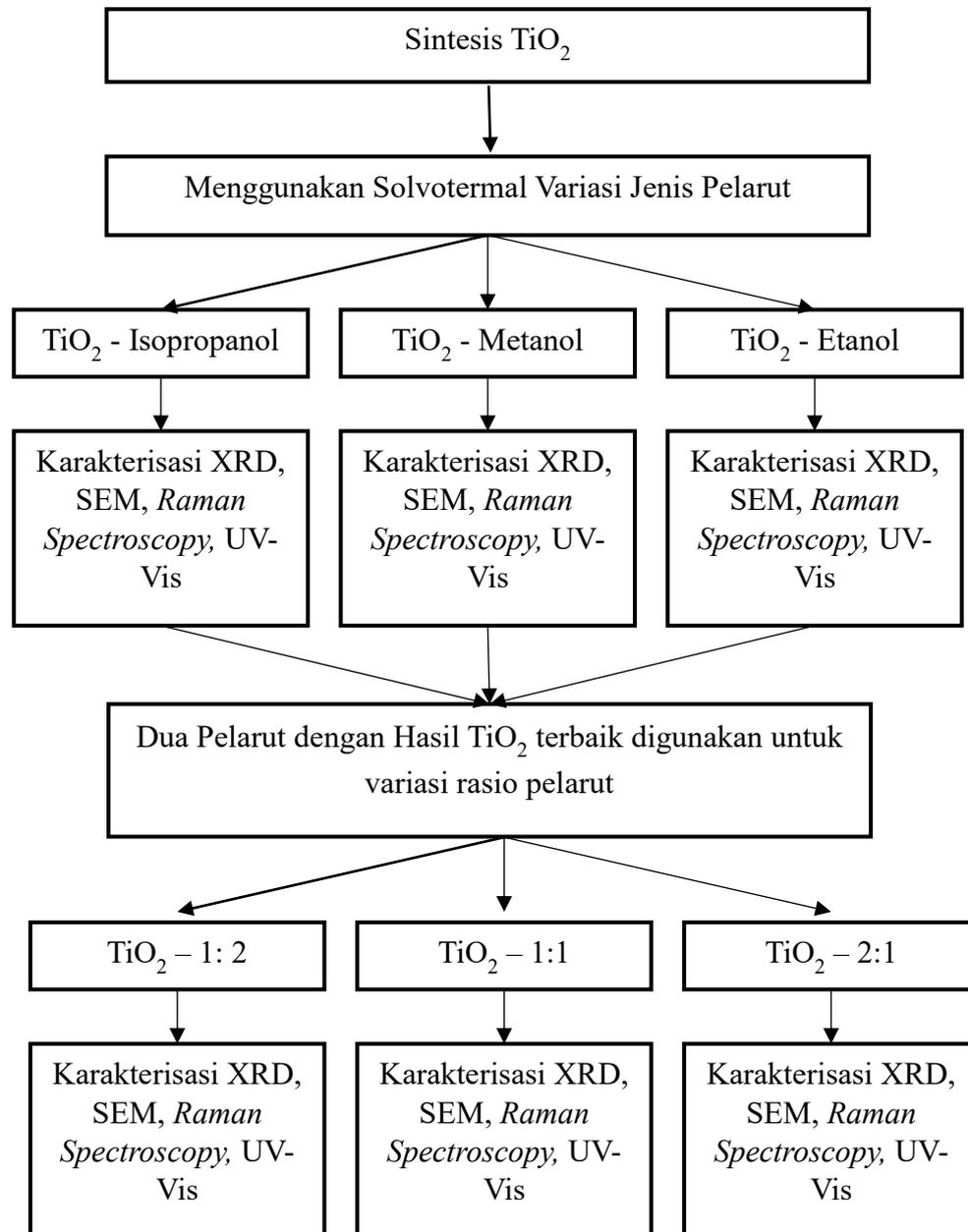
Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beker, spatula, gelas ukur, alu, mortar, autoklaf, teflon, petridish, botol semprot, botol kaca, stirrer dan batang stirrer, sentrifuse, oven laboratorium, *X-Ray Diffraction (XRD)* dengan tipe *Benchtop Powder X-Ray Diffraction (XRD) Instrument*, *Raman Spectroscopy* dengan model DXR2i merek *Thermo Scientific*, *Scanning Electron Microscope (SEM)* SU3500, dan *Ultra-Visible (UV-Vis)* dengan tipe *Double Beam UV/VIS Spectrophotometer DU-8800D/DU-8800DS*.

3.2.2. Bahan

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu titanium (IV) isopropoxide (TTIP) (Sigma-Aldrich 97%) dengan titik didih 73°C, 2-Propanol for analysis (isopropanol) dengan titik didih 82,3°C, methanol for analysis dengan titik didih 64,7°C, ethanol absolute for analysis dengan titik didih 78°C, etanol grade teknis RLC2.003.100, dan acetic acid (Sigma-Aldrich 100%).

3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3. 1 Diagram tahapan penelitian

3.4. Sintesis TiO₂ Menggunakan Metode Solvothermal dengan Variasi Jenis Pelarut

Sintesis TiO₂ dilakukan dengan mencampurkan titanium (IV) isopropoksida sebanyak 0,05 mol sebagai prekursor dengan pelarut sebanyak 50 ml. Variasi pelarut yang digunakan adalah isopropanol, metanol, dan etanol analis. Pencampuran dilakukan di dalam botol kaca dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 400 rpm selama 10 menit. Kemudian ditambahkan *acetic*

Aghisna Nuthfah Anshar, 2024

SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL DENGAN VARIASI PELARUT UNTUK APLIKASI SEL SURYA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

acid sebanyak 6 ml dan diaduk selama 2 jam. Setelah itu, larutan dituang ke dalam teflon dan dimasukkan ke dalam autoklaf untuk selanjutnya dipanaskan di dalam oven selama 8 jam pada suhu 150°C untuk menyelesaikan reaksi. Kemudian endapan putih dari hasil reaksi dicuci menggunakan sentrifuse dengan bantuan etanol teknis sebanyak 3x untuk menghilangkan pengotor. Material hasil pencucian kemudian dikalsinasi di dalam oven pada suhu 110°C selama 8 jam. Hasil TiO₂ dengan menggunakan variasi jenis pelarut isopropanol, metanol, dan etanol selanjutnya masing-masing disebut dengan TiO₂-Isopropanol, TiO₂-Metanol, dan TiO₂-Etanol. Setelah itu, material dihaluskan menggunakan alu dan mortar untuk selanjutnya dilakukan karakterisasi (Kathirvel dkk., 2020).

3.5. Sintesis TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Rasio Pelarut

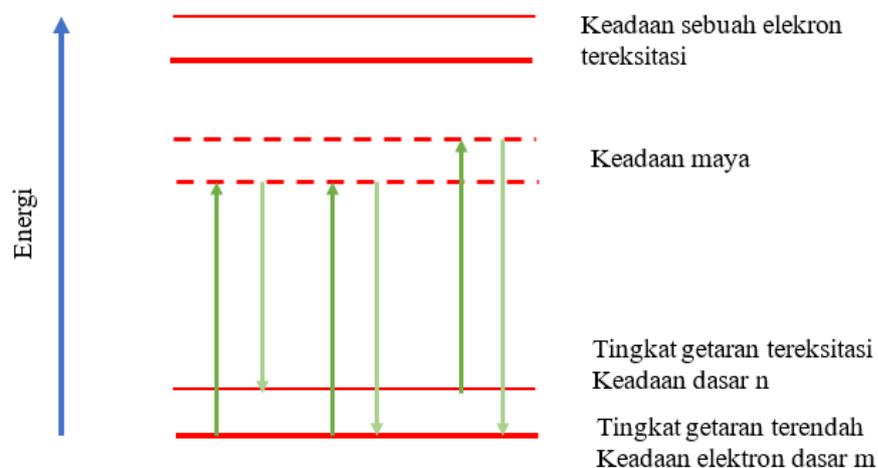
Sintesis TiO₂ dilakukan dengan mencampurkan titanium (IV) isopropoksida sebanyak 0,05 mol sebagai prekursor dengan pelarut 50 ml. Pelarut yang digunakan berupa variasi rasio 1:2, 1:1, dan 2:1 dari jenis alkohol dengan hasil terbaik tahap sebelumnya yaitu etanol terhadap isopropanol. Pencampuran dilakukan di dalam botol kaca dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 400 rpm selama 10 menit. Kemudian ditambahkan *acetic acid* sebanyak 6 ml dan diaduk selama 2 jam. Setelah itu, larutan dituang ke dalam teflon dan dimasukkan ke dalam autoklaf untuk selanjutnya dipanaskan di dalam oven selama 8 jam pada suhu 150°C untuk menyelesaikan reaksi. Kemudian endapan putih dari hasil reaksi dicuci menggunakan sentrifuse dengan bantuan etanol teknis sebanyak 3x untuk menghilangkan pengotor. Material hasil pencucian kemudian dikalsinasi di dalam oven pada suhu 110°C selama 8 jam. Setelah itu, material dihaluskan menggunakan alu dan mortar untuk selanjutnya dilakukan karakterisasi. Hasil TiO₂ variasi rasio pelarut antara etanol dan isopropanol yaitu dengan rasio 1:2, 1:1, dan 2:1 selanjutnya masing-masing disebut dengan TiO₂ – 1:2, TiO₂ – 1:1, dan TiO₂ – 2:1.

3.6. Karakterisasi TiO₂ Variasi Jenis Pelarut dan Variasi Rasio Pelarut

3.6.1. Karakterisasi Struktur dan Fasa Kristal TiO₂

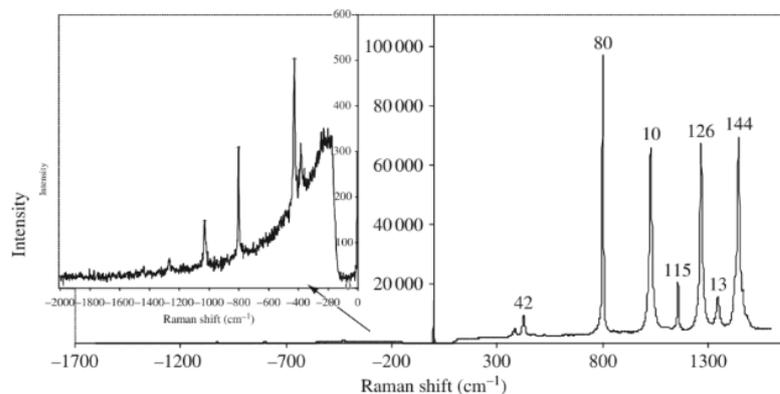
Karakterisasi TiO₂ dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan tipe *Benchtop Powder X-Ray Diffraction (XRD) Instrument*. Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi struktur dan fasa dari TiO₂ pada variasi pelarut dalam metode solvotermal. Karakterisasi dilakukan dengan menempatkan sampel TiO₂ pada holder yang sebelumnya telah dihaluskan sehalus mungkin pada alat karakterisasi XRD. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan sinar-X dengan 2θ dengan mengambil sudut 20-70° untuk selanjutnya dilakukan analisis.

Karakterisasi struktur TiO₂ lainnya menggunakan *Raman Spectroscopy*. *Raman Spectroscopy* merupakan teknik spektroskopi dengan memanfaatkan hamburan *Raman* atau hamburan inelastis sinar monokromatik. Spektrum *Raman* yang dihasilkan akan menampilkan puncak yang dapat menunjukkan intensitas dan posisi panjang gelombang dari cahaya yang dihamburkan. Biasanya karakterisasi menggunakan *Raman Spectroscopy* juga dapat membantu mengidentifikasi struktur dan intensitas dari sampel material. Dengan kata lain hasil karakterisasi TiO₂ menggunakan *Raman Spectroscopy* dapat membantu memverifikasi hasil XRD dari TiO₂. Proses hamburan pada *Raman* terjadi dari keadaan getaran dasar m yang menyebabkan penyerapan cahaya oleh molekul yang menjadikannya naik ke keadaan tereksitasi n dengan energi yang lebih tinggi hal ini disebut dengan hamburan stokes. Sedangkan hamburan dari keadaan n ke keadaan m disebut dengan hamburan anti-stokes.



Gambar 3. 2 Perpindahan keadaan tiap jenis hamburan

Sehingga apabila dibandingkan dengan hamburan Stokes, hamburan anti Stokes memiliki energi yang semakin lemah karena berkurangnya eksitasi. Gambar 3.3 menunjukkan spektrum khas hamburan Stokes dan anti-Stokes dari karbon tetraklorida yang dipisahkan oleh hamburan Rayleigh yang intens, yang berada di luar skala mendekati titik di mana tidak ada pergeseran energi.



Gambar 3. 3 Spektrum hamburan stokes dan anti stokes

3.6.2. Karakterisasi Morfologi TiO₂

Karakterisasi SEM dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) SU3500. Karakterisasi dengan SEM terhadap TiO₂ bertujuan untuk mengetahui morfologi, ukuran rata-rata partikel, serta distribusi dari ukuran partikel TiO₂ yang dihasilkan dari variasi pelarut pada metode solvotermal. Dalam karakterisasi ini berkas elektron diarahkan ke sampel TiO₂ dengan menggunakan energi tinggi sebesar 30 kV untuk memindai permukaan sampel. Elektron yang tersebar balik digunakan untuk membentuk gambar dengan resolusi tinggi yang kemudian gambar inilah yang digunakan dalam pengolahan dan analisis data. Karakterisasi SEM dilakukan dengan perbesaran 2500x – 80000x.

3.6.3. Karakterisasi Sifat Optik TiO₂

Karakterisasi TiO₂ ini dilakukan pada tipe *Double Beam UV/VIS Spectrophotometer DU-8800D/DU-8800DS*. Karakterisasi menggunakan UV-Vis ini diperuntukkan mengetahui daerah serapan dan celah pita dari material TiO₂ hasil sintesis. Sampel TiO₂ yang telah dihaluskan kemudian dilarutkan menggunakan

etanol dengan bantuan *ultrasonic cleaner* selama 5 menit lalu sampel ditempatkan dalam *cuvette*. Berkas sinar ultraviolet diinterasikan dengan sampel TiO₂ dengan panjang gelombang berkisar 200 – 900 nm. UV-Vis akan memplot absorbansi dari partikel pada setiap rentang panjang gelombang.

3.7. Teknik Analisis Data

- 3.7.1. Analisa pengaruh variasi pelarut terhadap struktur TiO₂ dilakukan terhadap data yang diperoleh menggunakan XRD diolah dengan cara dibandingkan dengan standar JCPDS – 1272 – Anatase TiO₂. Selain itu, analisis data dilakukan terhadap hasil karakterisasi menggunakan *Raman Spectroscopy* dengan cara tersebut akan diperoleh jenis struktur fasa TiO₂ hasil sintesis yang diperoleh.
- 3.7.2. Analisa pengaruh variasi pelarut terhadap morfologi TiO₂ dilakukan terhadap hasil karakterisasi menggunakan SEM berbentuk gambar. Dari gambar tersebut dapat terlihat morfologi partikel dan keadaan aglomerasinya. Dari gambar SEM juga diambil 70 titik sampel partikel untuk dilakukan pengolahan data. Data yang diperoleh diolah menggunakan bantuan *Software Image-J* untuk memperoleh ukuran rata-rata partikel, standar deviasi, serta sebaran distribusi ukuran partikel TiO₂ untuk tiap variasi.
- 3.7.3. Dari karakterisasi menggunakan UV-Vis diperoleh data absorbansi untuk panjang gelombang 200 – 900 nm. Data absorbansi partikel pada setiap panjang gelombang yang didapat dari UV – Vis dianalisis dengan membuat grafik Tauc antara $(\alpha h\nu)^2$ (eV cm⁻¹)² terhadap E_g untuk memperoleh besar energi celah pita atau *bandgap* dari material TiO₂ hasil sintesis. Besar dari $(\alpha h\nu)^2$ (eV cm⁻¹)² adalah hasil perhitungan dari nilai absorbansi seperti yang ditunjukkan pada lampiran 4.