

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan dimulai pada bulan November 2023. Proses sintesis dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Termoelektrik, Gedung BASICS, Tower 2, Lantai 2, BRIN KST Samaun Samadikun yang beralamat di Jl. Cisitu Lama Jl. Sangkuriang, Dago, Kecamatan Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat 40135.

3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan metode eksperimen untuk membuktikan hipotesis yang sesuai dengan tujuan dari penelitian yang dilakukan. Rangkaian tahapan eksperimen meliputi sintesis bahan, fabrikasi, serta karakterisasi sampel komposit $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$ dengan memvariasikan konsentrasi N-GQDs terhadap Bi_2Te_3 yaitu 0.1%, 0.3%, 0.5%, dan 0.7%. Variasi konsentrasi N-GQDs ini bertujuan untuk menginvestigasi pengaruh penambahan N-GQDs dengan konsentrasi yang berbeda terhadap sifat-sifat termoelektrik sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$.

3.3 Instrumen Penelitian

Instrumen penelitian merujuk kepada alat-alat yang dimanfaatkan dalam proses penelitian untuk mengumpulkan data. Alat-alat ini sudah tersedia di Laboratorium Karakterisasi BRIN KST Samaun Samadikun. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini meliputi instrumen sintesis untuk menciptakan material yang diteliti serta instrumen karakterisasi untuk menganalisis sifat-sifatnya. Tabel 3.1 memaparkan instrumen-instrumen penelitian yang berfungsi khusus untuk melakukan karakterisasi pada sampel yang digunakan.

Tabel 3.1 Instrumen Penelitian

No	Alat yang digunakan	Teknik Karakterisasi	Fungsi
1.	Laser Flash Analysis (LFA)	Pengukuran transpor termal	Untuk mengukur konduktivitas termal sampel termoelektrik.
2.	Linseis LSR-4	Pengukuran langsung sifat Termoelektrik	Untuk mengukur koefisien Seebeck, konduktivitas termal, dan konduktivitas listrik dari sampel material termoelektrik.
3.	X-Ray Diffractometer (XRD)	Difraksi sinar X	Untuk memperoleh fase-fase kristal, lattice parameter, dan ukuran kristal yang terbentuk.
4.	Scanning Electron Microscope (SEM)	Mikroskopi	Untuk mengetahui morfologi permukaan dari sampel termoelektrik.
5.	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)	Analisis komposisi	Untuk menganalisis komposisi unsur dan distribusinya pada sampel termoelektrik.

3.4 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam eksperimen untuk melakukan sintesis nitrogen-doped graphene quantum dots, pencampuran material Bi_2Te_3 dengan

nitrogen-doped graphene quantum dots, dan proses carbon buarial sintering dimuat dalam Tabel 3.2 berikut:

Tabel 3.2 Alat yang digunakan dalam penelitian

No	Nama Alat	Fungsi
1.	Spatula	Untuk mengambil bahan-bahan serbuk.
2.	Gelas beaker	Untuk mencampurkan bahan pada proses sintesis N-GQDs
3.	Mikropipet	Mengukur volume larutan dan memindahkan larutan dari teflon ke falkon tube
4.	Gelas ukur silinder	Untuk mengukur volume larutan
5.	Centrifuge tube	Wadah untuk menyimpan sampel dalam proses sentrifugasi
6.	Sentrifugasi	Untuk memisahkan endapan dengan larutan N-GQDs
7.	Cawan petri	Untuk menyimpan endapan N-GQDs
8.	Oven	Untuk memanaskan campuran reaksi dalam auoclave pada proses sintesis N-GQDs
9.	Teflon	Untuk wadah cairan N-GQDs dalam auoclave pada proses hidrotermal
10.	Hydrothermal autoclave	Untuk menyediakan lingkungan bertekanan tinggi dan bersuhu tinggi pada proses sintesis N-GQDs
11.	Timbangan digital	Untuk menimbang massa bahan atau sampel
12.	Mortar dan pestle	Untuk menghaluskan sampel pada proses preparasi Bi_2Te_3
13.	Saringan ukuran mesh 400	Untuk menyaring sampel Bi_2Te_3 agar lebih halus dan homogen berukuran $38 \mu\text{m}$

14. Cetakan baja diameter lubang 12 mm	Untuk mencetak sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$ menjadi bentuk pellet berdiameter ~ 12 mm
15. Mesin hot press kapasitas 560 MPa	Untuk memberikan tekanan yang diperlukan untuk memadatkan sampel.
16. Cawan alumina	Untuk digunakan dalam proses pembakaran sampel dengan metode carbon burial
17. High Temperature Furnace	Untuk memberikan suhu tinggi yang diperlukan dalam proses sintering
18. Ultrasonic cleaner	Untuk membersihkan sampel
19. Diamond saw	Untuk memotong sampel berbentuk tablet menjadi bentuk bar
20. Amplas 2000 dan 5000	Untuk meratakan dan menghaluskan permukaan sampel
21. Jangka sorong digital	Untuk mengukur dimensi sampel
22. Pinset	Untuk mengambil sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$
23. Linseis LSR-4	Untuk pengukuran sifat termoelektrik
24. Light Flash Analyzer (Netzsch)	Untuk pengukuran konduktivitas termal
25. X-Ray Diffraction (D8-Advance Bruker)	Alat karakterisasi untuk menentukan struktur kristal sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$
26. Scanning Electron Microscope (Jeol JSM-IT300)	Alat karakterisasi untuk menentukan morfologi dari sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$
27. Freezer	Untuk membekukan dan menjaga sampel dalam suhu yang sangat rendah pada proses sintesis N-GQDs
28. Freeze dryer	Untuk mengeringkan sampel N-GQDs

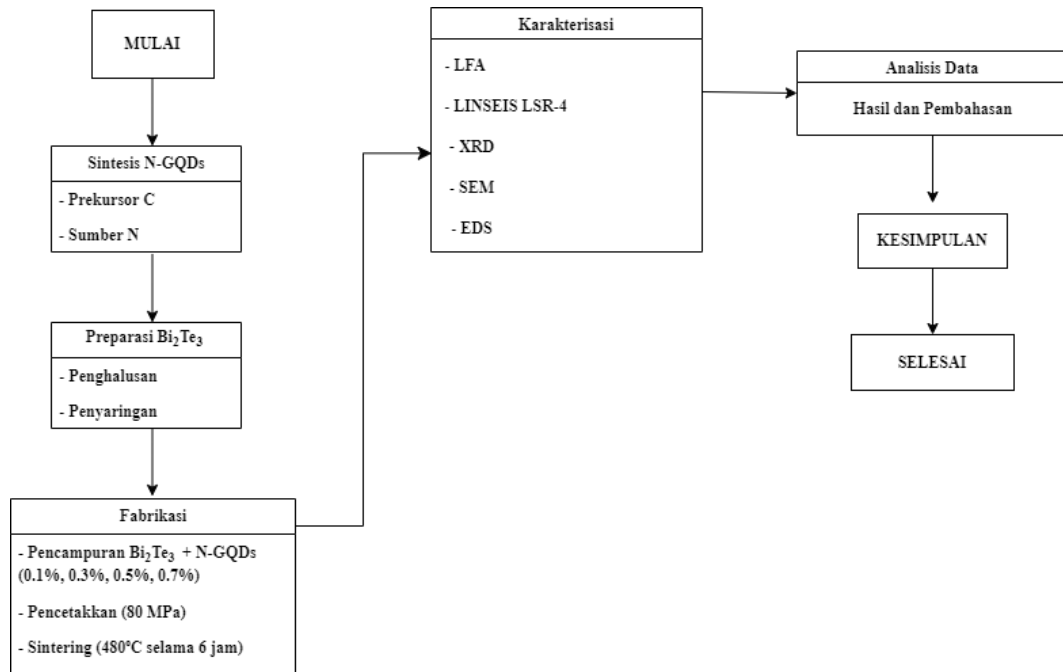
Bahan yang digunakan untuk eksperimen dimuat dalam Tabel 3.3 sebagai berikut:

Tabel 3.3 Bahan yang digunakan dalam penelitian

No	Nama alat	Fungsi
1.	Citrid acid (Sigma-Aldrich)	Sebagai prekursor pembentuk karbon dalam N-GQDs
2.	Urea(Supelco)	Sebagai prekursor untuk doping nitrogen dalam N-GQDs
3.	N.N-dimetilformamida (DMF) (kGaA, 64271 Darmstadt)	Sebagai pelarut untuk melarutkan citrid acid dan urea, serta sebagai media reaksi solvothermal
4.	Ethanol (Emsure)	Untuk melakukan presipitasi untuk mengendapkan N-GQDs setelah proses solvothermal dan membersihkan sampel
5.	Aquades	Untuk mengencerkan endapan yang diperoleh setelah sentrifugasi pada proses sintesis N-GQDs
6.	Bi_2Te_3	Sebagai bahan dasar untuk sintesis $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$

3.5 Prosedur Penelitian

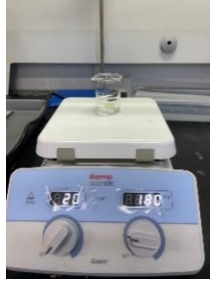
Diagram alur penelitian yang merupakan langkah - langkah yang dijalankan dalam proses penelitian ini, dijelaskan oleh Gambar 3.1 berikut:



Gambar 3.1 Diagram alur penelitian

3.5.1 Sintesis N-GQDs

Pembuatan nitrogen-doped graphene quantum dots (N-GQDs) dilakukan menggunakan metode solvothermal dengan langkah-langkah sebagai berikut. Citric acid sebanyak 1,26 g (6 mmol) dan urea sebanyak 1,38 g (18 mmol) dilarutkan dalam 30 mL N,N-dimetilformamida (DMF). Campuran tersebut kemudian diaduk menggunakan stirrer magnetik untuk memastikan homogenitas larutan sebelum dimasukkan ke dalam autoklaf untuk proses solvothermal. Gambar 3.2 menjelaskan proses ini yang dilakukan pada suhu 20°C dan kecepatan 180 rpm untuk menghasilkan N-GQDs dengan sifat yang diinginkan.



Gambar 3.2 Proses pencampuran bahan dengan alat magnetic stirrer

Larutan yang telah tercampur kemudian dimasukkan ke dalam wadah teflon dan dipanaskan dalam autoklaf berkapasitas 50 mL selama 8 jam pada suhu 180°C seperti yang terlihat pada Gambar 3.3 berikut ini:



Gambar 3.3 Autoklaf yang digunakan dalam penelitian

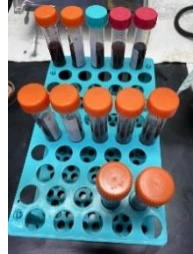
Setelah proses solvothermal selesai, larutan yang dihasilkan berwarna merah pekat. Hal ini terlihat jelas pada Gambar 3.4 yang menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses tersebut. Warna merah pekat ini menandakan terbentuknya Nitrogen-doped Graphene Quantum Dots (N-GQDs) sebagai hasil dari reaksi solvothermal.



Gambar 3.4 N-GQDs hasil solvothermal

Proses selanjutnya melibatkan presipitasi menggunakan ethanol. Larutan N-GQDs diteteskan perlahan-lahan dengan cara menambahkan 5 mL larutan ke dalam

falcon tube, diikuti oleh penambahan 5 mL ethanol. Proses ini diulangi secara bergantian dengan menambahkan 1 mL larutan dan 1 mL ethanol hingga volume total di masing-masing falcon tube mencapai 10 mL seperti pada Gambar 3.5 berikut ini:



Gambar 3.5 Hasil presipitasi dengan ethanol

Proses selanjutnya, melibatkan sentrifugasi larutan N-GQDs dengan kecepatan 6000 rpm selama 15 menit untuk memisahkan endapan dari larutan. Setelah sentrifugasi selesai, dilakukan dekantasi untuk memisahkan endapan yang terbentuk. Gambar 3.6 merupakan endapan hasil sentrifugasi dan dekantasi.



Gambar 3.6 Endapan hasil sentrifugasi

Endapan yang dihasilkan kemudian diencerkan menggunakan aquades untuk mendapatkan hasil akhir. Selanjutnya, larutan tersebut dimasukkan ke dalam cawan petri dan ditempatkan dalam freezer pada suhu -80°C selama beberapa jam. Kemudian, sampel dalam cawan petri tersebut dipindahkan ke alat freeze dry, di mana proses freeze drying dilakukan selama 3 hari untuk memperoleh N-GQDs dalam bentuk yang diinginkan. Gambar 3.7 menunjukkan kondisi sampel sebelum proses freeze drying, Gambar 3.8 menunjukkan proses freeze drying, dan Gambar 3.9 menunjukkan hasil akhir setelah proses freeze drying.



Gambar 3.7 N-GQDs sebelum freeze drying



Gambar 3.8 Proses freeze drying



Gambar 3.9 N-GQDs setelah freeze drying dan pengerikan

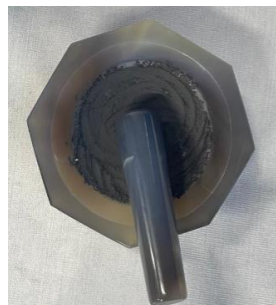
3.5.2 Sintesis $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$

Sintesis $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$ dilakukan dengan menggunakan Bi_2Te_3 yang telah tersedia di Laboratorium Kimia BRIN. Untuk masing-masing sampel, Bi_2Te_3 ditimbang dengan variasi konsentrasi N-GQDs sebesar 0,1%, 0,3%, 0,5%, dan 0,7%. Rasio berat bahan untuk pembuatan komposit $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$ ditunjukkan pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Rasio berat bahan yang digunakan untuk sampel komposit $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$

Konsentrasi N-GQDs	Bi_2Te_3 (gram)	N-GQDs (gram)
0.1%	1.998	0.002
0.3%	1.994	0.006
0.5%	1.99	0.01
0.7%	1.986	0.014

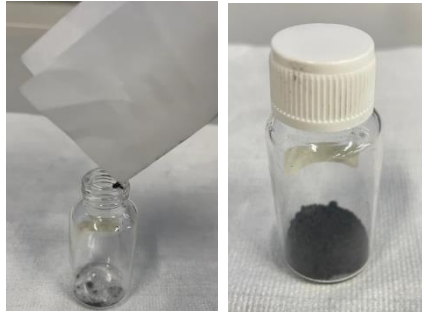
Bi_2Te_3 kemudian digerus dan dihaluskan menggunakan mortar selama kurang lebih 1 jam (Gambar 3.10 Proses penghalusan Bi_2Te_3). Setelah itu, serbuk disaring menggunakan sieve shaker ukuran mesh 400 untuk memastikan kehalusannya (Gambar 3.11 Proses penyaringan serbuk Bi_2Te_3). Serbuk Bi_2Te_3 dengan berat yang sesuai kemudian dicampurkan dengan N-GQDs pada berbagai konsentrasi ke dalam botol sampel (Gambar 3.12 Proses pencampuran Bi_2Te_3). Pencampuran ini dilakukan dengan cara memutar botol dengan arah horizontal selama kurang lebih 1 jam sampai kedua bahan tercampur rata.



Gambar 3.10 Proses penghalusan Bi_2Te_3



Gambar 3.11 Proses penyaringan serbuk Bi_2Te_3 dengan sieve shaker 400 mesh



Gambar 3.12 Proses pencampuran Bi_2Te_3

Setelah proses pencampuran, campuran tersebut dikompaksi dengan tekanan sebesar 80 Mpa menggunakan cetakan baja berdiameter 12 mm (Gambar 3.13 Proses Pencetakan Sampel). Pelet yang dihasilkan dari proses kompaksi ini kemudian dikubur dengan serbuk karbon di dalam wadah alumina yang tertutup rapat untuk memastikan kondisi yang optimal selama proses *sintering* (Gambar 3.14 Proses Penguburan Sampel dalam Karbon). Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam furnace untuk dilakukan proses *sintering* menggunakan metode *carbon burial*, di mana sampel dipanaskan pada suhu 480°C selama 6 jam (Gambar 3.15 Sampel dimasukkan dalam furnace). Proses ini bertujuan untuk meningkatkan kerapatan dan homogenitas material, serta meminimalisir oksidasi selama pemanasan.



Gambar 3.13 Proses pencetakan sampel dengan mesin kompaksi



Gambar 3.14 Proses penguburan sampel dalam karbon



Gambar 3.15 Sampel dalam furnace Naberterm

Setelah sampel dibakar dan berbentuk tablet seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.16, langkah pertama adalah membersihkan sampel dari karbon. Proses pembersihan ini dilakukan dengan merendam sampel dalam etanol dan memasukkannya ke dalam ultrasonik cleaner selama 15 menit, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.17. Setelah proses ultrasonik selesai, sampel kemudian diampelas menggunakan amplas nomer 1000, 2000, dan 5000 secara bertahap untuk memastikan permukaan sampel halus, rata dan mengkilap, sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 3.18. Selanjutnya sampel dibersihkan kembali untuk menghilangkan residu yang mungkin masih tersisa menggunakan ultrasonik cleaner. Terakhir sampel dikeringkan menggunakan alat pengering sampel (*Heater Gun*) untuk memastikan tidak ada kelembapan yang tersisa sebelum melanjutkan ke tahap berikutnya, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.19.



Gambar 3.16 Sampel setelah dibakar



Gambar 3.17 Pembersihan sampel menggunakan ultrasonik cleaner



Gambar 3.18 Proses mengamplas sampel



Gambar 3.19 Proses pengeringan sampel dengan heater gun

Selanjutnya densitas sampel diukur menggunakan timbangan digital Mettler Toledo untuk mendapatkan nilai massa yang akurat. Setelah itu, dimensi sampel diukur dengan jangka sorong untuk menentukan ukuran yang presisi. Pengukuran ini mencakup diameter dan ketebalan sampel, yang merupakan parameter penting dalam perhitungan konduktivitas termal. Setelah memperoleh nilai densitas, diameter, dan ketebalan yang akurat, sampel kemudian dipersiapkan untuk proses pengukuran konduktivitas termalnya menggunakan metode light flash di Laboratorium Imaging Fisika Maju Puspiptek, Serpong. Dengan pengukuran yang teliti ini, data yang diperoleh dapat digunakan untuk analisis yang lebih mendalam mengenai sifat termal material yang diuji.

Selanjutnya yaitu pemotongan sampel, sebelum dilakukan pemotongan, sampel direkatkan pada plat menggunakan resin yang dipanaskan untuk memastikan kestabilan selama proses pemotongan. Setelah resin mengeras, sampel

ditempatkan di alat diamond saw dan dipotong dengan kecepatan 30, 50, 60 rpm secara bertahap. Pemotongan bertahap ini dilakukan untuk memastikan hasil potongan yang presisi dan meminimalkan kerusakan pada sampel. Setelah pemotongan selesai, sampel dicuci dengan direndam aseton dan dimasukkan ke dalam ultrasonik cleaner selama 30 menit untuk memastikan semua residu resin benar-benar hilang. Gambar 3.20 menunjukkan proses pemotongan sampel.



Gambar 3.20 Proses pemotongan sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$

Sampel yang telah bersih dan berbentuk bar kemudian diukur panjang dan ketebalannya untuk karakterisasi selanjutnya. Hasil potongan bar sampel dapat dilihat pada Gambar 3.21. Proses pengukuran ini penting untuk mendapatkan dimensi yang akurat, yang akan digunakan dalam analisis lanjutan mengenai nilai termoelektrik material yang diuji. Karakterisasi nilai termoelektrik ini sangat penting dalam menentukan efisiensi material sebagai perubah energi termal menjadi energi listrik.



Gambar 3.21 Potongan sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$

3.6 Karakterisasi Sampel Penelitian

3.6.1 Light Flash Apparatus (LFA)

Karakterisasi konduktivitas termal sampel dilakukan menggunakan metode Light Flash Apparatus (LFA) di Laboratorium Imaging Fisika Maju, Puspitex, Serpong. Proses ini dimulai dengan mempersiapkan sampel agar berada dalam

Rahayu Gustia Rachman, 2024

PENGARUH PENAMBAHAN NITROGEN-DOPED GRAPHENE QUANTUM DOTs TERHADAP KINERJA MATERIAL TERMOELEKTRIK Bi_2Te_3 MENGGUNAKAN METODE CARBON BURIAL SINTERING

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

kondisi bersih dan kering. Sampel kemudian ditempatkan dalam holder khusus tanpa perlu dilakukan pemotongan tambahan (berbentuk tablet).

Pengukuran menggunakan LFA melibatkan pemanasan permukaan sampel dengan pulsa sinar Xenon. Ketika pulsa sinar Xenon mengenai sampel, terjadi kenaikan suhu secara tiba-tiba pada permukaan sampel. Perubahan suhu ini kemudian diukur oleh detektor inframerah yang ditempatkan di sisi berlawanan dari sampel. Data yang dihasilkan dari perubahan suhu sebagai fungsi waktu digunakan untuk menghitung konduktivitas termal material. Metode ini dikenal sangat cepat dan akurat, serta mampu memberikan informasi penting mengenai sifat termal material. Dimensi sampel yang digunakan dalam pengukuran ini harus sesuai dengan spesifikasi alat LFA. Diameter sampel biasanya berkisar antara 10 mm hingga 12.7 mm, dan ketebalan 2.5 mm. Selain itu, densitas sampel juga perlu diketahui untuk perhitungan konduktivitas termal yang akurat. Densitas diukur sebelumnya menggunakan timbangan digital yang presisi untuk memastikan data yang diperoleh akurat.

3.6.2 Linseis LSR-4

Karakterisasi sifat termoelektrik dilakukan dengan menggunakan alat Linseis LSR-4 di Sub Laboratorium Elektronika, KST Samaun Samadikun, Gedung Basics Tower 2 Lantai 2, Jalan Sangkuriang 1-9, Kecamatan Coblong, Kota Bandung. Proses ini mencakup pengukuran koefisien Seebeck, dan resistivitas listrik untuk mengevaluasi angka merit termoelektrik (ZT) dari suatu material. Hasil pengukuran meliputi suhu, resistivitas elektrik, koefisien Seebeck, dan faktor daya (Power Factor). Ukuran sampel yang digunakan adalah 10 mm x 2.5 mm x 2.5 mm hingga maksimal 12 mm x 2.5 mm x 2.5 mm. Penting untuk memperoleh pengukuran yang akurat. Suhu pengukuran diatur sesuai rentang yang diinginkan (50 - 200°C), karena suhu mempengaruhi konduktivitas termal, konduktivitas listrik, dan koefisien Seebeck.

Proses pengukuran melibatkan beberapa langkah. Pertama sampel termoelektrik dipersiapkan dalam kondisi bersih dan kering dengan ukuran sesuai. Kemudian gradien suhu diterapkan pada sampel, dan tegangan yang dihasilkan diukur menggunakan probe listrik untuk menghitung konduktivitas listrik. Aliran panas melalui sampel diukur menggunakan sensor panas (Thermocouple K-Type),

Rahayu Gustia Rachman, 2024

PENGARUH PENAMBAHAN NITROGEN-DOPED GRAPHENE QUANTUM DOTs TERHADAP KINERJA MATERIAL TERMOELEKTRIK Bi_2Te_3 MENGGUNAKAN METODE CARBON BURIAL SINTERING

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

dan dihitung gradien suhunya. Akhirnya data koefisien Seebeck, konduktivitas listrik, konduktivitas termal, dan suhu digunakan untuk menghitung nilai besaran tak berdimensi ZT, yang merupakan indikator efisiensi bahan termoelektrik dalam konversi panas menjadi listrik. Gambar 3.22.a merupakan alat Linseis LSR-4, dan Gambar 3.22.b merupakan gambar pada saat pemasangan sampel pada holder Linseis LSR-4.



Gambar 3.22 (a) Alat LSR-4 Linseis, dan (b) Pemasangan sampel pada holder Linseis LSR-4

3.6.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Pengukuran difraksi sinar-X (XRD) untuk menentukan kristalinitas yang terbentuk pada sampel. Dalam penelitian ini, karakterisasi dilakukan di Laboratorium KST Samaun Samadikun, BRIN Bandung, menggunakan alat XRD D8 Advance 3kW dengan Bruker detektor LynxEe XE-T dan sumber radiasi $\text{Cu K}\alpha$. Fungsi alat ini adalah untuk mendeteksi dan menganalisis struktur kristal material padatan. Sampel bisa berupa powder, bulk, maupun thin film. Sampel yang digunakan merupakan potongan dari sampel berbentuk tablet yang dihaluskan hingga lolos minimal 100 mesh dan dalam keadaan kering. Hasil pengujian meliputi diffractogram, daftar puncak, dan data mentah dalam format (*.brml, *.raw, *.txt).

Proses ini melibatkan penempatan sampel dalam alat XRD, di mana sampel dipaparkan pada sinar-X dengan sumber $\text{Cu-K}\alpha$. Pengukuran menghasilkan pola difraksi yang kemudian diolah menggunakan perangkat lunak seperti Match, GSAS, dan Vesta untuk menentukan fase kristal, jumlah persen fasa, ukuran bulir partikel, dan struktur kristalnya per unit sel.

3.6.4 Scanning Electron Microscope (SEM) dan Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

Scanning Electron Microscope (SEM) digunakan untuk menentukan morfologi dan komposisi dari sampel $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{N-GQDs}$. Proses karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium KST Samaun Samadikun, BRIN Bandung, menggunakan alat Jeol-IT300. SEM memberikan informasi mengenai topografi, morfologi, komposisi, dan kristalografi sampel.

Topografi mencakup ciri-ciri permukaan dan tekstur sampel, sedangkan morfologi menjelaskan bentuk dan ukuran partikel penyusun objek. Komposisi mengidentifikasi data kuantitatif unsur dan senyawa dalam objek, dan kristalografi memberikan informasi tentang susunan butir-butir dalam sampel. Dengan fitur Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS), alat ini mampu memberikan analisis komposisi elemen dari material pada beberapa titik sampel.

Sampel dianalisis pada maksimal dua titik dengan lima perbesaran, memiliki dimensi $2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$, dan harus dalam keadaan kering. Hasil pengujian mencakup gambar permukaan sampel. Fasilitas ini memungkinkan analisis yang mendalam terhadap struktur dan komposisi material, mendukung penelitian dalam bidang material nano dan teknologi termoelektrik.

3.7 Analisis Data Penelitian

3.7.1 Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Struktur fasa kristal dianalisis menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dengan perangkat Bruker D8 Advanced dalam mode difraksi Bragg-Brentano pada 40 kV dan 40 mA, menggunakan radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ dengan panjang gelombang 1.5406 \AA . Pengukuran dilakukan pada suhu ruangan dalam rentang $10 - 90^\circ$ dengan step size 0.020° . Data XRD dianalisis secara kualitatif dengan mencocokkan setiap puncak difraksi dengan database dari International Centre for Diffraction Data (ICDD), menggunakan powder diffraction data (PDF card 00-015-0863) dan menggunakan software Match! Untuk mencocokkan dengan database dan ditemukan fase yang sesuai yaitu COD 9011962 untuk senyawa Bi_2Te_3 . Data sudut (2θ) dan intensitas yang diperoleh diolah dalam bentuk grafik menggunakan software Origin untuk visualisasi hasil. Kemudian untuk analisis kuantitatif digunakan metode Rietveld dengan software GSAS-II, yang memungkinkan estimasi yang tepat seperti posisi

Rahayu Gustia Rachman, 2024

PENGARUH PENAMBAHAN NITROGEN-DOPED GRAPHENE QUANTUM DOTs TERHADAP KINERJA MATERIAL TERMOELEKTRIK Bi_2Te_3 MENGGUNAKAN METODE CARBON BURIAL SINTERING

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

puncak, intensitas, dan bentuk puncak. Selanjutnya untuk melihat bentuk struktur kristal, unit cell, dan lattice parameter.

3.7.2 Analisis Scanning Electron Microscope (SEM) dan Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

Morfologi dan ukuran partikel diamati menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) dengan perangkat Jeol JSM-IT300. Sedangkan untuk analisis komposisi unsur, menggunakan Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) digunakan dengan detektor Oxford Xmax 30. SEM memungkinkan pengamatan struktur permukaan sampel, sedangkan EDS memberikan informasi tentang rasio antar unsur penyusunnya. Kombinasi SEM dan EDS memberikan gambaran yang komprehensif mengenai struktur mikro dan komposisi kimia dari material yang diteliti yaitu $\text{Bi}_2\text{Te}_3/\text{NGQDs}$.

3.7.3 Analisis Light Flash Apparatus (LFA)

Light Flash Apparatus (LFA 467 HyperFlash®, Netzsch) digunakan untuk mengukur kapasitas panas (C_p), difusivitas (D), dan konduktivitas termal total (κ) dari material bulk Bi_2Te_3 dalam kondisi nitrogen cair bertekanan rendah. Data yang diperoleh dari LFA kemudian dihitung menggunakan software Origin untuk mendapatkan nilai figure of merit termolektrik (ZT). Analisis ini penting untuk memahami efisiensi konversi energi termal ke listrik dari material yang diteliti.

3.7.4 Analisis Linseis LSR-4

Koefisien Seebeck (S) dan resistivitas listrik (ρ) atau konduktivitas listrik (σ) diukur menggunakan Linseis LSR-4 dalam atmosfer helium pada tekanan rendah -0,2 bar. Resistivitas diukur dengan konfigurasi probe empat titik (four-point probe) dengan jarak antar probe tegangan 4 mm dan arus yang diterapkan sebesar 1 mA. Seluruh sampel bulk diukur dalam rentang suhu 50-200°C dengan interval suhu 10°C. Pengukuran ini memberikan data penting mengenai sifat listrik dari material, yang sangat relevan untuk aplikasi termolektrik.