

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat penelitian

Penelitian tugas akhir ini mulai dilaksanakan selama 9 bulan, dimulai pada bulan Januari 2020 dan selesai pada bulan Agustus 2020. Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Material dan Kimia Institut Teknologi Sumatera. Matriks waktu penelitian tugas akhir ini tertera pada **Tabel 3.1**.

Tabel 3. 1 Matriks waktu penelitian

No	Kegiatan	Waktu penelitian (2020)																																			
		Januari				Februari				Maret				April				Mei				Juni				Juli				Agustus				September			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4				
1	Penentuan tema penelitian																																				
2	Perencanaan penelitian																																				
3	Penyusunan proposal																																				
4	Seminar proposal																																				
5	Sintesis awal sampel																																				
6	Pengkajian literatur																																				
7	Sintesis sampel																																				
8	Karakterisasi PL, XRD, dan FTIR																																				
9	Analisis akhir dan penyusunan TA																																				
10	Sidang hasil																																				

3.2 Metodologi

3.2.1 Jenis Penelitian

Penelitian Tugas Akhir kali ini adalah jenis penelitian eksperimental yang dilakukan dengan beberapa tahapan, meliputi perencanaan eksperimen, studi literatur, menentukan jenis prekursor dan metode yang digunakan, proses sintesis, karakterisasi dan pengolahan data serta analisis hasil karakterisasi.

3.2.2 Metode

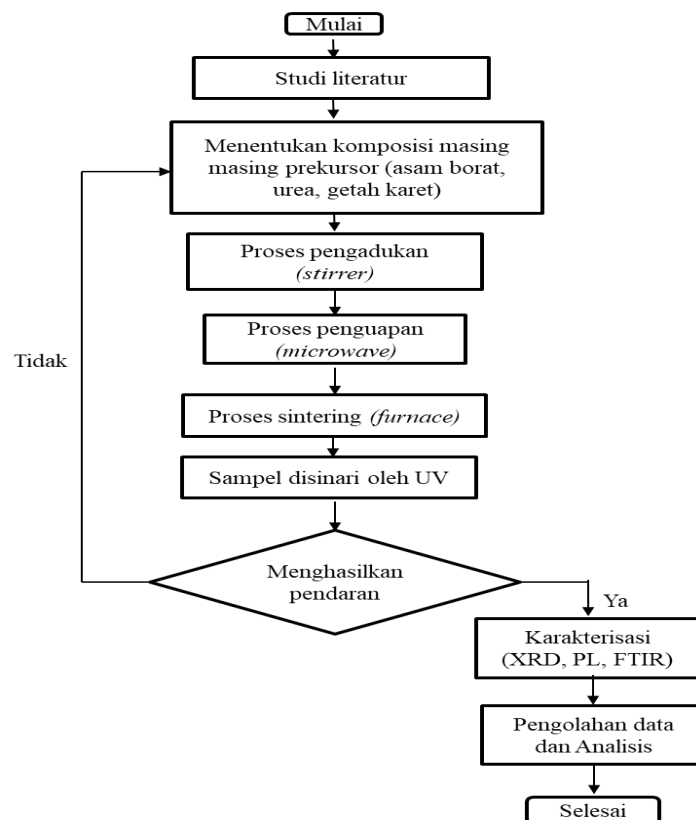
Pada penelitian kali ini dilakukan sintesis material fosfor BCNO menggunakan berbagai jenis prekursor untuk mendapatkan berbagai komponen nya. Setelah mencampurkan berbagai macam prekursor yang diperlukan, kemudian dilakukan

sintesis material fosfor BCNO melalui beberapa tahap, yaitu proses pengadukan atau *stirrer*, pemanasan bertahap sederhana yang meliputi proses penguapan menggunakan *microwave* dan proses sintering menggunakan *furnace*. Selanjutnya dilakukan karakterisasi untuk mengetahui sifat optik dan struktur dari material fosfor meliputi karakterisasi PL, FTIR dan XRD.

3.3 Percobaan

Percobaan ini dilakukan untuk mendapatkan material fosfor BCNO dengan beberapa tahapan yang meliputi perencanaan eksperimen, studi literatur, menentukan jenis prekursor dan metode yang digunakan, proses sintesis, karakterisasi dan pengolahan data serta analisis hasil karakterisasi. Pada penelitian kali ini terdapat beberapa parameter dan kondisi yang sudah ditentukan oleh peneliti mengacu pada studi literatur yang telah dilakukan demi mencapai tujuan yang telah disampaikan sebelumnya. Berikut adalah diagram alir penelitian, alat, bahan, alur dan prosedur penelitian.

3.3.1 Diagram Alir



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.3.2 Bahan

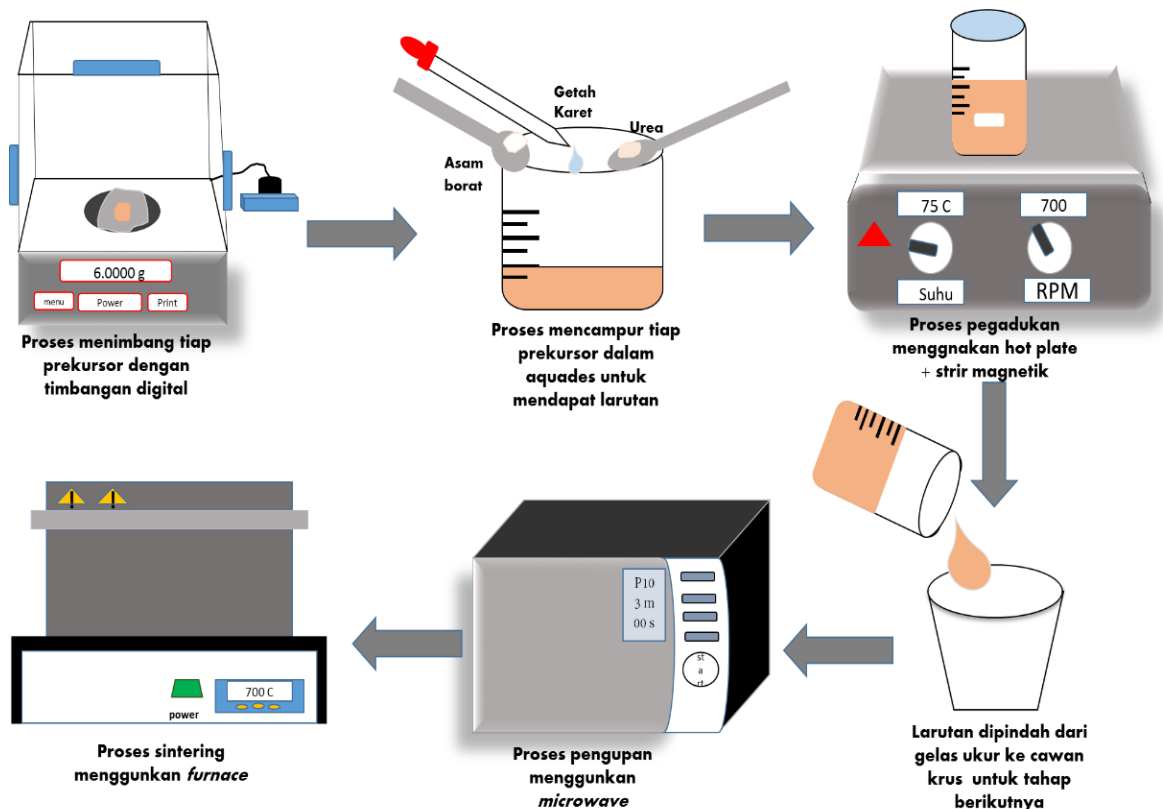
1. Asam borat (H_3BO_3)
2. Urea ($(\text{NH}_2)_2\text{CO}$)
3. Getah Karet
4. Aquades

3.3.3 Alat

1. Gelas beaker 100 mL
2. Neraca Digital
3. Spatula
4. Pipet tetes
5. Cawan krus 30mL dan 50mL
6. *Hot Plate*
7. Stir Magnetik
8. *Microwave*
9. Gegep
10. Senter UV
11. Alumunium foil dan plastik *wrap*
12. Pinset
13. Laptop

3.3.4 Prosedur

Terdapat beberapa tahapan dalam proses sintesis material Fosfor BCNO, meliputi proses penimbangan, pencampuran, pengadukan, pengeringan dan sintering seperti yang digambar oleh gambar 3.1 dibawah ini:



Gambar 3. 2 Alur sintesis material fosfor BCNO

3.3.4.1 Proses Penimbangan dan Pencampuran

Pada tahap ini dilakukan pencampuran masing masing prekursor atau bahan dasar yang digunakan untuk mendapatkan material fosfor BCNO. Untuk mendapatkan komponen karbon (C) digunakan getah karet alam (*Havea Brasiliensis*) yang juga merupakan salah satu bentuk keterbaruan dalam penelitian kali ini, komponen boron (B) menggunakan asam borat (H_3BO_3) dan yang juga menjadi salah satu alternatif adalah urea sebagai sumber Nitrogen.

Untuk perbandingan dari masing masing prekursor telah ditentukan perbandingan massa antara masing masing prekursor B : C : N adalah 1.2 : 0.6 : 6 dalam satuan gram, setelah melakukan kajian literatur dan percobaan awal.

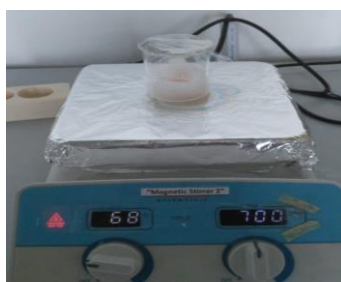


Gambar 3. 3 Proses penimbangan bahan pada timbangan digital

Setelah menentukan massa masing masing prekursor dilakukan penimbangan tiap bahan menggunakan timbangan digital, menggunakan alat alat seperti alumunium foil, pipet tetes dan spatula. Bahan yang telah ditimbang kemudian dicampur dalam 20 mL aquades pada gelas beaker 100 mL untuk mendapatkan larutan.

3.3.4.2 Proses Pengadukan

Setelah mendapatkan larutan dari berbagai bahan dasar yang telah dicampur bersama aquades, bagian atas dari gelas *beaker* yang berisi larutan kemudian di balut dengan plastik *wrap*. Larutan kemudian diaduk atau *stiring* untuk mendapatkan larutan yang homogen diatas *hot plate* menggunakan stir magnetik pada suhu 30° C dan putaran 1000 rpm sampai didapat larutan yang homogen.



Gambar 3. 4 Proses pengadukan dengan menggunakan *hot plate* dan stir magnetic

3.3.4.3 Proses Penguapan

Setelah mendapatkan larutan yang homogen, larutan kemudian dipindahkan ke dalam cawan krus 50 mL yang lebih tahan panas. Cawan krus yang berisi larutan kemudian dimasukan ke dalam *microwave* untuk prose penguapan air dengan

menyetel daya pada level P10 (900 watt) selama 3 menit sampai didapat sampel yang berbentuk padatan putih berbentuk serbuk.



(a)

(b)

Gambar 3. 5 (a) Proses penguapan menggunakan *microwave* (b) Contoh bentuk padatan yang didapat setelah proses penguapan

3.3.4.4 Proses sintering

Padatan serbuk yang didapatkan dari proses pengupuan *microwave* kemudian dimasukan dalam cawan yang kemudian dimasukan ke dalam furnace untuk proses sintering. Pada penelitian kali ini temperatur yang digunakan dalam proses sintering ditetapkan yaitu 600°C, 650 °C, dan 700 °C, beberapa suhu ini dipilih setelah melakukan kajian literatur dan pertimbangan penulis setelah melakukan percobaan awal.



Gambar 3.6 Proses sintering menggunakan Furnace

Waktu yang diperlukan pada proses sintering adalah selama 1 jam dalam mempertahankan waktu sintesis. Setelah dilakukan proses sintering akan didapatkan serbuk putih. Serbuk ini kemudian akan disinari dibawah lampu UV untuk melihat warna pendaraan yang dihasilkan akibat peristiwa fotoluminensi

secara visual. Salah satu contohnya seperti yang ditunjukan pada gambar 3.7 dibawah ini:



Gambar 3.7 (a) Sampel setelah melewati proses sintering **(b)** sampel yang disinari UV 365 nm