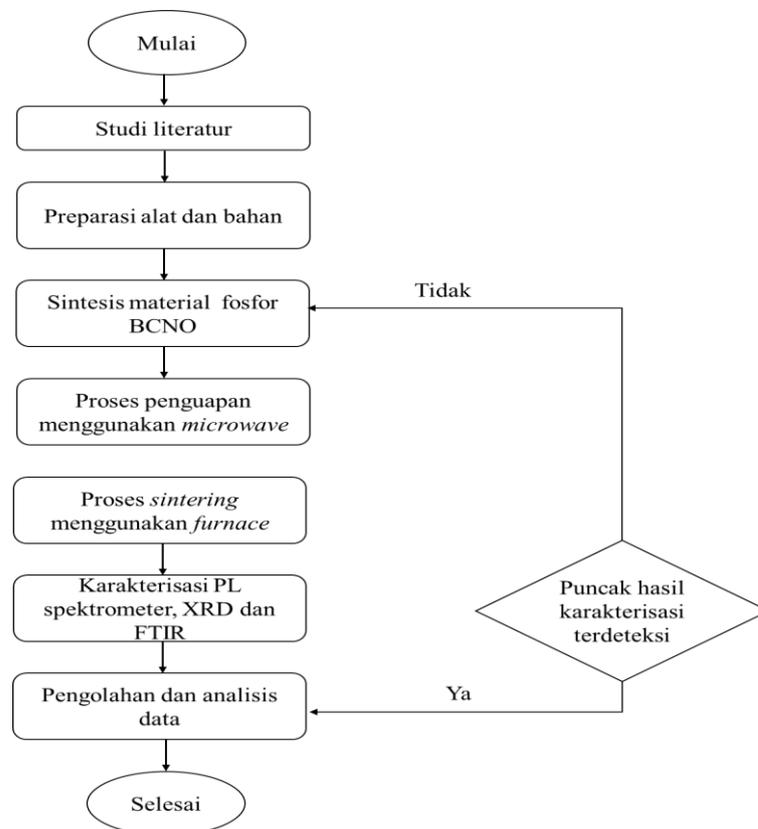


# BAB III

## METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Metodologi

Penelitian kali ini menggunakan jenis penelitian eksperimental. Metode penelitian ini dibagi menjadi beberapa tahapan. Dimulai dari studi literatur, preparasi alat dan bahan, sintesis material fosfor BCNO yang dilakukan dengan proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*, kemudian dilakukan proses penguapan dengan menggunakan *microwave*, proses *sintering* menggunakan *furnace* serta pengamatan pendaran cahaya material fosfor BCNO dengan menggunakan sinar *ultra-violet* (UV). Kemudian karakterisasi material yang digunakan adalah karakterisasi *Photoluminescence spectroscopy* (PL *spectroscopy*), karakterisasi struktur kristal *X-ray Diffraction* (XRD) dan karakterisasi *Fourier transform infrared* (FTIR). Diagram alir penelitian ini adalah sebagai berikut.



Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian.

## 3.2 Percobaan

Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Institut Teknologi Sumatera. Percobaan yang akan dilakukan untuk sintesis material fosfor BCNO dapat menggunakan bahan-bahan utama dari fosfor BCNO, menggunakan metode dan parameter yang telah ditentukan oleh peneliti merujuk pada studi literatur yang telah dilakukan sebelumnya. Selanjutnya untuk alat dan bahan serta prosedur percobaan adalah sebagai berikut.

### 3.2.1 Bahan

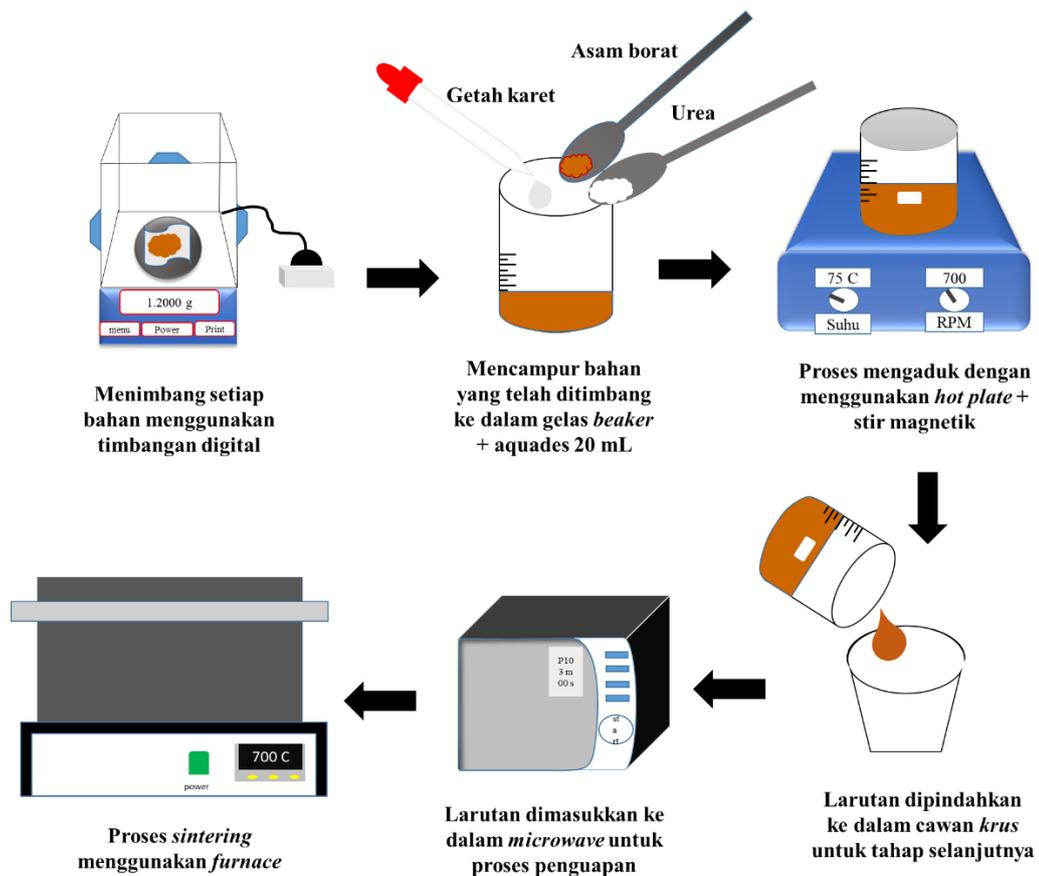
1. Asam borat ( $H_3BO_3$ )
2. Urea ( $(NH_2)_2CO$ )
3. Getah karet
4. Aquades

### 3.2.2 Alat

1. Gelas *beaker* 100 mL
2. Gelas ukur 25 mL
3. Spatula
4. Pipet tetes
5. Alumunium foil dan plastik *wrap*
6. Neraca digital
7. *Hot plate*
8. Stir magnetik
9. Pinset
10. Cawan *krus* 30mL dan 50 mL
11. *Microwave*
12. *Furnace*
13. Senter UV
14. Penjepit gelas *beaker* (Gegep)
15. Laptop

### 3.2.3 Prosedur Percobaan

Prosedur percobaan penelitian ini mempunyai beberapa tahapan dalam sintesis fosfor BCNO, terdiri dari proses penimbangan bahan, pencampuran bahan, pengadukan dengan menggunakan *hot plate* dan stir magnetik, penguapan bahan menggunakan *microwave* dan proses *sintering* menggunakan *furnace*. Prosedur tersebut dapat dilihat pada gambar berikut ini.



Gambar 3. 2 Langkah-langkah percobaan dalam mensintesis fosfor BCNO.

#### 3.2.3.1 Proses Penimbangan dan Pencampuran

Pada bagian ini dilakukan proses penimbangan masing-masing bahan yang akan digunakan dalam pembuatan material fosfor BCNO dengan parameter yang telah ditentukan. Unsur B dalam pembuatan material fosfor BCNO menggunakan asam borat ( $H_3BO_3$ ), unsur C menggunakan getah karet alam dan juga merupakan

keterbaruan dalam sintesis fosfor BCNO serta urea  $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$  yang merupakan sumber nitrogen dalam pembuatan material BCNO.

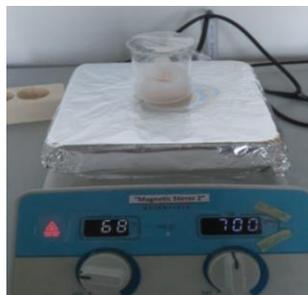
Pembuatan material fosfor BCNO, masing-masing prekursor telah ditentukan dalam perbandingan massa B : C : N yaitu 1,2 : 0,6 : 6 dalam satuan gram. Perbandingan massa dalam setiap unsur tersebut kemudian dilakukan penimbangan dengan menggunakan alat timbangan digital. Selanjutnya masing-masing massa bahan dicampurkan ke dalam gelas *beaker* 100 mL dengan penambahan aquades 20 mL untuk mendapatkan larutan.



**Gambar 3. 3** Timbangan digital yang digunakan dalam penimbangan bahan.

### 3.2.3.2 Proses Pengadukan

Setelah mendapatkan larutan dari berbagai bahan dasar yang telah dicampur bersama aquades, tahap selanjutnya ialah proses pengadukan dengan menggunakan stir magnetik dan *hot plate* dengan putaran adukan 700 rpm sampai mendapatkan larutan yang homogen, serta gelas *beaker* sebelumnya ditutup dengan *plastic wrap*.



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

### 3.2.3.3 Proses Penguapan

Setelah proses pengadukan selesai, maka dilanjutkan dengan proses penguapan. Proses ini dilakukan dengan menggunakan alat *microwave*. Sebelum dimasukkan ke dalam *microwave*, larutan sebelumnya dimasukkan ke dalam cawan *krus*. Proses penguapan dilakukan dengan mengatur daya pada level P10 (900 watt) selama 3 menit sampai didapatkan sampel berbentuk padatan putih serbuk.



**Gambar 3. 5** Proses penguapan (a) alat microwave (b) contoh sampel proses penguapan.

### 3.2.3.4 Proses Sintering

Langkah selanjutnya adalah proses *sintering* yang akan dilakukan dengan menggunakan *furnace*. Sampel hasil dari proses penguapan dimasukkan ke dalam *furnace* dengan suhu 700 °C. Penelitian ini bervariasi waktu *sintering* yang telah ditentukan yaitu selama 30 menit, 60 menit dan 90 menit. Variasi waktu *sintering* dilakukan agar dapat mengetahui pengaruh variasi waktu terhadap pembuatan material fosfor BCNO.



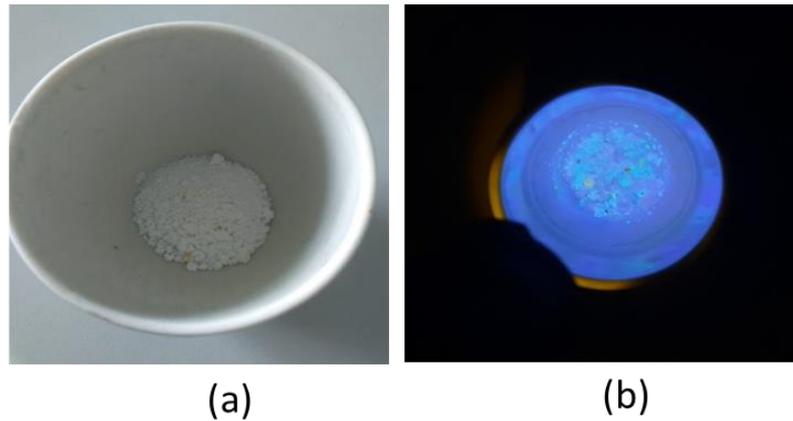
**Gambar 3. 6** Proses *sintering* dengan menggunakan *furnace*.

Berikut parameter dalam penelitian seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 3.1**. Pada penelitian ini terdapat variasi waktu pada proses *sintering* yaitu 30 menit, 60 menit dan 90 menit.

**Tabel 3. 1** Parameter dalam penelitian.

Prekursor	Berat massa (g) + aquades 20mL	Suhu (°C)	Variasi waktu
Asam borat	1,2	700	30 menit
Lateks	0,6		
Urea	6		
Asam borat	1,2		60 menit
Lateks	0,6		
Urea	6		
Asam borat	1,2		90 menit
Lateks	0,6		
Urea	6		

Proses *sintering* hasil yang akan didapatkan yakni serbuk putih. Serbuk ini kemudian akan disinari dibawah lampu UV agar dapat melihat warna pendaraan yang dihasilkan akibat peristiwa fotoluminensi secara visual. Salah satu contohnya seperti yang ditunjukkan pada gambar dibawah ini:



**Gambar 3. 7** Salah satu contoh sampel (a) pada proses sintering (b) sampel ketika disinari sinar UV.

### **3.3 Karakterisasi Material**

Sampel BCNO dikarakterisasi dengan karakterisasi *photoluminescence spectroscopy* (PL *spectroscopy*) untuk mengukur spektrum emisi fluoresensi, *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitas sampel dan karakterisasi *Fourier transform infrared* (FTIR) untuk identifikasi keberadaan gugus-gugus fungsi material.