

BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan suatu wilayah menampakkan besarnya penggunaan energi di seluruh sektor kehidupan. Salah satunya dibidang teknologi yang membutuhkan energi listrik, sebagian besar sumber energi listrik berasal dari bahan bakar fosil yang terus menipis jumlahnya. Oleh karena itu, untuk mempertahankan sumber energi listrik perlu diupayakan pemanfaatan sumber energi alternatif secara optimal yang bisa menghasilkan energi listrik. Salah satu sumber energi alternatif adalah termoelektrik, dimana pembangkit termoelektrik mampu mengubah energi panas menjadi listrik secara langsung sehingga berpotensi menjadi energi alternatif untuk masa depan¹.

Material termoelektrik merupakan salah satu komponen penyusun generator termoelektrik. Prinsip termoelektrik ini adalah terjadinya perubahan tegangan akibat kenaikan suhu sehingga di dalam material tersebut akan mengalir arus listrik yang dikenal dengan efek *Seebeck*. Sifat unggul material ini dapat ditunjukkan dari tingginya hantaran listrik dan koefisien *Seebeck* yang dapat meningkatkan sifat listrik, efisiensi hantaran listrik dapat dilihat dari besarnya nilai *figure of merit*(ZT)². Namun, ada faktor lain yang akan menghambat nilai *figure of merit*(ZT) yaitu tingginya nilai hantaran panas yang menyebabkan termoelektrik tidak berjalan maksimal. Oleh karena itu, dilakukan berbagai cara untuk menurunkan hantaran panas diantaranya dengan mendesain struktur material termoelektrik dalam ukuran nano, mendoping dengan ion bervalensi tinggi, komposit dengan logam, menerapkan konsep *Quantum well superlattices* dan pendekatan kaca fonon kristal elektron (*phonon-glass electron crystal*//PGEC)³.

Senyawa yang berpotensi menjadi material termoelektrik dengan kinerja terbaik yaitu material berbasis kalkogenida seperti PbTe dan BiTe³. Namun, senyawa ini merupakan unsur-unsur yang mahal, memiliki sifat toksisitas yang tinggi dan memiliki keterbatasan jika diaplikasikan secara komersial sehingga digunakan material berbasis oksida yang memiliki potensi menjadi material termoelektrik dengan keamanan biologis dan kompatibel dengan lingkungan. Salah satu material termoelektrik berbasis oksida yaitu SrTiO₃ (STO). STO mewakili nilai ZT tipe-n tertinggi 0,65 pada suhu 1100°K, STO menunjukkan nilai S dan σ yang tinggi dengan stabilitas termal yang baik⁴. STO merupakan material semikonduktor, dimana jika material hantaran listriknya tinggi maka hantaran panasnya juga tinggi sehingga nilai ZT tidak optimal. Maka dari itu dilakukan pembuatan STO nanopoliedral dengan tingkat kompleksitas permukaan tinggi sehingga meningkatkan sifat spesifik dari STO yang dapat menurunkan hantaran panas. Selain itu, penambahan logam ke dalam senyawa STO dapat dilakukan untuk meningkatkan nilai hantaran listrik³.

Penggunaan nanopartikel logam mulia seperti Au, Ag dan Pt menarik perhatian karena memiliki sifat termal dan optik yang baik. Nanopartikel perak banyak digunakan karena

mampu meningkatkan nilai hantaran listrik karena sifat konduktor tinggi, stabilitas termalnya yang baik dan keberadaannya yang melimpah. Dalam proses sintesis nanopartikel perak diperlukan reduktor untuk mengubah Ag^+ menjadi Ag^0 ⁵. Reduktor yang biasa digunakan adalah reduktor kimia yang berpotensi mempunyai sifat *toxic* sehingga merusak lingkungan. Oleh karena itu, pada penelitian ini dimanfaatkan bioreduktor yang ramah lingkungan namun tetap efektif sebagai pereduksi. Salah satu bioreduktor adalah daun gambir. Daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb) telah diteliti dapat mereduksi logam terutama logam transisi karena memiliki kandungan flavonoid berupa polifenol. Beberapa penelitian telah membuktikan bahwa ekstrak daun gambir dapat mereduksi ion logam perak dan menghasilkan logam Ag berskala nanopartikel. Penambahan nanopartikel perak sebagai bioreduktor berpotensi meningkatkan sifat hantaran listrik dari SrTiO_3 sehingga menciptakan material termoelektrik yang lebih baik. Potensi lain dari daun gambir juga dilihat dari sumbernya yang melimpah sehingga akan menambah nilai komoditas di Sumatera Barat⁶.

Sintesis Ag- SrTiO_3 nanokomposit dapat dilakukan dengan berbagai metode seperti Sol gel, Lelehan garam, Hidrotermal dan Solvotermal⁷. Metode hidrotermal telah dilaporkan dapat membentuk material SrTiO_3 nanopolihedral dengan penambahan Cetyl Trimetil Ammonium Bromida (CTAB) dan Tert-Butyl Amine (TBA) sebagai *capping agent* dan mineralizer⁸. Selanjutnya, penelitian lain melaporkan untuk meningkatkan nilai hantaran listrik dilakukan modifikasi pembentukan SrTiO_3 dengan perak menggunakan CTAB dan TBA sebagai *capping agent* dan mineralizer sementara ekstrak daun gambir digunakan sebagai bioreduktor. Namun, struktur kristal dan morfologi Ag- SrTiO_3 nanopolihedral yang terbentuk tidak teratur dan seragam, diasumsikan terjadinya efek sterik pada saat pembentukan SrTiO_3 yang disebabkan banyaknya spesi ion dari CTAB, TBA, dan ekstrak daun gambir⁹. Oleh karena itu, dalam penelitian ini ekstrak daun gambir juga digunakan sebagai surfaktan yang berfungsi sebagai *capping agent* sehingga efektif mengontrol morfologi sampel dan CTAB tidak digunakan lagi. Pada penelitian ini telah disintesis nanokomposit Ag- SrTiO_3 menggunakan metode hidrotermal dengan bantuan ekstrak daun gambir sebagai bioreduktor dan *capping agent*. Rasio mol nanopartikel Ag dan SrTiO_3 dalam membentuk Ag- SrTiO_3 divariasikan untuk menentukan hantaran listrik tertinggi. Pemanfaatan daun gambir sebagai bioreduktor dan *capping agent* pada pembuatan Ag- SrTiO_3 nanokomposit belum pernah diteliti sehingga teknik ini diharapkan terbentuknya nanokomposit Ag- SrTiO_3 sehingga mampu meningkatkan hantaran listriknya dan nilai ZT.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, rumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Apakah ekstrak daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb) dapat berperan sebagai *capping agent* dan bioreduktor yang efektif dalam sintesis hidrotermal Ag-SrTiO₃ sehingga menghasilkan struktur kristal yang teratur dan morfologi yang searagam?
2. Berapakah peningkatan nilai hantaran listrik nanokomposit Ag-SrTiO₃ setelah penambahan ekstrak daun gambir?

1.3 Tujuan penelitian

Dari rumusan masalah tersebut, maka tujuan dari penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui kemampuan ekstrak daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb) sebagai *capping agent* dan bioreduktor dalam sintesis hidrotermal Ag-SrTiO₃ dengan struktur kristal dan morfologi yang seragam
2. Menentukan nilai hantaran listrik dari Ag-SrTiO₃ nanokomposit yang dihasilkan

1.4 Manfaat penelitian

Adanya penelitian ini diharapkan dapat memberikan wawasan mengenai efektivitas penambahan ekstrak daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb) dalam sintesis hidrotermal Ag-SrTiO₃ untuk material penghasil energi listrik. Selain itu, penelitian ini juga berpotensi mendorong peningkatan nilai ekonomi dan komoditas di Sumatera Barat dalam memanfaatkan daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb).



BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Energi Listrik Alternatif

Energi adalah penggerak utama semua aspek kehidupan dan menjadi kebutuhan primer bagi manusia. Saat ini, Indonesia memasuki era puncak krisis energi karena imbas lonjakan minyak dunia mencapai 98 dolar/barel. Hal ini memaksa kita untuk melakukan penghematan energi agar bisa tetap bertahan di tengah krisis energi dan menipisnya sumber energi konvensional seperti minyak bumi, batu bara dan gas alam. Pemanfaatan sumber energi terbarukan sedang gencar dilakukan karena memiliki kelebihan antara lain: relatif mudah didapatkan, biaya operasional rendah dan tidak menghasilkan limbah berbahaya. Salah satu sumber energi potensial dengan menggunakan inovasi baru, yaitu penggunaan generator termoelektrik yang dapat mengkonversi energi panas buangan menjadi energi listrik sehingga menjadi salah satu alternatif penghasil energi listrik di tengah sumber energi konvensional².

2.2 Nanoteknologi dan Nanomaterial

Nanoteknologi merupakan teknologi canggih yang dapat bersaing dengan kemajuan industri. Sederhananya, nanoteknologi adalah teknologi berbasis pada material berukuran kecil (Nanoskala) untuk meningkatkan dan memperbaiki performa suatu bahan yang telah ada. Nanomaterial mengacu pada material dengan ukuran partikel dalam skala nanometer. Hal utama dari bahan yang berbasis nanomaterial yaitu dapat memberikan kekuatan, penyerapan cahaya, material terisolasi sehingga dapat menurunkan pemakaian bahan utama dalam suatu teknologi, mengurangi emisi gas CO₂ dan dapat melindungi dunia dari *global warming*¹⁰

Struktur material berskala nano merupakan material yang memiliki dimensi dalam kisaran 1 sampai 100 nm. Adanya kemampuan dalam menggabungkan sifat klasik dan kuantum dari suatu nanomaterial membuat material dengan struktur nano menarik perhatian peneliti. Rancangan pembuatan material ini dilakukan dengan pendekatan *bottom up* dan *top down*. Bahan berstruktur nano memiliki sifat listrik, kimia, struktural dan magnetik yang unik sehingga dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang ilmu seperti teknologi, kesehatan dan energi¹¹

Material nano ini memiliki berbagai dimensi dalam skala nanometrik yang berperan penting dalam menentukan jenis serta karakteristik struktur nano. Berdasarkan dimensi yang dimilikinya, struktur nano dapat dikategorikan ke dalam beberapa jenis yaitu,

1. Struktur nano nol dimensi

Struktur nano 0-D merupakan struktur dengan semua dimensi dalam rentang ukuran nanometrik, yang berarti bahwa ukuran partikel dalam ketiga dimensi terbatas dalam skala nanometer. Perkembangan signifikan telah terjadi dalam penelitian dan aplikasi material dengan struktur nano 0-D. salah satu contohnya dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang

teknologi, seperti pencitraan optik, perangkat elektronik, dan biomedis seperti biosensor dalam mendeteksi suatu zat biologis¹².

2. Struktur nano satu dimensi

Struktur nano 1-D memiliki satu dimensi yang secara signifikan lebih panjang dibandingkan dua dimensi lainnya, sehingga membentuk menyerupai benang atau batang berukuran sangat kecil. Contoh dari struktur ini antara lain nanotube (tabung nano), nanorods (batang nano), nanoneedles (jarum nano), dan nanowires (kawat nano) dengan komposisi berdasarkan oksida, nitride, atau logam untuk aplikasi terkait energi. Struktur ini berperan penting dalam memahami dan memodelkan mekanisme transportasi listrik serta panas pada skala nano. Selain itu, keberadaan efek kurungan kuantum dalam struktur ini dapat meningkatkan efisiensi berbagai aplikasi. Karena keunggulan tersebut, material nano 1-D banyak digunakan dalam pembuatan perangkat elektronik berskala nano, fotokatalik, sensor elektrokimia, komponen elektronik berteknologi tinggi dan produksi hidrogen¹³

3. Struktur nano dua dimensi

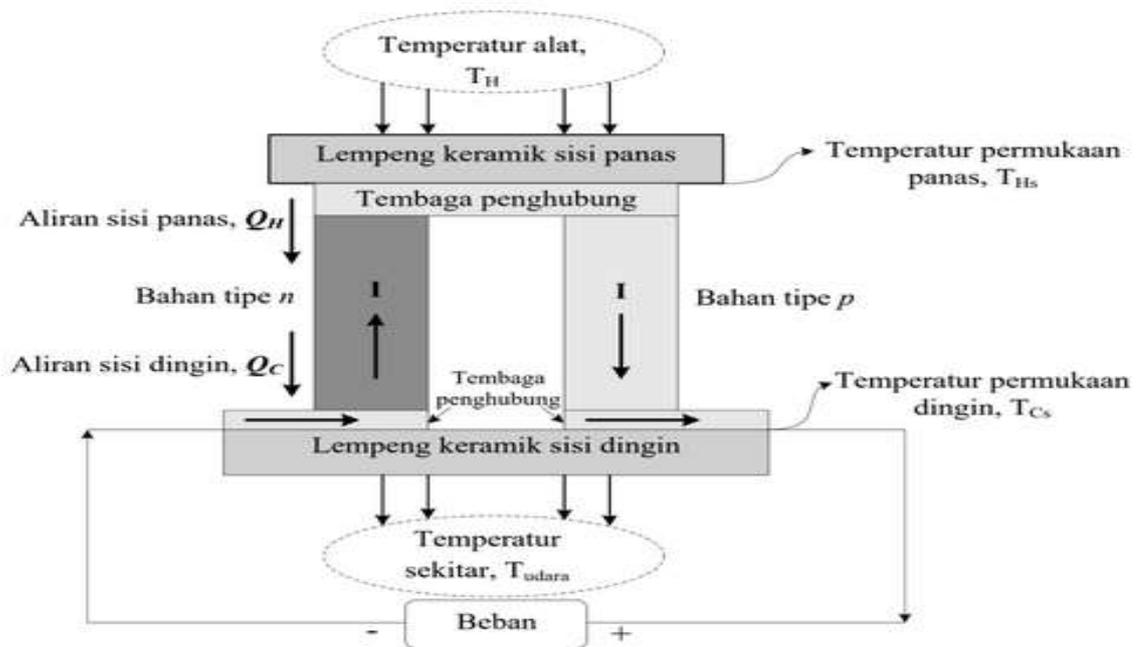
Struktur nano dua dimensi (2-D) merupakan material yang memiliki dua dimensi berada di luar skala nanometer, sehingga membentuk struktur berbentuk lapisan atau bidang. Nanomaterial dua dimensi (2D) memiliki kemampuan fisik, kimia, sangat anisotropik karena strukturnya yang sangat tipis. Keragaman luas permukaan yang tinggi, topologi yang berlapis, dan sifat yang ditemukan dalam nanomaterial 2D membuat material ini cocok untuk direayasa dengan karakteristik permukaan yang memungkinkan identifikasi yang diinginkan. Nanomaterial dua dimensi berpotensi untuk dikembangkan menjadi nanostruktur untuk diagnostik dan biosensor karena sifatnya yang unik, struktur pita yang bergantung pada lapisan dan heterostruktur¹⁴. Material dengan struktur ini banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, seperti lapisan (thin film), pelapis nano (nanocoatings), serta lapisan nano (nanolayers)¹⁵.

4. Struktur nano tiga dimensi

Struktur nano 3-D mempunyai tiga dimensi yang mencakup distribusi nanopartikel atau nanokristal yang berbeda. Struktur nanomaterial 3D didasarkan pada bentuk batang, kubus, bola, bola berpori, busa, nanorods. Beberapa contoh nanomaterial 3D yang populer yaitu nanokubus, fullerene, dendrimer dan nanocage. Nanomaterial 3D dapat memberikan efek pembatas kuantum yang berasal dari nanostruktur penyusunnya. Potensi nanomaterial 3D sangat besar dalam berbagai aplikasi seperti mesopori dan mikrodfer berongga dengan nanostruktur penyusun yang terkontrol dapat digunakan sebagai penyimpanan dan konversi energi¹⁶. Penggunaan material nano struktur 3-D ini seperti katalisis, bahan magnetik, dan bahan elektroda untuk baterai¹⁵.

2.3 Material Termoelektrik

Generator termoelektrik merupakan teknologi pembangkit listrik yang pertama kali diperkenalkan oleh Thomas Johan Seebeck pada tahun 1821. Seebeck melaporkan bahwa energi potensial termoelektrik dapat dikembangkan dengan adanya perbedaan temperature pada dua bahan yang berbeda yang disebut dengan “*efek Seebeck*”¹⁷.



Gambar 2.1 Rangkaian Generator Termoelektrik

Sistem generator termoelektrik terdiri dari semikonduktor tipe-p dan tipe-n dimana tipe-p merupakan bagian yang kelebihan elektron³. Sesuai dengan Gambar 2.1, ketika energi panas mengalir dari permukaan panas ke permukaan dingin melalui material termoelektrik maka muatan akan bergerak sesuai gradient suhu, sehingga pergerakan muatan ini menghasilkan perbedaan tegangan terhadap perbedaan suhu (*efek Seebeck*). Tegangan yang dihasilkan akan mengubah energi termal menjadi energi listrik¹⁸.

2.4 Material Perovskite Semikonduktor SrTiO₃

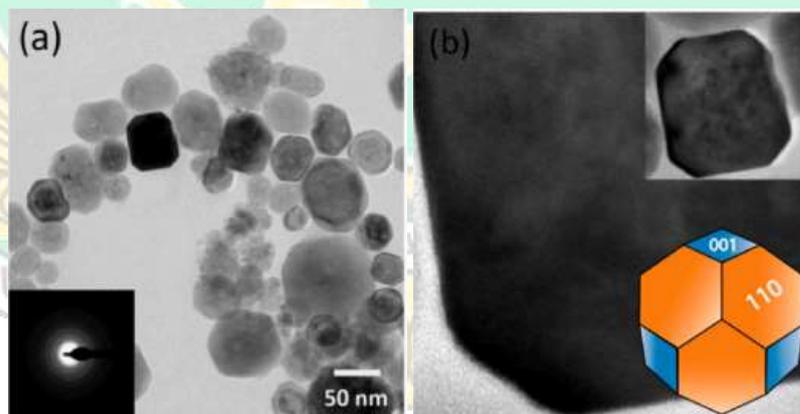
Bahan perovskite mendapatkan perhatian besar bagi peneliti karena memiliki aplikasi yang sangat luas seperti superkapasitor, sel surya, laser, fotokatalis, fotoelektrolisis dan sel bahan bakar. Perovskite merupakan material dengan struktur kristal ABX₃, dimana terdiri dari A dan B merupakan kation dengan valensi ganda dan X merupakan anion yang berupa oksigen ataupun halogen. CaTiO₃ merupakan material perovskite pertama yang ditemukan oleh Gustav Rose pada tahun 1839 dan nama perovskite ini diberikan oleh ilmuwan terkenal yaitu Count Le Alexerch von Perovskite¹⁹.

Struktur perovskite memiliki struktur kubik sederhana, diantara banyaknya material perovskite, SrTiO₃ merupakan material yang paling banyak diminati karena memiliki sifat-sifat yang menarik seperti stabilitas termal dan kimia yang tinggi, kekuatan mekanik yang tinggi, koefisien ekspansi termal yang rendah, suhu leleh yang tinggi, koefisien optik non-

linear yang besar dan konstanta dielektrik yang besar²⁰. Struktur perovskite SrTiO₃ terdiri dari Kation Sr (Strontium) yang merupakan unsur golongan alkali tanah dan Titanium (Ti) merupakan kation logam transisi, sedangkan oksigen merupakan anion dari golongan kalkogen²¹. Kation Ti⁴⁺ memiliki ukuran yang lebih kecil daripada kation Sr²⁺ sehingga berada di tengah-tengah kubus yang akan dikelilingi oleh 6 anion O²⁻ membentuk oktahedron TiO₆, sementara itu kation Sr²⁺ mengisi setiap sudut kubus dan berkoordinasi dengan 12 anion O²⁻. Ikatan kimia yang terbentuk pada senyawa ini yaitu ikatan ionik pada Sr²⁺ dan ion TiO₆. TiO₆ yang ada membentuk ikatan kimia yang kuat sehingga mempengaruhi sifat-sifat fisik dari material SrTiO₃. Bentuk kristal dari material ini dalam struktur kubik dengan reflektansi memberikan nilai celah pita sebesar 3,21 eV yang disebabkan adanya transfer muatan dari O²⁻ : 2p => Ti⁴⁺ : 3d²².

2.5 Struktur dan Morfologi Ag-SrTiO₃ Nanokomposit

Strontium titanate merupakan struktur perovskite dengan parameter kisi 3,905Å. Struktur SrTiO₃ jika didinginkan hingga suhu 105K maka akan terjadi transisi fasa dari struktur kubik (grup ruang Pm3m) ke struktur tetragonal (grup ruang Pm4m)²³. Teknik sintesis yang digunakan akan mempengaruhi bentuk morfologi dan ukuran partikel. Menurut Dinda, SrTiO₃ yang disintesis menggunakan metode hidrotermal menghasilkan SrTiO₃ dengan morfologi nanopolihehedral dengan variasi waktu sintesis dan penambahan TBA sebagai mineralizer. Keragaman bentuk morfologi memberikan sifat unik dari suatu nanomaterial. Morfologi nanopolihehedral menawarkan sifat spesifik dari STO dan membantu menurunkan hantaran panas seperti yang terlihat pada Gambar 2.2. Hal ini sangat berguna dalam pemanfaatan SrTiO₃ sebagai material termoelektrik²⁴.



Gambar 2.2. SrTiO₃ nanopolihehedral (a) STO 50 nm (b) STO 10 nm⁷

Perak berperan untuk meningkatkan konduktivitas listrik (σ) yang menghasilkan faktor daya yang lebih tinggi dengan adanya nanokomposit perak, selain itu konduktivitas termal (κ) menurun dengan adanya partikel perak karena efek hamburan fonon yang mengarah pada peningkatan angka ZT²⁵. Pembentukan Ag-SrTiO₃ dilakukan dengan Ag yang terhiasi di permukaan SrTiO₃ melalui metode solvotermal dengan penambahan daun gambir sebagai bioreduktornya. Sementara itu, sintesis Ag-SrTiO₃ telah dilakukan

menggunakan metode hidrotermal menggunakan CTAB sebagai surfaktan dan TBA sebagai mineralizer namun pembentukan nanokomposit ini belum berhasil terjadi dikarenakan banyaknya spesi ion dalam larutan sehingga Ag tidak berhasil terdekorasi pada permukaan material⁵.

2.6 Potensi Ekstrak Daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb) sebagai Bioreduktor dan Capping Agent

Gambir merupakan tanaman yang tersebar di Indonesia khususnya di daerah Sumatera Barat. Hampir 90% ekspor gambir di Sumatera Barat berasal dari Kabupaten Pesisir Selatan dan Lima Puluh Kota. Tanaman ini dikenal dari jenis semak dari family Rubiaceae yang hidup di dataran tinggi, dengan curah hujan 2.500-3.000 mm/tahun, dan mendapat cukup intensitas cahaya matahari⁶. Gambir memiliki banyak manfaat kesehatan seperti obat inflamasi, sariawan, disentri, sakit kepala, penyakit kulit dan sebagai pewarna tekstil. Selain itu, daun gambir memiliki kandungan senyawa polifenol yaitu flavanoid yang merupakan salah satu sumber potensial antioksidan alami. Tanaman gambir memiliki daun berbentuk lonjong dengan ujung meruncing dan permukaan yang licin. Pada gambar 2.3 dapat terlihat bahwa daun gambir berwarna hijau dan batangnya memiliki cabang-cabang yang menjulur serta melekat pada pohon, daunnya tersusun berlawanan pada batang²⁶. Adapun taksonomi tanaman gambir adalah sebagai berikut:

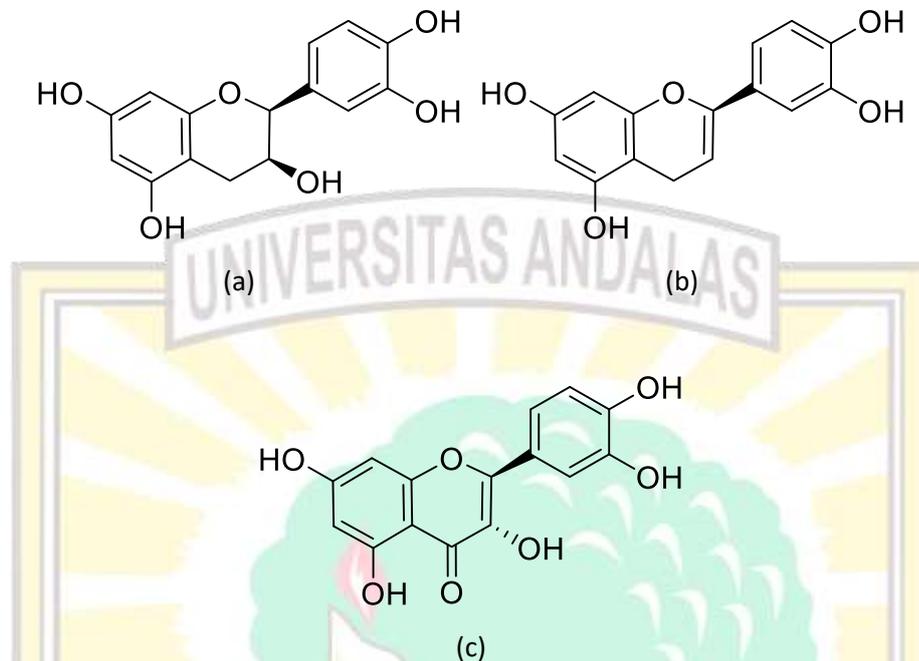
Divisi	: Spermatophyta
Subdivisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledon
Bangsa	: Rubiales
Suku	: Rubiaceae
Marga	: Uncaria
Spesies	: <i>Uncaria gambir</i> (Hunter) Roxb ²⁷



Gambar 2.3 Daun *Uncaria gambir* Roxb

Katekin, asam katekin tanat dan kuersetin merupakan kandungan utama dalam gambir. Kandungan terbesarnya adalah katekin yaitu 73,3% dimana komposisi ini lebih besar daripada teh yang memiliki kandungan katekin sebesar 30-40%. Kelompok senyawa

metabolit sekunder seperti katekin ini dapat berperan sebagai antibakteri dan antioksidan sehingga bisa digunakan dalam mereduksi logam secara alami. Selain itu, daun gambir juga memiliki senyawa tannin yang juga termasuk senyawa polifenol yang dapat berperan sebagai antioksidan alami²⁸.



Gambar 2.4 Struktur Senyawa (a) Katekin (b) katekin tanat (c) kuarsetin

Antioksidan berperan sebagai bioreduktor alami karena kemampuannya dalam menyumbangkan elektron atau atom hidrogen yang memungkinkan reduksi ion logam dari keadaan oksidasi yang lebih tinggi ke keadaan yang lebih rendah²⁹. Dalam proses reduksi logam, gugus hidroksil (-OH), karboksil (-COOH), dan katekol pada senyawa fenolik memainkan peran kunci dengan menstabilkan ion logam melalui khelasi dan transfer elektron^{30,31}.

Kandungan senyawa polifenol di dalam daun gambir ini juga dapat berperan sebagai *capping agent* untuk mencegah proses aglomerasi pada sintesis suatu material. *Capping* merupakan proses adsorpsi senyawa organik yang memiliki sifat hidrofobik dan efek *steric hindrance* pada permukaan partikel sehingga dapat mencegah proses aglomerasi³²

2.7 Sintesis Ag-SrTiO₃ Nanokomposit Secara Hidrotermal

Pembuatan Ag-SrTiO₃ nanokomposit bisa dilakukan dengan berbagai cara seperti Solvotermal, Sol-gel, Hidrotermal dan Lelehan garam. Dari metode yang bisa dilakukan, metode hidrotermal memiliki kontrol yang baik terhadap distribusi bentuk dan ukuran serta kristalinitas tinggi dibandingkan dengan sintesis lainnya. Sintesis hidrotermal memungkinkan pembuatan kristal yang sangat murni dengan luas permukaan spesifik yang tinggi, serta kontrol morfologi yang baik²⁰.

Pemrosesan hidrotermal didefinisikan sebagai reaksi homogen atau heterogen dengan adanya pelarut berair atau mineralizer di bawah kondisi tekanan dan suhu tinggi

untuk melarutkan dan mengkristalkan material yang relatif tidak larut dalam kondisi biasa. Dalam pembuatan bentuk material dengan ukuran dan bentuk kristal yang terkontrol, hidrotermal mampu membuat material dalam skala nanometer dan level sub mikrometer dimana dalam proses pembuatan material ini biasanya digunakan *capping agent* untuk membantu kontrol morfologi³³.

2.8 Karakterisasi Material dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Peningkatan karakterisasi suatu material telah banyak dilakukan untuk menentukan dan mengidentifikasi keberadaan suatu senyawa, kristalinitas, dan sifat-sifat kristal Difraksi sinar X telah digunakan untuk menganalisis struktur kristal dalam material. Prinsip kerja dari XRD yaitu dengan mengamati pola refraksi sinar sebagai akibat dari berkas yang dibiaskan oleh suatu material yang memiliki susunan atom dalam kisi kristal. Analisis menggunakan instrument XRD dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Data yang diberikan dalam bentuk dua sudut theta, intensitas puncak, dan besarnya konstanta kisi menginterpretasikan analisis kuantitatif dari alat ini. Sedangkan data yang disajikan dalam bentuk analisis fasa, berupa identifikasi jenis fasa, komposisi fasa, ukuran kristalit, orientasi merupakan analisis kualitatif yang diberikan dari XRD³⁴.

Prinsip dasar menggunakan instrument XRD adalah melakukan difraksi cahaya melalui celah kristal. Sinar-X yang ditembakkan ke dalam sampel padatan, kemudian sinar itu akan dibelokkan ke segala arah sesuai dengan Hukum Bragg. Difraksi cahaya oleh kisi atau kristal dapat terjadi jika difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang ekuivalen dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1Å. Radiasi yang digunakan berupa radiasi sinar-X, elektron, dan neutron. Sinar-X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar antara 0,5 sampai 2,5 Å. Saat berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diserap, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan (difraksi). XRD akan mendeteksi difraksi hamburan sinar-X yang saling meniadakan karena fasanya berbeda dan ada yang saling menguatkan karena memiliki fasa yang sama³⁵.

Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak difraksi reaksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai tertentu sebesar 2θ . Intensitas relatif puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion dan distribusinya dalam sel satuan material. Pola difraksi setiap padatan kristal sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, satuan parameter, dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dalam mengukur ukuran kristal dari suatu sampel dapat digunakan pendekatan Debye Scherrer yang dirumuskan dalam persamaan 1 berikut:

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

Keterangan:

D = Ukuran Kristal

K = Konstanta Scherrer (0.9)

λ = Panjang gelombang X-Ray (0.15406 nm)

β = *Full Widht at Half Maximum* (FWHM)

Menentukan FWHM dilakukan dengan cara, mengidentifikasi puncak yang paling tajam atau area kristal dalam pola difraksi yang dihasilkan oleh XRD, kemudian dilakukan analisis pada grafik hasil difraksi untuk menemukan nilai 2θ yang menunjukkan intensitas maksimum. Setelah nilai ini ditemukan, langkah selanjutnya adalah menentukan setengah dari nilai intensitas maksimum puncak. Selanjutnya, identifikasi nilai 2θ pada sisi minimum dan maksimum yang sesuai dengan setengah intensitas puncak maksimum tersebut³⁵.

2.9 Karakterisasi Material dengan *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR)

Spektroskopi *infrared* didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dan sistem molekul. Interaksi ini menyebabkan terjadinya absorpsi cahaya inframerah sehingga terjadinya transisi di antara tingkat energi vibrasi. Energi yang dihasilkan dari sinar inframerah lebih lemah dibandingkan dengan sinar tampak dan ultraviolet³⁶.

Proses suatu molekul mengabsorpsi radiasi, masing-masing melibatkan kenaikan energi terhadap sinar yang diabsorpsi, dimulai dari terjadinya absorpsi radiasi menyebabkan tingkat energi rotasi lebih tinggi dalam suatu transisi rotasi, selanjutnya tingkat energi vibrasi meningkat dalam transisi vibrasi pada absorpsi energi terkuantisasi. Setelah itu, elektron-elektron molekul yang meningkat ke energi elektron lebih tinggi dalam suatu transisi elektroniknya. Analisis inframerah berada di daerah $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ dalam satuan bilangan gelombang dengan puncak spektra tertinggi memiliki intensitas sebesar 2-5%³⁷.

2.10 Karakterisasi Material dengan Spektrofotometri UV-Vis *Diffuse Reflectan Spectroscopy* (DRS)

Karakteristik material semikonduktor yaitu memiliki celah pita valensi yang sangat unik. Energi celah pita menggambarkan jarak diantara pita valensi dengan pita konduksi yang sebanding dengan energi dalam satuan elektronVolt. Besarnya celah pita optik ini menentukan sejumlah sifat fisik material semikonduktor. Faktor yang mempengaruhi lebar celah pita optik dari suatu material adalah transfer muatan dalam material, kerapatan pembawa muatan, spektrum absorpsi material, dan spektrum luminisensi. Umumnya spektrofotometri UV-Vis *Diffuse Reflectan Spectroscopy* dapat mengukur energi celah pita suatu material. Prinsip dasar dari alat ini adalah saat material semikonduktor disinari maka foton diserap dan terbentuk pasangan elektron-*hole*. Keadaan energi membentuk pasangan elektron-hole saat $H\nu = E_g$. Ketika $h\nu < E_g$ maka foton akan diserap, jika terdapat keadaan energi dalam celah terlarang akibat dari adanya cacat, terjadi transisi ekstrinsik. Proses adsorpsi foton menyebabkan transisi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dengan energi foton harus sama atau lebih besar dari energi *gap*-nya, dengan frekuensi ν ³⁸.

2.11 Observasi Material dengan *Transmission Electron Microscope* (TEM/HR-TEM)

Transmission Electron Microscope digunakan dalam ilmu material pada skala nano dikarenakan resolusi spesialnya yang tinggi dan fleksibilitas. Instrument ini dapat dilakukan menggunakan iluminasi gelombang bidang, di mana penggunaannya dapat merekam intensitas medan jauh sebagai pola difraksi atau dengan membentuk gambar gelombang elektron setelah ditransmisikan melalui sampel, yang sering disebut sebagai *High Resolutuon Transmission Electron Microscope*³⁹.

