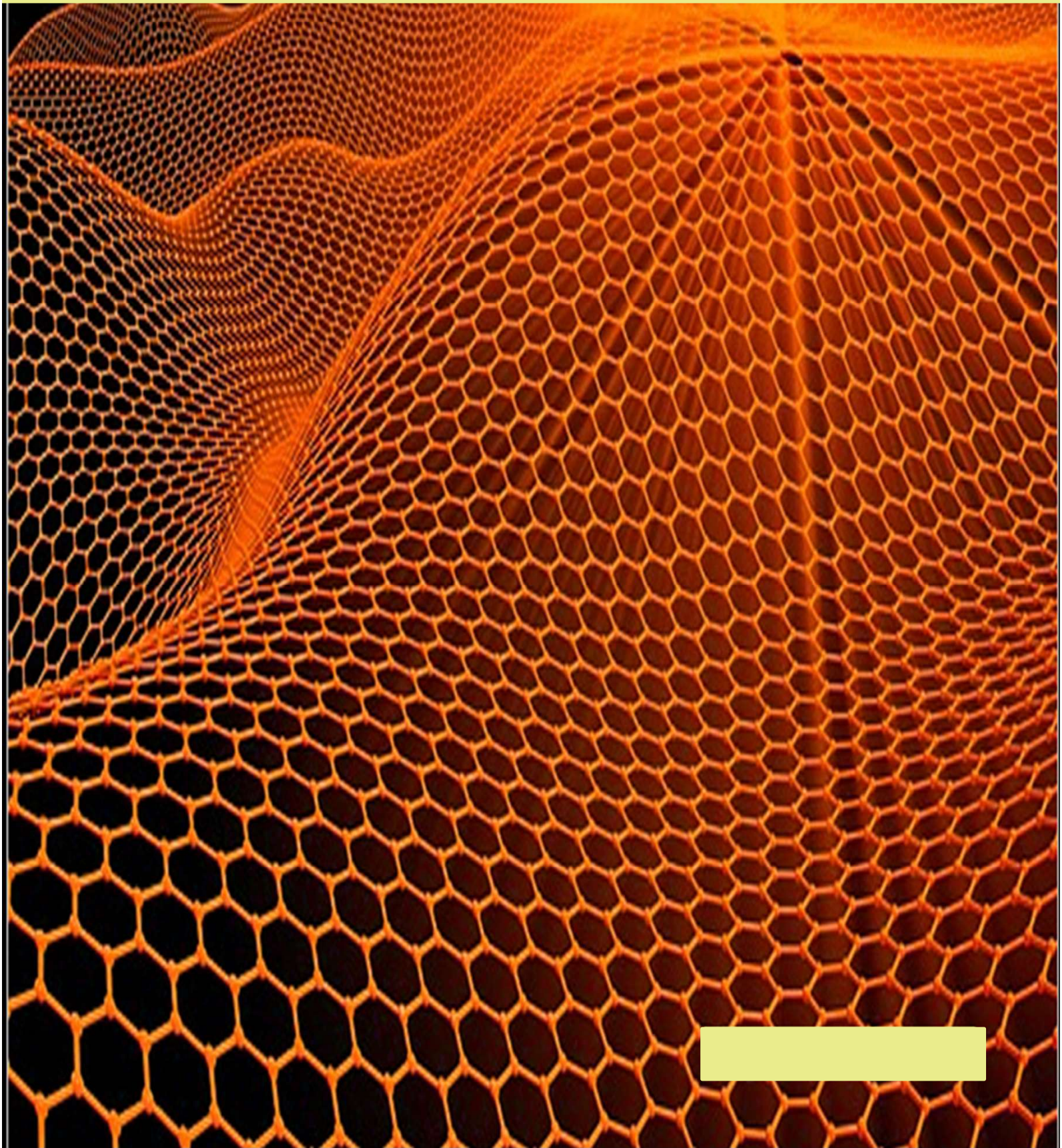
e-ISSN 2579-6054
P-ISSN 2087-748X

JMEI Jurnal Material dan Energi Indonesia

Volume 13, Nomor 02, Tahun 2023 http://jurnal.unpad.ac.id/jmei



JMEI Jurnal Material dan Energi Indonesia

Volume 13, Nomor 02, Desember 2023

Penanggung Jawab
Ketua Departemen Fisika FMIPA Unpad

Ketua Editor:
Annisa Aprilia, Prodi Fisika FMIPA Unpad

Editor Bagian:
Setianto, Prodi Fisika FMIPA Unpad
Lukmanul Hakim, Itera

Mitra Bestari:
Sahrul Hidayat, Unpad
Cukup Mulyana, Unpad
Diana Rakhmawati, Unpad
Kartika Hajar Kirana, Unpad
Menik Ariani, Unsri
Vera Firmansyah, Akmet
Lusi Safriani, Unpad
Andri Abdurrachman, Unpad

Jurnal Material dan Energi Indonesia (JMEI) merupakan jurnal ilmiah yang memuat hasil-hasil penelitian yang mencakup kajian teoretik, simulasi dan modeling, eksperimen, rekayasa dan eksplorasi dalam bidang Material dan Energi. Jurnal ini terbit secara berkala sebanyak dua kali dalam setahun (Juni dan Desember). Redaksi menerima naskah ilmiah hasil penelitian, pikiran dan pandangan, review, komunikasi singkat dalam bidang material dan energi. Petunjuk penulisan artikel tersedia di dalam setiap terbitan dan secara online. Artikel yang masuk akan melalui proses seleksi mitra bestari dan disetujui oleh dewan editor.

Biaya Penerbitan: Rp. 300.000 per artikel
Harga langganan (termasuk ongkos kirim per eksemplar)

Untuk Pemesanan atas nama	Pulau Jawa	Luar Jawa
Lembaga	Rp. 75.000,-	Rp. 85.000,-
Perorangan	Rp. 55.000,-	Rp. 60.000,-

Penerbit: Departemen Fisika FMIPA Unpad
Terbit pertama kali: 2011
Terbit dua kali setahun (Juni, Desember)

Alamat Editor:
Sekretariat Jurnal Material dan Energi Indonesia (JMEI)
Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Padjadjaran
Jalan Raya Jatinangor Sumedang 45363
Telepon: 022 779 2435
Alamat e-mail jurnal: jmei@phys.unpad.ac.id
Website: http://jmei.phys.unpad.ac.id

Kata Pengantar

Dalam penerbitan ini, Jurnal Material dan Energi Indonesia (JMEI) Volume 13 Nomor 02 tahun 2023 terbit dan terpublikasikan pada bulan Januari 2024 menyajikan beberapa artikel yang membahas hasil penelitian eksperimen bidang material dan energi. Materi yang dimuat dalam terbitan ini berkaitan dengan bidang material maupun energi, yaitu optimasi adsorpsi Rhodamine B oleh Graphene Oxide, pengembangan Pulse Oximeter IoT untuk pemeriksaan COVID-19 tanpa sentuhan, pemurnian sulfur alam dengan teknik disolusi-rekristalisasi untuk baterai Li-S, sistem vision kamera dalam kalibrasi gelas ukur, dan sintesis material penyerap gelombang mikro $\boldsymbol{Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1\text{-}x)}Y_xO_3}$.

Redaksi mengucapkan terima kasih kepada kontributor JMEI Volume 13 Nomor 02 tahun 2023. Semoga artikel-artikel yang terbit pada edisi ini bermanfaat bagi pembaca dan perkembangan penelitian bidang material dan energi di Indonesia.

Dewan Redaksi,

JMEI Jurnal
Material dan Energi Indonesia

Volume 13, Nomor 02, Desember 2023
(http://jurnal.unpad.ac.id/jmei/index)

Daftar Isi

Hal.

Pengaruh Waktu dan Dosis Terhadap Efektivitas Adsorpsi Rhodamine B oleh Graphene Oxide **45-22**
***Fitri Fitrilawati**, Norman Syakir*

Pengembangan Pulse Oksimeter Dan Heart-Rate Sensor Dengan Internet-Of-Things Sebagai Ekstensi Robot Manipulator Untuk Pemeriksaan Pasien Covid-19 Tanpa Sentuhan **53-61**
***Fajar Wira Adikusuma**, Dessy Novita, M. Bayu Setiawan, Farida A Nurjanah, Amara Dwi Natazia, Irma Ruslina Defi*

Kajian Pemurnian Sulfur Alam Dengan Teknik Disolusi-Rekristalisasi Untuk Kebutuhan Aplikasi Katode Baterai Li-S **62-74**
***Fariz Pramudia Maulana**, Sahrul Hidayat*

Studi Pengembangan Sistem Vision Berbasis Kamera Dalam Penentuan Posisi Meniskus Pada Kalibrasi Gelas Ukur **75-83**
***Gianto Gianto,** Vera Firmansyah, Nandang Gunawan Tunggal Waras, Wili Sutanto, Budi Yasri, Azis Muslim*

Sintesis Bahan Penyerap Gelombang Mikro $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ Menggunakan Metode Ball Mill **84-92**
***Tesalonika Siregar**, Togar Saragi,*

Jurnal Material dan Energi Indonesia
Vol. 13, No. 02 (2023) 45 – 52
Departemen Fisika FMIPA Universitas Padjadjaran

Disubmit: *14-08-2023*
Diterima: *23-01-2024*
Terpublikasikan: *30-01-2024*

PENGARUH WAKTU DAN DOSIS TERHADAP EFEKTIVITAS ADSORPSI *RHODAMINE B* OLEH *GRAPHENE OXIDE*

NORMAN SYAKIR[1], DEBY OKTAVIANI[2], FITRILAWATI [1,*]

[1]*Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran*
Jl. Raya Bandung-Sumedang Km 21, Jatinangor 45363, Sumedang, Jawa Barat.
[2] *Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran*
Jl. Raya Bandung-Sumedang Km 21, Jatinangor 45363, Sumedang, Jawa Barat.

Abstrak. Pada penelitian ini dipelajari pengaruh waktu dan dosis terhadap adsorpsi Rhodamin B (RhB) dalam air oleh *Graphene Oxide* (GO). Eksperimen adsorpsi dilakukan dengan cara mencampurkan dispersi GO ke dalam larutan RhB dengan memvariasikan waktu pengadukan dan rasio massa RhB:GO. Filtrat yang didapatkan pada proses adsorpsi dikarakterisasi dengan menggunakan spektofotometer UV-Vis. Hasil eksperimen menunjukkan waktu pengadukan mempengaruhi jumlah adsorbat yang teradsorpsi. Semakin lama waktu pengadukan, maka semakin banyak pula adsorbat RhB yang terserap pada permukaan GO. Pada 5 menit pertama terserap sebanyak 51% dan setelah menit ke-360 terserap sebanyak 61%. Selain itu, jumlah massa GO yang digunakan mempengaruhi jumlah penghapusan RhB, semakin banyak massa GO yang digunakan maka semakin banyak pula RhB yang teradsorpsi pada permukaan GO. Untuk rasio massa RhB:GO =1:1 diperoleh jumlah RhB yang teradsorpsi oleh 0,25 mg massa GO sebesar 29%, sedangkan pada 5 mg massa GO adalah sebesar 79%.

Kata kunci: Rhodamin B, Graphene Oxide, Adsorpsi, Polutan.

Abstract. *We have studied the effect of stirring time and dose on the adsorption of Rhodamine B (RhB) solution by Graphene Oxide (GO). Adsorption experiments were conducted by mixing RhB solution with GO dispersion by varying stirring time and the RhB:GO mass ratio. The filtrate obtained in the adsorption process was characterized using a UV-Vis spectrophotometer. The experimental results showed that stirring time affects the amount of RhB adsorbed by GO, which the longer the stirring time, the more RhB is absorbed. In the first 5 minutes it was absorbed by 51% and in the 360th minute it was absorbed by 61%. In addition the amount of GO used also affects the amount of RhB removal, the more GO used, the more RhB adsorbed on the GO surface. For the mass ratio RhB:GO of 1:1, the amount of RhB adsorbed by a mass of 0.25 mg GO is 29%, while at a mass of 5 mg GO is 79%.*

Keywords*: Rhodamine B, Graphene Oxide, Adsorption, Pollutant.*

1. Pendahuluan

Warna merupakan salah satu daya tarik terbesar dalam meningkatkan minat konsumen terhadap suatu produk, sehingga banyak sekali produk yang menggunakan warna menarik. Salah satu pewarna yang sering digunakan khususnya pada industri tekstil, dan kertas adalah *Rhodamine B* [RhB] yang merupakan pewarna sintetis berbentuk serbuk kristal yang tidak berbau dan termasuk dalam golongan pewarna *xanthenes basa*. Larutan RhB berkonsentrasi tinggi akan berwarna merah keunguan dan menjadi berwarna merah terang pada konsentrasi rendah. Jika pewarna ini masuk ke dalam tubuh manusia, maka akan berbahaya karena bersifat toksik sehingga menyebabkan iritasi hingga gangguan saluran pernafasan. Jika pewarna ini masuk ke perairan, maka akan menjadi pencemaran lingkungan yang mempengaruhi pH air sehingga mengganggu mikroorganisme dan hewan air.

[*]Email: fitrilawati@phys.unpad.ac.id

Untuk menjaga kualitas air, maka perlu dilakukan pengelolaan pada air tercemar. Ada berbagai macam teknik pemisahan yang dapat dilakukan untuk menghilangkan pewarna berbahaya dalam air limbah, diantaranya metode kimia, fotokatalis, fisiokimia dan biologi. Namun, masing-masing metode tersebut memiliki keterbatasan, seperti biaya produksi dan efisiensinya [1]. Di antara proses tersebut, adsorpsi dianggap sebagai metode yang paling andal dan efektif untuk pengolahan zat warna yang ada dalam air limbah [2]. Proses adsorpsi memiliki desain yang sederhana sehingga mudah untuk dioperasikan dengan biaya produksi yang terbilang rendah serta pemulihan bahan adsorben dan adsorbat terbilang aman, tidak memerlukan sinar UV dalam prosesnya, dan bebas dari produksi zat beracun seperti radikal bebas dan ozon yang dihasilkan selama proses fotodegradasi [3].

Telah dilaporkan bahwa *Graphene oxide* (GO) banyak digunakan sebagai adsorben yang efisien untuk menyerap ion logam berat, obat, atau pewarna kationik [4]. GO merupakan material berbasis grafena dengan permukaan yang luas dan struktur monolayer datar. GO memiliki struktur sarang lebah yang mengandung gugus fungsi oksigen pada permukaannya seperti gugus epoksi (C-O-C), hidroksil (C-OH), karbonil (C = O) dan karboksil (-COOH) pada tepinya yang terikat secara kovalen [2]. Gugus oksigen yang dimiliki GO menyebabkan jarak antar lapisan pada GO menjadi lebih lebar. Selain itu, gugus fungsi di atas pada GO menyebabkannya bersifat sangat hidrofilik sehingga mudah larut di dalam air. Gugus fungsi oksigen inilah yang menyebabkan GO bermuatan negatif sehingga dapat menarik dan mengikat polutan bermuatan positif yang berdifusi ke permukaan GO. Hal ini menunjukkan bahwa GO dapat digunakan sebagai adsorben untuk menghilangkan pewarna sintetis pada air limbah [5].

Tingkat penyerapan adsorben GO dipengaruhi oleh banyak faktor seperti kondisi lingkungan, konsentrasi polutan, waktu interaksi dengan polutan dan dosis absorbennya. Dalam usaha untuk mendapatkan faktor yang optimal, dalam studi ini dipelajari pengaruh waktu pengadukan dan dosis terhadap efektivitas adsorpsi RhB oleh GO. Hasil tersebut sangat diperlukan dalam usaha mengoptimasi parameter adsorpsi RhB oleh GO.

2. Bahan dan Metoda

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah dispersi GO 4 mg/mL (*Graphenea* SA ES A75022608) yang berfungsi sebagai adsorban penghilang polutan, bubuk RhB sebagai model polutan, dan *milli-Q Water* sebagai pelarut. Eksperimen dilakukan pada kondisi netral, yaitu kondisi dimana derajat asam-basa dari larutan RhB sekitar 7.

Eksperimen adsorpsi diawali dengan penyiapan dispersi GO dalam air dengan konsentrasi 0,5 mg/mL dan penyiapan larutan RhB dalam air dengan konsentrasi 50 mg/L (50 ppm). Eksperimen adsorpsi dilakukan dengan mencampurkan dispersi GO dengan larutan RhB. Rasio massa RhB dan GO sebesar 1:5. Rasio perbandingan tersebut didapat dengan mencampurkan 2,5 mL dispersi GO berkonsentrasi 0,5 mg/mL dan 5 mL larutan RhB berkonsentrasi 50 mg/L (50 ppm) dalam 42,5 mL *milli-Q Water*. Campuran tersebut kemudian diaduk menggunakan *shaker bath* dengan kecepatan putaran 250 rpm pada suhu ruang, dengan waktu pengadukan divariasi dari 0 hingga 6 jam. Pada eksperimen tersebut disiapkan 8 botol campuran yang identik sesuai dengan jumlah variasi waktu pengadukan. Setelah waktu pengadukan tertentu, campuran tersebut diangkat dari *shaker bath,* endapan GO yang sudah mengadsorpsi RhB dipisahkan dari filtrat larutan RhB. Selanjutnya, filtrat tersebut diukur absorbansinya degan menggunakan spektroskopi UV-Vis untuk mengetahui perubahan konsentrasi larutan RhB setelah diadsorpsi oleh GO pada rentang waktu tertentu.

Selanjutnya, eksperimen adsorpsi dengan variasi dosis dilakukan dengan berbagai jumlah massa GO seperti diperlihatkan pada Tabel 1. Dalam 5 mL larutan RhB dengan konsentrasi 50 mg/L (50 ppm) terdapat 0,25 mg bubuk RhB dan pada 0,5 mL dispersi GO dengan konsentrasi 0,5 mg/mL terdapat 0,25 mg GO. Pada proses adsorpsi tersebut campuran RhB-GO diaduk menggunakan *shaker bath* selama 6 jam pada suhu ruang dengan kecepatan 250 rpm. Sama seperti eksperimen variasi waktu pengadukan, endapan GO yang sudah menyerap RhB dipisahkan dari filtrat larutan RhB. Filtrat larutan RhB tersebut dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV-dan proses tersebut diulang untuk perbandingan RhB:GO yang lainnya.

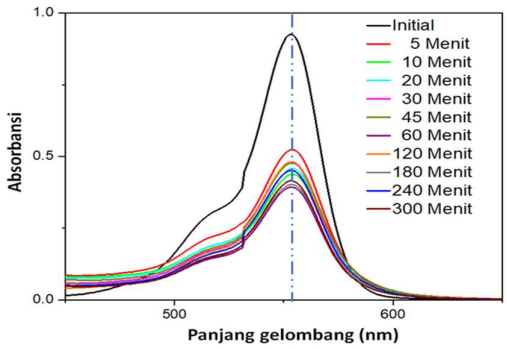
Tabel 1. Perbandingan volume larutan RhB (50mg/L) terhadap dispersi GO (0,5mg/mL).

No.	Volume larutan RhB (50 mg/L)	Volume dispersi GO (0,5mg/mL)	Volume *milli-Q Water*	Volume Total	Kode Sampel
1	5 mL	0,5 mL	44,5 mL	50 mL	D01
2	5 mL	2,5 mL	42,5 mL	50 mL	D05
3	5 mL	5,0 mL	40,0 mL	50 mL	D10
4	5 mL	7,5 mL	37,5 mL	50 mL	D15
5	5 mL	10,0 mL	35,0 mL	50 mL	D20

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Pengaruh waktu pengadukan terhadap efektivitas adsorpsi

Filtrat larutan RhB secara visual mengalami perubahan warna dibandingkan dengan kondisi awal. Perubahan secara signifikan terjadi pada 5 menit pertama dan selanjutnya relatip sedikit berubah. Spektrum absorbansi dari filtrat hasil eksperimen adsorpsi menggunakan 50 mL campuran RhB-GO dengan ratio massa RhB:GO = 1:5 pada berbagai variasi waktu pengadukan diperlihatkan pada Gambar 1. Pada gambar tersebut terlihat bahwa puncak absorbansi larutan RhB menurun secara signifikan pada 5 menit pertama waktu pengadukan dan sedikit menurun pada variasi waktu pengadukan selanjutnya. Hal ini sesuai dengan hasil pengamatan secara visual.

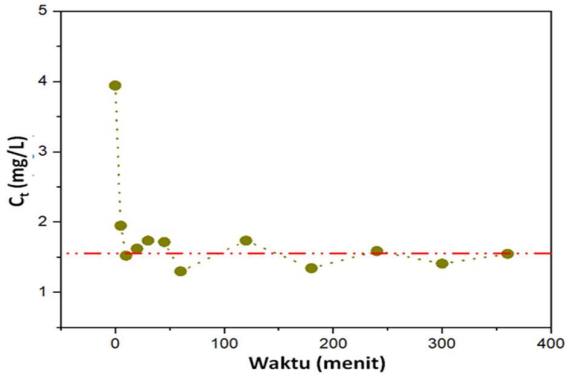


Gambar 1. Perubahan spektrum absorbansi filtrat larutan RhB hasil proses adsorpsi oleh GO pada berbagai waktu pengadukan untuk rasio massa RhB:GO = 1:5.

Nilai puncak absorbansi (A_t) filtrat larutan RhB pada panjang gelombang 554 nm untuk variasi waktu (t) dapat dikonversi menjadi nilai konsentrasi (C_t) menggunakan persamaan (1) yaitu persamaan kalibrasi yang menghubungkan kedua besaran tersebut.

$$C_t(\frac{mg}{L}) = \frac{A_t - 0{,}13128}{0{,}20157} \quad (1)$$

Perubahan nilai konsentrasi filtrat yang dihasilkan selama proses adsorpsi diperlihatkan pada Gambar 2. Pada gambar tersebut tampak bahwa konsentrasi filtrat larutan RhB setelah proses adsorpsi mengalami penurunan. Penurunan secara signifikan terjadi pada 5 menit pertama yaitu dari 3,94 mg/L menjadi 1,55 mg/L dan selanjutnya berubah secara fluktuatif menuju nilai setimbang di 1,55 mg/L.

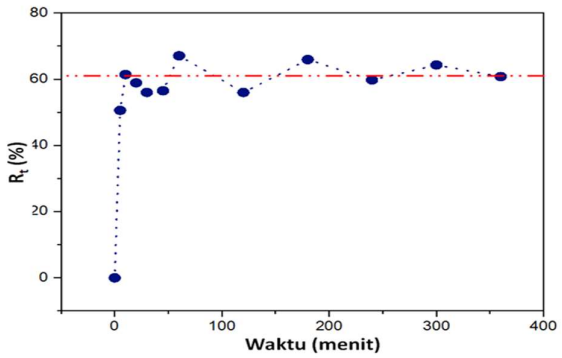


Gambar 2. Perubahan konsentrasi filtrat larutan RhB pada berbagai waktu pengadukan untuk rasio massa RhB:GO = 1:5.

Selisih konsentrasi pada waktu awal dan akhir filtrat larutan RhB menggambarkan jumlah RhB yang teradsorpsi oleh GO. Jumlah RhB yang teradsorpsi oleh GO tampak berlangsung pada 5 menit pertama proses adsorpsi, yaitu sebesar 2,39 mg/L. Perubahan tersebut dapat dinyatakan dalam besaran R_t yang menggambarkan efisiensi adsorpsi oleh GO, yaitu perbandingan antara konsentrasi filtrat yang teradsorpsi oleh GO terhadap konsentrasi awal larutan RhB menggunakan persamaan (2).

$$R_t(\%) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \quad (2)$$

Dengan C_o dan C_t adalah konsentrasi awal larutan RhB dan konsentrasi filtrat larutan RhB pada variasi waktu (t). Kurva efisiensi adsorpsi GO terhadap variasi waktu pengadukan diperlihatkan pada Gambar 3. Tampak bahwa efisiensi adsorpsi pada 5 menit pertama sebesar 60,58 %, selanjutnya efisiensi adsorpsi tampak fluktuatif menuju nilai setimbang di 60,58 %.



Gambar 3. Efisiensi adsorpsi GO terhadap larutan RhB pada berbagai waktu pengadukan untuk rasio massa RhB:GO = 1:5

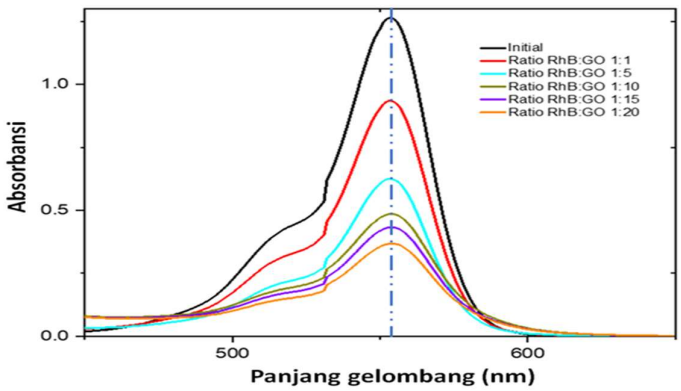
Hasil tersebut memperlihatkan bahwa waktu pengadukan mempengaruhi konsentrasi akhir filtrat larutan RhB. Hal tersebut terjadi karena proses pengadukan menghasilkan kontak antara molekul RhB dan GO sehingga meningkatkan peluang RhB terikat pada permukaan GO. Pengadukan akan menimbulkan interaksi elektrostatis molekul kationik RhB dan molekul negatif pada GO untuk saling berinteraksi. Melalui penambahan waktu pengadukan, maka efisiensi adsorpsi GO semakin meningkat. Namun setelah 5 menit, peningkatan efisiensi adsorbsi tampak fluktuatif dengan perbedaan yang tidak signifikan. Kemungkinan hal ini disebabkan oleh kejenuhan permukaan GO tertutup oleh molekul kationik RhB sehingga kapasitas adsopsinya tidak dapat meningkat atau sudah mencapai kondisi kesetimbangan. Perubahan yang fluktuatif tersebut mungkin diakibatkan terjadinya desorpsi atau pelepasan kembali adsorbat ke dalam pelarut yang digunakan.

3.2. Pengaruh dosis terhadap efektivitas adsorpsi

Untuk ini telah dilakukan eksperimen adsorpsi RhB oleh GO dengan variasi massa GO, yaitu pada berbagai rasio massa RhB:GO atau dosis GO seperti yang diperlihatkan pada Tabel 1 dan 2. Filtrat RhB secara visual tampak semakin bening jika dosis GO yang digunakan makin tinggi, sesuai dengan hasil pengukuran spektrum absorbansi filtrat RhB hasil proses adsorpsi selama 6 jam yang ditampilkan pada Gambar 4. Kurva spektrum absorbansi tersebut memperlihatkan penurunan absorbansi larutan RhB dengan semakin banyaknya massa GO yang digunakan pada proses adsorpsi.

Tabel 2. Variasi ratio massa RhB:GO dan dosis adsorben GO dalam total volume larutan 50 mL.

Kode Sampel	Massa RhB (mg)	Massa GO (mg)	Rasio massa RhB:GO	Dosis GO (mg/mg)
D01	0,25	0,25	1:1	1
D05	0,25	1,25	1:5	5
D10	0,25	2,50	1:10	10
D15	0,25	3,75	1:15	15
D20	0,25	5,00	1:20	20



Gambar 4. Spektrum absorbansi filtrat larutan RhB setelah 6 jam proses adsorpsi oleh GO untuk berbagai dosis GO 1, 5, 10, 15, dan 20

Dengan menggunakan nilai puncak absorbansi RhB pada panjang gelombang 554 nm, konsentrasi filtrat larutan RhB ditentukan menggunakan persamaan (3) sebagai persamaan konversi.

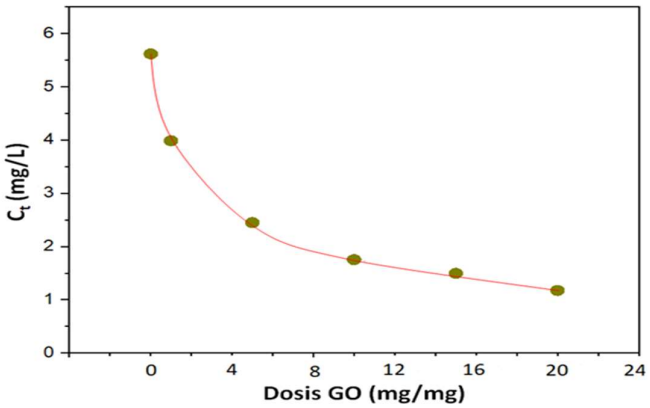
$$C_d(\frac{mg}{L}) = \frac{A_d - 0{,}13128}{0{,}20157} \quad (3)$$

Dengan C_d dan A_d adalah konsentrasi dan absorbansi filtrat RhB untuk suatu dosis GO. Perubahan konsentrasi RhB untuk berbagai jumlah massa GO yang digunakan diperlihatkan pada Gambar 5. Gambar tersebut memperlihatkan konsentrasi filtrat larutan RhB menurun dengan bertambahnya massa GO yang dipergunakan pada proses adsorpsi. Konsentrasi awal larutan RhB adalah 5,6 mg/L, pada rasio RhB:GO = 1:20, konsentrasi akhir filtrat larutan RhB berubah menjadi 1,17 mg/L. Selisih antara konsentrasi awal dan konsentrasi akhir filtrat larutan RhB menggambarkan jumlah RhB yang teradsorpsi pada permukaan GO. Jumlah RhB yang teradsorpsi GO ketika massa GO yang digunakan sebesar 0,25 mg adalah 1,63 mg/L.

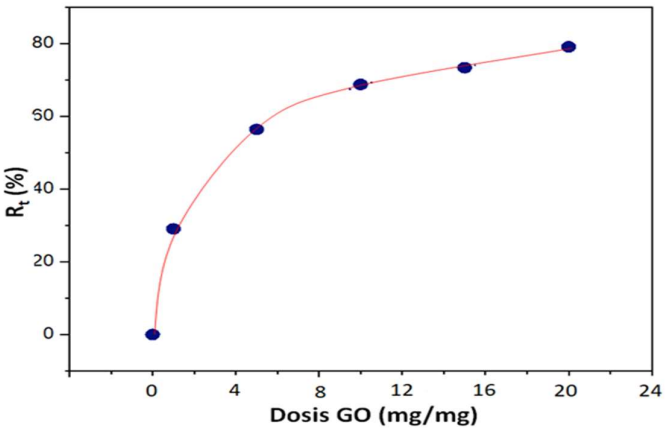
Kemampuan adsorpsi untuk suatu nilai dosis GO dapat dinyatakan dalam besaran efisiensi R_d menggunakan persamaan (4) dan hasilnya diperlihatkan oleh kurva efisiensi pada Gambar 6.

$$R_d(\%) = \frac{C_0 - C_d}{C_0} \times 100\% \quad (4)$$

Dengan R_d dan C_d adalah efisiensi adsorpsi GO dan konsentrasi filtrat RhB untuk suatu dosis GO. Gambar ini memperlihatkan bahwa variasi massa GO sangat berpengaruh juga terhadap efisiensi adsorpsi GO. Semakin besar massa GO yang dipergunakan, maka semakin besar pula efisien adsorpsinya. Efisiensi adsorpsi ini berkaitan dengan jumlah penyerapan RhB oleh GO. Efisiensi adsorpsi untuk massa GO sebesar 0,25 mg adalah 29 % dan untuk massa GO sebesar 5 mg adalah 79 % dimana massa RhB yang digunakan tetap 0,25 mg.



Gambar 5. Perubahan konsentrasi filtrat larutan RhB setelah 6 jam proses adsorpsi untuk berbagai dosis GO.



Gambar 6. Efisiensi efektif adsorpsi GO terhadap larutan RhB setelah 6 jam proses pengadukan untuk berbagai dosis GO.

4. Kesimpulan

Dari hasil pembahasan di atas, dimana eksperimen dilakukan terhadap larutan RhB pada kondisi pH netral, lama waktu pengadukan dan jumlah dosis GO yang digunakan mempengaruhi kualitas filtrat yang dihasilkan pada proses adsorpsi. Untuk rasio RhB:GO = 1:5, dalam rentang waktu 5 menit pertama RhB terserap sebanyak 51% dan ketika waktu diperpanjang hingga menit ke-360 jumlah RhB yang terserap menjadi 61%. Hasil tersebut menunjukkan ada waktu optimum proses adsorpsi RhB oleh GO. Penambahan waktu pengadukan tidak banyak mengubah efisiensi adsorpsinya. Jumlah massa GO yang digunakan sangat mempengaruhi jumlah penghapusan RhB. Semakin banyak massa GO yang digunakan maka semakin banyak pula RhB yang teradsorpsi pada

permukaan GO. Untuk rasio massa RhB:GO =1:1 efisiensi adsorpsi GO sebesar 29% dan meningkat menjadi 79 % ketika rasio RhB:GO dinaikkan menjadi 1:20. Hasil ini menunjukkan waktu dan dosis harus dioptimasi untuk mendapatkan efisiensi yang optimum.

5. Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini didanai oleh Projek Penelitian Dasar Unggulan Perguruan Tinggi (PDUPT) nomor kontrak 2064/UN6.3.1/PT.00/2022 tanggal 17 Maret 2022.

Daftar Pustaka

[1] M. A. M. Salleh, D. K. Mahmoud, W. A. W. A. Karim, and A. Idris. (2011). *Cationic and Anionic Dye Adsorption by Agricultural Solid Wastes: A Comprehensive Review*. Desalination. vol. 280, no. 1–3, pp. 1–13.

[2] J. Sahar, A. Naeem, M. Farooq, S. Zareen, Farida, and S. Sherazi. (2019). *Kinetic Studies of Graphene Oxide Towards the Removal of Rhodamine B and Congo Red*. Int. J. Environ. Anal. Chem., vol. 00, no. 00, pp. 1–15.

[3] M. Eskandari, M. Z. Khatir, A. K. Darban, and M. Meshkini. (2018). *Decreasing Ni, Cu, Cd, and Zn Heavy Metal Using Magnetite-Bentonite Nanocomposites and Adsorption Isotherm Study*. Mater. Res. Express, vol. 5, no. 4.

[4] A. Khan *et al.* (2017). *The Role of Graphene Oxide and Graphene Oxide-Based Nanomaterials in the Removal of Pharmaceuticals from Aqueous Media: a Review*. Environ. Sci. Pollut. Res., vol. 24, no. 9, pp. 7938–7958.

[5] B. Mao, B. Sidhureddy, A. R. Thiruppathi, P. C. Wood, and A. Chen. (2020). *Efficient Dye Removal and Separation Based on Graphene Oxide Nanomaterials*. New J. Chem., vol. 44, no. 11, pp. 4519–4528.

Jurnal Material dan Energi Indonesia
Vol. 13, No. 02 (2023) 53 – 61
Departemen Fisika FMIPA Universitas Padjadjaran

Disubmit: *06-10-2023*
Diterima: *23-01-2024*
Terpublikasikan: *30-01-2024*

PENGEMBANGAN *PULSE* OKSIMETER DAN *HEART-RATE SENSOR* DENGAN *INTERNET-OF-THINGS* SEBAGAI EKSTENSI *ROBOT MANIPULATOR* UNTUK PEMERIKSAAN PASIEN COVID-19 TANPA SENTUHAN

FAJAR WIRA ADIKUSUMA[1], DESSY NOVITA[1,*], M BAYU SETIAWAN[1], FARIDA A NURJANAH[2], AMARA DWI NATAZIA[2], IRMA RUSLINA DEFI[3]

[1]*Departemen Teknik Elektro, FMIPA, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Jatinangor KM 21, Jatinangor, Kabupaten Sumedang, 45363.*
[2]*Program Studi Kedokteran, Fakultas Kedokteran, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Jatinangor KM 21, Jatinangor, Kabupaten Sumedang, 45363.*
[3]*Departemen Kedokteran Fisik dan Rehabilitasi, Rumah Sakit Hasan Sadikin, Fakultas Kedokteran Universitas Padjadjaran, Bandung, Indonesia.*

Abstrak. Penggunaan *pulse* oksimeter dengan cara konvensional membutuhkan interaksi dekat antara pasien dengan tenaga kesehatan yang dapat meningkatkan risiko penularan penyakit. Salah satu solusi untuk masalah tersebut adalah dengan memanfaatkan teknologi robotika. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan prototipe *pulse* oksimeter yang dapat mengukur saturasi oksigen darah (SpO_2), denyut jantung (HR), dan variabilitas denyut jantung (HRV) serta terintegrasi *Internet of Things* (IoT) dan sistem ekstensi robot manipulator untuk mengurangi risiko penularan penyakit kepada tenaga kesehatan. Penelitian ini juga diharapkan dapat berkontribusi dalam pengembangan utilitas robot manipulator di bidang kesehatan. Penelitian dilakukan dengan metode eksperimental untuk menunjukkan konstruksi berdasarkan kriteria teknis, fungsionalitas dan keakuratan dari prototipe serta membandingkan hasil pengujian sensor prototipe dengan *pulse* oksimeter komersial. Hasil penelitian menunjukkan bahwa prototipe telah berhasil melakukan pengambilan data SpO_2, HR dan HRV secara akurat, otomatis dan tanpa sentuhan langsung dengan memanfaatkan robot manipulator. Dengan demikian, prototipe memiliki potensi untuk dikembangkan lebih lanjut menjadi alat kesehatan dan diaplikasikan pada pusat pelayanan kesehatan.

Kata kunci: *oksimeter, SpO_2, denyut nadi, robot, manipulator.*

Abstract. *The use of pulse oximetry in the conventional way requires close interaction between patients and health workers which can increase the risk of disease transmission. One solution to the problem is to utilize robotics technology. Therefore, this study aims to develop a prototype pulse oximetry that can measure blood oxygen saturation (SpO_2), heart rate (HR), and heart rate variability (HRV) as well as integrated Internet of Things (IoT) and robot manipulator extension system to reduce the risk of disease transmission to health workers. The research was conducted using an experimental method to demonstrate the construction based on technical criteria, functionality and accuracy of the prototype as well as comparing the test results of the prototype sensor with a commercial pulse oximetry. This research is also expected to contribute to the development of robot manipulator utility in the healthcare field. The results showed that the prototype has successfully collected SpO_2, HR and HRV data accurately, automatically and without direct touch by utilizing a robot manipulator. Thus, the prototype has the potential to be further developed into a medical device and applied to healthcare centers.*

keywords*: oximeter, SpO2, pulse, robot, manipulator.*

1. Pendahuluan

SARS-CoV-2 (Covid-19) merupakan penyakit berbahaya dengan tingkat penularan yang tinggi. Covid-19 memiliki dua jalur infeksi utama, yaitu melalui kontak langsung dengan benda yang terkontaminasi dan kontak tidak langsung dengan menghirup tetesan yang dikeluarkan melalui bersin [1]. Manifestasi penyakit ini diawali dengan kelelahan, demam, batuk kering, mialgia,

[*] Email: d.novita@unpad.ac.id

dispnea, hidung tersumbat, sakit kepala, pilek, sakit tenggorokan, muntah dan diare. Setelah itu, pasien dapat mengalami dispnea dan/atau hipoksemia lalu syok septik, ARDS, asidosis metabolik hingga disfungsi koagulasi [2]. Lebih lanjut, berdasarkan *Centers for Disease Control and Prevention*, salah satu populasi yang berisiko tinggi tertular penyakit ini adalah tenaga medis [3]. Salah satu penyebab tingginya risiko penularan Covid-19 pada tenaga medis adalah interaksi dekat yang dibutuhkan pada beberapa prosedur penanganan Covid-19, seperti perawatan, pemberian obat, dan pengambilan data-data kesehatan [4].

Hal tersebut melatarbelakangi munculnya berbagai inovasi alat-alat kesehatan, termasuk *pulse* oksimeter berbasis *Internet-of-Things* (IoT). Perkembangan IoT dalam alat kesehatan dapat mendorong inovasi material untuk membuat perangkat yang lebih ringan, tahan lama, dan efisien. Selain itu, penggunaan sensor-sensor dalam alat kesehatan yang terhubung melalui IoT memerlukan pengembangan material sensor yang dapat memenuhi kebutuhan presisi dan keterjangkauan. Sensor pada perangkat medis pulse oksimeter menggunakan material semikonduktor yang berfungsi untuk mengukur kandungan oksigen dalam darah. *Pulse* oksimeter didasarkan pada prinsip bahwa oksihemoglobin (O_2Hb) menyerap lebih banyak cahaya inframerah daripada hemoglobin biasa (HHb), dan HHb menyerap lebih banyak cahaya merah daripada O_2Hb. Dalam kondisi optimal, *pulse* oksimeter tidak menghitung SpO_2 darah vena (dan jaringan stasioner lainnya) dengan menentukan perubahan absorbansi cahaya yang ditransmisikan dari waktu ke waktu [5]. *Pulse* oksimeter IoT memanfaatkan konektivitas internet untuk membuat interkoneksi antara sensor, aktuator, dan peralatan lainnya sehingga sistem dapat bekerja berdasarkan data yang diperoleh secara independent [6].

Beberapa penelitian telah menunjukkan hasil yang memuaskan terkait penggunaan *pulse* oksimeter untuk memonitor pasien Covid-19. Penggunaan *pulse* oksimeter IoT untuk memonitor pasien Covid-19 menunjukkan hasil yang cukup akurat untuk penggunaan lebih lanjut [7]. Namun, dari penggunaan *pulse* oksimeter IoT yang ada, masih terdapat beberapa kekurangan, seperti pemasangannya yang masih membutuhkan interaksi langsung dari tenaga medis, pendataannya masih harus dilakukan secara manual, dan masih menyebabkan kontak dekat antara pasien dengan tenaga kesehatan.

Salah satu solusi dari permasalahan tersebut adalah penggunaan Robot Manipulator. Robot Manipulator adalah jenis lengan mekanik yang dikontrol secara elektronik dengan terdiri dari beberapa penghubung (*link*) untuk melakukan pekerjaan tertentu yang spesifik [8]. Oleh karena itu, pada penelitian dibuat pengembangan *pulse* oksimeter dengan IoT yang dapat menjadi ekstensi dari Robot Manipulator. Dengan menggunakan Robot Manipulator, pulse oksimeter dapat dipasangkan kepada pasien tanpa harus terjadi sentuhan antara tenaga medis dengan pasien, kemudian dengan terintegrasinya sistem dengan IoT memungkinkan data yang dihasilkan dapat diakses dari jarak jauh dan diolah lebih lanjut.

Penelitian ini diharapkan akan mempermudah dan mempercepat proses *screening* Covid-19 dan/atau penyakit menular lainnya di pusat kesehatan serta mempercepat penanganan pasien Covid-19 yang kondisi kesehatannya memburuk, tanpa harus membahayakan tenaga medis. Selain itu, walaupun penggunaan Robot Manipulator di Indonesia masih sangat minim, dengan penelitian ini diharapkan utilitas robot manipulator di bidang kesehatan dapat semakin ditingkatkan.

2. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode Eksperimental yang akan menunjukkan konstruksi, fungsionalitas dan keakuratan dari prototipe *Pulse* Oksimeter dan *Heart-Rate Sensor* sebagai ekstensi robot manipulator.

2.1 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tiga tahapan yaitu tahap konstruksi, implementasi, dan evaluasi. Pada tahap konstruksi dilakukan perumusan masalah dan hipotesis serta kajian literatur yang akan menghasilkan batasan masalah, kriteria desain, serta analisis kebutuhan. Pada tahap implementasi dilakukan perancangan eksperimental serta pengambilan data dari partisipan acak dengan menggunakan oksimeter standar sebagai alat pembanding. Pada tahap evaluasi dilakukan analisis dari data-data yang didapat, interpretasi hasil, serta pengambilan kesimpulan.

2.2. Batasan Masalah dan Kriteria Desain

Dalam penelitian ini kriteria desain untuk prototipe disusun berdasarkan kebutuhan penyelesaian masalah yang dijelaskan dalam latar belakang yaitu pendeteksian nilai SpO_2 dan PR secara tanpa kontak dengan memanfaatkan robot manipulator. Kriteria desain ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Kriteria Desain Prototipe.

Parameter		Kriteria
Jenis Sensor		Dapat menghasilkan nilai saturasi oksigen darah (SpO_2), dan denyut nadi (PR)
Ukuran Modul Sensor	Dimensi	- Mudah untuk dipasangkan atau dipegang oleh *end-effector* robot manipulator (Memiliki konektor untuk *end-effector* dengan panjang dan lebar < 15cm cm) - Tidak menghambat pergerakan robot manipulator
	Berat	Tidak melebihi batas beban angkut dari robot manipulator (< 1 kg)
Komponen Kontrol		- Mampu melakukan *interface* dengan sensor - Mampu melakukan pengolahan data sumber dari sensor menjadi parameter SpO2 dan PR - Mampu melakukan kendali atau memberikan masukan gerakan terhadap robot manipulator - Memiliki kapabilitas untuk penerapan terhubung kepada jaringan IoT
Utilitas Lain		- Mampu melaksanakan skema disinfeksi diri - Mampu menampilkan dan mengunggah hasil pembacaan SpO_2 dan PR

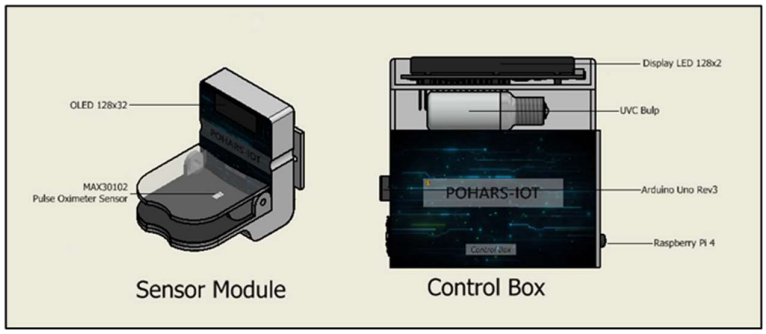
2.3. Desain Prototipe

Rancangan desain prototipe terdiri dari Modul Sensor dan Boks Kontrol. Modul Sensor berisi layar OLED 128×32 yang akan menampilkan instruksi singkat dan sensor *pulse* oksimeter MAX20102

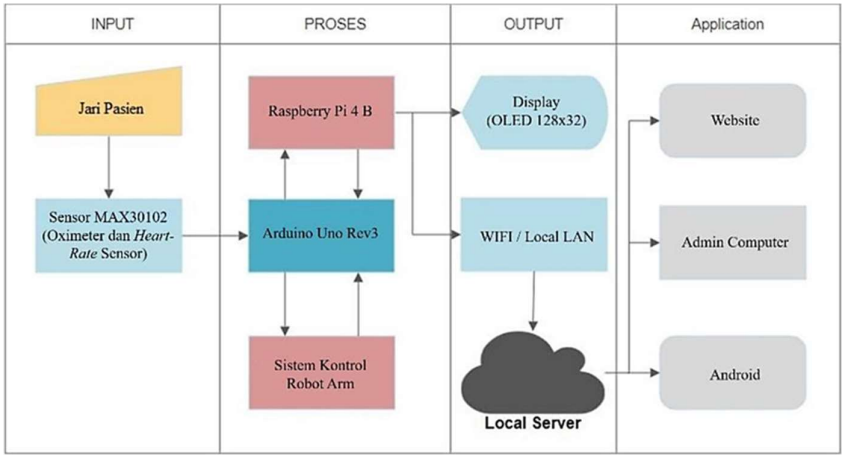
yang akan menghasilkan sinyal *photoplethysmography* (PPG) dari tingkat penyerapan dan transmisi gelombang cahaya dengan panjang gelombang yang berbeda yang kemudian dapat diolah menjadi nilai SpO_2, PR dan HRV. MAX30102 adalah sensor *pulse* oksimeter dan *heart-rate* yang terintegrasi. Modul ini juga memuat LED internal, *photodetectors*, elemen optik, dan elektronik dengan derau rendah dengan penolak *ambient light*. Sensor ini digunakan untuk mendapatkan nilai SpO_2 dan untuk menangkap data optik *photoplethysmogram* (PPG) pengguna [9]. Modul sensor ini akan dipasangkan pada *end-effector* robot manipulator.

Boks Kontrol terdiri dari arduino UNO sebagai *interface* sensor MAX30102, Raspberry Pi sebagai komponen kontrol utama, lampu UVC untuk menunjang skema disinfeksi diri, dan *display* LED 16×2 untuk menampilkan hasil pembacaan tanda-tanda vital [10]. Arduino Uno adalah papan mikrokontroler berbasis ATmega328P yang memiliki 14 pin I/O digital, 6 input analog, resonator keramik 16 MHz (CSTCE16M0V53-R0), koneksi USB, *header* ICSP, dan tombol *reset*. Papan ini berisi semua yang dibutuhkan untuk mendukung mikrokontroler [11]. Raspberry Pi 4 Model B adalah produk terbaru dalam rangkaian mini-komputer Raspberry Pi, dengan prosesor *quad-core* 64-bit, RAM 8 GB, dual-band 2.4/5.0 GHz *wireless* LAN, Bluetooth 5.0, Gigabit Ethernet, USB 3.0, dan fitur lainnya [12].

Desain prototipe secara keseluruhan ditampilkan pada Gambar 1. Sedangkan alur kerja sistem digambarkan pada Gambar 2. Arduino UNO melalui modul sensor akan mendapatkan sinyal PPG dari jari pasien yang kemudian akan diteruskan pada Raspberry Pi untuk diolah menjadi nilai SpO_2, PR, dan HRV. Nilai tanda-tanda vital yang didapat tersebut akan ditampilkan pada *display* serta diunggah ke *database* IoT untuk pengap. Selain berperan dalam pengolahan data sensor, Raspberry Pi juga berfungsi untuk memberikan input pergerakan kepada robot manipulator melalui pemrograman Python yang diintegrasikan dengan sistem kontrol robot manipulator.



Gambar 1. Desain prototipe yang terdiri dari modul sensor dan boks kontrol.



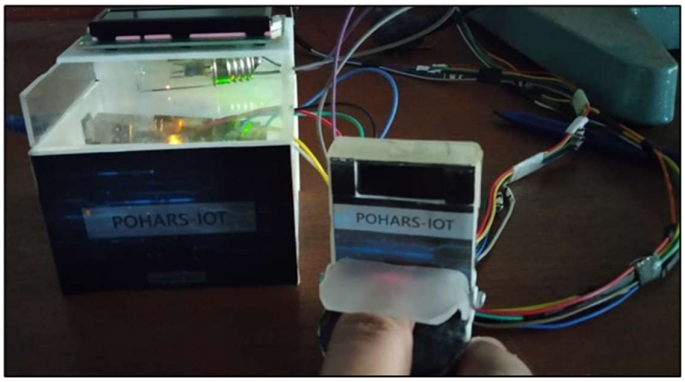
Gambar 2. Fungsi autokorelasi pada dua sistem dengan ukuran partikel yang berbeda.

2.4. Pengambilan dan Analisis Data

Penelitian ini menggunakan pendekatan kuantitatif dengan data primer dari percobaan pada partisipan. Prototipe akan diujicobakan sebanyak 10 kali pada partisipan acak dengan usia diatas 20 tahun dengan persetujuan tertulis. Alat pembanding yang digunakan adalah Yuwell Oxymeter yang merupakan oksimeter komersial yang sering digunakan di pusat pelayanan kesehatan. Data kuantitatif yang didapatkan kemudian ditampilkan dalam bentuk grafik perbandingan dan dianalisis untuk membandingkan fungsionalitas dan keakuratan prototipe.

3. Hasil dan Pembahasan

Prototipe yang dihasilkan, yang diberi nama POHARS-IoT, telah berhasil memenuhi kriteria desain yang telah ditentukan sebelumnya serta dapat diaplikasikan dengan Malignant Melanoma Diagnosis Robot Manipulator yang terdapat di Lab. Teknik Elektro FMIPA Universitas Padjadjaran [13]. Gambar 3 menunjukkan prototipe dari penelitian ini.



Gambar 3. Hasil prototipe penelitian.

Berdasarkan hasil eksperimen, prototipe POHARS-IoT bekerja dengan memanfaatkan Robot Manipulator untuk berinteraksi dengan pengguna, seperti pada Gambar 4. Modul Sensor POHARS-IoT dapat dipasang atau dijepit pada *end-effector* Robot Manipulator. Boks Kontrol POHARS-IoT dihubungkan kepada modul kendali Robot Manipulator. Boks Kontrol kemudian akan menjalankan program pengendali gerakan robot yang sudah disesuaikan dengan program dasar dari robot yang digunakan.

Posisi awal dari Robot Manipulator adalah mengarahkan dan meletakkan *end-effector* pada tempat yang telah disediakan di atas Boks Kontrol. Posisi ini memungkinkan modul sensor untuk berada tepat di depan lampu UVC yang akan menghilangkan virus pada modul sensor. Ketika *end-effector* sudah berada di posisi awal, lampu UVC akan menyala kemudian, setelah beberapa detik, lampu akan mati untuk menghemat daya. Setelah itu Robot Manipulator akan bersiaga hingga mendapat sinyal mulai, yang menandakan adanya pasien. Setelah itu Boks Kontrol akan mengirim perintah gerakan kepada Robot Manipulator agar *end-effector* Robot Manipulator bergerak mendekat dan mengarah ke pasien untuk memudahkan penggunaan modul sensor *pulse* oksimeter. *Display* OLED pada modul sensor akan menampilkan perintah singkat seperti "Masukkan jari", "Tahan", dan "Selesai" yang akan memandu pasien selama proses pengambilan data. Setelah itu, pasien akan melihat hasil pengukuran pada *display* yang ada diatas Boks Kontrol lalu dan Robot Manipulator pun akan kembali ke posisi awal.

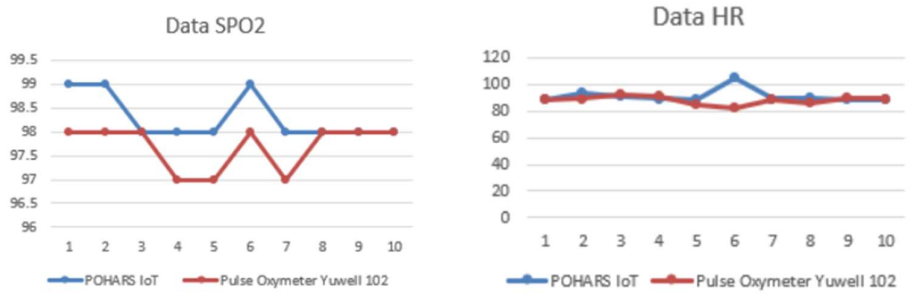
Data yang diambil oleh modul sensor akan diolah Arduino Uno lalu dikirimkan ke Raspberry Pi untuk dianalisis. Hasil analisis ini akan menunjukkan nilai SpO_2 dan HR, yang kemudian ditampilkan oleh *display* dan dikirim ke *database* yang kemudian dapat diakses oleh tenaga kesehatan. Data yang telah tersimpan di *database* memungkinkan analisis lebih lanjut, baik menggunakan *deep-learning* maupun metode lain.

Gambar 4. Integrasi prototipe dengan robot manipulator.

Dalam proses pengambilan data, sensor MAX30102 akan memberikan data-data yang kemudian diolah menjadi grafik cahaya R dan IR serta grafik *Photoplethysmography* (PPG), grafik tersebut kemudian dianalisis oleh Rapsberry Pi menggunakan beberapa metode termasuk *filtering* atau *noise cancellation* yang menghilangkan pengaruh derau di grafik PPG, serta algoritma perhitungan yang akan menghasilkan nilai-nilai akhir berupa SpO_2 dan HR. Hasil percobaan terbatas dari modul

sensor POHARS-IoT dengan data yang dibandingkan dengan pulse oksimeter standar digambarkan pada grafik dalam Gambar 5.

Secara konseptual, POHARS-IoT dapat disinkronisasi dengan Robot Manipulator digital mana pun. Hal ini karena dalam perancangan POHARS-IoT diaplikasikan konsep bernama Sistem Ekstensi Robot Manipulator. Dengan sistem ini POHARS-IoT akan menjadi seolah-olah bagian dari Robot Manipulator itu sendiri. Sistem ekstensi ini memanfaatkan kemampuan *processing* dari POHARS-IoT yang terletak pada kendali utama yaitu Raspberry Pi. Dengan Rapberry Pi, atau komponen mini-komputer lainnya, dapat dibuat program pengendali gerakan yang terdiri dari serangkaian matriks posisi. Basis program pengendali gerakan ini dapat disesuaikan dengan program kendali di Robot Manipulator yang digunakan. Namun perlu diperhatikan, untuk penggunaan Robot Manipulator yang lebih kompleks, dibutuhkan proses pengolahan yang lebih berat sehingga komponen mini-komputer pada POHARS-IoT harus disesuaikan. Beberapa hal perlu diperhatikan pada sistem ekstensi POHARS-IoT, mencakup dua hal utama, yaitu: modul sensor yang dapat dipasangkan atau dipegang oleh Robot Manipulator dan mini-komputer yang dapat mengendalikan Robot Manipulator.



Gambar 5. Hasil uji coba verifikasi sensor POHARS IoT.

Dari segi arsitektur IoT dan kemudahan akses data, POHARS-IoT sudah disesuaikan dan didukung oleh penelitian lain. Arsitektur IoT yang digunakan POHARS IoT terdiri dari 3 *layers*, mengacu yaitu *perception layer*, *network layer*, dan *application layer* [14]. *Perception layer* mengambil data nyata (analog) lalu mengubahnya menjadi sinyal digital. Network Layer memproses data yang diterima dari *perception* lalu mentransmisikan data tersebut ke *application layer*. *Application layer* lalu menggunakan data yang telah diproses dari *layer* sebelumnya untuk diaplikasikan. Pada POHARS-IoT, data dari sensor akan dikirim menuju Raspberry Pi untuk diolah lalu ditransmisikan melalui WIFI ke aplikasi. Dalam percobaan yang dilakukan, aplikasi yang digunakan adalah Thingspeak. Aplikasi ini memungkinkan data dapat diakses oleh tenaga kesehatan melalui *Smartphone* atau *Personal Computer* (PC).

4. Kesimpulan

Pada penelitian ini telah berhasil dirancang prototipe *pulse* oksimeter yang dapat mengintegrasi IoT dan dapat dipasang pada Robot Manipulator dengan menggunakan konsep sistem ekstensi robot manipulator. Dengan menggunakan Robot Manipulator, *pulse* oksimeter dapat dipasangkan pada

pasien tanpa harus terjadi sentuhan antara tenaga medis dengan pasien, kemudian terintegrasinya sistem dengan IoT memungkinkan data yang dihasilkan dapat diakses dari jarak jauh dan diolah lebih lanjut. Prototipe penelitian ini, yang diberi nama POHARS-IoT, telah berhasil dibuat dan memenuhi kriteria-kriteria desain yang telah ditentukan. POHARS-IoT bekerja sesuai dengan cara kerja yang telah disebutkan dan mampu merealisasikan pengambilan data *pulse* oksimeter tanpa ada sentuhan antara pasien dengan tenaga kesehatan. Alat ini memiliki keunggulan dan potensi yang tinggi sehingga dapat dikembangkan lebih lanjut seperti penggunaan modul sensor dengan sensor tanda-tanda vital lainnya.

5. Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini didukung oleh fasilitas perkuliahan dan laboratorium riset dan tugas akhir Robotics, Artificial Intelligent, Internet of Things & Biomedical Engineering (RAIoTBE) Teknik Elektro Universitas Padjadjaran dengan robot manipulator pendanaan dari Hibah DIKTI & Hibah Internal UNPAD sedangkan POHARS-IoT dari dana PKM-KC Kemendikbud RI.

Daftar Pustaka

[1] Ningthoujam R. (2020). *COVID 19 can Spread Through Breathing, Talking, Study Estimates*. Curr Med Res Pract. 10(3):132-133.

[2] Li H, Liu SM, Yu XH, Tang SL, Tang CK. (2020). *Coronavirus Disease 2019 (COVID-19): Current Status and Future Perspectives*. Int J Antimicrob Agents. Vol. 55(5):105951.

[3] Fell A, Beaudoi A, D'Heilly P, et al. (2020). *SARS-CoV-2 Exposure and Infection Among Health Care Personnel — Minnesota*. Morbidity and Mortality Weekley Report. 69(43); 1605-1610.

[4] Chowdhury SD and Oommen AM. (2020). *Epidemiology of COVID-19*. J Dig Endosc. Vol. 11:3-7.

[5] Chan ED, Chan MM, Chan MM. (2013). *Pulse oximetry: Understanding Its Basic Principles Facilitates Appreciation of Its Limitations*. Respir Med. Vol.107(6):789-799.

[6] Mehta M. (2015). *ESP8266 : A Breakthrough in Wireless Sensor Networks and Internet of Things*. Int J Electron Commun Eng Technol. Vol. 6(8):7-11.

[7] Miron-Alexe V. (2020). *IoT Pulse Oximetry Status Monitoring For Home Quarantined Covid-19 Patients*. J Sci Arts. Vol. 20(4):1029-1036.

[8] Satya Durga Manohar Sahu V, Samal P, Kumar Panigrahi C. (2022). *Modelling, and Control Techniques of Robotic Manipulators: A Review*. Mater Today Proc. 56:2758-2766.

[9] Maxim Integrated. (2021). *MAX30102 - High-Sensitivity Pulse Oximeter and Heart-Rate Sensor for Wearable Health*. Maxim Integr. Published online:1-32. https://www.maximintegrated.com/en/products/sensors/MAX30102.html.

[10] Bhardwaj SK, Singh H, Deep A, et al. (2021). *UVC-based Photoinactivation as an Efficient Tool to Control the Transmission of Coronaviruses*. Sci Total Environ.;792:148548. https://api.semanticscholar.org/CorpusID:235662838.

[11] Arduino. *Arduino Uno REV 3*. (2021). Accessed February 26, 2021. https://store.arduino.cc/usa/arduino-uno-rev3.

[12] Raspberry Pi. *Raspberry Pi 4 Model B*. (2021). Accessed February 26, 2021. https://datasheets.raspberrypi.org/rpi4/raspberry-pi-4-product-brief.pdf.

[13] Novita D, Hasim MYS, Wibawa BM, Turnip A. (2021). *3D Control System of Arm Robot Prototype for Skin Cancer Detection*. In: 2021 International Conference on Artificial

Intelligence and Mechatronics Systems (AIMS). 1-7.

[14] Romdhani I, Abdmeziem R, Tandjaoui D. (2015). *Architecting the Internet of Things: State of the Art*. In book: Robots and Sensor Clouds, Special edition in the "Studies in Systems, Decision and Control". Springer International Publishing.

Jurnal Material dan Energi Indonesia
Vol. 13, No. 02 (2023) 62 – 74
Departemen Fisika FMIPA Universitas Padjadjaran

Disubmit: *14-09-2023*
Diterima: *27-12-2023*
Terpublikasikan: *30-01-2024*

KAJIAN PEMURNIAN SULFUR ALAM DENGAN TEKNIK DISOLUSI-REKRISTALISASI UNTUK KEBUTUHAN APLIKASI KATODE BATERAI LI-S

FARIZ PRAMUDIA MAULANA [1,*] , SAHRUL HIDAYAT[2]

[1]*Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran*
Jl. Raya Bandung-Sumedang Km 21, Jatinangor 45363.
[2]*Lembaga Penelitian Sain dan Teknologi, Jalan Jendral Sudirman Nomor 31, Jakarta Pusat.*

Abstrak. Kebutuhan akan baterai terus meningkat seiring dengan kemajuan teknologi mobile dan elektrifikasi kendaraan bermotor. Hal ini mendorong pencarian teknologi baterai alternatif, salah satunya adalah baterai Litium-Sulfur (Li-S) yang mendapatkan perhatian besar karena kepadatan energi teoretisnya mencapai ~2500 W·h kg-1 atau empat kali lebih besar dibanding baterai lithium-ion konvensional. Namun, baterai Li-S menghadapi tantangan dalam hal siklus hidup dan daya tahan baterai. Oleh karena itu, studi teknik pemurnian Sulfur disolusi-rekristalisasi diusulkan untuk mendapatkan Sulfur dengan kemurnian, *yield*, dan derajat kristalisasi yang tinggi dengan distribusi ukuran partikel yang homogen dari bahan baku Sulfur alam sebagai salah satu langkah untuk memenuhi persyaratan katoda baterai Li-S yang optimal. Sulfur yang dimurnikan memiliki kemurnian dan *yield* tertinggi pada variasi suhu pemanasan 100℃ yaitu sebesar 91,159% pada analisis *energy dispersive spectroscopy* (EDS), dan 97,530% pada analisis *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF), dengan *yield* sebesar 18,698%. Sulfur yang dimurnikan memiliki derajat kristalisasi sebesar 75,620% yang diukur dengan menggunakan teknik analisis *X-ray diffraction* (XRD), serta rata-rata ukuran partikel sebesar 327,9 nm dengan sebaran ukuran yang masih heterogen yang diukur dengan *particle size analyzer* (PSA).

Kata kunci: Baterai Litium-Sulfur, Pemurnian Sulfur, Disolusi-Rekristalisasi.

Abstract. *The need for batteries will continue to increase along with advances in mobile technology and the electrification of motorized vehicles. This prompted the search for alternative battery technologies, one of which is the Lithium-Sulfur (Li-S) battery which has received great attention because of its theoretical energy density of ~2500 W·h kg-1 or four times greater than conventional lithium-ion batteries. However, Li-S batteries face challenges in terms of cycle life and battery life. Therefore, the study of dissolution-recrystallization Sulfur purification technique is proposed to obtain Sulfur with high purity, yield, and crystallinity with homogeneous particle size distribution from natural Sulfur raw materials as one of the steps to meet the optimal cathode requirements of Li-S batteries. Purified Sulfur has the highest purity and yield at a heating temperature variation of 100 ℃, namely 91.159% in energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis, and 97.530% in X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) analysis, with a yield of 18.698%. Purified Sulfur has a degree of crystallinity of 75.620% as measured using the X-ray diffraction (XRD) analysis technique, and an average particle size of 327.9 nm with heterogeneous size distribution as measured by a particle size analyzer (PSA).*

keywords*: Lithium-Sulfur Battery, Sulfur Purification, Dissolution-Recrystallization.*

1. Pendahuluan

Beberapa tahun terakhir, permintaan akan perangkat penyimpanan energi berkinerja tinggi semakin meningkat karena pesatnya kemajuan berbagai aplikasi elektronik, khususnya teknologi seluler dan kendaraan listrik. Baterai lithium-ion telah lama menjadi baterai yang dipilih dalam bidang ini karena kepadatan energi dan siklus hidupnya yang sangat baik. Namun, permintaan penyimpanan energi yang terus meningkat mengakibatkan keterbatasan baterai lithium-ion semakin nampak, yang

[*]Email: fariz19003@mail.unpad.ac.id

mencakup keterbatasan kapasitas dan kelangkaan bahan baku. Akibatnya, pencarian teknologi baterai alternatif mendapat perhatian yang signifikan dari para peneliti [1].

Beberapa contoh alternatif baterai Litium-ion yang muncul, meliputi baterai dengan katoda litium kobalt oksida (LCO), litium ferum phosphate (LFP), lithium mangan oksida (LMO), dan lain-lain, baterai dengan katoda berbasis Sulfur telah mendapatkan perhatian besar sebagai solusi yang menjanjikan [2, 3]. Hal ini disebabkan oleh kepadatan energi teoritis baterai Li-S yang tinggi, yakni sebesar ~2500 Wh kg^{-1} atau 4 kali lebih besar dibanding baterai lithium-ion konvensional. Selain itu, unsur Sulfur sebagai salah satu komponen utama baterai Li-S tersedia melimpah, relatif murah, dan bersifat ramah lingkungan [4, 5]. Namun, komersialisasi baterai Li-S terhambat oleh beberapa tantangan yang melekat, yang salah satunya mencakup Sulfur alam yang melimpah tetapi belum cukup murni untuk aplikasi baterai Li-S.

Sulfur alam merupakan salah satu unsur yang paling melimpah di bumi, yang memiliki peran penting sebagai bahan katoda berbasis Sulfur pada baterai Litium-Sulfur (Li-S) [6]. Meskipun demikian, sifat Sulfur alam yang banyak pengotor menghambat pemanfaatannya yang efisien dalam sistem baterai. Pengotor yang terdapat dalam Sulfur alam, seperti sulfida logam dan senyawa organik, memiliki dampak negatif terhadap kinerja elektrokimia dan stabilitas baterai Li-S. Oleh karena itu, teknik pemurnian Sulfur yang efisien sangat penting untuk mengubah Sulfur alam yang tidak murni menjadi Sulfur dengan kemurnian tinggi, memungkinkan kelayakan komersial baterai Li-S [7].

Pada aplikasi baterai Li-S, terdapat kondisi kritis yang harus dipenuhi katoda dalam baterai Li-S untuk mengoptimalkan kinerjanya. Pertama, Sulfur dalam katoda baterai harus memiliki kemurnian yang tinggi karena kotoran dapat memengaruhi kinerja dan masa pakai baterai secara negatif. [7]. Kedua, katoda harus dimasukkan zat aditif konduktif atau merekayasa bahan Sulfur hingga berstruktur nano untuk meningkatkan konduktivitas listriknya [8–10]. Terakhir, katoda perlu diterapkan doping nitrogen yang berfungsi untuk mengoptimalkan sifat elektrokimia katoda, memungkinkan kapasitas penyimpanan energi yang lebih tinggi dan stabilitas siklus yang berkepanjangan [11-12]. Untuk itu, pemahaman yang komprehensif tentang teknik pemurnian Sulfur alam merupakan hal yang sangat penting sebagai salah satu langkah untuk memperoleh material Sulfur murni yang sesuai dalam menghasilkan bahan katoda yang optimal pada baterai Li-S.

Pada penelitian ini, dilakukan studi mengenai teknik pemurnian Sulfur disolusi-rekristalisasi dengan mengeksplorasi berbagai parameter untuk mengoptimalkan proses pemurnian. Teknik disolusi-rekristalisasi yang diusulkan bergantung pada perbedaan kelarutan Sulfur dan pengotornya dalam pelarut. Dengan melarutkan Sulfur dalam Toluena pada suhu tinggi, pengotor tetap tidak larut dan secara efektif dapat dipisahkan dari matriks Sulfur dengan proses penyaringan. Sulfur terlarut kemudian didinginkan, di mana hal ini mengarah ke rekristalisasi Sulfur murni dan meninggalkan pengotor dalam penyaring sebagai fase padat yang terpisah [13]. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan Sulfur dengan kemurnian dan *yield* yang tinggi, mendapatkan Sulfur dengan derajat kristalisasi tinggi melalui kontrol gradien suhu pendinginan pada proses rekristalisasi Sulfur, mengetahui pengaruh suhu pemanasan pada proses pelarutan Sulfur, serta mendapatkan Sulfur dengan distribusi ukuran partikel yang homogen.

Penelitian ini menyajikan studi metodologi pemurnian Sulfur untuk memurnikan Sulfur alam yang tidak murni menjadi Sulfur murni sebagai salah satu langkah untuk membuat bahan Sulfur yang

sesuai dalam katoda baterai Litium-Sulfur (Li-S). Untuk mengevaluasi keberhasilan teknik yang diusulkan, Sulfur yang dimurnikan dikarakterisasi menggunakan berbagai metode analitik. Tingkat kemurnian dari Sulfur yang dimurnikan dinilai melalui *energy dispersive spectroscopy* (EDS) dan *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF). Kemudian, rata-rata ukuran dan distribusi ukuran partikel serbuk Sulfur yang dimurnikan dinilai melalui analisis hasil *particle size analyzer* (PSA). Terakhir, derajat kristalisasi Sulfur ynag dimurnikan dinilai melalui analisis hasil *X-ray diffraction* (XRD). Penelitian ini menawarkan wawasan berharga tentang pentingnya pemurnian Sulfur sebagai salah satu langkah penting dalam membuat katoda Sulfur berkualitas tinggi untuk baterai Li-S tingkat lanjut.

2. Bahan dan Metoda

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi batuan Sulfur alam dari Kawah Ijen sebagai bahan utama penelitian, serta Toluena (C_7H_8) sebagai pelarut Sulfur. Beberapa alat yang digunakan pada penelitian ini mencakup neraca digital, *hotplate magnetic stirrer*, gelas kimia, gelas ukur, termometer, saringan laboratorium 400 mesh, corong laboratorium, dan *carbon filter paper* BIO-1-125.

Pemurnian Sulfur metode disolusi-rekristalisasi dilakukan dengan menggunakan Toluena sebagai pelarut. Pertama, ditentukan kelarutan Sulfur dalam Toluena, di mana dalam penelitian ini ditentukan 40 g Sulfur per 200 mL Toluena. Sulfur dipanaskan pada suhu 100℃ selama 60 menit dalam oven untuk menghilangkan kandungan air. Kemudian, sampel Sulfur dan pelarut Toluena diukur sesuai dengan kelarutan yang telah ditentukan, lalu ditempatkan pada gelas kimia. Selanjutnya, campuran Sulfur-Toluena di gelas kimia dipanaskan dan diaduk pada *hotplate magnetic stirrer* ke suhu yang telah ditentukan, yaitu 100 ℃, 80 ℃, atau 60℃ dengan kecepatan pengadukan 290 rpm. Suhu pada larutan Sulfur-Toluena perlu diawasi secara terus menerus dengan menggunakan termometer untuk menjaga suhu larutan dari suhu penguapan Toluena (~105℃). Pemanasan dan pengadukan larutan Sulfur-Toluena dilakukan selama selama 45 menit. Sementara itu, corong laboratorium dan gelas kimia yang kedua dipanaskan pada suhu 150℃ di dalam oven untuk mempersiapkan tahap penyaringan. Hal ini dilakukan untuk menjaga suhu campuran Sulfur-Toluena selama proses penyaringan. Setelah itu, dilakukan tahap penyaringan campuran Sulfur-Toluena dengan menggunakan corong laboratorium dengan *carbon filer paper* BIO-1-125. Proses penyaringan dilakukan dengan menuangkan larutan Sulfur-Toluena melalui penyaring ke dalam gelas kimia yang telah dipanaskan. Langkah penyaringan ini menghilangkan pengotor pada Sulfur yang tidak larut dalam Toluena pada suhu tinggi. Kemudian, larutan didinginkan secara bertahap dengan cara menempatkan gelas kimia pada *hotplate magnetic stirrer* dan suhu *hotplate* diturunkan sebesar 5℃ setiap 10 menit hingga larutan mencapai 30℃, tanpa proses pengadukan. Proses pendinginan ini akan memicu Sulfur untuk mengkristal kembali pada larutan, di mana kristal Sulfur akan terbentuk dan mengendap di bagian bawah gelas kimia. Setelah suhu larutan mencapai 30℃ atau suhu ruangan, larutan dibiarkan pada suhu kamar selama 60-120 menit untuk memastikan Sulfur telah rekristalisasi sepenuhnya. Selanjutnya, dilakukan proses ekstraksi Sulfur dari larutan. Larutan dituangkan secara perlahan ke wadah lain untuk menghilangkan Toluena cair dan meninggalkan kristal Sulfur pada gelas kimia. Kristal Sulfur kemudian dikeringkan dengan udara, dan dipindahkan ke tisu laboratorium supaya Toluena yang tersisa dapat diserap. Selanjutnya, kristal Sulfur dihaluskan dengan mortar laboratorium hingga halus selama 45 menit. Setelah itu, serbuk kristal Sulfur tersebut disaring dengan menggunakan saringan laboratorium 400 mesh selama 45 menit. Hasil penyaringan tersebut kemudian ditimbang dengan akurat, dan hasilnya dicatat untuk

mengukur besar *yield* pemurnian Sulfur. Kemudian, seluruh prosedur diulangi dengan dengan variasi suhu pemanasan lainnya pada penelitian ini.

3. Teori / Perhitungan

Disolusi Sulfur dalam Toluena dimulai dengan interaksi gaya antara kedua zat tersebut. Interaksi ini bergantung pada perbedaan sifat struktur kimianya. Sulfur yang merupakan unsur dengan nomor atom 16 umumnya didapat dalam bentuk molekuler S_8, di mana delapan atom belerang membentuk cincin yang berbentuk mahkota yang stabil. Proses disolusi dimulai ketika molekul Toluena (C_7H_8) mengelilingi molekul belerang S_8, yang mengakibatkan pemecahan gaya antarmolekul (Gaya Van Der Waals) yang menahan cincin S_8 agar tetap utuh. Kekuatan Gaya Van der Waals secara bertahap dilemahkan oleh gaya tarik menarik antara Sulfur dan Toluena. Kemudian, molekul Toluena dapat menyusup ke cincin Sulfur yang mengakibatkan suatu perubahan dinamis, yaitu S_8 terurai menjadi atom Sulfur individu dan melepaskan potensi kimianya [10, 14].

Suhu dan konsentrasi menjadi parameter fundamental yang secara signifikan memengaruhi disolusi Sulfur dalam Toluena. Pada suhu yang lebih tinggi, energi kinetik molekul akan meningkat dan dapat memfasilitasi lebih banyak tumbukan antara partikel Sulfur dan Toluena. Hal ini menyebabkan peningkatan laju disolusi yang memungkinkan lebih banyak Sulfur larut dalam Toluena [15]. Selain itu, konsentrasi Sulfur memainkan peran penting dalam menentukan tingkat disolusi. Menurut penelitian Gomez, penurunan massa Sulfur yang digunakan dapat mendorong proses disolusi. Artinya, dengan menyesuaikan perbandingan konsentrasi Sulfur dan volume pelarut, proses disolusi dapat disempurnakan untuk mendapatkan jumlah produk Sulfur yang sesuai [13].

Setelah disolusi Sulfur dalam Toluena, dimulai proses rekristalisasi melalui penurunan suhu. Proses dinamis ini melibatkan pembentukan kembali kristal Sulfur dari larutan, yang diatur oleh faktor termodinamika dan kinetika. Ketika suhu pelarut menurun, konsentrasi Sulfur dalam Toluena juga berubah. Hal ini menyebabkan fenomena nukleasi, yaitu pembentukan awal nukleus kristal Sulfur kecil. Nukleus ini kemudian bertumbuh besar melalui pelekatan molekul Sulfur lainnya dari larutan, yang akhirnya membentuk ukuran dan morfologi kristal yang dihasilkan. Rekristalisasi Sulfur sangat bergantung pada kelarutan Sulfur dalam Toluena yang dipengaruhi oleh suhu. Ketika larutan menjadi jenuh dengan Sulfur karena berkurangnya kelarutan pada suhu yang lebih rendah, kelebihan molekul Sulfur akan beragregasi dan memulai proses nukleasi. Oleh karena itu, fenomena ini menekankan pentingnya pengendalian suhu yang hati-hati selama percobaan rekristalisasi untuk mencapai sifat kristal yang diinginkan [10].

Analisis *yield* Sulfur (S) yang dimurnikan dilakukan dengan menggunakan perbandingan massa yang melibatkan prosedur penimbangan secara akurat sampel Sulfur sebelum dan sesudah proses pemurnian. Selanjutnya, melakukan perhitungan sampel Sulfur yang dimurnikan dengan perbandingan massa awal dan akhir sampel, yaitu dengan persamaan (1),

$$Yield(\%) = (\text{Massa Produk Sulfur} / \text{Massa Sampel Awal}) \times 100 \quad (1)$$

Analisis derajat kristalisasi Sulfur (S) yang dimurnikan dapat dilakukan melalui analisis luas puncak kristal dari pola difraksi hasil analisis *X-ray diffraction* (XRD). Derajat kristalisasi didapatkan dari

perbandingan luas puncak dengan luas puncak keseluruhan (kristal dan amorf), yaitu dengan persamaan (2) [16].

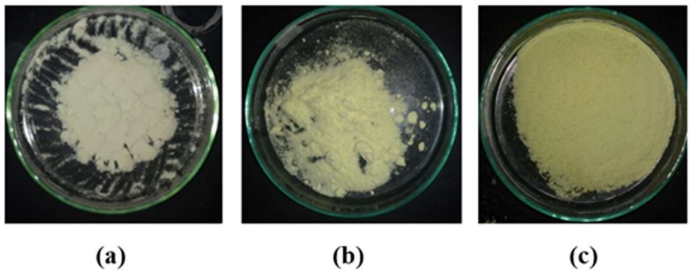
$$Crystallinity(\%) = \frac{[Area\ of\ crystalline\ peaks}{Area\ of\ all\ peaks\ (crystalline+amorpheus)} \times 100 \qquad (2)$$

Analisis jenis alotrop Sulfur yang dimurnikan dapat dilakukan dengan menentukan konstanta kisi a, b, dan c dari Sulfur yang dimurnikan melalui *Indeks Miller* pola difraksi hasil analisis *X-ray diffraction* (XRD). Untuk itu, dapat ditentukan jarak *d* antara bidang kisi yang berdekatan (*hkl*) pada kristal ortorombik dengan Hukum Bragg (persamaan 3) [17].

$$2d_{hkl} = \frac{\lambda}{\sin} \quad ; \quad \frac{1}{(d_{hkl})^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} = \frac{l^2}{c^2} \qquad (3)$$

4. Hasil dan Diskusi

Sulfur murni berhasil diperoleh dengan teknik pemurnian disolusi-rekristalisasi dari bahan baku batuan Sulfur alam '*native Sulfur'* yang berasal dari Kawah Ijen, Banyuwangi. Pemurnian ini dilakukan dengan variasi suhu pemanasan pada proses disolusi, yaitu 100 ℃, 80℃, dan 60℃ dengan kelarutan 40 g Sulfur dan 200 mL Toluena (C_7H_8). Penyaring yang digunakan yaitu *carbon filter paper* BIO-1-125 untuk menyaring unsur pengotor dari campuran Sulfur, dan penyaring laboratorium 400 mesh untuk mendapatkan ukuran partikel homogen pada serbuk Sulfur murni.



Gambar 1. Sampel (a) Sulfur hasil pemurnian (b) Sulfur komersial aplikasi baterai, (c) Sulfur alam.

Gambar 1 menunjukkan gambar sampel sampel Sulfur yang dimurnikan pada variasi suhu 100℃, Sulfur murni komersial baterai, dan Sulfur alam. Ketiga sampel menunjukkan perbedaan warna, yaitu Sulfur alam memiliki warna kuning yang terang, Sulfur komersial baterai memiliki warna kuning sedikit pucat, dan Sulfur hasil pemurnian menunjukkan warna kuning paling pucat diantara yang lainnya. Hal ini diduga karena Sulfur yang direduksi menjadi bentuk bubuk halus akan mengalami peningkatan luas permukaan partikel, di mana hal ini memungkinkan interaksi yang

lebih besar dengan cahaya. Hal ini memungkinkan interaksi yang berbeda antara luas permukaan partikel, di mana ukuran luas permukaan partikel tersebut akan menunjukkan perbedaan warna yang berbeda-beda pada sampel. Sulfur hasil pemurnian 100℃ juga menunjukkan adanya kecenderungan aglomerasi partikel dibanding sampel lainnya. Hal ini diduga akibat ukuran partikel Sulfur yang kecil karena disaring dengan filter laboratorium 400 mesh, di mana ketika partikel belerang berkurang ukurannya, rasio luas permukaan terhadap volumenya meningkat secara signifikan. Dengan berkurangnya ukuran partikel, luas permukaan partikel Sulfur menjadi relatif lebih besar dibandingkan dengan volumenya. Akibatnya, luas permukaan yang tinggi ini membuat partikel Sulfur rentan terhadap interaksi dengan partikel Sulfur lain di sekitarnya, yang mengarah ke kemungkinan aglomerasi yang lebih tinggi.

Tabel 1. Nilai yield sulfur yang dimurnikan

Jenis Sampel	**Massa Awal (gram)**	**Massa Akhir (gram)**	***Yield* (%)**
Sulfur Variasi Suhu 100 °C	40,003	7,48	18,698%
Sulfur Variasi Suhu 80 °C	40,002	3,55	8,874%
Sulfur Variasi Suhu 60 °C	40,009	2,25	5,623%

Tabel 1 menunjukkan nilai *yield* Sulfur yang dimurnikan dengan teknik disolusi-rekristalisasi melalui perbandingan massa awal dan akhir Sulfur. Nilai ini memberikan informasi mengenai hubungan antara suhu pemanasan dan *yield* Sulfur. Pada suhu yang lebih rendah, jumlah *yield* Sulfur yang dihasilkan relatif kecil. Namun, ketika suhu meningkat, jumlah *yield* Sulfur menunjukkan kenaikan yang menandakan peningkatan efisiensi produksi Sulfur. Hal ini diduga karena Sulfur cenderung sulit larut dengan baik pada suhu rendah, sehingga partikel Sulfur yang tidak larut dapat menghambat proses penyaringan. Suhu tinggi mendorong kinetika reaksi yang membuat pembubaran molekul Sulfur dalam Toluena yang lebih homogen, di mana hal ini mengarah pada proses penyaringan yang lebih efisien nilai *yield* yang lebih tinggi.

Tabel 2 menunjukkan data nilai kemurnian Sulfur melalui teknik analisis *energy dispersive spectroscopy* (EDS). Nilai *weight%* merupakan nilai berat elemen terhadap berat total semua elemen dalam sampel, yang mewakili tingkat kemurnian sampel Sulfur. Ditunjukkan nilai kemurnian Sulfur sebesar 91,159%; 78,188%; 69,660%; 54,193%; dan 78,321% pada masing-masing sampel Sulfur yang dimurnikan dengan suhu pemanasan 100℃; 80℃; dan 60℃, sampel Sulfur alam, dan sampel Sulfur komersial baterai. Data tersebut menunjukkan kecenderungan peningkatan kemurnian Sulfur pada suhu pemanasan yang lebih tinggi. Pada suhu pemanasan tinggi, kemurnian Sulfur secara konsisten juga meningkat, di mana menunjukkan penghilangan kontaminan yang lebih efektif yang menghasilkan tingkat kemurnian yang lebih tinggi.

Keberadaan unsur karbon (C) pada setiap sampel Sulfur ini berdampak negatif dalam aplikasi katoda yang dapat mengurangi efisiensi baterai. Atom Sulfur (S) dapat bereaksi secara kimiawi dengan matriks karbon yang menciptakan ikatan S-C. Akibatnya, Sulfur yang membentuk ikatan S-C secara kimiawi dapat "terperangkap" dalam struktur karbon, di mana Sulfur yang terperangkap ini tidak lagi tersedia untuk berkontribusi pada keseluruhan kapasitas penyimpanan energi baterai selama siklus pengisian dan pengosongan berikutnya, yang mengarah pada kehilangan kapasitas pada

baterai. Selain itu, ditunjukkan kandungan unsur nitrogen pada Sulfur komersial baterai dengan nilai yang cukup signifikan, yakni 6,018%. Unsur nitrogen ini merupakan unsur yang sengaja dimasukkan ke matriks Sulfur melalui proses doping nitrogen. Pada aplikasi baterai Lithium-Sulfur (Li-S), doping Nitrogen (N) dilakukan untuk meningkatkan konduktivitas listrik katoda Sulfur, karena sifat nitrogen yang kaya elektron yang dapat memfasilitasi transfer elektron dalam bahan katoda Sulfur. Ikatan S-N dari hasil doping juga dapat bertindak sebagai situs jangkar untuk polisulfida yang membantu melumpuhkan polisulfida di dalam struktur katoda, yang mengarah pada penurunan efek *shuttle* baterai Li-S secara efektif [11-12].

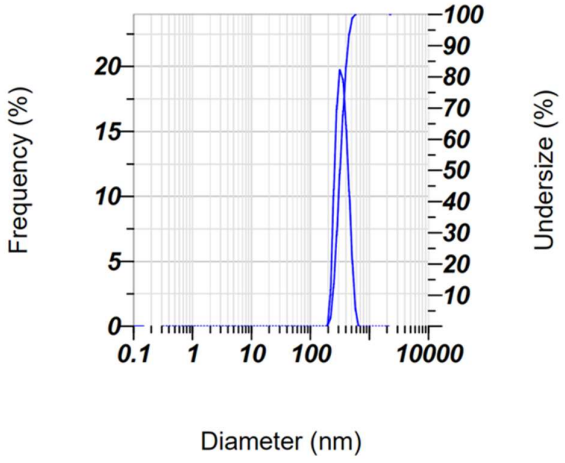
Tabel 2. Nilai kemurnian sulfur dengan analisis *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS).

Jenis Sampel	Unsur	Weight %	Atomic %
Sulfur Variasi Suhu 100 ℃	Carbon (C)	8,841	20,567
	Sulfur (S)	91,159	79,433
Sulfur Variasi Suhu 80 ℃	Carbon (C)	21,812	42,684
	Sulfur (S)	78,188	57,316
Sulfur Variasi Suhu 60 ℃	Carbon (C)	30,340	53,762
	Sulfur (S)	69,660	46,238
Sulfur Alam	Carbon (C)	45,807	69,291
	Sulfur (S)	54,193	30,709
Sulfur Komersial Baterai	Carbon (C)	15,662	31,223
	Nitrogen (N)	6,018	10,287
	Sulfur (S)	78,321	58,489

Tabel 3 menunjukkan data nilai kemurnian Sulfur melalui teknik analisis *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF). Nilai m/m% memberikan informasi tentang kelimpahan relatif atau jumlah unsur tersebut dalam sampel, di mana nilai ini mewakili tingkat kemurnian sampel Sulfur. Pada sampel Sulfur variasi suhu 100 ℃, ditunjukkan tingkat kemurnian Sulfur 97,530% dengan keberadaan unsur lainnya meliputi natrium, aluminium, klorin, fosfat, titanium, dan besi. Sementara itu, pada sampel Sulfur alam ditunjukkan tingkat kemurnian Sulfur 96,380% dengan keberadaan unsur lainnya yang serupa dengan sampel Sulfur hasil pemurnian, antara lain aluminium, natrium, klorin, fosfat, dan titanium. Sedangkan itu, pada sampel Sulfur komersial baterai ditunjukkan nilai kemurnian Sulfur sebesar 96,150% dengan keberadaan unsur lainnya yang mencakup natrium, aluminium, magnesium, klorin, fosfat, dan titanium. Berdasarkan data di atas, sampel Sulfur yang dimurnikan menunjukkan pengurangan unsur pengotor, yang menghasilkan tingkat kemurnian yang lebih tinggi. Kemurnian dari Sulfur yang dimurnikan tidak hanya lebih tinggi dari kemurnian Sulfur alam, tetapi juga melampaui kemurnian Sulfur komersial yang biasa digunakan untuk baterai Li-S. Hasil ini menunjukkan keefektifan dan potensi teknik pemurnian Sulfur ini untuk dalam meningkatkan kualitas Sulfur.

Tabel 3. Nilai kemurnian sulfur dengan analisis *X-Ray Fluorescence Spectroscopy* (XRF).

Jenis Sampel	Unsur	m/m%	StdErr%
Sulfur Variasi Suhu 100°C	S	97.53000	0.27000
	Na	0.95000	0.27000
	Al	0.74000	0.10000
	Cl	0.42400	0.02100
	P	0.26000	0.10000
	Ti	0.07100	0.00350
	Fe	0.02160	0.00110
Sulfur Alam	S	96.38000	0.25000
	Al	1.39000	0.08000
	Na	1.24000	0.26000
	Cl	0.55100	0.02700
	P	0.34000	0.10000
	Ti	0.06490	0.00320
Sulfur Komersial Baterai	S	96.15000	0.26000
	Na	1.57000	0.26000
	Al	1.22000	0.10000
	Mg	0.43300	0.06800
	Cl	0.32500	0.01800
	P	0.24000	0.10000
	Ti	0.06830	0.00340



Gambar 2. Kurva distribusi ukuran partikel sulfur yang dimurnikan.

Tabel 4. Hasil kalkulasi dari *Particle Size Analysis* (PSA) sulfur hasil pemurnian.

Peak No.	S.P. Area Ratio	Mean	S.D.	Mode
1	1,00	327,9 nm	73,3 nm	298,6 nm
2	---	--- nm	--- nm	--- nm
3	---	--- nm	--- nm	--- nm
Total	1,00	327,9 nm	73,7 nm	298,6 nm

Gambar 2 menunjukkan kurva distribusi ukuran partikel yang mewakili persentase frekuensi atau volume partikel pada interval ukuran yang berbeda. Kurva distribusi menunjukkan distribusi ukuran partikel dengan puncak tunggal, yang menunjukkan ukuran partikel dengan frekuensi tertinggi pada 298,6 nm yang ditunjukkan oleh nilai *Mode* pada tabel 4. Selain itu, terdapat bagian kurva yang menanjak, yang terjadi ketika ada persentase kecil dari partikel yang lebih besar dalam sampel. Hal ini dapat disebabkan oleh berbagai faktor, seperti aglomerasi atau adanya kontaminan. Tabel 4 merupakan hasil kalkulasi dari *particle size analyzer* (PSA) yang menunjukkan ukuran rata-rata partikel dari sampel Sulfur yang dimurnikan sebesar 327,9 nm. Selain itu, data juga menunjukkan nilai standar deviasi sebesar 73,7 nm yang merupakan besaran variabilitas ukuran partikel terhadap ukuran partikel rata-rata.

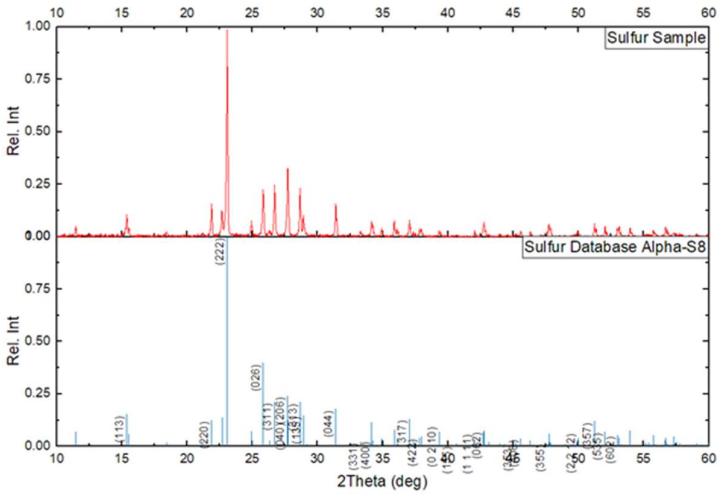
Tabel 5 menunjukkan hasil operasi histogram dan operasi kumulatif dari hasil *particle size analysis* (PSA). Analisis data dari kedua operasi histogram dan kumulatif ini dapat memberikan informasi penting tentang distribusi ukuran partikel dan ukuran partikel kumulatif. Parameter % kumulatif mewakili persentase kumulatif partikel yang memiliki ukuran sama atau lebih kecil dari nilai tertentu. Artinya, sebanyak 90% partikel dalam sampel memiliki ukuran yang sama atau lebih kecil dari 434,8 nm. Selain itu, ditunjukkan ukuran partikel rata-rata pada sampel yaitu 327,9 nm. Nilai ukuran partikel yang semakin kecil menawarkan beberapa keunggulan dalam aplikasi katode baterai, contohnya memberikan area permukaan per satuan massa yang semakin tinggi, yang mengarah pada peningkatan kemungkinan pemanfaatan Sulfur dan meningkatkan reaktivitas elektrokimia. Hal ini berkontribusi secara kolektif pada kepadatan energi baterai yang lebih tinggi, dan stabilitas siklus baterai yang lebih baik.

Tabel 5. Hasil Operasi *Particle Size Analysis* (PSA) Sulfur Hasil Pemurnian.

Operasi Perhitungan	Variabel	Nilai
Histogram Operations	Size (Median)	316.9 nm
	% Cumulative (2)	10.0 (%) – 239,3 (nm)
	% Cumulative (6)	50.0 (%) – 316,9 (nm)
	% Cumulative (8)	70.0 (%) – 361,5 (nm)
	% Cumulative (10)	90.0 (%) – 434,8 (nm)
	Mean	327,9 nm
Cumulant Operations	Z-Average	252,7 nm
	PI	2,606

Tabel 5 menunjukkan hasil operasi histogram dan operasi kumulatif dari hasil *particle size analysis* (PSA). Analisis data dari kedua operasi histogram dan kumulatif ini dapat memberikan informasi penting tentang distribusi ukuran partikel dan ukuran partikel kumulatif. Parameter % kumulatif mewakili persentase kumulatif partikel yang memiliki ukuran sama atau lebih kecil dari nilai tertentu. Artinya, sebanyak 90% partikel dalam sampel memiliki ukuran yang sama atau lebih kecil dari 434,8 nm. Selain itu, ditunjukkan ukuran partikel rata-rata pada sampel yaitu 327,9 nm. Nilai ukuran partikel yang semakin kecil menawarkan beberapa keunggulan dalam aplikasi katode baterai, contohnya memberikan area permukaan per satuan massa yang semakin tinggi, yang mengarah pada peningkatan kemungkinan pemanfaatan Sulfur dan meningkatkan reaktivitas elektrokimia. Hal ini berkontribusi secara kolektif pada kepadatan energi baterai yang lebih tinggi, dan stabilitas siklus baterai yang lebih baik.

Analisis PSA juga menunjukkan bahwa serbuk Sulfur yang dimurnikan memiliki *polydispersity index* (PI) sebesar 2,606. Nilai ini menunjukkan serbuk Sulfur yang dimurnikan masih bersifat heterogen, yaitu terdapat variasi ukuran partikel yang relatif tinggi. Nilai PI yang tinggi dapat berimplikasi pada kinerja baterai. Kehadiran partikel dengan ukuran yang terlalu bervariasi dapat mengakibatkan penggunaan Sulfur yang tidak merata dan distribusi bahan aktif yang tidak seragam di dalam elektroda. Hal ini berdampak pada pengurangan kapasitas dan stabilitas baterai, serta penurunan kinerja baterai. Nilai PI tinggi yang dimiliki sampel Sulfur ini dapat diakibatkan oleh beberapa faktor, salah satunya adalah kemungkinan adanya aglomerasi partikel pada serbuk Sulfur, yaitu partikel cenderung berkumpul atau membentuk kelompok yang menghasilkan entitas yang lebih besar dengan ukuran berbeda, yang mengarah pada nilai PI yang tinggi. Hal ini dapat terjadi akibat ukuran partikel Sulfur yang terlalu kecil. Dengan berkurangnya ukuran partikel, luas permukaan partikel Sulfur menjadi relatif lebih besar dibandingkan dengan volumenya. Akibatnya, luas permukaan yang tinggi ini membuat partikel Sulfur rentan terhadap interaksi dengan partikel Sulfur lain di sekitarnya, yang mengarah ke kemungkinan aglomerasi yang lebih tinggi.



Gambar 3. Grafik pola difraksi sampel Sulfur hasil pemurnian dengan Sulfur α-S_8 *database* COD

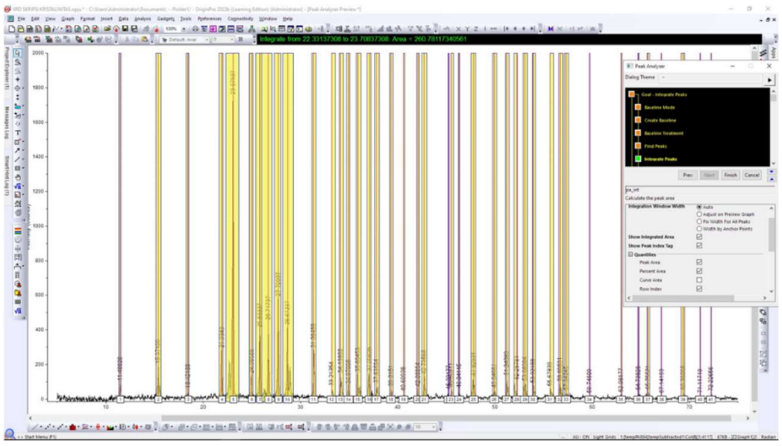
Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sampel Sulfur hasil pemurnian pada variasi suhu pemanasan 100℃ yang dibandingkan dengan pola difraksi material terdekat berdasarkan database dengan menggunakan perangkat lunak *Xpert Highscore Plus* dengan skor kemiripan 75,08%. Hal ini dapat ditunjukkan melalui kemiripan posisi puncak kristal (2theta) dan intensitas relatif pada sampel Sulfur hasil pemurnian dan Sulfur alfa-S_8. Hasil ini menunjukkan bahwa jenis Sulfur yang dihasilkan dari proses pemurnian adalah kristal Sulfur alfa-S_8 yang merupakan Sulfur yang sesuai untuk bahan katoda baterai Li-S.

Tabel 6. Hasil pengukuran konstanta kisi Sulfur hasil pemurnian.

Indeks Miller			2theta (°)	theta (°)	d (Å)	Konstanta Kisi			Error (%)
h	k	l				a	b	c	
4	0	0	34,15	17,07	2,62	10,495			0,28261
2	2	2	23,08	11,54	3,85		12,80		0,29095
2	0	6	27,72	13,86	3,22			24,41	0,51461

Tabel 6 menunjukkan hasil pengukuran konstanta kisi a,b, dan c dari sampel Sulfur yang dimurnikan pada variasi 100℃ untuk menentukan jenis alotrop Sulfur. Pengukuran ini dilakukan dengan menggunakan persamaan Bragg untuk menentukan nilai jarak interplanar (d) dari posisi puncak kristal (°2Theta) dan nilai Indeks Miller dari kecocokan dengan pola difraksi database. Untuk sampel Sulfur yang dimurnikan, didapatkan konstanta kisi a sebesar 10,49457499 Å dengan %*error* 0,282%, konstanta kisi b sebesar 12.79979056 Å dengan %*error* 0,291%, dan konstanta kisi c sebesar 24.41475781 Å dengan %*error* 0,515%. Nilai *%error* tersebut mewakili nilai perbedaan atau kesalahan relatif dari nilai konstanta kisi kristal Sulfur α-S_8 dalam database, yaitu konstanta kisi a sebesar 10,4650, konstanta kisi b sebesar 12,8660, dan konstanta kisi c sebesar 24,4860. Nilai *error* yang didapatkan relatif sangat kecil, sehingga dapat disimpulkan bahwa bahan Sulfur yang didapatkan adalah berupa kristal Sulfur α-S_8.

Gambar 4 merupakan proses pengukuran luas puncak keseluruhan dari hasil analisis XRD sampel Sulfur yang dimurnikan dengan menggunakan perangkat lunak OriginLab 2023b. Pengukuran derajat kristalisasi dilakukan dengan persamaan derajat kristalisasi perbandingan luas puncak kristal dan luas puncak keseluruhan. Hasil pengukuran menunjukkan nilai luas semua puncak kristal yaitu sebesar 1044,23969 cts, serta luas puncak keseluruhan (kristal + amorf) yaitu sebesar 1381,475 cts. Berdasarkan persamaan (2), kedua nilai ini kemudian dibandingkan untuk menghasilkan nilai derajat kristalisasi dari sampel Sulfur yang dimurnikan. Nilai derajat kristalisasi yang didapatkan yaitu sebesar 75,588%, di mana nilai ini cenderung memuaskan karena bahan Sulfur dengan derajat kristalisasi di atas 70% sudah dianggap memiliki sifat kristal yang baik untuk aplikasi baterai Litium-Sulfur (Li-S).



Gambar 4. Pengukuran derajat kristalisasi Sulfur yang dimurnikan dengan menggunakan perangkat lunak OriginLab.

5. Simpulan

Pemurnian Sulfur dengan metode disolusi-rekristalisasi berhasil mendapatkan Sulfur dengan tingkat kemurnian dan kelimpahan tertinggi yang dicapai melalui suhu pemanasan di 100℃ dengan nilai *yield* 18,698%. Analisis kemurnian dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) menunjukkan kemurnian 91,159%, sementara *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF) menunjukkan kemurnian 97,530%. Kemurnian yang tinggi ini berhasil didapat dari proses pelarutan dan penyaringan larutan pada suhu tinggi. Kristal Sulfur berhasil didapatkan dengan derajat kristalisasi 75,620% yang diukur dengan teknik analisis *X-ray diffraction* (XRD). Derajat kristalisasi yang tinggi ini didapat dengan menerapkan kontrol gradien suhu pendinginan yang baik, di mana diturunkan 1℃ setiap 1 menit selama proses pendinginan. Selain itu, serbuk Sulfur dinilai memiliki ukuran partikel rata-rata sebesar 327,9 nm dan distribusi partikel yang masih homogen melalui *particle size analysis* (PSA). Ukuran partikel yang kecil ini didapat melalui penyaringan serbuk Sulfur dengan filter laboratorium 400 mesh. Temuan pada penelitian ini menggambarkan kualitas dan karakteristik Sulfur murni yang baik, di mana hal ini menunjukkan keberhasilan teknik pemurnian Sulfur disolusi-rekristalisasi sebagai salah satu langkah penting dalam menciptakan katoda Sulfur berkualitas tinggi untuk baterai Li-S tingkat lanjut.

6. Ucapan Terima Kasih

Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua individu dan pihak yang telah berkontribusi dalam penyelesaian penelitian ini, terutama bapak Sahrul Hidayat selaku pembimbing dalam penelitian ini yang telah banyak memberikan banyak arahan dan masukan selama penelitian. Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih kepada seluruh civitas akademik Departemen Fisika Universitas Padjadjaran, serta para peneliti dan teknisi laboratorium karakterisasi yang telah memberikan dedikasi, keahlian, dan kerja kerasnya dalam memastikan keakuratan dan keandalan data yang disajikan dalam penelitian ini.

Daftar Pustaka

[1] Z. Li, A. Khajepour, and J. Song. (2019). *A Comprehensive Review of the Key Technologies for Pure Electric Vehicles*. Energy,. vol. 182, pp. 824–839.

[2] N. Nitta, F. Wu, J. T. Lee, and G. Yushin. (2015). *Li-Ion Battery Materials: Present and Future*. Mater. Today, vol. 18, no. 5, pp. 252–264.

[3] Y. Miao, P. Hynan, A. Von Jouanne, and A. Yokochi. (2019). *Current Li-Ion Battery Technologies in Electric Vehicles and Opportunities for Advancements*. Energies, vol. 12, no. 6, pp. 1–20.

[4] B. Liu *et al.* (2018). *Revisiting Scientific Issues for Industrial Applications of Lithium–Sulfur Batteries*," Energy Environ. Mater., Vol. 1, no. 4, pp. 196–208.

[5] B. Y. and J.-L. Y. Fu-Bao Wu. (2019). *Technologies of Energy Storage Systems, in Grid-scale Energy Storage Systems and Applications*. Elsevier. pp. 17–56.

[6] P. Lens. (2009). *Sulfur Cycle*, *in Encyclopedia of Microbiology*. Elsevier. Vol. 37, no. 4–5, pp. 361–369.

[7] L. Qie and A. Manthiram. (2016). *High-Energy-Density Lithium–Sulfur Batteries Based on Blade-Cast Pure Sulfur Electrodes*. ACS Energy Lett. Vol. 1, no. 1, pp. 46–51.

[8] M. Hagen *et al.* (2012). *Lithium-Sulphur Batteries - Binder Free Carbon Nanotubes Electrode Examined with Various Electrolytes*. J. Power Sources. Vol. 213, pp. 239–248.

[9] Y. Cui, M. Wu, C. Scott, J. Xie, and Y. Fu. (2016). *A Binder-Free Sulfur/Carbon Composite Electrode Prepared by a Sulfur Sublimation Method for Li-S Batteries*. RSC Adv. Vol. 6, no. 58, pp. 52642–52645.

[10] X. Fan *et al.* (2018). *A General Dissolution–Recrystallization Strategy to Achieve Sulfur-Encapsulated Carbon for an Advanced Lithium–Sulfur Battery*. J. Mater. Chem. A. Vol. 6, no. 25, pp. 11664–11669.

[11] X. Zhang *et al.* (2018). *High-Performance Lithium Sulfur Batteries Based on Nitrogen-Doped Graphitic Carbon Derived from Covalent Organic Frameworks*. Mater. Today Energy. Vol. 7, pp. 141–148, 2018.

[12] J. G. Kim, Y. Noh, and Y. Kim. (2022). *Highly Reversible Lithium-Sulfur Batteries with Nitrogen-Doped Carbon Encapsulated Sulfur Cathode and Nitrogen-Doped Carbon-Coated ZnS Anode*. Chem. Eng. J. Vol. 435, p. 131339.

[13] S. Suárez-Gómez *et al.*(2020). *Effective Extraction of High Purity Sulfur from Industrial Residue with Low Sulfur Content*. J. Mater. Res. Technol. Vol. 9, no. 4, pp. 8117–8124.

[14] J. G. Speight. (2017). *Properties of Inorganic Compounds*, *in Environmental Inorganic Chemistry for Engineers*. Elsevier. 2017. pp. 171–229

[15] S. Jay, P. Cézac, J. P. Serin, F. Contamine, C. Martin, and J. Mercadier. (2009). *Solubility of Elemental Sulfur in Toluene between (267.15 and 313.15) K under Atmospheric Pressure*. J. Chem. Eng. Data. Vol. 54, no. 12, pp. 3238–3241.

[16] A. Khan *et al. (2019). Influence of Fe Doping on the Structural, Optical and Thermal Properties of α -MnO 2 Nanowires*. Mater. Res. Express. Vol. 6, no. 6, p. 065043.

[17] D. D. Le Pevelen, (2016). *X-Ray Crystallography of Small Molecules: Theory and Workflow*. Encycl. Spectrosc. Spectrom. pp. 624–639.

Jurnal Material dan Energi Indonesia
Vol. 13, No. 02 (2023) 75 – 83
Departemen Fisika FMIPA Universitas Padjadjaran

Disubmit: *11-11-2023*
Diterima: *25-01-2024*
Terpublikasikan: *30-01-2024*

STUDI PENGEMBANGAN SISTEM VISION BERBASIS KAMERA DALAM PENENTUAN POSISI MENISKUS PADA KALIBRASI GELAS UKUR

GIANTO*, VERA FIRMANSYAH, NANDANG GUNAWAN TUNGGAL WARAS, DUDI ADI FIRMANSYAH, AZIS MUSLIM, BUDI YASRI, WILLI SUTANTO

Program Studi D3 Metrologi dan Instrumentas, Akademi Metrologi dan Instrumentasi
Jl. Raya Bandung-Sumedang km 25 No. 28, Kutamandiri, Kec. Tanjungsari, Kab. Sumedang.

Abstrak. Perhitungan estimasi nilai ketidakpastian pada proses kalibrasi gelas ukur, salah satunya dipengaruhi oleh pembacaan posisi meniskus cairan dalam gelas ukur. Olehkarena sifatnya yang masih analog, maka pembacaan meniskus sangat bergantung pada kemampuan operator dalam membaca skala gelas ukur. Umumnya, operator mampu membaca skala alat ukur pada batas ½ divisi skala tanpa alat bantu. Akurasi penentuan posisi meniskus dapat ditingkatkan menggunakan sistem vision berbasis kamera, yang menjadi tujuan di dalam studi ini. Pada studi ini, dikembangkan metode olah citra digital untuk membaca volume cairan di dalam gelas ukur kapasitas 50 mL dengan resolusi 1 mL. Sebagai objek penelitian, digunakan citra sintetis dan sampel gelas ukur yang memiliki garis skala berwarna biru muda, cukup kontras dengan warna meniskus yang abu-abu. Untuk itu pada proses segmentasi, digunakan metode pemisahan warna dalam model citra HSV. Pada simulasi yang menggunakan citra sintetis, dapat ditunjukkan bahwa metode olah citra yang dikembangkan berhasil membaca volume cairan dalam gelas ukur, dengan rentang kesalahan 0,07 mL, yang disebabkan oleh sebagian tinggi meniskus cairan yang tertutup oleh garis skala yang memiliki tebal 8 piksel setara dengan 0,14 mL. Hasil eksperimen juga menunjukkan metode olah citra yang dikembangkan berhasil diterapkan pada sampel gelas ukur.

Kata kunci: gelas ukur, sistem vision, kamera, kalibrasi, olah citra, pembacaan meniskus.

Abstract. *Calculation of the estimated uncertainty value in the volumetric glassware calibration, is influenced by the reading of the meniscus position of the liquid in the volumetric glassware. Due to the volumetric glassware is analog, the meniscus reading is highly dependent on the operator ability to read the volumetric glassware scale. Generally, the operator is able to read the scale of the volumetric glassware at the limit of ½ division of the scale without tools. The accuracy of meniscus positioning reading can be improved by using a camera-based vision system. In this study, a digital imaging processing method was developed to read the volume of liquid in the volumetric glassware with a capacity of 50 mL with a resolution of 1 mL. As the research object, a synthetic image and a volumetric glassware sample are used which have light blue scale lines, quite a contrast to the gray meniscus. For this reason, in the segmentation process, the color separation method is used in the HSV image model. Through a simulation using a synthetic image, it can be shown that the developed image processing method successfully reads the volume of liquid in a volumetric glassware, with an error of 0.07 mL, which is caused by partly the height of the meniscus of the liquid which is covered by a scale line which has a thickness of 8 pixels equivalent to 0.14 mL. The experimental results also show that the developed image processing method was successfully applied to a volumetric glassware sample.*

keywords*: volumetric glassware, vision system, camera, image processing, meniscus reading.*

1. Pendahuluan

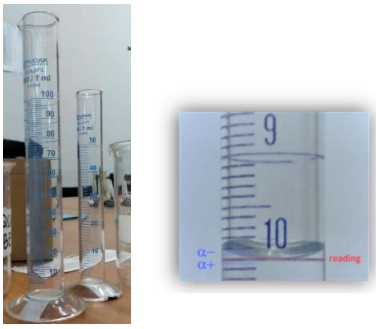
Gelas ukur merupakan salah satu instrumen ukur volume yang banyak digunakan, di antaranya di bidang material pada laboratorum kimia/analitik, maupun di bidang energi seperti pada pengujian anti drain Pompa Ukur Bahan Bakar Minyak (PU BBM) di Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU). Berdasarkan SK Dirjen PKTN No. 121 Tahun 2020 tentang Syarat Teknis Meter Arus BBM dan Produk Terkait, Pompa Ukur BBM dan Pompa Ukur Elpiji, pada pengujian anti drain ini, gelas ukur digunakan untuk mengukur cairan BBM yang tertinggal di dalam selang. Akurasi

* Email: gianto@akmet.ac.id

pembacaan gelas ukur pada pengujian anti drain PU BBM menjadi bagian penting dalam perlindungan konsumen dalam hal tertib niaga pada sektor jual beli energi BBM di masyarakat. Di samping akurasi, kecepatan dalam proses pengukuran energi BBM juga menjadi faktor yang diperhatikan disebabkan banyaknya jumlah PU BBM di SPBU. Untuk meningkatkan akurasi dan mempercepat proses pengukuran BBM pada pengujian anti drain PU BBM, sistem vision menjadi alternatif pembacaan cairan BBM di dalam gelas ukur secara otomatis berdasarkan citra hasil tangkapan kamera.

Gelas ukur yang digunakan dalam pengujian anti drain PU BBM, harus memiliki ketertelusuran (*tracebility*), dengan dikalibrasi secara rutin dalam jangka waktu tertentu[1]. Pada kalibrasi gelas ukur, salah satu sumber ketidakpastian yang cukup signifikan berasal dari pembacaan meniskus cairan di dalam gelas ukur [2]. Oleh karena elemen tampilan (*display*) dari gelas ukur direpresentasikan oleh garis-garis skala (bersifat analog), pembacaan posisi meniskus pada gelas ukur hanya bisa dilakukan secara manual langsung menggunakan mata telanjang. Hasil akurasi pembacaan posisi meniskus cairan dalam gelas ukur berbeda-beda, sangat bergantung pada kemampuan teknis teknisi/operator di laboratorium [3]. Umumnya, teknisi/operator hanya mampu membaca skala alat ukur pada batas ½ divisi skala tanpa alat bantu optik, seperti kaca pembesar. Gelas ukur yang digunakan sebagai objek penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 1(a).

Akurasi penentuan posisi meniskus tersebut dapat ditingkatkan menggunakan sistem vision [5], seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. Citra digital dengan objek posisi meniskus cairan dalam gelas ukur dihasilkan menggunakan alat kamera yang diambil secara tegak lurus untuk mengurangi kesalahan paralaks dalam pembacaan, seperti tampak pada Gambar 1(b). Kemudian, terhadap citra digital tersebut dilakukan pengolahan dan analisis citra untuk memperoleh nilai volume cairan di dalam gelas ukur berdasarkan posisi meniskus.

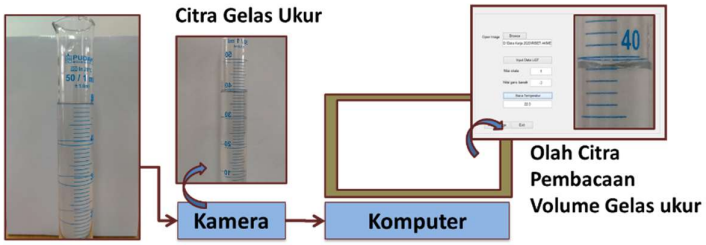


(a) (b)

Gambar 1. (a) Gelas ukur dan (b) Pembacaan meniskus gelas ukur [4]

Penggunaan sistem vision penentuan posisi meniskus cairan di dalam gelas ukur tersebut, diharapkan dapat meningkatkan akurasi pembacaan volume gelas ukur dan memperkecil risiko kesalahan pembacaan yang dilakukan oleh teknisi/operator (*human error*) dalam proses kalibrasi gelas ukur. Dengan demikian, nilai ketidakpastian yang bersumber dari pembacaan meniskus dapat diperkecil, yang merepresentasikan performansi hasil kalibrasi yang lebih baik. Estimasi nilai ketidakpastian pembacaan meniskus yang digunakan pada penelitian ini menggunakan distribusi

kotak (*uniform/rectangular distribution*), mengacu pada Pedoman Kalibrasi Gelas Ukur (*EURAMET*) [4, 6].



Gambar 2. Rancangan sistem vision penentuan posisi meniskus pada gelas ukur.

2. Metode Penelitian

Pada penelitian ini, dikembangkan metode pengolahan citra penentuan meniskus cairan di dalam gelas ukur. Metode pengolahan citra yang dikembangkan diuji dengan diterapkan pada citra sintetis (Gambar 3(a)) terlebih dahulu, yang kemudian divalidasi dengan sampel gelas ukur yang terdapat di laboratorium (Gambar 3(b)). Dalam sistem vision pada penelitian ini, bagian proses pengolahan citra adalah bagian penting yang berpengaruh pada hasil pengukuran volume cairan di dalam gelas ukur. Metode pengolahan citra ini dikembangkan dengan mengakomodasi jika terjadi ketidakoptimalan hasil kualitas citra gelas ukur yang diambil menggunakan kamera. Metode dan analisis pengolahan citra yang dikembangkan pada penelitian ini, dirancang menggunakan program Matlab.

Metode pengolahan citra yang dikembangkan terdiri atas tiga bagian utama, yaitu:

a. *Pre-processing*, berupa penentuan ROI (*Region Of Interest*) dan perbaikan kualitas citra menggunakan metode CLAHE (*Contras Limited Adaptive Histogram Equalization*),
b. Proses segmentasi, untuk pemisahan objek citra (meniskus dan garis skala) dari latar citra yang tidak diperlukan,
c. *Post-processing*, berupa analisis citra untuk penentuan nilai volume cairan di dalam gelas ukur berdasarkan pembacaan posisi meniskus terhadap garis-garis skala. Pada proses ini dilakukan identifikasi garis skala gelas ukur untuk menghitung piksel per nilai satuan volume (*pixel per volume - ppv*), dan menghitung volume cairan di dalam gelas ukur berdasarkan nilai *ppv* tersebut, sesuai dengan Persamaan (1) berikut.

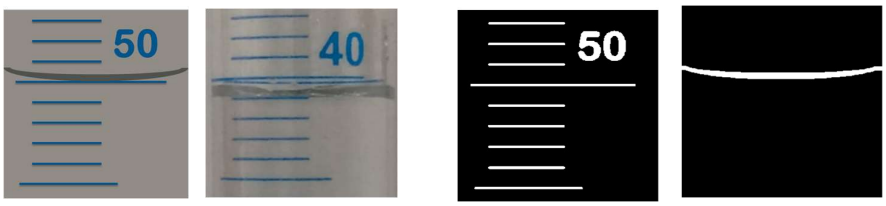
$$Volume = nilai\ garis\ skala\ bawah + (jumlah\ skala \times resolusi) + \ldots$$
$$\ldots + ppv \times (pixel\ kolom\ sisa - koreksi\ lebar\ skala) \quad (1)$$

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Simulasi

Metode yang dikembangkan pada penelitian ini terlebih dahulu disimulasikan menggunakan citra sintetis, seperti tampak pada Gambar 3(a), yang dibuat menyerupai citra gelas ukur hasil akuisisi menggunakan kamera. Pada gambar tersebut, ditunjukkan citra sintetis dengan ukuran resolusi lateral citra adalah (552 x 536 x 3) dan dalam format RGB. Ukuran tersebut merupakan ukuran ROI (*Region Of Interest*). Pada citra ROI minimal harus memuat objek meniskus cairan di dalam gelas ukur dan objek garis-garis skala pada dinding gelas ukur. Pada gambar, tampak meniskus ditunjukkan dengan warna abu-abu, yang cukup kontras dengan garis-garis skala yang berwarna biru muda, kemudian dengan citra latar (*background*) yang dominan putih. Hal ini kemudian dimanfaatkan pada proses segmentasi yang menggunakan metode pemisahan objek berdasarkan warna dalam model citra HSV [7 - 9].

Tahapan proses segmentasi citra adalah bagian yang sangat penting dalam metode yang dikembangkan dalam penelitian ini. Akurasi informasi (data pembacaan volume gelas ukur dan posisi meniskus) yang dihasilkan dari proses olah citra sangat bergantung pada proses pemisahan objek citra yang diinginkan dengan latar (*background*) yang tidak diperlukan. Dalam penelitian ini, proses segmentasi yang digunakan, dipilih dalam citra warna model HSV. Masing-masing nilai H (*Hue*), S (*Saturation*), dan V (*Value*) diberikan rentang *threshold* sedemikian hingga citra yang dihasilkan dari proses segmentasi ini hanya objek citra yang diinginkan.



(a) (b) (c) (d)

Gambar 3. (a) Citra sintetis dan (b) Citra hasil akuisisi menggunakan kamera. (c) Hasil segmentasi objek garis skala, (d). Hasil segmentasi objek meniskus

Pada citra yang terdapat pada Gambar 3(a), untuk memperoleh objek citra garis skala (berwarna biru), diberikan rentang threshold sebagai berikut.

- *Threshold* bawah (*Hue*) = 0,20;
- *Threshold* atas (*Hue*) = 1,00;
- *Threshold* bawah (*Saturation*) = 0,20;
- *Threshold* atas (*Saturation*) = 1,50;
- *Threshold* bawah (*Value*) = 0,20;
- *Threshold* atas (*Value*) = 1,00;

Dengan parameter tersebut, diperoleh hasil proses segmentasi garis skala, yang dapat ditunjukkan pada Gambar 3(c).

Selain objek garis skala, untuk membaca nilai volume gelas ukur, diperlukan proses segmentasi objek meniskus untuk mengetahui posisi permukaan cairan. Metode segmentasi yang digunakan sama dengan yang digunakan pada objek garis skala, tetapi dengan nilai rentang *threshold* yang

disesuaikan. Pada citra yang terdapat pada Gambar 3(a), untuk memperoleh objek citra meniskus (berwarna abu-abu), diberikan rentang *threshold* sebagai berikut.

- *Threshold* bawah (*Hue*) = 0,00;
- *Threshold* atas (*Hue*) = 0,40;
- *Threshold* bawah (*Saturation*) = 0,00;
- *Threshold* atas (*Saturation*) = 0,10;
- *Threshold* bawah (*Value*) = 0,00;
- *Threshold* atas (*Value*) = 0,40;

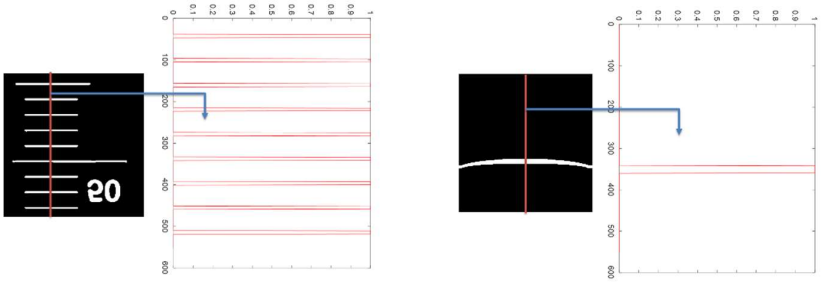
Dengan parameter tersebut, diperoleh hasil proses segmentasi garis skala, yang dapat ditunjukkan pada Gambar 3(d).

Setelah tahapan segmentasi, analisis citra untuk membaca volume gelas ukur dilakukan dengan mengidentifikasi posisi objek meniskus dan garis skala, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Pada kedua gambar tersebut, ditunjukkan bahwa metode yang dikembangkan berhasil dengan baik mengidentifikasi objek garis dan objek meniskus (warna merah). Selanjutnya, kedua hasil identifikasi objek meniskus dan garis skala digabung dalam satu grafik, seperti tampak pada Gambar 5, untuk pembacaan nilai volume gelas ukur. Dengan mengetahui nilai garis skala bawah = 45 mL dan per divisi skala = 1 mL, *pixel per volume scale* (*ppv*) dapat dihitung dan pembacaan volume gelas ukur dapat ditentukan sesuai Persamaan (2)

$$Volume = nilai\ garis\ skala\ bawah + (jumlah\ skala \times resolusi) + \cdots$$

$$\ldots + ppv \times (pixel\ kolom\ sisa - koreksi\ lebar\ skala)$$

$$Volume = 45 + (5 \times 1) + 0,02 \times (8 - 4) = 50,07 \text{ mL} \qquad (2)$$

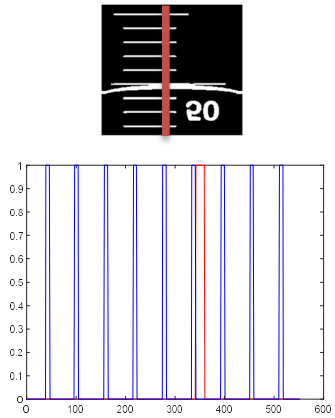


(a) (b)

Gambar 4. Identifikasi posisi objek (a) garis skala dan (b) meniskus.

Pada simulasi yang menggunakan citra sintetis, dapat ditunjukkan bahwa metode olah citra yang dikembangkan berhasil membaca volume cairan dalam gelas ukur, dengan rentang kesalahan 0,07

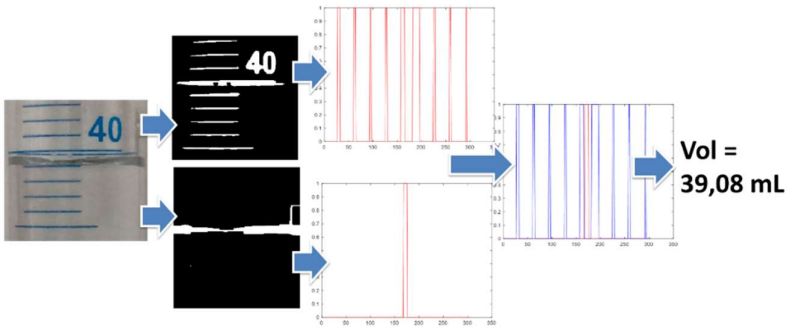
mL, yang disebabkan oleh sebagian tinggi meniskus cairan yang tertutup oleh garis skala yang memiliki tebal 8 piksel setara dengan 0,14 mL



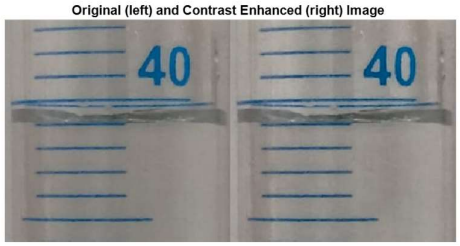
Gambar 5. Identifikasi posisi objek meniskus dan garis skala

3.2 Hasil Eksperimen

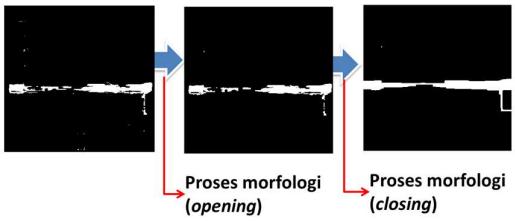
Setelah berhasil diterapkan pada citra sintetis, metode yang dikembangkan kemudian diujicobakan pada pembacaan cairan di dalam gelas ukur secara nyata. Tahapan-tahapan proses oleh citra mengikuti seperti halnya yang diterapkan pada citra sintetis. Hasil eksperimen penerapan metode yang dikembangkan terhadap citra digital hasil akuisisi kamera, dapat ditunjukkan pada Gambar 6. Pada gambar tersebut, tampak hasil pembacaan cairan di dalam gelas ukur menggunakan sistem vision sebesar 39,08 mL, tidak jauh berbeda dengan hasil pembacaan manual sebesar 39 mL (meniskus dibaca berdasarkan batas bawah dari tebal meniskus yang berimpit pada garis skala 39 mL). Pada proses olah citra, dilakukan tahapan *pre-processing* sebelum tahapan proses segmentasi, berupa perbaikan kualitas citra, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 6. Hasil eksperimen metode yang dikembangkan.



Gambar 7. Hasil perbaikan kualitas citra.



Gambar 8. Proses morfologi pada objek citra miniskus.

Pada tahapan proses segmentasi juga digunakan teknik morfologi *opening* dan *closing* [10-12]. Teknik morfologi opening digunakan sebagai *post-filtering* setelah segmentasi awal untuk mengatasi jika masih terdapat artefak pada citra hasil segmentasi. Selanjutnya, teknik morfologi *closing* digunakan sebagai *post-filtering* untuk menggabungkan objek-objek yang berdekatan sehingga objek citra hasil segmentasi dapat teridentifikasi lebih jelas. Pada Gambar 8, ditunjukkan contoh proses morfologi yang terjadi pada objek citra meniskus.

3.3 Estimasi Ketidapastian Pembacaan Meniskus

Pada kalibrasi gelas ukur, jika pembacaan meniskus dilakukan secara konvensional (menggunakan mata tanpa alat bantu optik), nilai ketidakpastian dari sumber pembacaan meniskus cairan di dalam gelas ukur dihitung menggunakan persamaan berikut mengikuti distribusi kotak (*rectanglar/uniform distribution*)[4],[13].

$$u(\delta V_{men}) = \frac{\alpha}{2\sqrt{3}}, \text{dengan } \alpha = \text{resolusi}$$

$$u(\delta V_{men}) = \frac{1\ \text{mL}}{2\sqrt{3}} = 0{,}29\ \text{mL} \tag{3}$$

Dengan menggunakan sistem vision, resolusi gelas ukur dapat ditingkatkan menjadi 1/10 kali menjadi 0,1 mL atau bahkan 1/100 kali menjadi 0,01 mL, seperti yang dihasilkan pada sistem vision pada peneitian ini. Dengan demikian, nilai estimasi perhitungan ketidakpastian yang bersumber dari pembacaan meniskus dapat diperkecil yang menunjukkan meningkatnya performansi hasil kalibrasi gelas ukur.

4. Simpulan

Pada penelitian ini, sudah dikembangkan metode pengolahan dan analisis citra (*image processing*) untuk pembacaan volume gelas ukur sebagai alat bantu dalam kalibrasi gelas ukur. Melalui data simulasi menggunakan citra sintetis gelas ukur, ditunjukkan bahwa teknik yang dikembangkan telah berhasil membaca nilai volume gelas ukur (yang memiliki unit skala 1 mL) dengan kesalahan pengukuran 0,07 mL. Selisih tersebut dapat berasal dari hasil segmentasi obejek citra meniskus yang belum optimal dan rentang ketidakpastian posisi meniskus kolom cair yang berimpit dengan skalanya (sebagian tinggi meniskus cairan tertutup oleh garis skala yang memiliki tebal 8 piksel setara dengan 0,14 mL). Hasil eksperimen juga menunjukkan metode olah citra yang dikembangkan berhasil diterapkan pada sampel gelas ukur dengan selisih pembacaan sebesar 0,08 mL.

5. Ucapan Terima Kasih

Studi pengembangan sistem vision berbasis kamera dalam penentuan posisi meniskus pada kalibrasi gelas ukur ini dilaksanakan di Laboratorium Volume Akademi Metrologi dan Instrumentasi dengan pembiayaan dari anggaran penelitian Akademi Metrologi dan Instrumentasi Kementerian Perdagangan.

Daftar Pustaka

[1] L. Revocatus, N. Shaban, and I. S. Mbalawata. (2019). *Statistical Analysis of Ambient Conditions and Water Temperature on Standard Achievement of Volume Calibration of Small Laboratory Glassware*. Vol. C, no. 1, pp. 67–80.

[2] G. Harris and M. Hicks. (2021). *Specifications and Tolerances for Reference Standard and Field Standard Weights and Measures NIST Handbook.* Specifications and Tolerances for Reference Standard and Field Standard Weights and Measures Flasks. 105-2.

[3] I. Castanheira et al. (2006). *Quality assurance of volumetric glassware for the determination of vitamins in food*. Food Control. Vol. 17, no. 9, pp. 719–726.

[4] EURAMET e.V.. (2018). *Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration - Guide* No. 19. Euramet. Vol. C, no. 19, p. 26.

[5] T. Haiyunnisa and H. S. Alam. (2015). *Meniscus Recognition on Volumetric Glassware Calibration Using Image Processing*. Proceeding of ICACOMIT. pp. 8–12.

[6] ISO 4787:2021(en). (2021). *Laboratory glass and plastic ware — Volumetric instruments — Methods for testing of capacity and for use*, 61010-1 © Iec2001. Vol. 2021, no. 1, p. 13,

[7] I. Ivasenko et. al. (2021). *Detection of Rust Defects of Protective Coatings Based on HSV Color Model*. 2019 IEEE 2nd Ukraine Conference on Electrical and Computer Engineering (UKRCON).

[8] R. Hassan, R. R. Ema, and T. Islam. (2017). *Color Image Segmentation using Automated*. Global Journal Inc.Vol. 17, no. 2.

[9] A. P. Chakkaravarthy and A. Chandrasekar. (2019). *An Automatic Threshold Segmentation and Mining Optimum Credential Features by Using HSV Model*. 3D Res. Vol. 10(2)

[10] Gianto, V. Firmansyah, I. Setiawan, and A. Rifani. (2021). THE DEVELOPMENT OF IMAGE PROCESSING METHOD ON THE AUTOMATIC READING SYSTEM OF THE GLASS THERMOMETER USING A DIGITAL. Spektra. Vol. 6, no. 1, pp. 1–8.

[11] Roy Davies. (2017). *Computer Vision*: Principles Algorithm, Applications Learning. 5th edition. AP Publisher.

[12] C. Learning.,A. R. Reserved, and C. Learning. (2015). *Image Processing, Analysis, and*

Machine Vision. IEEE Conference.

[13] E. Batista, N. Almeida, E. Filipe, and J. A. E. Sousa. (2009). *Comparison of two diferent approaches in the uncertainty calculation of gravimetric volume calibration*. 19th IMEKO World Congr. Vol. 1, pp. 235–237.

Jurnal Bahan dan Energi Indonesia
Vol. 13, No. 02 (2023) 84 – 92
Departemen Fisika FMIPA Universitas Padjadjaran

Disubmit: *09-12-2023*
Diterima: *23-01-2024*
Terpublikasikan: *01-02-2024*

SINTESIS BAHAN PENYERAP GELOMBANG MIKRO $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ MENGGUNAKAN METODE *BALL MILL*

TESALONIKA SIREGAR[1], MUHAMMAD RIZKY[2], WISNU A. ADI[3], YUNASFI[3], MASHADI[3], TOGAR SARAGI[4,*]

[1]*Program Studi Sarjana Fisika, FMIPA, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Jatinangor KM 21, Jatinanor, Kabupaten Sumedang, 45363.*
[2]*UIN SMH Banten, Jl. Jendral Sudirman no.30, Ciceri, Kota Serang.*
[3]*Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) KST BJ Habibie, Jl. Raya Serpong, Muncul, Kecamatan Setu, Kota Tangerang Selatan, Banten 15314.*
[4]*Departemen Fisika, FMIPA, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Jatinangor KM 21, Jatinanor, Kabupaten Sumedang, 45363.*

Abstrak. Telah berhasil disintesis bahan $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan komposisi (x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075) dengan menggunakan metode reaksi padatan sebagai penyerap gelombang mikro. Empat bahan dasar yang digunakan diantaranya *Nikel (II) Oxide (*NiO), *Yitrium Oxide* (Y_2O_3), *Titanium (IV) oxide* (TiO_2) dan *Cobalt oxide* (Co_3O_4). Bahan di *milling* menggunakan HEM selama 5 jam, di*oven* selama 5 jam pada suhu 80 ℃ dan di*sinter* pada suhu 1000 ℃ selama 5 jam. Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* untuk analisa fasa, *Scanning Electron Microscope* untuk pengamatan morfologi dan *Vector Network Analyzer* untuk mengetahui besarnya penyerapan gelombang. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa sampel dengan komposisi x = 0 dan x = 0,025 memiliki fasa tunggal yaitu $CoTiO_3$ sedangkan komposisi x = 0,05 dan x = 0,075 memiliki 3 fasa diantaranya $CoTiO_3$, $O_7Ti_2Y_2$ dan Co_2O_4Ti. Dari pengukuran SEM diperoleh morfologi partikel berbentuk bola dengan ukuran diameter partikel yang semakin mengecil seiring penambahan doping Yttrium. Dengan VNA, untuk C-band diperoleh nilai *Reflection Loss* -25,6 dB dengan persentase penyerapan sekitar 99,72% pada frekuensi 6 GHz (x = 0,05), dan pada X-band diperoleh nilai *Reflection-Loss* hingga -10,91 dB dengan persentase penyerapan sekitar 91,9% pada frekuensi 11,64 GHz (x = 0,075).

Kata kunci: absorban, metode ball-mill, Reflection Loss.

Abstract. *The samples of $Co_{0.75}Ni_{0.25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ with the composition (x = 0; 0.025; 0.05 and 0.075) has been successfully synthesized using the solid state reaction method as a microwave absorber. The four basic bahans used include Nickel (II) Oxide (NiO), Yitrium Oxide (Y2O3), Titanium (IV) oxide (TiO2) and Cobalt oxide (Co_3O_4). The bahan is milled using HEM for 5 hours, oven for 5 hours at a temperature of 80 ℃ and sintered at a temperature of 1000 ℃ for 5 hours. Sample characterization was carried out using X-Ray Diffraction to analyze phases, Scanning Electron Microscope to observe morphology and Vector Network Analyzer to determine the amount of wave absorption. The XRD characterization results show that samples with compositions x = 0 and x = 0.025 have a single phase, namely $CoTiO_3$, while compositions x = 0.05 and x = 0.075 have 3 phases including $CoTiO_3$, $O_7Ti_2Y_2$ and Co_2O_4Ti. From the SEM measurements, it was observed that the morphology of the samples is spherical shape, with the particle diameter decreases with addition of Yttrium doping. From VNA measurements for the C-band a Reflection Loss value is -25.6 dB with an absorption rate of aboiut 99.72% at a frequency of 6 GHz (x = 0.05), while for the X-band a Reflection-Loss value of up to -10.91dB with Absorption about 91.9% at a frequency of 11.64 GHz (x = 0.075).*

Keywords*: ball-mill method, doping, Reflection Loss.*

1. Pendahuluan

Perkembangan teknologi tentunya memudahkan kehidupan manusia, namun selalu beriringan dengan ancaman. Dalam bidang pertahanan dan keamanan negara khususnya kawasan atau pangkalan militer, teknologi rekayasa bahan memiliki peran penting. Salah satunya adalah teknologi

* Email: t.saragi@phys.unpad.ac.id

anti-radar yang menggunakan bahan tertentu. Bahan anti-radar dapat dipergunakan untuk menyamarkan kawasan militer dan sarana pendukungnya guna menghindari tangkapan atau deteksi radar musuh. *Radio Detection and Ranging* (Radar) merupakan perangkat gelombang elektromagnetik yang digunakan untuk mendeteksi objek jarak jauh. Radar sangat penting dalam sistem pertahanan negara [1]. Untuk menghindari deteksi Radar maka digunakan bahan penyerap gelombang mikro sebagai bahan pelapis atau pengecat peralatan dan fasilitas pertahanan seperti pesawat tempur, kapal perang, pakaian tentara dan lain-lain [2].

Syarat utama yang diperlukan untuk membuat bahan penyerap gelombang adalah memiliki nilai permeabilitas (sifat rugi magnet) dan permitivitas (sifat rugi dielektrik) yang tinggi [2]. Bahan dengan permeabilitas relatif (μ_r) yang tinggi dapat diperoleh pada bahan ferromagnetik (100-6000), antiferromagnetik (1-100), paramagnetik (1) dan diamagnetik (0,9 atau mendekati 0). Sedangkan bahan dengan nilai permitivitas relatif (ε_r) atau konstanta dielektrik yang tinggi terdapat pada Barium Strontium Titanate ($Ba_{0,6}Sr_{0,4}TiO_3$) dengan nilai 2000-3000, Titanium Dioxide (TiO_2) dengan nilai 100-200, polystyrene dengan nilai 2,5-2,7, air bernilai 1 dan vakum bernilai 1.

Bahan yang memiliki kedua sifat di atas dimiliki oleh sistem *perovskite* (ABX_3). Baru-baru ini, sistem *perovskite* $MTiO_3$ (M = metal seperti Ni, Pb, Fe, Co, Cu dan Zn) dianggap sebagai *smart material* karena memiliki sifat magnetik yang tinggi dan konstanta dielektrik κ yang tinggi [3]. Salah satu logam yang telah digunakan adalah cobalt, yaitu cobalt titanate, $CoTiO_3$. Dari karaketrisasi magnet diketahui bahwa $CoTiO_3$ termasuk bahan ferromagnetik dengan nilai permeabilitas yang tinggi. Demikian juga dari karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) diketahui bahwa $CoTiO_3$ memiliki struktur Rhombohedral [4]. $CoTiO_3$ merupakan bahan yang memiliki sifat permitivitas dan permeabilitas berfasa tunggal dengan pigmen warna hijau [5]. Pigmen warna hijau ini dapat diaplikasikan untuk penyamaran militer Indonesia yang menggunakan seragam warna hijau. Berbagai upaya dilakukan untuk meningkatkan persentase penyerapan gelombang elektromagnet diantaranya dengan melakukan doping cerium pada Ti sehingga membentuk $CoTi_{(1-x)}Ce_xO_3$, atau dengan pengendalian ketebalan lapisan (*coating*). Pada tahun 2018 telah dilakukan penelitian mengenai efek doping logam tanah jarang cerium pada Ti dengan metode *mechanical milling*. Dari hasil penelitian, diperoleh bahwa karakterisastik *Radar Absorber Bahan* (RAM) pada sampel $CoTi_{(1-x)}Ce_xO_3$ memiliki nilai serapan tertinggi sebesar 80% pada sampel $CoTi_{0,98}Ce_{0,02}O_3$ [5].

Untuk meningkatkan nilai permeabilitas peneliti juga melakukan doping nikel pada cobalt. Hal ini disebabkan karena nikel merupakan bahan ferromagnetik dengan nilai permeabilitas yang tinggi. Doping nikel juga telah dilakukan pada senyawa dengan sistem *perovskite* $La_{0,67}Sr_{0,33}Mn_{(1-x)}Ni_xO_3$ dimana doping nikel dapat meningkatkan kemampuan penyerapan gelombang mikro dengan nilai *Refflection Loss* terbesar sekitar -11,492 dB untuk $x < 0,3$ [6]. Untuk meningkatkan nilai permitivitas dan nilai permeabilitas, dapat dilakukan dengan penggunaan doping logam tanah jarang Yttrium. Hal ini disebabkan karena Yttrium memiliki sifat magnetik dan elektromagnetik yang baik diantaranya memiliki konduktivitas termal yang tinggi, resisitivitas listrik yang tinggi dan nilai permitivitas yang tinggi [7]. Oleh karena itu, dalam penelitan ini akan digunakan doping Yttrium pada titatnium sehingga membentuk senyawa $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan karakteristik penyerapan gelombang elektromagnet. Uji penyerapan gelombang elektromagnet dalam paper ini akan dilakukan pada gelombang mikro, yaitu pada C-band dan X-band.

2. Metode Penelitian

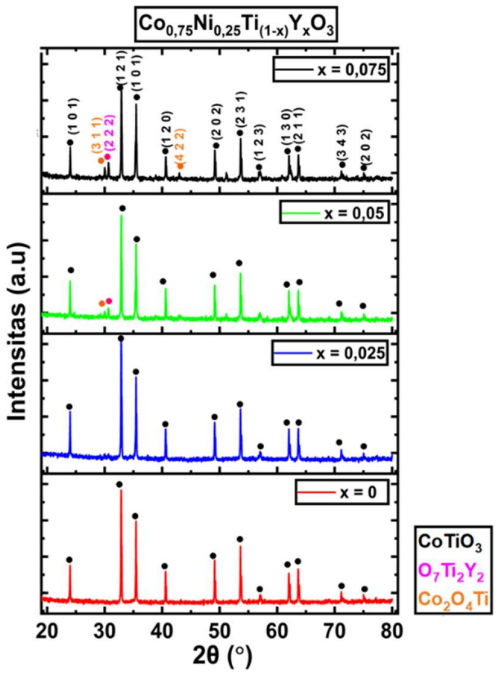
Bahan $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ disintesis menggunakan empat bahan dasar diantaranya *Nikel (II) Oxide (*NiO*)*, *Yitrium Oxide (*Y_2O_3*)*, *Titanium (IV) oxide (*TiO_2*)* dan *Cobalt oxide* (Co_3O_4) denga total berat 10 gram. Bahan $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ disintesis dengan empat variasi (x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075) dengan persamaan;

$$0{,}75Co_3O_4 + 0{,}75NiO + 3(1\text{-}x)TiO_2 + \frac{3x}{2}Y_2O_3 \rightarrow 3Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$$

Masing-masing variasi yang telah ditimbang kemudian ditambah etanol 20 mL dan 12 butir bola *milling* dengan ukuran 4 gram sehingga perbandingan serbuk dengan bola milling 1:5. Proses *milling* dilakukan dengan menggunakan *High Energy Milling* (HEM) selama 5 jam dengan kecepatan 1000 rpm, kemudian dipanaskan selama 5 jam pada suhu 80℃. Semua bahan dimasukkan ke dalam *crucible* kemudian di*sinter* pada suhu 1000℃ selama 5 jam. Kemudian, bahan digerus menggunakan mortar hingga halus. Serbuk $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Difraction* (XRD) untuk mengidentifikasi struktur dan fase yang terbentuk. Selain itu dilakukan pengukuran *Scanning Electron Microscope* (SEM) di BRIN KST BJ Habibie, Serpong Gedung 71 (Ex-BATAN), Tangerang Selatan untuk mengidentifikasi morfologi sampel, dan karakterisasi *Vector Network Analyzer* (VNA) dilakukan di Gedung 440 Fisika-BRIN Serpong, Tangerang Selatan untuk mengidentifikasi karakteristik penyerapan gelombang mikro pada C-band dan X-band.

3. Hasil dan Pembahasan

Gambar 1 menunjukkan pola difraksi *X-Ray Difraction* (XRD) pada sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan komposisi (x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075).

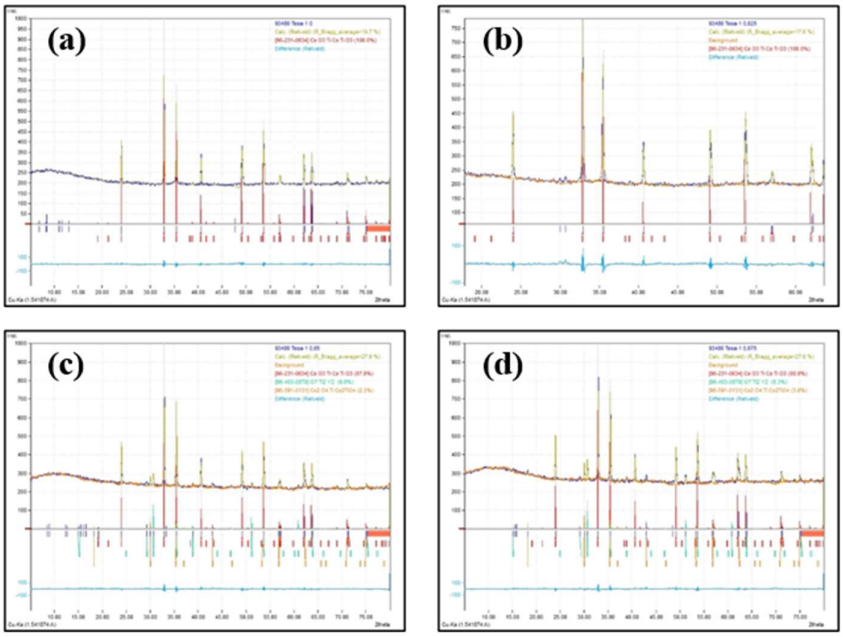


Gambar 1. Pola difraksi sinar-X pada sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan komposisi (x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075).

Dari hasil pengukuran XRD diperoleh bahwa sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan x = 0 dan x = 0,025 memiliki struktur kristal trigonal rhombohedral dengan fasa tunggal yaitu $CoTiO_3$, sedangkan variasi x = 0,05 dan x = 0,075 memiliki 3 fasa diantaranya $CoTiO_3$ (struktur kristal trigonal rhombohedral), $O_7Ti_2Y_2$ dan Co_2TiO_4 (struktur kristal kubik). Sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ (x = 0) memiliki puncak difraksi pada 32,9° (intensitas 5363) bergeser menjadi 32,93° pada x = 0,025; 0,05 dan 0,075 dengan masing-masing intensitas 5145 , 5775, dan 4418. Puncak utama muncul pada sudut 32,94° dengan indeks *hkl* (121). Fasa tunggal pada x = 0 dan x = 0,025 sesuai dengan *Crystallography Open Database* (COD) nomor 96-231-0634 pada MATCH 3!. Penambahan Yttrium sebesar x = 0,05 dan x = 0,075 menunjukkan adanya puncak baru. Pada sudut sekitar 30° dengan *hkl* (311) dan sudut 42,94° dengan *hkl* (422) adalah fasa Co_2TiO_4 sesuai dengan data nomor 96-591-0131 dan pada sudut 30,68° dengan *hkl* (222) adalah fasa $O_7Ti_2Y_2$ sesuai dengan data nomor 96-403-0879.

Gambar 2 menunjukkan hasil *refinement* data XRD untuk keempat komposisi Yttrium dengan menggunakan MACTH 3. Dari hasil *refinement* diperoleh nilai χ^2 dalam rentang 1 hingga 1,1 sebagaimana diperlihatkan pada Tabel 1. Tabel 1 menunjukkan nilai χ^2 sudah mendekati 1 pada komposisi Yttrium 0 dan 0,025 dan bahkan bernilai 1 pada komposisi Yttrium 0,05 dan 0,075. Hal ini mengindikasikan bahwa proses *refinement* sudah mendekati ideal.

Tabel 2 menunjukkan persentase fasa yang terbentuk dalam serbuk $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ pada semua komposisi. Komposisi x = 0 dan x = 0,025 memiliki kemurnian sebesar 100% yang mengindikasikan fasa tunggal. Sedangkan pada komposisi x = 0,05 memiliki kemurnian sebesar 87,9% dan pada x = 0,075 memiliki kemurnian sebesar 90,0%. Hal ini mengindikasikan adanya fasa campuran diantaranya adalah fasa $O_7Ti_2Y_2$ dan Co_2O_4Ti.



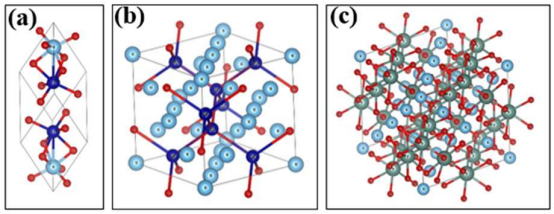
Gambar 2. Identifikasi fasa dan *refinement* data XRD $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan x= 0; 0,025; 0,05; 0,075 menggunakan Match 3!.

Tabel 1. Persentase fasa yang terbentuk dalam serbuk $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan x= 0; 0,025; 0,05; 0,075.

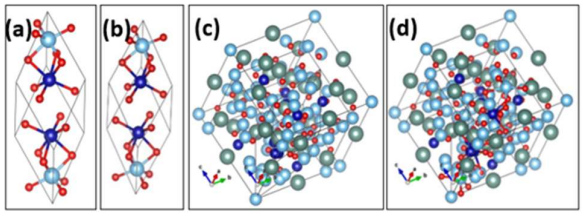
Komposisi (x)	Sampel	Fasa (%)		
		$CoTiO_3$	$O_7Ti_2Y_2$	Co_2O_4Ti
0	$Co_{0,75}Ni_{0,25}TiO_3$	100	-	-
0,025	$Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,975}Y_{0,025}O_3$	100	-	-
0,05	$o_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,95}Y_{0,05}O_3$	87,9	9,8	2,3
0,075	$o_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,925}Y_{0,075}O_3$	90,9	5,3	3,8

Tabel 2. Perubahan nilai intensitas, χ^2, Rp, Rwp dan Re pada tiap komposisi x sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$

Komposisi x	2θ (°)	Intensitas (Count/sec)	χ^2	R_p	R_{wp}	R_e
0	32,94	5363	1,1	48,2	22,1	22,1
0,025	32,93	5775	1,1	42,2	22,2	22,2
0,050	32,93	5145	1	54,9	24,5	24,5
0,075	32,93	4418	1	52,2	25,2	25,2



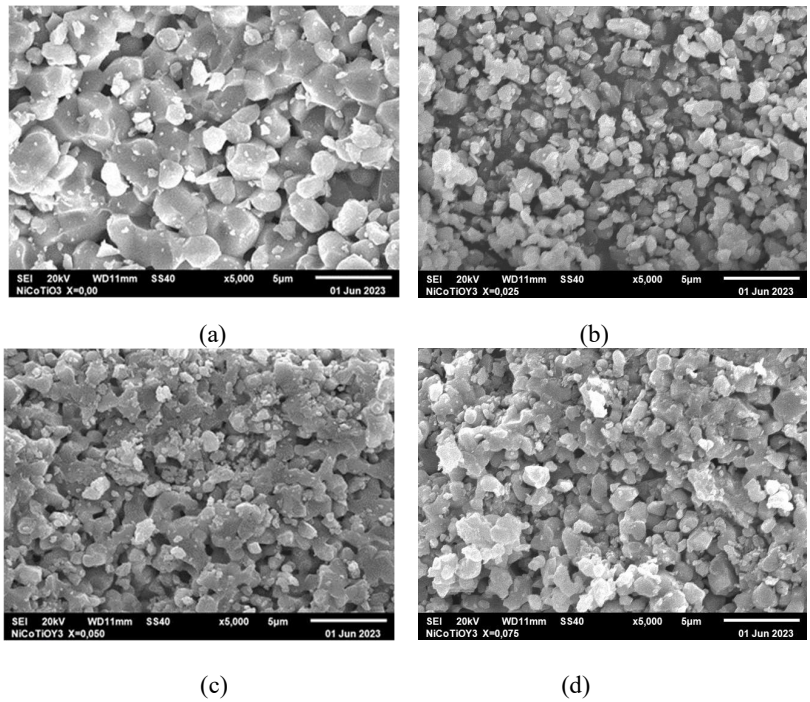
Gambar 3. Struktur atom (a) $CoTiO_3$, (b) Co_4O_2Ti dan (c) $O_7Ti_2Y_2$.



Gambar 4. Visualisasi struktur kristal (a) $Co_{0,75}Ni_{0,25}TiO_3$ (b) $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,975}Y_{0,025}O_3$ (c) $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,95}Y_{0,05}O_3$ dan (d) $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,925}Y_{0,075}O_3$.

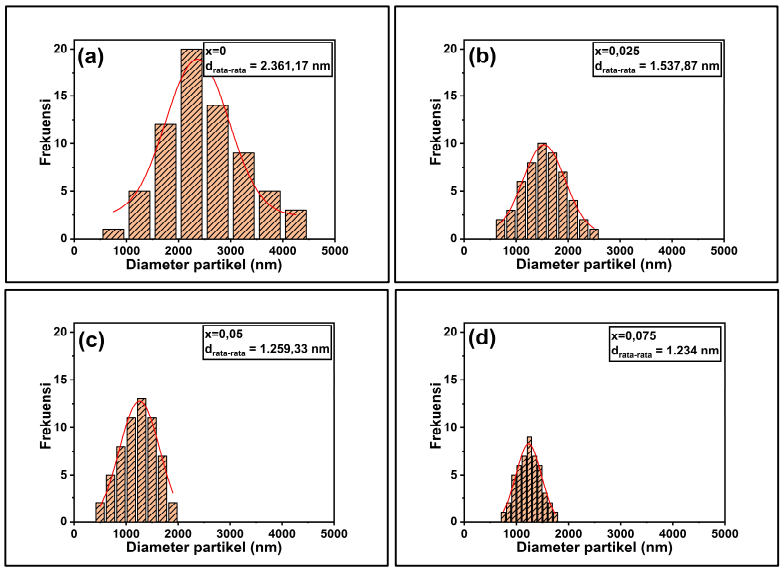
Gambar 3 menunjukkan visualisasi struktur atom ketiga fasa $CoTiO_3$ (3.a), Co_4O_2Ti (3.b) dan $O_7Ti_2Y_2$ (3.c) melalui program VESTA. Gambar 3 ini digunakan sebagai referensi untuk sampel pada semua variasi Yttrium. Gambar 4 menunjukkan visualisasi struktur kristal sampel dengan variasi Yttrium, yaitu sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}TiO_3$ (a), $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,975}Y_{0,025}O_3$ (b) $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,95}Y_{0,05}O_3$ (c), dan $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{0,925}Y_{0,075}O_3$ (d). Fasa $CoTiO_3$ pada memiliki sistem kristal trigonal (rhombohedal axes) dan *space group* R-3, fasa Co_4O_2Ti memiliki sistem kristal kubik dan *space group* Fd-3m, dan fasa $O_7Ti_2Y_2$ memiliki sistem kristal kubik dan *space group* Fd-3m.

Gambar 5 menunjukkan hasil pengukuran SEM sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ untuk x: 0; 0,025; 0,05 dan 0,075 dengan perbesaran 5000 kali. Secara umum, dari gambar 5 dapat dilihat bahwa untuk sampel x = 0 memiliki bentuk hampir bulat dan terlihat lebih seragam. Morfologi ini sesuai dengan terbentuknya fasa tunggal $CoTiO_3$ sebagaimana dibahas pada bagian analisa XRD. Dengan kata lain, sampel untuk x = 0,025; 0,05 dan 0,075 memiliki bentuk yang beragam dengan ukuran yang lebih kecil dibanding tanpa doping seperti diperlihatkan pada Gambar 6. Hal ini akan mempengaruhi sifat absorban seperti diperlihatkan pada hasil pengukuran VNA (Gambar 7). Gambar 6 menunjukkan sebaran diameter partikel tiap komposisi Yttrium. Dari Gambar 6 dapat dilihat bahwa rata-rata diameter ukuran partikel pada x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075 masing-masing adalah sebesar 2361,17 nm (a), 1537,87 nm (b), 1259,33 nm (c), dan 1234,00 nm (d). Hal ini mengindikasikan bahwa rata-rata ukuran partikel berkurang terhadap doping Yttrium.

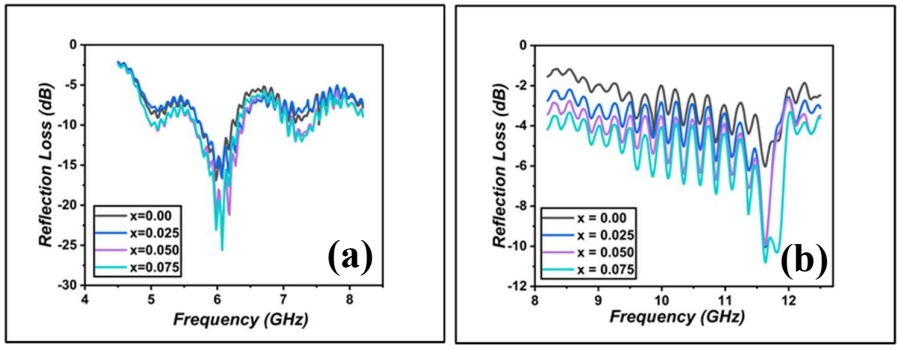


Gambar 5. Morfologi SEM bahan $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan Y: 0; 0,025; 0,05 dan 0.075 perbesaran 5000x.

Gambar 7 menunjukkan kurva penyerapan gelombang elektromagnetik, yaitu kurva antara *Reflection Loss* dan frekuensi pada sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan variasi x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075 pada Pita C-band (a) dan pada Pita X-band (b). Dari Gambar 7 dapat dilihat bahwa semua sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ menunjukkan adanya karaketristik *Reflection Los* atau penyerapan gelombang elektromagnetik. Nilai besaran *Reflection Los* dapat dilihat pada Tabel 3 dan Tabel 4.



Gambar 6. Distribusi ukuran diameter partikel material $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan komposisi Yttrium x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075.



Gambar 7. Kurva penyerapan gelombang elektromagneti material $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ (x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075) (a) Pita C-Band (b) Pita X-Band.

Tabel 3. Hasil perhitungan persentase penyerapan material $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan variasi Yittrium pada pita C-band.

x	Frekuensi (GHz)	RL (dB)	Persentase Penyerapan (%)
0	5,98	-16,89	97,95
0,025	6,07	-16,65	97,83
0,050	6,07	-25,60	99,73
0,075	6,07	-25,47	99,71

Tabel 4. Hasil perhitungan persentase penyerapan material $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan variasi Yittrium pada pita X-band.

X	Frekuensi (GHz)	RL (dB)	Persentase Penyerapan (%)
0	11,64	-6,06	75,23
0,025	11,64	-10,13	90,30
0,050	11,64	-9,99	89,98
0,075	11,64	-10,91	91,90

Tabel 3 dan Tabel 4 masing-masing menunjukkan hasil perhitungan persentase penyerapan bahan $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan variasi Yttrium pada pita C-band dan X-band. Berdasarkan Tabel 3 diperoleh bahwa persentase penyerapan gelombang elektromagnet pada pita C-band untuk sampel x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075 masing-masing mampu menyerap gelombang hingga sebesar 97,95% (frekuensi 5,98 GHz); 97,83% (frekuensi 6,07 GHz); 99,73% (frekuensi 6,07 GHz) dan 99,71% (frekuensi 6,07 GHz). Dari tabel 4.4 diperoleh bahwa persentase penyerapan gelombang elektromagnet pada pita X-band untuk sampel x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075 masing-masing mampu menyerap gelombang hingga sebesar 72,23%; 90,30%; 89,98% dan 91,90% pada frekuensi 11,64 GHz. Pada pita C-band penyerapan paling tinggi terdapat pada sampel dengan konsentrasi doping Y sebesar 0,05 dan 0,075, sedangkan paa pita X-band penyerapan paling tinggi terdapat pada sampel dengan konsentrasi doping x sebesar 0,075. Hal ini sangat dipengaruhi oleh ukuran partikel sebagaimana diperoleh dari hasil pengukuran SEM. Penyerapan gelombang elektromagnet meningkat terhadap penurunan rata-rata ukuran partikel. Hal ini menunjukkan bahwa sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan doping Yttrium x lebih besar dari nol persen memiliki potensial yang sangat besar sebagai bahan penyerap gelombang mikro dengan persentase penyerapan diatas 90%.

4. Kesimpulan

Telah berhasil disintesis sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan metode reaksi padatan menggunakan *ball-mill* sebagai bahan potensial penyerap gelombang mikro. Dari hasil pengukuran XRD diperoleh sampel yang disinterring pada suhu 1000 ℃ memiliki perubahan fasa akibat penambahan doping Yttrium. Sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan x = 0 dan x = 0,025 memiliki fasa tunggal yaitu $CoTiO_3$ sedangkan variasi x = 0,05 dan x = 0,075 memiliki 3 fasa diantaranya $CoTiO_3$ $O_7Ti_2Y_2$, dan Co_2TiO_4 . Dari hasil pengukuran SEM diperoleh rata-rata diameter ukuran partikel berkurang terhadap penambahan doping. Rata-rata diameter partikel pada x = 0; 0,025; 0,05 dan 0,075 adalah masing-masing sebesar 2361,17 nm, 1537,87 nm, 1259,33 nm dan 1234 nm. Dari pengukuran VNA diperoleh bahwa sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dapat menyerap gelombang mikro pada C-band dan X-band. Persentase penyerapan gelombang mikro pada C-band paling tinggi diperoleh pada konsentrasi x = 0,05, yaitu sebesar 99,73% pada frekuensi 6,07 GHz, RL -25,6 dB, sedangkan pada X-band persentase penyerapan paling tinggi diperoleh pada sampel dengan konsentrasi x = 0,075, yaitu sebesar 91,9% pada frekuensi 11,64 GHz, RL -10,91 dB. Sampel $Co_{0,75}Ni_{0,25}Ti_{(1-x)}Y_xO_3$ dengan doping Yttrium x lebih besar dari nol persen memiliki potensial yang sangat besar sebagai bahan penyerap gelombang mikro dengan persentase penyerapan diatas 90%.

5. Ucapan Terima Kasih

Terimakasih kepada Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan, Riset dan Teknologi Republik Indonesia yang telah memberikan kesempatan kepada penulis mengikuti program Merdeka Belajar Kampus Merdeka (MBKM) di Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) KST BJ Habibie, Serpong, Tangerang Selatan.

Daftar Pustaka

[1] Sulistiyo, H., Farhan, M.F., Soraya, N.A. and Gunadi, G.I.. (2022). *Bahan Lapisan Anti-Radar untuk Menyamarkan Kawasan Strategis dan Sarana Pendukung Militer (Markas TNI, Hanggar pesawat tempur, Hanggar Tank dan Gudang Amunisi)*. Jurnal Kewarganegaraan, 6(4), pp.6642-6649.

[2] Adi, W. A., Yunasfi, Y., Mashadi, M., Winatapura, D. S., Mulyawan, A., Sarwanto, Y., & Taryana, Y. (2019). *Metamaterials: Smart magnetic material for microwave absorbing materials.* Electromagnetic Fields and Waves. pp- 1-18.

[3] Morín, M.E.Z., Torres-Martínez, L., Sanchez-Martínez, D. and Gómez-Solís, C. (2017). *Photocatalytic performance of titanates with formula MTiO 3 (M= Fe, Ni, and Co) synthesized by solvo-combustion method*. Materials Research. 20, pp.1322-1331.

[4] Subramanian, S., Ganapathy, S., Subramanian, S., Rajaram, M., Thangaraj, R. and Ramasamy, J. (2020). *Effect of photocatalytic activity on cobalt titanate ($CoTiO_3$) nanostructures*. Materials Today: Proceedings. 33, pp.2274-2278.

[5] Imastuti, I., (2018). *Efek Substitusi Logam Tanah Jarang Terhadap Karakterisasi Radar Absorber Bahan Berbasis $CoTiO_3$ dengan Metode Mechanical Milling Guna Meningkatan Kualitas Teknologi Pertahanan*. Jurnal Teknologi Daya Gerak. Vol. 2(2), pp.64-81.

[6] Fauziyah Indah. (2017). Pengaruh doping nikel terhadap sifat penyerap gelombang mikro pada senyawa $La_{0.67}Sr_{0.33}Mn_{(1-x)}Ni_xO_3$ yang disintesis dengan metode sol-gel. Depok. *Fakultas Matematika dan ilmu Pengetahuan Alam*.Perpustakaan UI

[7] Dewi, S.H., Mulyawan, A., Winatapura, D.S., Zulys, A. and Adi, W.A., (2021). *Analisis Mikrostruktur dan Sifat Magnetik terhadap Pengaruh Suhu Sintering pada Yttrium Iron Garnet Disintesis Menggunakan Metode Solgel Phase and Microstructure Analysis on Temperature Effect of Yttrium Iron Garnet Synthesis Using Sol-Gel Method*. Jurnal Riset Teknologi Industri, 15(2), pp.403-414.