



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI LAPIS TIPIS ZnO
DENGAN RASIO VARIASI KONSENTRASI PREKURSOR
DAN KONSENTRASI BASA**

SKRIPSI

Oleh

Cinde Puspita Wulandari

NIM 101810301020

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2016



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI LAPIS TIPIS ZnO
DENGAN RASIO VARIASI KONSENTRASI PREKURSOR
DAN KONSENTRASI BASA**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Cinde Puspita Wulandari

NIM 101810301020

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2016

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ibunda Hartatik dan Ayahanda Agiat Amd, Pend tercinta, yang tidak pernah berhenti mendo'akan, mendidik dengan penuh kasih sayang dan kesabaran mendukung dengan segenap upaya serta memberikan fasilitas yang diperlukan selama kuliah hingga skripsi ini selesai.
2. Kakakku Gita Wijadmiko dan kakak iparku Megawati serta Adikku Dhea Kurnia Damayanti yang selalu memberikan semangat. Nenekku Sutina yang tidak berhenti memberikan perhatian dan kasih sayang yang luar biasa
3. Guru-guru TK PGRI 5 BONDOWOSO, SDN Blindungan 01 Bondowoso, SMPN 4 BONDOWOSO, SMAN 3 BONDOWOSO
4. Almamater Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MOTTO

Orang-orang yang berhenti belajar akan menjadi pemilik masa lalu. Dan orang-orang yang terus belajar, akan menjadi pemilik masa depan

(Mario Teguh)

Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman dan berilmu di antara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat

(terjemahan Surat *Al-Mujadalah* ayat 11)

(*) Mario Teguh, 2015

(**) Departemen Agama Republik Indonesia.1998. *Al-Quran dan Terjemahannya*.
Semarang : PT. Kemudarsono Grafindo.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Cinde Puspita Wulandari

NIM : 101810301020

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Lapis Tipis ZnO dengan Rasio Variasi Konsentrasi Prekursor dan Konsentrasi Basa “ adalah benar-benar karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada instansi mana pun dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia menerima sanksi akademik apabila dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 22 Juni 2016

Yang menyatakan,

Cinde Puspita Wulandari

SKRIPSI

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI LAPIS TIPIS ZnO
DENGAN RASIO VARIASI KONSENTRASI PREKURSOR
DAN KONSENTRASI BASA**

Oleh:

**Cinde Puspita Wulandari
NIM 101810301020**

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Tanti Haryati, S.Si, M.Si

Dosen Pembimbing Anggota : Dr. Edy Supriyanto, S.Si, M.Si

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Lapis Tipis ZnO dengan Rasio Variasi Konsentrasi Prekursor dan Konsentrasi Basa ” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji;

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

Tanti Haryati, S.Si., M.Si
NIP. 198010292005012002

Dr. Edy Supriyanto, S.Si., M.Si
NIP. 196712151998021001

Penguji I,

Penguji II,

Novita Andarini, S.Si., M.Si
NIP. 197211122000032001

Agung Budi Santoso, S.Si., M.Si
NIP. 197104301998031003

Mengesahkan
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Drs. Sujito, Ph. D
NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Sintesis dan Karakterisasi Lapis Tipis ZnO dengan Rasio Variasi Konsentrasi Prekursor dan Konsentrasi Basa; Cinde Puspita Wulandari, 101810301020; 2016: 35 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

ZnO (seng oksida) merupakan material yang diklasifikasikan sebagai semikonduktor golongan II – IV. ZnO merupakan material semikonduktor yang memiliki *band gap* cukup lebar yaitu 3,37 eV sehingga menarik untuk aplikasi nano elektrolit dan fotonik. Sebagai material yang berada diantara isolator dan konduktor, ketersediaan ZnO sangat melimpah sehingga mudah diperoleh dengan cara sintesis.

Metode sintesis sol-gel merupakan metode sintesis yang digunakan yang digunakan dalam penelitian ini untuk memperoleh material ZnO. Metode ini merupakan metode yang ideal untuk mendapatkan material logam oksida dalam ukuran yang dapat dikontrol. Proses sintesis dengan metode ini berlangsung dengan tahapan yang sederhana yaitu solvasi, pembentukan sol, kondensasi dan kalsinasi. Dalam penelitian ini digunakan prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Zink Asetat Dihidrat) dan suhu kalsinasi 600°C yang bertujuan untuk mendapatkan logam ZnO. Sedangkan untuk mendapatkan ukuran kristal ZnO yang sesuai, maka digunakan kontrol berupa variasi konsentrasi prekursor dan konsentrasi NaOH. Variasi konsentrasi prekursor berpengaruh terhadap ukuran ZnO yang dihasilkan. Sedangkan konsentrasi NaOH berpengaruh terhadap tingkat kemurnian ZnO. ZnO yang disintesis ini dibentuk pada permukaan kaca preparat dengan teknik *spin coating* yang bertujuan untuk mengetahui karakterisasinya.

Hasil sintesis logam ZnO dengan bentuk lapis tipis menunjukkan ZnO terlapisi pada permukaan film dengan kenampakan berupa permukaan yang berwarna putih transparan yang kurang merata. Dalam penelitian ini digunakan karakterisasi XRD

(*X-ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk memastikan bahwa logam ZnO berhasil disintesis. XRD merupakan analisa untuk mengetahui secara kualitatif struktur kristal dari material, sedangkan SEM digunakan untuk mengetahui morfologi material yang disintesis.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa logam ZnO telah berhasil disintesis dengan ukuran terkecil yaitu 12,60 nm. Ukuran ZnO yang dihasilkan meningkat sejalan dengan meningkatnya konsentrasi prekursor. Namun logam yang dihasilkan terdapat pengotor berupa Zn(OH)_2 yang tidak bertansformasi menjadi ZnO. Adanya pengotor ini berpengaruh pada tingkat kemurnian ZnO yang dihasilkan. Tingkat kemurnian ZnO meningkat sejalan dengan meningkatnya konsentrasi NaOH yang digunakan. Sedangkan hasil analisa SEM menunjukkan morfologi dari ZnO. Hasil analisa menunjukkan bentuk yang tidak beraturan dan terjadi penggumpalan. Hal ini dikarenakan proses akhir sintesis tidak menghasilkan gel sesuai dengan yang diharapkan.

PRAKATA

Puji syukur Alhamdulillah ke hadirat Allah SWT. atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Lapis Tipis ZnO dengan Rasio Variasi Konsentrasi Prekursor dan Konsentrasi Katalis Basa”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph. D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Tanti Haryati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Dr. Edy Supriyanto, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, dan perhatiannya dalam penulisan skripsi ini;
4. Novita Andarini, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji I dan Agung Budi Santoso, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktu guna menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Drs. Sudarko, Ph. D. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dalam menyelesaikan studi di Jurusan Kimia;
6. Bapak/ibu dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember umumnya dan bapak/ibu dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah memberikan banyak ilmu dan pengetahuan;

7. Teknisi-teknisi Laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
8. rekan kerja penelitian Dani Cahyo Hermawan yang selalu memberikan semangat untuk terselesaikannya penelitian dengan baik;
9. teman-teman kimia angkatan 2010 “RUMPIS” tanpa terkecuali atas semangat, kebersamaan, dan kerjasamanya sehingga studi penulis terselesaikan dengan baik, khususnya sahabat-sahabatku, Eka, Rani, Lena, Melly, Kiki, Denok, Maya, Dani, Anita, Hefinda;
10. Abdul Hamid Zein, S.Si yang selalu memberikan semangat dan doa untuk terselesainya skripsi; dan
11. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Besar harapan penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk semua pihak. Amin.

Jember, 22 Juni 2016

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN.....	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA.....	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	4

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 ZnO (Seng Oksida)	5
2.1.1 Struktur Kristal ZnO	7
2.2 Metode Sintesis Sol-gel	7
2.3 Spin Coating	12
2.4 Karakterisasi	13
2.5.1 X Ray Diffraction (XRD).....	13
2.5.1 Scanning electron microscopy (SEM).....	15
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	18
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	18
3.2 Alat dan Bahan.....	18
3.2.1 Alat.....	18
3.2.2 Bahan	18
3.3 Diagram Alir Penelitian	19
3.3.1 Diagram Penelitian	19
3.4 Prosedur Penelitian.....	17
3.4.1 Preparasi Bahan	20
3.4.2 Sintesis Lapis Tipis ZnO dengan Prekursor	20
3.5 Prosedur Karakterisasi Struktur dan Morfologi.....	21
3.5.1 Difraksi sinar X.....	21
3.5.2 Scanning Electron Microscopy (SEM).....	22
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1 Sintesis Lapis Tipis ZnO dan Karakterisasinya	23

4.1.1 Pengaruh Konsentrasi Prekursor terhadap Kristal ZnO yang Dihasilkan	26
4.1.2 Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Struktur Kristal ZnO yang Dihasilkan	28
4.2 Uji SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>) untuk mengetahui morfologi ZnO.....	30
4.2.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor terhadap Morfologi Lapis Tipis ZnO.....	30
4.2.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH terhadap morfologi Lapis Tipis ZnO.....	31
BAB 5. PENUTUP.....	34
5.1 Kesimpulan.....	34
5.2 Saran	34
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN.....	37

DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO	25
4.2 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO Variasi Konsentrasi Prekursor	27
4.3 Hasil Database Difraktogram Sinar X dan Ukuran ZnO Variasi Konsentrasi NaOH	29
4.4 Hasil Database Difraktogram Sinar-X Zn(OH) ₂ Variasi Konsentrasi NaOH	29

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur Heksagonal ZnO	6
2.2 Gambaran struktur-struktur kristal ZnO	7
2.3 Tahapan preparasi metode sol-gel.....	9
2.4 Puncak difraksi sinar X.....	14
2.5 Difraksi sinar X pada kisi kristal.....	15
2.4 Puncak difraksi sinar X.....	14
2.5 Berkas sinar pantulan pada SEM	16
3.1 Diagram alir penelitian.....	19
4.1 Lapis Tipis ZnO	23
4.2 Difraktogram lapis tipis ZnO 0,1 M dengan NaOH 0,03 M.....	25
4.3 Morfologi ZnO 0,1 M dengan NaOH 0,03 M.....	26
4.4 Pola Difraksi ZnO Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor.....	26
4.5 Pola Difraksi ZnO Variasi Konsentrasi NaOH.....	28
4.6 Morfologi ZnO Konsentrasi Prekursor 0,05 M dengan NaOH 0,1 M	30
4.7 Morfologi ZnO Konsentrasi Prekursor 0,1 M dengan NaOH 0,1 M	31
4.8 Morfologi ZnO Konsentrasi Prekursor 0,15 M dengan NaOH 0,1 M	31
4.9 Morfologi ZnO 0,1 M dengan Konsentrasi NaOH 0,01 M.....	32
4.10 Morfologi ZnO 0,1 M dengan Konsentrasi NaOH 0,03 M.....	32
4.11 Morfologi ZnO 0,1 M dengan Konsentrasi NaOH 0,1 M.....	33

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer 38



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

ZnO (seng oksida) merupakan material multifungsi yang memiliki keunikan sifat fisik dan kimia, yaitu memiliki daerah penyerapan radiasi yang tinggi. ZnO diklasifikasikan sebagai material semikonduktor dalam golongan II – VI yang berada diantara perbatasan semikonduktor ionik dan kovalen, namun cenderung bersifat kovalen. ZnO merupakan material semikonduktor yang memiliki *band gap* cukup lebar yaitu 3,37 eV sehingga menarik untuk aplikasi nano elektronik dan fotonik (Radzimska dan Jesionowski, 2014). ZnO sebagai material semikonduktor merupakan bahan dengan konduktivitas yang berada diantara isolator (penghantar listrik yang buruk) dan konduktor (penghantar listrik baik). Material semikonduktor bersifat sebagai isolator pada temperatur yang sangat rendah namun pada temperatur ruangan bersifat sebagai konduktor. Disamping itu, ZnO memiliki beberapa kelebihan yaitu tidak beracun dan ketersediaannya sangat melimpah sehingga harganya murah (Nugroho *et al*, 2012).

Saat ini telah banyak berkembang metode sintesis fase cair-cair partikel ZnO yang telah banyak dilakukan. Metode deposisi, pelarutan dalam air, sintesis hidrotermal, sol-gel dan presipitasi dari mikroemulsi merupakan cara untuk memperoleh ZnO. Metode-metode tersebut menghasilkan produk yang berbeda dalam hal bentuk, ukuran dan tata ruang (Radzimska dan Jesionowski, 2014). Metode sintesis ZnO ini memiliki perlakuan dan manfaat yang berbeda. Selain itu perbedaan metode juga dapat menghasilkan bentuk ZnO yang berbeda pula. Metode sintesis yang akan digunakan harus sesuai dengan produk yang diinginkan.

Metode sol-gel merupakan prosedur ideal untuk sintesis nanopartikel khususnya logam oksida pada kondisi reaksi biasa (temperatur dan tekanan lingkungan). Proses sol-gel terdiri atas sebuah larutan koloid yang dinamakan dengan “sol” dan bertindak

sebagai prekursor untuk sebuah jaringan terintegrasi yang disebut “gel” berupa partikel terpisah atau jaringan polimer (Chaharmahali, 2012). Metode sintesis sol-gel memberikan beberapa keuntungan seperti diperoleh material yang stabil, mencapai tingkat kemurnian yang tinggi dan dapat dilakukan di laboratorium dengan peralatan yang sederhana (Hayat *et al.*, 2011). Keuntungan lain dari metode ini yaitu temperatur yang digunakan lebih rendah, dapat dihasilkan logam oksida dengan ukuran nanopartikel dan karakteristik diperoleh yang lebih baik daripada proses metalurgi. Sol-gel didasarkan pada hidrolisis dan kondensasi dari prekursor. Secara umum alkoksida digunakan sebagai material awal atau prekursor. Alkoksida memberikan suatu monomer yang dalam beberapa kasus yang terlarut dalam bermacam-macam pelarut khususnya alkohol. Selain itu alkoksida berguna untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi yang terjadi selama proses sol-gel berlangsung (Widodo, 2010). Beberapa parameter lain yang mempengaruhi proses hidrolisis dan kondensasi pada proses sol-gel yaitu jenis prekursor, jenis katalis, jenis pelarut, temperatur, pH dan konsentrasi prekursor (Schubert dan Husing, 2005).

Penelitian mengenai sintesis dan karakterisasi ZnO dengan metode sol-gel ini telah banyak dilakukan oleh peneliti. Salah satunya yaitu Rosa *et al* pada tahun 2007 mensintesis ZnO dari prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi pelarut alkohol dan konsentrasi katalis basa. Proses sol-gel umumnya menggunakan basa sebagai katalis yang akan mempengaruhi bentuk struktur dan ukuran partikel ZnO. Berdasarkan penelitian tersebut dihasilkan ZnO berbentuk granula dengan ukuran 100 nm dengan konsentrasi prekursor 0,1875 M. Selain itu dengan adanya katalis dapat menambah tingkat kemurnian ZnO. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Syamsuluri *et al* pada tahun 2012 mensintesis ZnO dengan variasi konsentrasi prekursor. Penelitian tersebut dihasilkan ZnO yang memiliki permukaan halus dan rata serta ukuran kristal yang berupa nilai FWHM dari uji XRD menunjukkan semakin besar seiring dengan bertambahnya konsentrasi prekursor.

Berdasarkan serangkaian penjelasan diatas, maka penelitian ini bertujuan untuk mensintesis ZnO yang berasal dari prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ melalui metode

sol-gel. Untuk mempelajari pengaruh variasi konsentrasi prekursor dan konsentrasi NaOH, maka pada penelitian ini digunakan basa dengan konsentrasi 0,01 M; 0,03 M; dan 0,1. Seperti yang telah dipaparkan diatas bahwa konsentrasi basa dapat berpengaruh pada proses terbentuknya partikel ZnO. Dalam proses sintesis larutan basa berperan sebagai pembentukan sol $\text{Zn}(\text{OH})_2$. Apabila konsentrasi tinggi maka basa tersebut memiliki pH yang tinggi pula. Selain itu parameter konsentrasi prekursor juga dapat mempengaruhi ukuran kristal. Konsentrasi prekursor yang akan digunakan yaitu 0,05 M, 0,1 M dan 0,15 M. Variasi konsentrasi ini diharapkan untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya. Penggunaan basa dengan konsentrasi yang berbeda dan konsentrasi prekursor diharapkan akan memberikan bentuk struktur dan morfologi yang berbeda. Untuk memastikan terbentuknya kristal ZnO yang dibuat akan dilakukan pengkajian mengenai karakteristik kristalnya menggunakan SEM (*scanning electron microscopy*) dan XRD (*X-ray diffraction*).

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka rumusan masalah dari penelitian ini yaitu:

- 1) Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi prekursor terhadap struktur dan morfologi dari lapis tipis ZnO dengan metode sol-gel?
- 2) Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi larutan basa terhadap struktur dan morfologi dari lapis tipis ZnO pada metode sol-gel?

1.3. Tujuan

Tujuan dilakukannya penelitian ini yaitu:

- 1) Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi prekursor terhadap struktur dan morfologi dari lapis tipis ZnO dengan metode sol-gel,
- 2) Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi larutan basa terhadap struktur dan morfologi dari lapis tipis ZnO pada metode sol-gel.

1.4. Manfaat

Manfaat dari penelitian ini yaitu menambah pengetahuan tentang sintesis ZnO dengan metode sol-gel

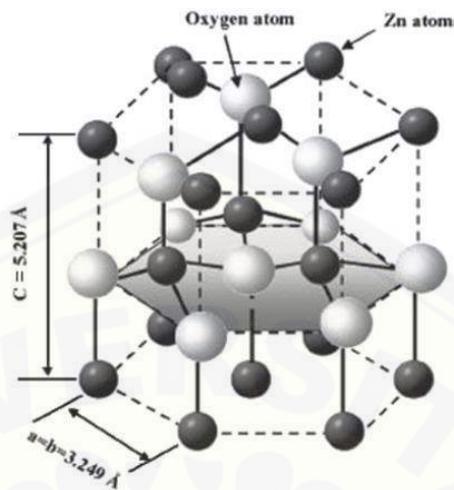


BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. ZnO (Seng Oksida)

Seng oksida (ZnO) merupakan material semikonduktor golongan II-VI yang sudah tidak asing lagi dalam teknologi nanopartikel. Material ini secara alami memiliki sifat pembawa muatan elektron atau sering disebut sebagai semikonduktor tipe-*n*. ZnO ditemukan di alam dalam bentuk mineral *Zincite*. Seng oksida merupakan material semikonduktor yang memiliki celah pita 3,37 eV pada suhu kamar. Seng oksida memiliki sifat fisik dan sifat kimia yang tinggi seperti penyerapan radiasi tinggi (Kumar *et al.*, 2013).

ZnO umumnya berbentuk bubuk putih sehingga dikenal *zincite* mineral. Mineral biasanya berisi sejumlah unsur mangan dan lainnya. Oksida seng kristal termo-kromat, berubah dari putih ke kuning ketika dipanaskan dan di udara beralih ke putih pada pendinginan. Perubahan warna seperti ini terjadi karena perbedaan temperatur yang dikenal sebagai sifat termokromik. Perubahan warna seng oksida tersebut karena pemanasan, beberapa atom oksigen hilang dari kisi kristalnya sehingga meninggalkan warna yang berbeda, kelebihan muatan negatif dan menghasilkan warna yang berbeda, kelebihan muatan negatif (elektron) dapat dipindahkan melalui kisi kristal dengan perbedaan potensial. Jadi, seng oksida ini bersifat semikonduktor. Pada pendinginan, atom-atom oksigen yang keluar dari kisi pada pemanasan tersebut kembali ke posisi semula sehingga diperoleh warna semula (Nugroho *et al.*, 2012).

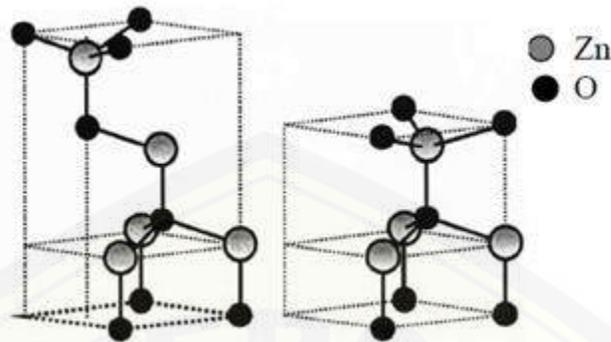


Gambar 2.1. Struktur heksagonal pada ZnO yang menampilkan koordinasi tetrahedral Zn – O. Atom O ditunjukkan pada bulatan putih sedangkan Zn bola coklat kecil (Vaseem *et al.*, 1988)

Kristal ZnO memiliki bentuk heksagonal (B4) jika berada dalam suhu kamar seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.1. Struktur heksagonal pada ZnO memiliki sel satuan dengan dua parameter kisi yaitu a dan b dan termasuk dalam kelompok ruang C4 6V atau P63mc (Vaseem *et al.*, 1988).

ZnO mempunyai kisi kristal dengan struktur wurtzit dan memiliki kisi heksagonal terdiri dari Zn^{2+} dan O^{2-} , setiap ion seng dikelilingi ion O^{2-} yang berbentuk tetrahedral. Struktur sangat dipengaruhi oleh pita energi dan dinamika kisi (Nugroho *et al.*, 2012).

Struktur kristal ZnO dapat berupa wurtzit dan zink blenda seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Pada kondisi ruang, fasa yang stabil secara termodinamika adalah *wurtzite*. Kristal ZnO dengan struktur zink blende dapat menjadi stabil hanya dengan penumbuhan pada substrat-substrat yang memiliki struktur kubik (Kolekar *et al.*, 2011).



Gambar 2.2. Gambaran struktur-struktur kristal ZnO:, (a) kubik zink blende, (b) wurtzite heksagonal(Kolekar *et al*, 2011)

2.1.1. Struktur Kristal ZnO

Pada tekanan dan temperatur lingkungan, struktur kristal ZnO adalah wurtzite seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.2 b. Seng oksida (ZnO) merupakan kristal senyawa ionik terdiri dari kation-kation dan anion-anion yang tersusun secara teratur dan berulang (periodik). Pola susunan yang teratur dan berulang dari ion-ion yang terdapat dalam suatu kristal menghasilkan kisi kristal dengan bentuk struktur tertentu. Seng oksida mempunyai struktur intan dengan jaringan ikatan kovalen. Kristal ZnO memiliki 2 bentuk umum, yaitu : *wurtzite* heksagonal dan *zinkblende* kubus. Struktur *wurtzite* merupakan struktur yang paling stabil dan paling banyak dijumpai (Kolekar *et al.*, 2011).

Berdasarkan struktur tersebut ikatan kimia antara atom Zn dan atom O cenderung mengarah kepada ikatan ion karena kuatnya sistem polarisasi antara kedua atom tersebut. Ikatan Zn-O menyebabkan atom Zn menjadi sangat positif dan atom O menjadi sangat negatif. Tetapi pada akhirnya kedua atom tersebut membentuk molekul yang netral (Radzimska dan Jesionowski,2014).

2.2. Metode Sintesis Sol-gel

Proses sol-gel merupakan teknik sintesis berbasis larutan yang dipreparasi dari kedua padatan yang bentuknya non-kristalin (kaca dan material) dan kristal keramik.

Nama proses sintesis ini berasal dari dua tahapan yang terlibat yaitu pembentukan sol (suspensi koloid dari partikel padat dalam fasa cair) melalui reaksi hidrolisis dan polimerisasi pada prekursor dan selanjutnya yaitu pembentukan gel berpori. Secara umum titik gelasi terjadi ketika viskositas sol mencapai tingkat tinggi yang mampu memberikan keelastisan. Produk akhir kristal diperoleh setelah penghilangan pelarut dan residu dari pori-pori dengan cara pengeringan dan proses *annealing* yang sangat bergantung pada kondisi eksperimental yang digunakan (Lalena *et al*, 2008).

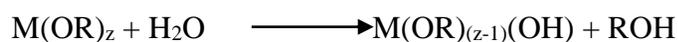
Proses sol-gel adalah prosedur ideal yang digunakan untuk pembentukan nanopartikel (khususnya logam oksida) pada kondisi reaksi biasa (temperatur dan tekanan lingkungan) dengan keuntungan manipulasi kondisi reaksi melalui penggunaan bahan kimia tambahan. Proses sol-gel terdiri atas sebuah larutan koloid yang dinamakan dengan “sol” dan bertindak sebagai prekursor untuk sebuah jaringan terintegrasi yang disebut “gel” berupa partikel terpisah atau jaringan polimer. Prekursor yang digunakan biasanya berupa logam alkoksida $M(OR)_z$ atau halida $M(Cl)_z$ yang mengalami beragam kondisi dari reaksi hidrolisis dan kondensasi. Logam M dapat berupa Ti, Si, Al, Zn, Si dan seterusnya. Karena gugus OR adalah elektronegatif maka logam memiliki kecenderungan tinggi berikatan dengan nukleofil (Chaharmahali, 2012).

Metode sol-gel meliputi beberapa tahapan yaitu hidrolisis, kondensansi, *aging* atau penuaan dan pengeringan. Proses tersebut akan dijelaskan pada subbab berikut:

1. Hidrolisis

Hidrolisis ini merupakan tahapan pertama dari metode sintesis sol-gel. Logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid.

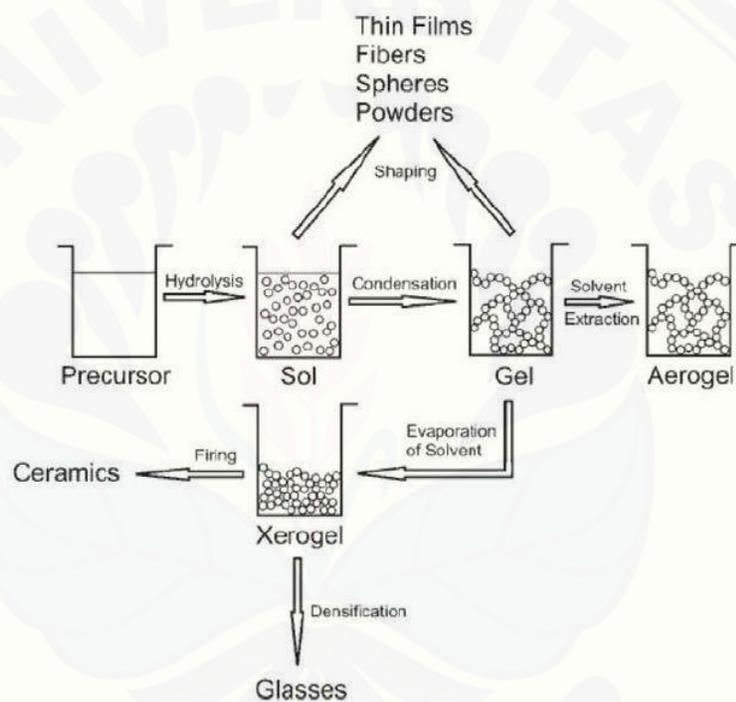
Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH) dengan reaksi sebagai berikut:



Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio penambahan dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut akan

meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi (pembentukan gel) lebih cepat (Widodo, 2010).

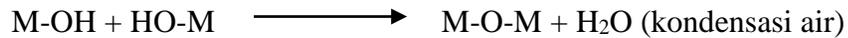
Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi. Berikut gambaran tahapan-tahapan preparasi dari metode sol gel.



Gambar 2.3 Tahapan preparasi metode sol gel (Widodo, 2010).

2. Kondensasi

Kondensasi merupakan tahapan kedua pada metode sol gel. Tahapan ini akan terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Reaksi ini akan menghasilkan produk samping berupa air dan alkohol dengan persamaan reaksi secara umum sebagai berikut:



(Widodo, 2010).

3. Aging (Penuaan)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses aging. Terjadi proses reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan.

4. Pengeringan

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan tinggi (Widodo,2010).

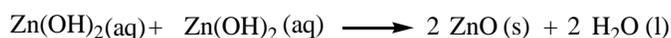
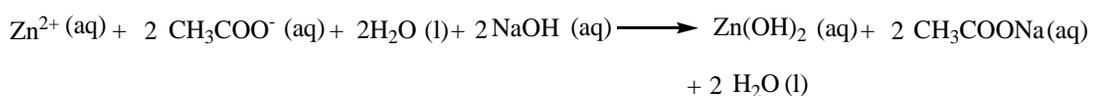
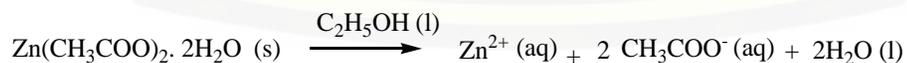
Teknik sol-gel digunakan untuk membentuk bubuk dan film . Sintesis ini dapat menyebabkan berbagai bentuk yang sama pada material awal karena digunakan cara yang sama seperti monolit. Pembuatan monolit sol-gel ini dengan cara gelas bubuk koloid atau hidrolisis dan polimerisasi pada prekursor alkoksida. Ketika pelarut dan air diuapkan pada suhu tinggi maka akan dihasilkan struktur yang disebut aerogel. Aerogel ini memiliki struktur yang 98% merupakan pori berongga dan kepadatannya $0,08 \text{ g/cm}^3$. Namun jika pelarut dan air diuapkan pada suhu kamar, maka padatan disebut dengan xerogel.

Proses sol-gel didorong oleh reaksi hidrolisis dan kondensasi. Kondensasi dimana jembatan hidroksil terbentuk antara dua atom pusat disebut dengan olasi. Untuk logam yang terkoordinasi jenuh, olasi terjadi melalui substitusi nukleofilik pada kelompok hidroksil atau air pada logam. Tingkat olasi berkaitan dengan ukuran, elektronegativitas dan konfigurasi elektronik logam. Secara umum semakin rendah densitas muatan, maka semakin besar tingkat olasi yang terjadi pada proses sol-gel (Lalena *et al*, 2008).

Oksolasi adalah reaksi kondensasi dimana jembatan okso terbentuk. Oksolasi terjadi ketika pusat logam koordinasi tidak jenuh. Namun oksolasi juga memungkinkan terjadi pada logam terkoordinasi jenuh melalui sebuah intermediet hidroksil yang diikuti oleh proses eliminasi air. Oksolasi ini hanya terjadi pada kondisi asam. Ketika terjadi oksolasi maka laju kinetik lebih lambat dan tidak akan terjadi proses difusi. Oleh karena itu oksolasi diminimalkan sekitar isoelektrik.

Meskipun logam memiliki efek paling menonjol dalam proses kondensasi, namun ion lawan juga memiliki dampak yang besar terhadap morfologi dan stabilitas sol yang terbentuk. Ion lawan seperti halida bereaksi dengan air untuk membentuk koordinasi ke pusat logam. Kemampuan anion membentuk kompleks dengan pusat logam sebagian dipengaruhi oleh kemampuannya untuk memberikan muatannya untuk pusat logam yang elektropositif. Secara umum, stabilitas diberikan ketika anion kurang elektronegatif daripada air. Sehingga dihasilkan ikatan M-X yang lebih stabil terhadap disosiasinya. Namun sebaliknya, ketika anion lebih elektronegatif daripada air, maka ikatan M-X tetap terpolarisasi sehingga yang bermuatan positif masih tertarik pada kompleks (Lalena *et al*, 2008).

Dari sejumlah metode sintesis ZnO metode sol-gel merupakan salah satu yang dikenal luas. Metode ini relatif sederhana dan menghasilkan koloid ZnO dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Untuk proses sintesis sol-gel pada ZnO dapat dibuat dari prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$. Reaksi sol-gel untuk pembuatan ZnO memiliki dua tahap utama yaitu hidrolisis dan kondensasi. Pembuatan ZnO dapat diawali dengan pelarutan prekursor dengan pelarut alkohol yang disertai dengan pemanasan. Pemanasan ini akan mengurai prekursor menjadi reaksi di bawah ini:



Pengaturan tepat dari parameter sol-gel seperti kandungan air, pH dan temperatur dalam kombinasi pemilihan pelarut, zat organik tambahan sebagai modifikasi prekursor dapat dilakukan untuk merubah sifat dan struktur lapis tipis ZnO (Abdullah *et al.*, 2008).

2.3. Spin Coating

Mendeposisikan cairan ke dalam kaca untuk membentuk lapis tipis membutuhkan teknik yang sesuai dengan kebutuhan. Mendeposisikan cairan tersebut dapat digunakan teknik *spin coating*. *Spin Coating* merupakan metode yang digunakan untuk mendeposisikan lapis tipis kedalam substrat berputar dengan kecepatan konstan tertentu sehingga diperoleh endapan lapisan tipis di atasnya. *Spin coating* ini juga dapat disebut metode percepatan larutan pada substrat yang berputar di atas *spin coater* dengan ketebalan tertentu (lapisan tebal atau tipis) (Purwanto dan Prajitno, 2013).

Ketebalan lapisan hf yang dihasilkan dengan metode *spin coating* dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$hf = kx_{1,0} \omega^{-\beta}$$

dimana k merupakan konstanta yang bergantung pada konsentrasi, viskositas larutan dan karakteristik yang lain dari polimer dan pelarut, $x_{1,0}$ merupakan fraksi berat polimer dan ω adalah kecepatan rotasi dari *spin coater* (Hudha *et al.*, 2012).

Prinsip dasar dari pembuatan lapisan tipis dengan *spin coater* yaitu larutan dituangkan diatas substrat kaca yang telah diletakkan diatas alat. Proses ini dilakukan dengan kecepatan perputaran yang tinggi (rpm) dan pada waktu yang telah ditentukan. Semakin cepat perputaran maka semakin tipis dan homogen larutan diatas substrat kaca. Tahapan dasar metode *spin coating* terbagi atas beberapa tahap sebagai berikut:

a. Tahap penetesannya cairan

Tahap pertama yaitu cairan dideposisikan di atas permukaan substrat kaca dan diputar dengan kecepatan tinggi. Proses deposisi ini dibagi menjadi dua teknik yaitu

static dispence yaitu deposisi sederhana yang dilakukan pada larutan di atas pusat substrat dan *dynamic dispence* adalah proses dengan kecepatan perputaran lambat sekitar 500 rpm.

b. Tahap percepatan *spin coating*

Tahap yang kedua yaitu menambah kecepatan yang relatif tinggi antara 1500-6000 rpm tergantung pada sifat larutan dengan waktu sekitar 10 menit. Kecepatan yang digunakan ini akan mengakibatkan gaya sentrifugal dan turbulensi cairan.

c. Tahap pengeringan

Tahap selanjutnya yaitu pengeringan yang dilakukan setelah didapat ketebalan lapisan tertentu. Tingkat kelembaban dasar substrat merupakan faktor tingkat ketebalan lapisan. Semakin kecil tingkat kelembaban dari larutan maka semakin tebal lapisan yang dihasilkan.

(Purwanto dan Prajitno, 2013).

2.4. Karakterisasi

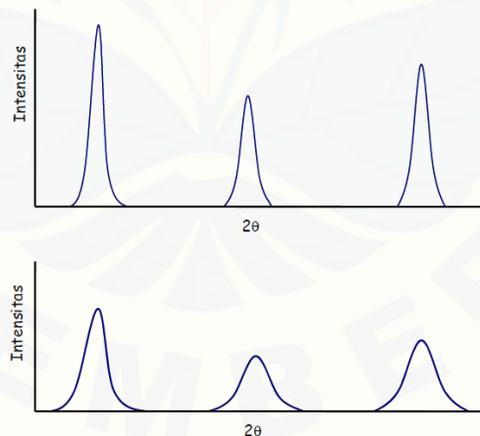
2.4.1. X-ray Diffraction (XRD)

Sinar-X merupakan sebuah gelombang radiasi elektromagnetik ($\sim 10^{-10}$ m). Spektrum elektromagnetik dari sinar-X terletak antara spektrum sinar γ dan ultraviolet. Sinar-X dihasilkan ketika energi tinggi dari sebuah partikel bermuatan seperti elektron dengan percepatan 30.000 V bertumbukan dengan materi. Sinar-X dihasilkan jika elektron berkecepatan tinggi menumbuk suatu logam target sehingga elektron pada logam mengalami eksitasi yang menyebabkan terjadinya kekosongan elektron. Kekosongan elektron selanjutnya diisi oleh elektron dari tingkat energi yang lebih tinggi yang menyebabkan terjadinya pancaran energi yang lebih tinggi yang menyebabkan terjadinya pancaran energi dalam bentuk sinar X. Hasil spektra sinar X biasanya memiliki dua komponen, sebuah spektrum gelombang yang melebar diketahui sebagai radiasi putih atau sejumlah gelombang monokromatis. Radiasi putih muncul ketika elektron diperlambat atau dihentikan oleh tumbukan dan beberapa

dari elektron tersebut kehilangan energi yang dikonversi menjadi bentuk radiasi elektromagnetik (West, 1999).

Peristiwa terhamburnya gelombang oleh adanya suatu gangguan (misalnya kisi) yang diikuti oleh hamburan ke segala arah yang menimbulkan penguatan dan pelemahan pada kondisi tertentu disebut difraksi. Peristiwa difraksi terjadi apabila ada kesetaraan orde geometris antara panjang gelombang dengan lebar kisi. Hasil dari penguatan hamburan menggambarkan karakter dari penghamburan atau gangguan tersebut. Jika berkas dengan panjang gelombang seorde dengan jarak antar bidang kristal ditembakkan ke suatu material kristal, maka akan terjadi difraksi kristal (Pratapa, 2009).

Difraksi sinar-X sebenarnya hanya memprediksi ukuran kristalin bukan ukuran partikel. Berdasarkan metode Scherrer, makin kecil ukuran kristalin maka puncak difraksi yang dihasilkan semakin lebar, seperti yang diilustrasikan pada gambar 2.4. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi yang mendekati garis vertikal.



Gambar 2.4. Puncak difraksi sinar X pada yang menunjukkan ukuran kristalin. Makin lebar puncak difraksi sinar-X maka makin kecil ukuran kristalin (Abdullah, 2008).

Ukuran kristalin yang kecil menghasilkan puncak yang lebar disebabkan oleh bidang pantul sinar-X yang terbatas. Puncak difraksi dihasilkan oleh interferensi

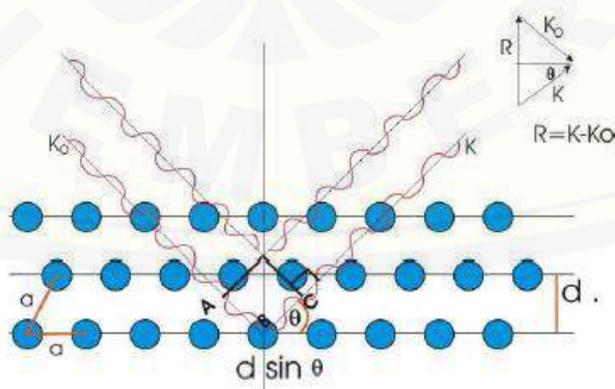
secara konstruktif cahaya yang dipantulkan oleh bidang-bidang kristal. Interferensi gelombang menjelaskan bahwa makin banyak jumlah celah interferensi maka makin sempit garis frinji pada layar. Interferensi celah banyak dengan jumlah celah tak berhingga menghasilkan garis frinji yang sangat tipis tetapi sangat terang. Difraksi sinar-X pada dasarnya adalah interferensi oleh sejumlah sumber maka kita dapat memprediksi hubungan antara lebar puncak difraksi dengan ukuran kristalin berdasarkan perumusan interferensi celah banyak (Abdullah, 2008).

Hubungan antara ukuran kristal dan lebar puncak difraksi sinar-X dapat diproksimasi dengan persamaan Scherrer:

$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos \theta B}$$

dimana, D adalah ukuran (diameter) kristal, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ_B adalah sudut Bragg, B adalah FWHM (*Full Width Half Maximum*) satu puncak yang dipilih dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang biasanya dipakai untuk K adalah $\approx 0,9$ (Abdullah, 2008).

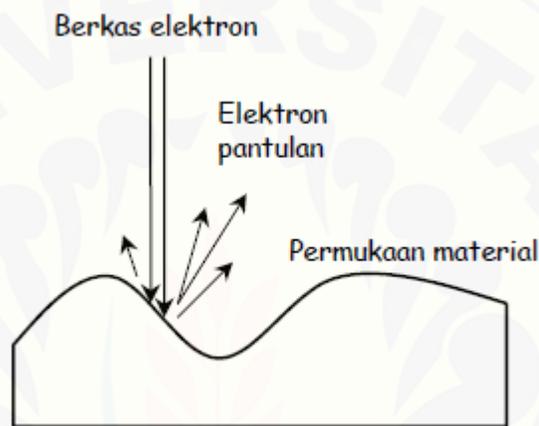
Menurut pendekatan Bragg, kristal dapat dipandang terdiri atas bidang-bidang datar (kisi kristal) yang masing-masing berfungsi sebagai cermin. Jika sinar X ditembakkan pada tumbukan bidang datar tersebut dengan sudut pantul yang sama dengan sudut datangnya, seperti diilustrasikan pada Gambar 2.8, sedangkan sisanya akan diteruskan menembus bidang.



Gambar 2.5 Difraksi sinar X pada kisi kristal (Abdullah, 2008).

2.4.2. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi seperti diilustrasikan pada gambar 2.9.



Gambar 2.5 Dalam SEM berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material. Elektron pantulan dan elektron sekunder dipancarkan kembali dengan sudut yang bergantung pada profil permukaan material (Abdullah, 2008).

Permukaan benda dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Namun ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tinggi. Detektor didalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberikan informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan kemana arah kemiringan (Abdullah, 2008).

Mikroskopi elektron bekerja dalam dua hal yakni transmisi atau refleksi. Untuk transmisi, sampel seharusnya memiliki ketebalan $\leq 2000\text{\AA}$ karena elektron-elektron berinteraksi kuat dengan materi dan terserap oleh partikel yang tebal.

Preparasi sampel cukup sulit dilakukan. *Thinning techniques* seperti penembakan sering dilakukan tetapi terdapat kekhawatiran bahwa penembakan ion akan menyebabkan mengubah struktur dari padatan. Untuk tipe refleksi, ketebalan bukan merupakan masalah untuk melakukan analisa. Biasanya dalam prosesnya membutuhkan logam lapis tipis untuk melapisi sampel. Hal ini dilakukan untuk menghindari terbentuknya muatan pada permukaan. Instrumen utama refleksi, SEM menjangkau perbesaran antara batas resolusi rendah dari *optical microscopy* (~1 μ m) dan di atasnya terdapat *transmission electron microscopy* (TEM) (West, 1999).

Adapun persyaratan agar SEM dapat menghasilkan citra permukaan yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembakkan dengan berkas elektron. Material yang bersifat demikian adalah logam (Abdullah, 2008). Perbedaan panjang gelombang dari sumber radiasi ini menghasilkan tingkat resolusi yang berbeda, elektron memiliki panjang gelombang yang jauh lebih pendek dibandingkan dengan foton sinar tampak dan panjang gelombang yang lebih pendek ini dapat menghasilkan informasi dengan resolusi yang lebih tinggi tanpa kehilangan sedikitpun detail. SEM dapat memberikan hasil yang baik untuk material konduktif dan semikonduktif. Material yang tidak dapat menghantarkan listrik dapat dipotret oleh SEM dengan teknik penyiapan tertentu. Teknik penyiapan sampel yang umum adalah dengan melapisi sampel dengan lapisan tipis material konduktif, seperti lapisan tipis emas-paladium (Ahzan *et al.*, 2011).

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Dasar Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Penelitian ini akan berlangsung mulai bulan Januari 2015 hingga Januari 2016.

3.2 Alat dan bahan

3.2.1 Alat

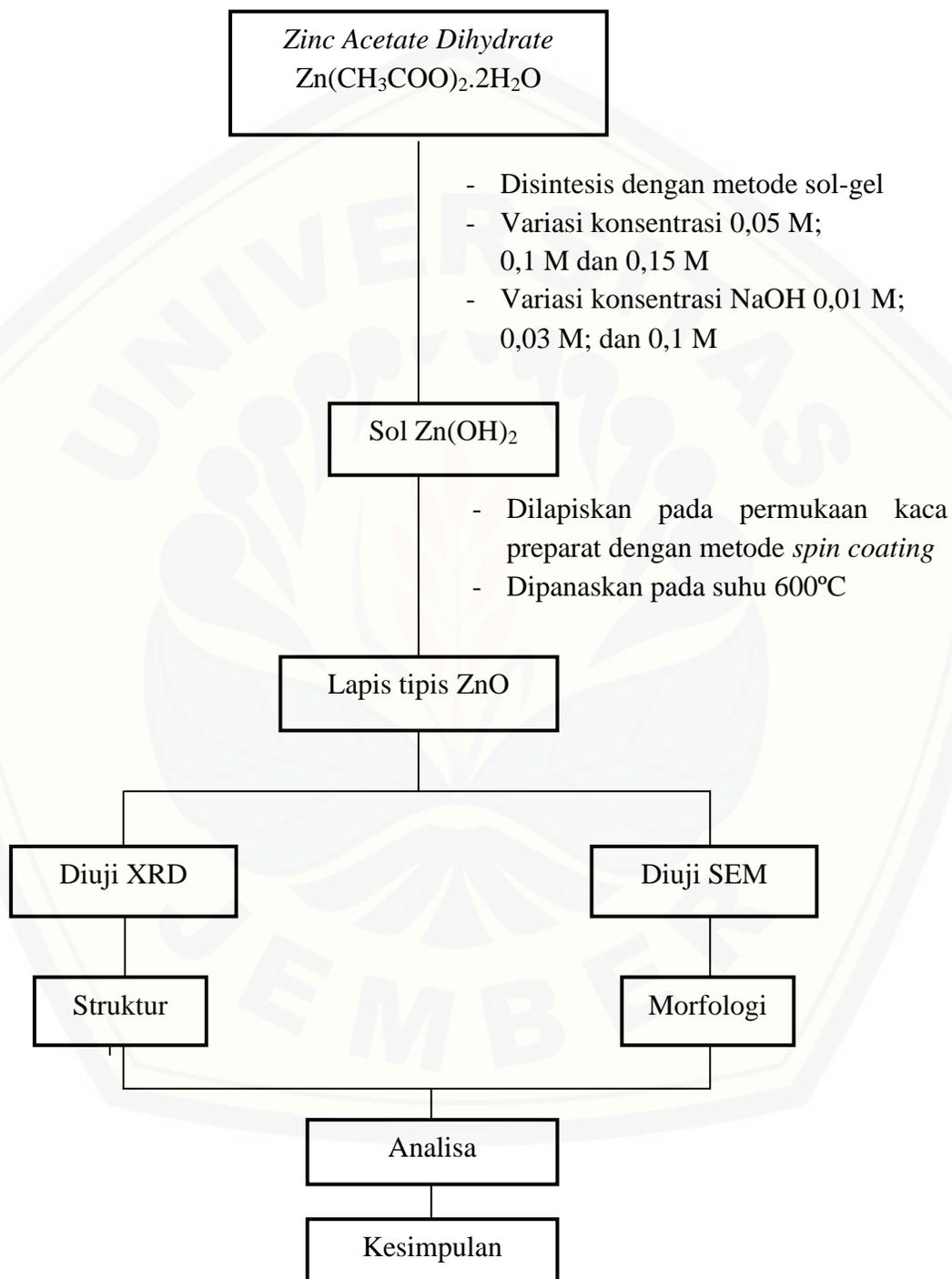
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini ialah gelas kimia, Pipet Mohr 1 ; 5 ; 10 mL, pipet mikro (20 μ L - 200 μ L), Pinset, Spatula, *Strirrer Magnetic*, anak *Stirrer*, Pipet tetes, Beaker Gelas, labu ukur, gelas ukur, kaca arloji, Furnace, Botol semprot, Neraca analitik, termometer, cawan porselen, ball pipet, XRD (*X-Ray Diffracton*) *PANalytical*, dan SEM (*Scanning Elektron Microscopy*) JEOLJSM 6360.

3.2.2. Bahan

Bahan –bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu padatan, Zn(CH₃COOH)₂.2H₂O (Sigma - Aldrich), NaOH (Smartlab), etanol (Absolute 99%, Smartlab), selotip, kaca preparat, aquades, Aqua bidestilata, dan aseton.

3.3 Diagram Alir Penelitian

3.3.1. Diagram Penelitian



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Bahan

Proses awal preparasi bahan yaitu dengan menyiapkan larutan basa NaOH sebanyak 2 gram dilarutkan dalam 50 mL aquades (H_2O) sehingga konsentrasi menjadi 1 M. Setelah itu diencerkan untuk mendapatkan konsentrasi NaOH menjadi 0,01 M; 0,03 M; dan 0,1. Proses sintesis ZnO ini menggunakan substrat kaca preparat. Kaca preparat yang akan digunakan berukuran $(1 \times 1) \text{ cm}^2$. Kaca preparat yang digunakan harus steril yang agar tidak mempengaruhi kemurnian ZnO yang dihasilkan. Kaca preparat dicuci dengan aseton lalu etanol dan yang terakhir dicuci dengan aqua bidestila. Setelah itu di oven dengan suhu 100°C selama 1 jam.

3.4.2 Sintesis Lapis Tipis ZnO dengan Prekursor

Proses sintesis ZnO diawali dengan membuat larutan $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ yang dilarutkan kedalam 25 mL etanol. Larutan prekursor ini dibuat dengan 3 variasi konsentrasi yaitu 0,05 M; 0,1 M dan 0,15 M dengan massa $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ sesuai dengan perhitungan. Kemudian diaduk dengan menggunakan stirrer dan anak stirrer selama ± 30 menit dalam pemanasan 70°C hingga prekursor larut sempurna yang ditandai terbentuknya larutan tak berwarna. Setelah itu ditambahkan tetes demi tetes larutan basa. Untuk variasi konsentrasi ditambahkan dengan larutan NaOH 0,1 M. Sedangkan untuk konsentrasi NaOH 0,01 M; 0,03 M; dan 0,1 ditambahkan pada konsentrasi prekursor konstan yaitu 0,1 M.

Selanjutnya dilakukan pengadukan kembali dengan waktu dan suhu pemanasan sama hingga didapatkan sol $Zn(OH)_2$ yang berwarna putih transparan. Setelah itu ditetaskan kedalam substrat kaca dan dilakukan proses *spin coating* (proses ini dilakukan hingga larutan habis ± 50 kali pelapisan). Kemudian didiamkan selama 1 jam pada suhu ruang (25°C). Setelah 1 jam dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu 600°C selama 2,5 jam. Selanjutnya lapis tipis ZnO didiamkan selama 24 jam. Lapis tipis ZnO dilakukan proses analisa XRD dan SEM.

3.5 Prosedur karakterisasi

ZnO yang telah disintesis dianalisis dengan dua karakterisasi diantaranya pengukuran difraksi sinar-X untuk mengetahui struktur kristal, kristanilitas senyawa yang dihasilkan dan pengukuran SEM untuk mengetahui morfologi permukaan partikel.

3.5.1 Difraksi Sinar – X

Lapis tipis ZnO yang telah disintesis dikarakterisasi struktur kristalnya dengan menggunakan alat difraksi yang terdapat di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Gajah Mada Yogyakarta. Sumber radiasi yang digunakan adalah Cu – K α . Difraksi dilakukan pada sudut 2θ antara $3^\circ - 80^\circ$.

Ukuran kristal dapat dihitung dengan persamaan Scherrer:

$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (3.1)$$

Dengan:

D adalah ukuran diameter kristal

λ adalah panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ_B adalah sudut Bragg

B adalah FWHM (*full width at half maximum*) satu puncak yang dipilih

K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu, yang digunakan umumnya $\approx 0,9$

Nilai d merupakan nilai perkiraan dari ukuran kristalin dalam material dan bukan ukuran partikel yang sebenarnya. Berdasarkan persamaan 3.1 jelaskan bahwa jika satu partikel mengandung sejumlah *kristalinites* yang kecil-kecil maka nilai d ialah ukuran kristalin tersebut dan bukan ukuran partikel. Untuk partikel yang berukuran nanometer, biasanya satu partikel mengandung satu *kristalinites* (Abdullah, 2008).

Sampel yang akan dianalisis dengan XDR yaitu:

Konsentrasi Prekursor	Konsentrasi Basa (NaOH)		
	0,01	0,03	0,1
0,05 M	√	√	√
0,1 M	√		√
0,15 M	√		√

3.5.2 Scanning Elektron Microscopy (SEM)

Substrat kaca preparat beserta lapis tipis ZnO nanopartikel yang telah disintesis diletakkan pada *holder* menggunakan perekat, kemudian dilapisi dengan lapisan tipis emas – palladium setebal 400 Å. Tujuan pelapisan adalah agar bahan yang dipotret menjadi penghantar listrik. Setelah pelapisan, sampel dan *holder* ditempatkan dalam plat SEM. Beberapa permukaan penampang sampel diamati dengan berbagai perbesaran.

Berikut sampel yang akan dianalisa dengan SEM yaitu:

Konsentrasi Prekursor	pH katalis Basa (NaOH)		
	0,01	0,03	0,1
0,05 M	√	√	√
0,1 M			√
0,15 M			√

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil XRD menunjukkan dengan memvariasi pH akan diperoleh fakta bahwa semakin tinggi pH kemurnian ZnO semakin meningkat
2. Sedangkan dengan memvariasi konsentrasi prekursor maka diperoleh fakta bahwa semakin besar konsentrasi prekursor maka akan dihasilkan ukuran kristal ZnO semakin besar. Ukuran ZnO pada konsentrasi 0,05 M sebesar 69,3 nm, 0,1 M sebesar 86,62 nm dan 0,15 M sebesar 115,5 nm.
3. Hasil analisa SEM menunjukkan bahwa ZnO yang dihasilkan tidak menunjukkan morfologi ZnO sebab inti kristal menggumpal sehingga mirip dengan ZnO *flower like*.

5.2 Saran

Penelitian ini selanjutnya perlu dikembangkan lagi untuk menghasilkan ZnO yang memiliki karakterisasi optimum yaitu:

1. Konsentrasi prekursor untuk sintesis ZnO sebaiknya diperkecil untuk memperoleh ukuran partikel yang lebih kecil
2. Pemanasan saat kalsinasi perlu di kendalikan. Sintesis ZnO memerlukan pemanasan pada suhu bertahap untuk menghindari terjadinya aglomerasi
3. Sebaiknya digunakan *vacum spin coater* agak lapis tipis lebih merata.

DAFTAR PUSTAKA

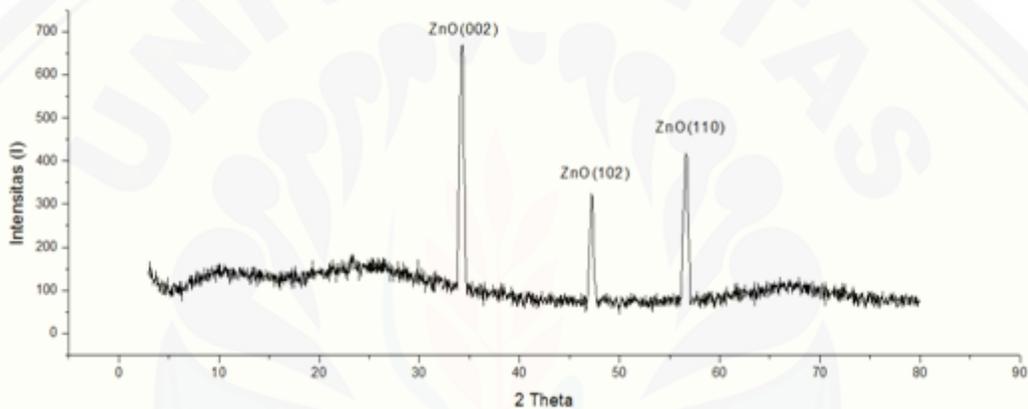
- Abdullah M. 2008. *Pengantar Nanosains*. Bandung: FMIPA ITB
- Abdullah, M., Virgus Y., Nirmin dan Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Vol. 1. No.1
- Ahzan,S., Purwaningsih S. Y., dan Darminto. 2011. *Sintesis Lapisan ZnO dengan Metode Sol-Gel Spincoating dan Karakterisasi Sifat Optiknya*. Surabaya: ITS
- Chaharmahali. 2012.*The Effect of TiO2 Nanoparticles on the Surface Chemistry, Structure and Fouling Performance of Polymeric Membranes*. Thesis. Sydney: University of New South Wales.
- Hayat, K., Gondal M.A., Khaled M., Ahmed S dan Shemsi. A. M. 2011. Synthesis by Modified sol gel Method and its Application in Heterogeneous Photocatalytic Removal of Fenol from water. *Applied catalysis*. No. 393:122-129
- Haliq,R dan Susanti,D. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Sensitivitas Gas CO dari Material Zinc Oxide Hasil Proses Hidrotermal. *Jurnal Teknik POMITS*. Vol. 1. No. 1:1-7
- Hudha L. S., Setyawan P.S., dan Masruroh. 2012. *Rancangan Bangun Mini System Spin Coating untuk Pelapisan Sensor QCM (Quartz Crystal Microbalance)*. Malang: Brawijaya
- Kolekar T. V., Yadav H.M., Bandgar S.S., dan Deshmukh P. Y. 2011. Syntesis By Sol-Gel Method And Characterization Of ZnO Nanoparticles. *Indian Steams Research Journal*. Vol. 1. No. 1
- Kumar S.S., Venkateswarlu P., Rao V. R. dan Rao G. N. 2013. Syntesis, Chracterization and Optical Properties of Zinc Oxide Nanoparticles. *International Nano Letter*. Vol. 3. No. 30

- Lalena J.N., Carpenter D.A.C., dan Dean N.F . 2008. *Inorganic Materials Synthesis and Fabrication*. Canada: Wiley and Sons.
- Nugroho D. W., Akwalia P. R., Rahman T.P., Nofrizal, Ikono R., Widayanto W. B., Sukarto A., Siswanto dan Rochman N. T. 2012. *Pengaruh Variasi pH pada Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Sol-Gel*. Serpong: LIPI
- Pratapa, S. 2009. *Difraksi Sinar-X untuk Sidik Jari dalam Analisis Nanostruktur*. Surabaya: ITS
- Purwanto, R. dan Prajito, G. 2013. Variasi Kecepatan dan Waktu Pemutaran Spin Coating dalam Pelapisan TiO₂ untuk Pembuatan dan Karakterisasi Prototipe DSSC dengan Ekstraksi Kulit Manggis (*Garcinia Mangostana*) sebagai Dye Sensitizer. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*. Vol. 2. No. 1:2337-3520
- Radzimska A. K dan Jesionowski T. 2014. *Zinc Oxide From Synthesis to Application*. Polan: Faculty of Chemical Tecnology Poznan University of Technology
- Rahmiyanti, Fajar. 2012. *Pengaruh Temperatur Pelakuan Pasca-Hidrotermal Terhadap Karakterisasi nanopartikel ZnO dan Core-Shell ZnO/SiO₂ untuk Aplikasi Pembelahan Sel*. Depok : Universitas Indonesia
- Rosa E. S., Mulyanti B dan Suartini T. 2007. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO. *Indonesian Journal of Materials Science*. No.536 : 107-109
- Schubert, U and Nicola, H. 2005. *Synthesis of Inorganic Materials*. Weinheim: Wiley
- Syamsuluri S., Paulus L.G., Eko J. 2012. *Pengaruh Konsentrasi Seng Asetat Dehidrat (Zn(CH₃COO)₂.2H₂O) Terhadap Sifat Optik dan Struktur Kristal ZnO*. Makasar : Universitas Hasanuddin
- Vaseem M., Umar A., dan Hahn, Y. 1988. *ZnO Nanoparticles: Growth, Properties, and Applications*. Saudi Arabia: Najran University
- West, A. 1999. *Basic Solid State Chemistry:Second edition*. England: John Wiley & Sons.
- Widodo, S. 2010. *Teknologi Sol Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas*. Bandung: LIPI

LAMPIRAN

Variasi Konsentrasi Prekursor

1. Konsentrasi Prekursor 0,05 M dengan NaOH 0,1 M



Puncak tertinggi dengan nilai 2θ 34,16 dengan nilai intensitas 683

- Menghitung ukuran kristal

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\frac{0,240}{2} \times \frac{3,143}{180}$$

0,002 radian

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{34,36}{2} = 17,18$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

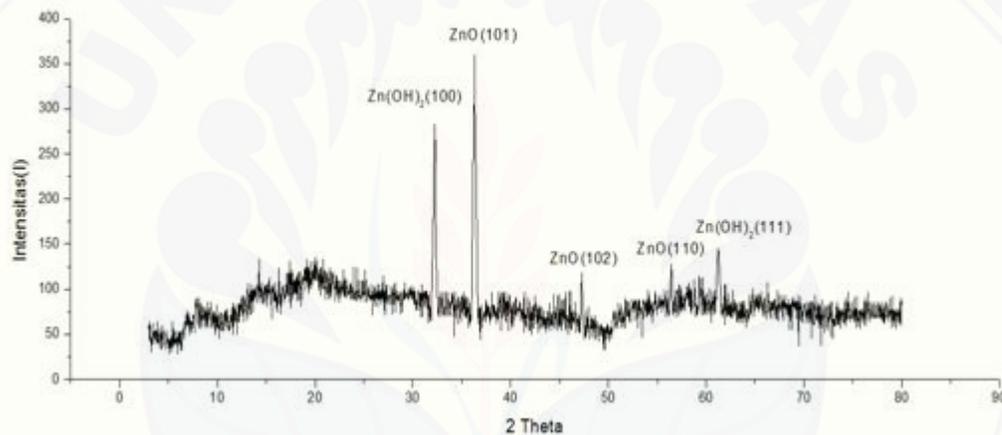
$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,002 \times \cos(17,18)}$$

$d \approx 69,3 \text{ nm}$

Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
0,05 M	002	34,26	683	0,240	69,3 nm
	102	47,24	324	-	-
	110	56,62	419	-	-

2. Konsentrasi Prekursor 0,1 M dengan NaOH 0,1 M



Puncak tertinggi berada pada $2\theta = 36,32$ dengan intensitas 360

- Menghitung ukuran kristal

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\frac{0,200}{2} \times \frac{3,143}{180}$$

$$0,0017 \text{ radian}$$

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{36,32}{2} = 18,16$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,0017 \times \cos(18,16)}$$

$$d \approx 86,62 \text{ nm}$$

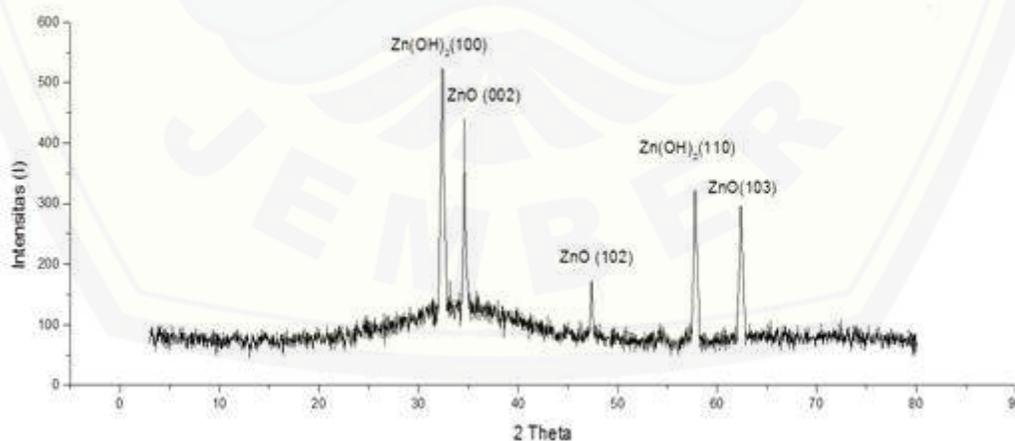
Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO

Sampel	Bidang difraksi	2 θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
0,1 M	101	36,32	360	0,200	86,62 nm
	102	47,28	118	-	-
	110	56,42	160	-	-

Data Intensitas Difraktogram Puncak Pengotor Zn(OH)₂

Sampel	Bidang difraksi	2 θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
0,1 M	100	32,22	300	-	-
	111	63,26	147	-	-

3. Konsentrasi Prekursor 0,15 M dengan NaOH 0,1 M



Puncak tertinggi ZnO berada pada $2\theta = 34,60$ dengan intensitas 441, namun puncak yang tertinggi dimiliki oleh pengotor $\text{Zn}(\text{OH})_2$ pada $2\theta = 32,40$ dengan intensitas 523

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\frac{0,160}{2} \times \frac{3,143}{180}$$

0,0013 radian

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{36,60}{2} = 17,30$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,0013 \times \cos(17,30)}$$

$$d \approx 115,5 \text{ nm}$$

Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO

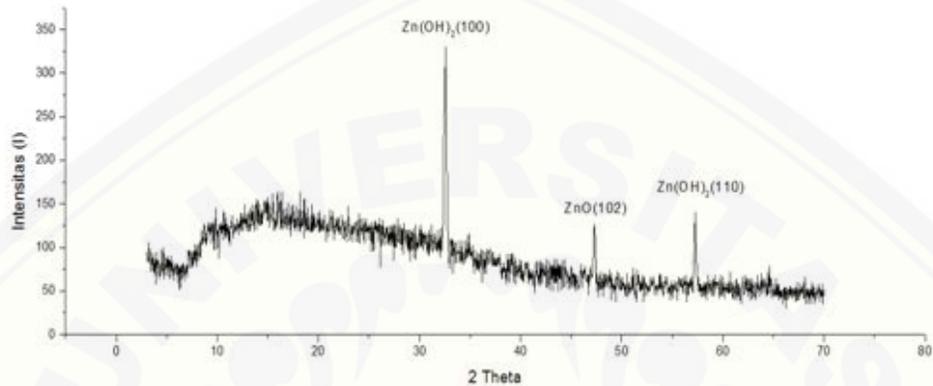
Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
0,15 M	002	34,6	441	0,160	115,5 nm
	102	47,38	172	-	-
	103	62,40	297	-	-

Data Intensitas Difraktogram Puncak Pengotor $\text{Zn}(\text{OH})_2$

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
0,15 M	100	32,40	523	-	-
	110	57,78	326	-	-

Variasi Konsentrasi NaOH

1. Konsentrasi NaOH 0,01 M dengan Prekursor 0,1 M



Puncak tertinggi dengan nilai $2\theta = 47,3$ dan intensitas = 130

- Menghitung ukuran kristal

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\frac{0,120}{2} \times \frac{3,143}{180}$$

$$0,010 \text{ radian}$$

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{47,30}{2} = 23,65$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,010 \times \cos(23,65)}$$

$$d \approx 15,40 \text{ nm}$$

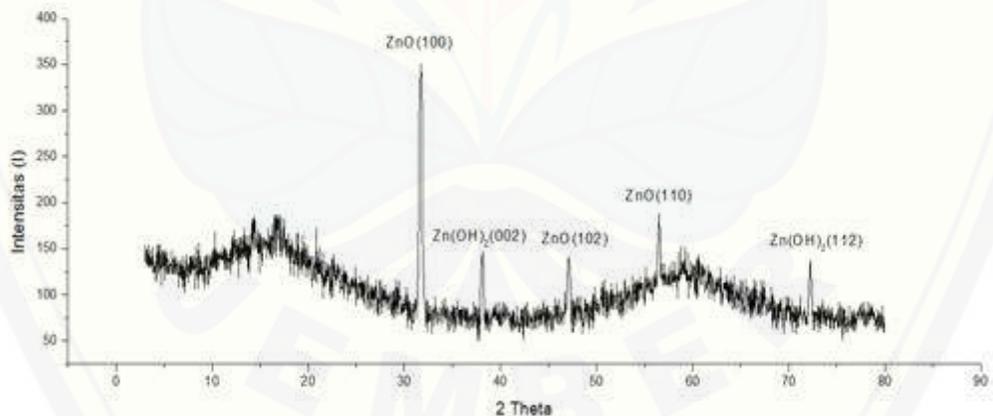
Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
NaOH 0,01 M	102	47,30	130	0,120	15,40 nm

Data Intensitas Difraktogram Puncak Pengotor Zn(OH)₂

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
NaOH 0,01 M	100	32,56	330	-	-
	110	57,28	140	-	-

2. Konsentrasi NaOH 0,03 M dengan Prekursor 0,1 M



Puncak tertinggi dengan nilai $2\theta = 31,72$ dan intensitas = 351

- Menghitung ukuran kristal

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\frac{0,140}{2} \times \frac{3,143}{180}$$

0,012 radian

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{31,72}{2} = 15,86$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,012 \times \cos(15,86)}$$

$$d \approx 12,6 \text{ nm}$$

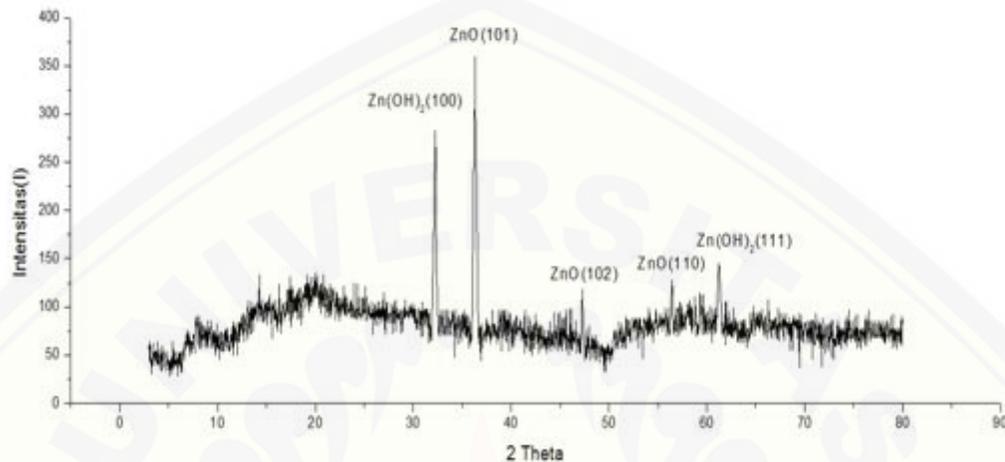
Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO

Sampel	Bidang difraksi	2 θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
NaOH 0,03 M	100	31,72	351	0,140	12,60 nm
	102	47,04	138	-	-
	110	56,52	189	-	-

Data Intensitas Difraktogram Puncak Pengotor Zn(OH)₂

Sampel	Bidang difraksi	2 θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
NaOH 0,03 M	002	38,12	147	-	-
	112	72,22	137	-	-

3. Konsentrasi NaOH 0,1 M dengan Prekursor 0,1 M



Puncak tertinggi berada pada $2\theta = 36,32$ dengan intensitas 360

- Menghitung ukuran kristal

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\frac{0,200}{2} \times \frac{3,143}{180}$$

$$0,0017 \text{ radian}$$

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{36,32}{2} = 18,16$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,0017 \times \cos(18,16)}$$

$$d \approx 86,62 \text{ nm}$$

Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal ZnO

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
NaOH 0,1 M	101	36,32	360	0,200	86,62 nm
	102	47,28	118	-	-
	110	56,42	160	-	-

Data Intensitas Difraktogram Puncak Pengotor Zn(OH)₂

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
NaOH 0,1 M	100	32,22	300	-	-
	111	63,26	147	-	-