



**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PREKURSOR DAN
POLYETHYLENE GLYCOL TERHADAP KARAKTERISASI
NANOPARTIKEL *ZINC OXIDE* DENGAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
Purnama Auliya Rahman
NIM 141910101012

**PROGRAM STUDI STRATA 1 TEKNIK MESIN
JURUSAN TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PREKURSOR DAN
POLYETHYLENE GLYCOL TERHADAP KARAKTERISASI
NANOPARTIKEL *ZINC OXIDE* DENGAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan program Studi Teknik Mesin (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Teknik

Oleh:

Purnama Auliya Rahman
NIM 141910101012

**PROGRAM STUDI STRATA 1 TEKNIK MESIN
JURUSAN TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Dengan segala puja dan puji syukur kepada Tuhan yang Maha Esa dan atas dukungan dan do'a dari orang – orang tercinta, akhirnya skripsi ini dapat dirampungkan dengan baik dan tepat pada waktunya. Oleh karena itu, dengan rasa bangga dan bahagia saya khaturkan rasa syukur dan terimakasih saya kepada:

1. Tuhan YME, karena hanya atas izin dan karuniaNya maka skripsi ini dapat dibuat dan selesai pada waktunya. Puji syukur yang tak terhingga pada Tuhan penguasa alam yang meridhoi dan mengabulkan segala do'a.
2. Bapak dan Ibu saya, yang telah memberikan dukungan moril maupun materi serta do'a yang tiada henti untuk kesuksesan saya, karena tiada kata seindah lantunan do'a dan tiada do'a yang paling khusuk selain do'a yang terucap dari orang tua. Ucapan terimakasih saja takkan pernah cukup untuk membalas kebaikan orang tua, karena itu terimalah persembaha bakti dan cinta ku untuk kalian bapak ibuku.
3. Bapak dan Ibu Dosen pembimbing, penguji dan pengajar, yang selama ini telah tulus dan ikhlas meluangkan waktunya untuk menuntun dan mengarahkan saya, memberikan bimbingan dan pelajaran yang tiada ternilai harganya, agar saya menjadi lebih baik. Terimakasih banyak Bapak dan Ibu dosen, jasa kalian akan selalu terpatri di hati.
4. Saudara saya (Kakak dan Adik), yang senantiasa memberikan dukungan, semangat, senyum dan do'anya untuk keberhasilan ini, cinta kalian adalah memberikan kobaran semangat yang menggebu, terimakasih dan sayang ku untuk kalian.
5. Sahabat dan Teman Tersayang, tanpa semangat, dukungan dan bantuan kalian semua tak kan mungkin aku sampai disini, terimakasih untuk canda tawa, tangis, dan perjuangan yang kita lewati bersama dan terimakasih untuk kenangan manis yang telah mengukir selama ini. Dengan perjuangan dan kebersamaan kita pasti bisa! Semangat!!

Terimakasih yang sebesar-besarnya untuk kalian semua, akhir kata saya persembahkan skripsi ini untuk kalian semua, orang-orang yang saya sayangi. Dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan berguna untuk kemajuan ilmu pengetahuan di masa yang akan datang, Aamiin.

MOTTO

*“Bukan rumput tetangga yang terlihat lebih hijau,
Akan tetapi hatimu saja yang kurang bersyukur dengan apa yang kau punya”
(Dalai Lama)*

*“Ketika kau lelah dan seakan ingin menyerah;
Ketahuilah bahwa sesungguhnya pertolongan Allah
Hanya berjarak antara kening dan sajadah..”
(Purnama A. Rahman)*

*“Dalam perlombaan menang atau kalah sudah biasa,
Kalau anda ingin menang dan ingin membeli pialanya ya beli saja.
Yang terpenting adalah kemauan untuk disiplin dan melalui semua proses yang
ada.
Karena percayalah usaha dan proses tidak akan mengkhianati hasil..”
(Rifat Sungkar)*

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Purnama Auliya Rahman

NIM : 141910101012

Judul Skripsi : *“Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor Dan Polyethylene Glycol Terhadap Karakterisasi Nanopartikel Zinc Oxide Dengan Metode Sol-Gel”*

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa penulisan skripsi ini dengan judul *“Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor Dan Polyethylene Glycol Terhadap Karakterisasi Nanopartikel Zinc Oxide Dengan Metode Sol-Gel”* berdasarkan hasil penelitian, pemikiran dan pemaparan asli dari saya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya belum pernah diajukan pada insitusi manapun dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 13 Mei 2019

Menyatakan,

(Purnama Auliya Rahman)

141910101012

SKRIPSI

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI PREKURSOR DAN
POLYETHYLENE GLYCOL TERHADAP KARAKTERISASI
NANOPARTIKEL *ZINC OXIDE* DENGAN METODE SOL-GEL**

Oleh:

Purnama Auliya Rahman

NIM 1419101012

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dr. Salahuddin Junus, S.T., M.T.

Dosen Pembimbing Anggota : Ir. F.X. Kristianta, S.T., M.T.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor dan *Polyethylene Glycol* terhadap Karakterisasi Nanopartikel *Zinc Oxide* dengan Metode Sol-Gel” telah diuji dan disahkan pada:

Hari, tanggal : Senin, 13 Mei 2019

Tempat : Fakultas Teknik Universitas Jember

Tim Pembimbing

DPU

DPA

Dr. Salahuddin Junus, S.T., M. T.
NIP 19751006 200212 1 002

Ir. F.X. Kristianta, S. T., M. T.
NIP 19650120 200112 1 001

Penguji I,

Penguji II,

Dedi Dwilaksana, S. T., M. T.
NIP 1969120 199602 1 001

Sumarji, S. T., M. T.
NIP 19680202 199702 1 001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Teknik Universitas Jember

Dr. Ir. Entin Hidayah, M.U.M.
NIP 19661215 199503 2 001

RINGKASAN

Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor Dan *Polyethylene Glycol* Terhadap Karakterisasi Nanopartikel *Zinc Oxide* Dengan Metode Sol-Gel;
Purnama Auliya Rahman, 141910101012; 58 halaman, Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Jember

Riset nanomaterial, khususnya bidang eksperimen, tidak bisa lepas dari kegiatan karakterisasi atau pengukuran. Dengan karakterisasi kita bisa yakin bahwa material yang disintesis sudah memenuhi kriteria nanostruktur, yaitu salah satunya berukuran nanometer. Dalam penelitian ini akan mengkarakterisasi nanomaterial ZnO hasil metode sol-gel. Sol-gel adalah metode kimia yang merubah keadaan sol (cairan) menjadi keadaan gel yang selanjutnya setelah perlakuan dan transisi menjadi bahan oksida padat. Dalam proses sol-gel, campuran antara larutan prekursor dan katalis akan menentukan struktur yang dihasilkan dari nanomaterial. Dengan meningkatkan variasi penambahan prekursor *Zinc Acetate Dyhidrate* dan *Polyethylene Glycol* akan mempengaruhi struktur nano *Zinc Oxide* yang dihasilkan. Nano *Zinc Oxide* dibuat dengan variasi prekursor *Zinc Acetate Dyhidrate* 0,3 M dan 0,1 M dan variasi *Polyethylene Glycol* 1,5 gr dan 0,5 gr menghasilkan ukuran kristal nanomaterial berturut-turut sebesar 86,62-12,60 nm untuk variasi *Zinc Acetate Dyhidrate* serta 121,49-94,77 nm untuk variasi *Polyethylene Glycol*. Untuk parameter kisi kristal yang didapatkan adalah $a=3,2714 \text{ \AA}$ dan $c=5,2121 \text{ \AA}$ serta struktur kristal yang dihasilkan adalah *hexagonal*. Untuk rata-rata ukuran partikel yang dihasilkan adalah sebesar 86,62-69,30 nm untuk variasi *Zinc Acetate Dyhidrate* dan 157-123 nm untuk variasi *Polyethylene Glycol* dan bentuk morfologi nanopartikel ZnO yang dihasilkan cukup bulat dan partikel beraglomerasi satu sama lain. Hasil akhir menunjukkan bahwa dengan bertambahnya variasi prekursor *Zinc Acetate Dyhidrate* dan variasi *Polyethylene Glycol* akan meningkatkan baik ukuran kristal maupun ukuran partikel yang dihasilkan.

SUMMARY

Effect of Precursor And Polyethylene Glycol Concentration Variation of Zinc Oxide Nanoparticle Characteristic with Sol-Gel Method; Purnama Auliya Rahman; 141910101012; 58 pages; Departement of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Jember University.

Nanomaterial research, especially the field of experimentation, cannot be separated from characterization or measurement activities. With characterization we can be sure that the synthesized material meets the nanostructure criteria, one of which is nanometer-sized. In this study we will characterize ZnO nanomaterials from the sol-gel method. Sol-gel is a chemical method that changes the state of the sol (liquid) into a gel state which is then after treatment and the transition to solid oxide material. In the sol-gel process, the mixture between the precursor solution and the catalyst will determine the structure produced from the nanomaterial. By increasing the variation of the addition of Zinc Acetate Dihydrate and Polyethylene Glycol precursors it will affect the Zinc Oxide nanostructure produced. Nano Zinc Oxide is made with variations in the precursors of Zinc Acetate Dihydrate 0.3 M and 0.1 M and variations of Polyethylene Glycol 1.5 gr and 0.5 gr, resulting in crystalline nanomaterial sizes of 86,62 to 12,60 nm for variation Zinc Acetate Dihydrate and 121,49 to 94,77 nm for variations of Polyethylene Glycol. The crystal lattice parameters obtained are $a=3,2714 \text{ \AA}$ and $c=5,2121 \text{ \AA}$ and structural characterization revealed a single phase of ZnO with hexagonal wurtzite structure. For the average particle size produced is 86,62 to 69,30 nm for variations of Zinc Acetate Dihydrate and 157 to 123 nm for variations of Polyethylene Glycol and the morphological forms of ZnO nanoparticles produced are quite round and particles agglomerate with each other. The final results show that the increase in the variation of the Zinc Acetate Dihydrate precursor and the variation of Polyethylene Glycol will increase both the crystal size and the size of the particles produced.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi berjudul “*Pengaruh Variasi Konsentrasi Prekursor dan Polyethylene Glycol terhadap Karakterisasi Nanopartikel Zinc Oxide dengan Metode Sol-Gel*”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember.

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

1. Allah SWT yang telah memberikan nikmat dan karunia yang tidak pernah henti dalam hidup ini.
2. Ayah dan ibu yang telah menjadi orang tua yang sangat baik dalam hal mendidik, mengarahkan, memberi nasehat demi kehidupan yang lebih baik, kasih sayang, perhatian, materi, dan yang terpenting adalah doa yang selalu beliau panjatkan setiap saat untuk penulis dan keluarga.
3. Kakak serta keponakan, yang selalu memberi semangat baik moral, motivasi, serta do'a nya.
4. Dr. Ir. Entin Hidayah, M.U.M. selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Jember.
5. Hari Arbiantara Basuki S.T., M.T. selaku Ketua Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember.
6. Hari Sutjahjono S.T., M.T. selaku Ketua Program Studi S1 Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember.
7. Dr. Salahuddin Junus, S.T., M.T selaku Dosen Pembimbing Utama, Bapak Ir. F.X. Kristianta, S.T., M.T. selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, pikiran, dan perhatian dalam penulisan skripsi ini.
8. Bapak Dedi Dwilaksana, S. T., M. T. selaku Dosen Penguji Utama dan Bapak Sumarji, S.T., M.T. selaku Dosen Penguji Anggota yang telah banyak sekali memberikan saran dan berbagai pertimbangan menuju ke arah yang benar dalam penulisan skripsi ini.

9. Bapak Dr. Salahuddin Junus. S.T., M.T selaku dosen pembimbing sekaligus ketua Kelompok Riset *MaGNIFIED Laboratorium Material Maju CDAST* UNEJ yang selalu memberikan motivasi dan arahan yang lebih baik lagi.
10. Seluruh dosen Universitas Jember khususnya Jurusan Teknik Mesin yang telah membimbing penulis selama menjadi mahasiswa.
11. Teman – teman PPM Syafi'urrohman yang selalu memberikan semangat, motivasi.
12. Istri saya Susi Dwita Sari yang sudah mendukung dan mendoakan serta memberi saya semangat.
13. Sahabatku yang sudah saya anggap seperti saudara sendiri Mas Ardan dan Bella yang sudah banyak memberi saya banyak dukungan dan bantuan serta perhatiannya.
14. Rekan tim riset skripsi MaGNIFIED; Arip, Firman, Fuad, Adit, Afin, Akib, Amri, Mas Wira, Mas Arip, Verizal, Andre, Joko, Ghazi, Bobig, Suci, Danang, Indra dan Fadea yang telah banyak membantu dan memberi masukan tentang penyelesaian skripsi.
15. Saudara Teknik Mesin 2014 (M16) semoga persaudaraan ini tetap terjaga hingga akhir waktu.
16. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu. Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini.

Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 13 Mei 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
SUMMARY	ix
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	4
1.5 Batasan Masalah	4
1.6 Hipotesa	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nanomaterial	5
2.1.1 Nano Seng Oksida (ZnO).....	6
2.2 Metode Sintesis Nanopartikel	8
2.2.1 Metode Spray	9
2.2.2 Metode Direct Current Thermal Plasma	12
2.2.3 Metode Sol-Gel	14
2.3 Bahan Penyusun Nanopartikel ZnO	16
2.3.1 Prekursor <i>Zinc Acetate Dyhydrate</i>	16
2.3.2 Katalis <i>Sodium Hydroxide</i>	17
2.3.3 <i>Polyethylene Glycol</i>	18

2.4	Karakterisasi Material	19
2.4.1	Scanning Electron Microscopy (SEM)	19
2.4.2	X-Ray Diffraction (XRD)	21
2.5	Aplikasi Nanopartikel ZnO	23
2.6	Diagram <i>Fishbone</i>	25
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN		27
3.1	Metode Penelitian	27
3.2	Tempat dan Waktu Penelitian	27
3.3	Alat dan Bahan	27
3.4	Pelaksanaan Penelitian	28
3.4.1	Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi prekursor	28
3.4.2	Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi <i>Polyethylene Glycol</i> .	29
3.5	Pengujian sampel	30
3.5.1	Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)	30
3.5.2	Pengujian <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	31
3.6	Analisa Data	32
3.7	Diagram Alir	33
BAB 4 ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN		34
4.1	Pengujian <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	34
4.1.1	Variasi prekursor <i>Zinc Acetate Dyhydrate</i>	34
4.1.2	Variasi <i>Polyethylene Glycol</i>	37
4.2	Pengujian <i>X-ray Diffraction</i> (XRD)	39
4.2.1	Variasi prekursor <i>Zinc Acetate Dyhydrate</i>	39
4.2.2	Variasi <i>Polyethylene Glycol</i>	44
4.2.3	Perhitungan parameter kisi nanopartikel ZnO	47
4.2.4	Susunan dan bentuk kristalin nanopartikel ZnO	49
BAB 5 KESIMPULAN		53
5.1	Kesimpulan	53
5.2	Saran	53
DAFTAR PUSTAKA		54
LAMPIRAN		57

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Perbandingan Ukuran Nanomaterial (Sholihin, 2016)..... 5

Gambar 2.2 Heksagonal wurtzite struktur pada ZnO. Atom O ditunjukkan dengan bola berwarna putih, sedangkan Zn ditunjukkan dengan bola berwarna abu-abu (Alabdullah et al., 2017)..... 7

Gambar 2.3 Metode sintesis nanopartikel top-down dan bottom-up (Zhang, 2007) 8

Gambar 2.4 Metode Spray (Khairurrijal, 2008)..... 10

Gambar 2.5 Metode Salt assisted spray pyrolysis (Khairurrijal, 2008)..... 11

Gambar 2.6 Teknik deposisi sudut vakum (Prokropivny et al., 2007) 13

Gambar 2.7 Prinsip dari proses kondensasi uap (Prokropivny et al., 2007) 13

Gambar 2.8 Tahapan preparasi dengan metode sol-gel (Cahyani, 2011) 15

Gambar 2.9 Susunan atom kristal monoclinic Zinc Acetate (Hongshan He, 2006) 17

Gambar 2.10 Struktur atom kristal monohydrate Sodium Hydroxide (Jacobs et al., 1991) 18

Gambar 2.11 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, 2009) 20

Gambar 2.12 Hasil analisa SEM nanopartikel ZnO (Azam et al., 2010)..... 21

Gambar 2.13 Lebar puncak difraksi sinar-X (Khairurrijal, 2009) 21

Gambar 2.14 Skema alat XRD (Hilma et al, 2014). 22

Gambar 2.15 Hasil XRD ZnO nanopartikel (Azam et al., 2010)..... 23

Gambar 2.16 Dye-Sensitized Solar Cell (Gratzel, 2003)..... 24

Gambar 2.17 Diagram fishbone 26

Gambar 3.1 Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi prekursor 28

Gambar 3.2 Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi Polyethylene Glycol... 29

Gambar 3.3 Alat uji NDT SEM FEI merk Impact S50..... 31

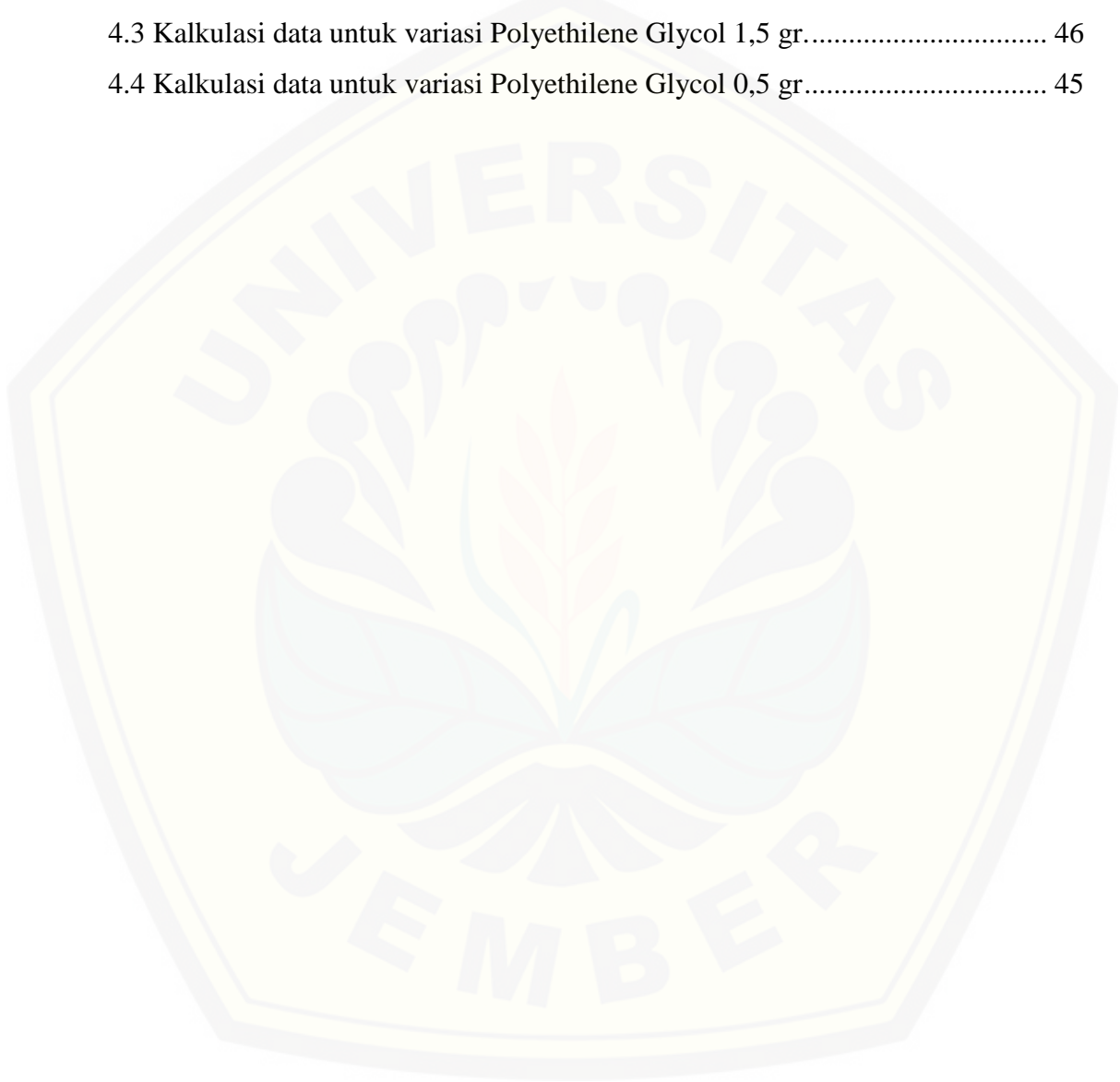
Gambar 3.4 Alat uji XRD merk PanAnalytical, Type: E'xpert Pro..... 32

Gambar 3.6 Diagram alir penelitian..... 33

Gambar 4.3 Pengamatan FESEM nanopartikel ZnO dengan ratio prekursor:pelarut (a) 1:1 dan (b) 1:2 (Ungula et al., 2016)	36
Gambar 4.6 Foto SEM nanopartikel ZnO dengan penambahan Polyethylene Glycol (a) 1 gr dan (b) 2 gr (Yuwono, 2010).....	38
Gambar 4.7 Hasil uji XRD dengan variasi prekursor Zinc Acetate Dyhidrate 0,3 M.....	39
Gambar 4.8 Hasil uji XRD dengan variasi prekursor Zinc Acetate Dyhidrate 0,1 M.	40
Gambar 4.9 Perbandingan hasil uji XRD dengan variasi Zinc Acetate Dyhidrate 40	
Gambar 4.10 Perbandingan ukuran kristalin dengan variasi prekursor Zinc Acetate Dyhidrate sebesar 0,1 M menjadi 0,3 M.	43
Gambar 4.11 Hasil uji XRD dengan variasi Polyethylene Glycol 1,5 gr.	44
Gambar 4.12 Hasil uji XRD dengan variasi Polyethylene Glycol 0,5 gr.	44
Gambar 4.13 Perbandingan hasil uji XRD dengan variasi Polyethilene Glycol ..	45
Gambar 4.14 Perbandingan ukuran kristalin dengan variasi Polyethilene Glycol sebesar 0,5 gr dan 1,5 gr.....	47
Gambar 4.15 Formasi struktur kristalin ZnO menggunakan aplikasi VESTA v.3.4.5.....	50
Gambar 4.16 Struktur nanopartikel ZnO (Harun, 2016).....	50

DAFTAR TABEL

3.1 Alat dan Bahan.....	27
4.1 Kalkulasi data untuk variasi prekursor Zinc Acetate Dyhidrate 0.3 M.....	42
4.2 Kalkulasi data untuk variasi prekursor Zinc Acetate Dyhidrate 0.1 M.....	41
4.3 Kalkulasi data untuk variasi Polyethylene Glycol 1,5 gr.....	46
4.4 Kalkulasi data untuk variasi Polyethylene Glycol 0,5 gr.....	45



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring dengan berjalannya era globalisasi ini, kemajuan teknologi pun berkembang pesat. Berbagai cabang ilmu yang saling berkolaborasi berlomba-lomba untuk menghasilkan suatu inovasi yang dapat diandalkan. Salah satu inovasi yang dilakukan adalah nanoteknologi (*nanotechnology*). Nanoteknologi berkaitan dengan karakterisasi, eksplorasi, dan eksploitasi bahan berstruktur nano. Suatu bahan dikatakan berukuran nanometer jika berukuran antara 1 – 100 nm. Sampai saat ini seng oksida (ZnO) adalah salah satu semikonduktor yang telah banyak dilakukan penelitian (Pokropivny *et al.*, 2007).

Kunci utama dari rekayasa berskala nanometer ini terletak pada sinergi yang ditimbulkan oleh adanya efek ukuran (*volume/size effect*), efek permukaan (*surface effect*) dan interaksi antara domain. Semakin kecil ukuran material, maka rasio luas permukaan terhadap volume akan semakin besar dibandingkan material *bulk*-nya (Ramahdita, 2011). Material yang sering dimanfaatkan sebagai nanoteknologi antara lain Titanium Oksida (TiO₂), Seng Oksida (ZnO), Aluminium Oksida (Al₂O₃) dan lain-lain. Tetapi yang paling banyak dimanfaatkan sebagai nanoteknologi adalah Seng oksida (ZnO). Seng oksida (ZnO) adalah salah satu semikonduktor yang telah banyak dilakukan penelitian. Material ini memiliki energi celah pita langsung (*direct band gap*) yang lebar sebesar 3,07 eV serta emisi ultra-violet (UV) yang kuat, disebabkan tingginya energi ikatan eksiton sebesar 60 meV pada temperatur ruang, yang jauh lebih tinggi dibandingkan galium nitrida (25 meV) (Yuwono *et al.*, 2011). Sehingga cocok diaplikasikan pada DSSC (Dye-Sensitized Solar Cell), yang mana akan sama baiknya dengan TiO₂ yang banyak digunakan saat ini. Dengan dihasilkannya ukuran nanopartikel ZnO yang lebih kecil maka *direct band gap* yang dihasilkan akan lebih baik (Rasyid, 2017).

Sintesis nanopartikel logam dengan sifat tertentu merupakan penelitian yang baru didirikan yang menarik banyak perhatian. Ada beberapa metode yang telah diajukan untuk sintesis dari bahan-bahan ini, yaitu kimia uap kondensasi, debit busur, hidrogen reaksi plasma-logam, dan laser pirolisis dalam fase uap,

mikroemulsi, hidrotermal, sol-gel, sonokimia, dan proses mikroba pada fase cair serta ballmill dilakukan di fase padat. Sifat-sifat nanopartikel logam tergantung pada prosedur sintesis mereka (Hasnidawani *et al.*, 2016). Teknik sol-gel adalah salah satu solusi pengolahan yang paling populer untuk produksi nanopartikel (kebanyakan oksida). Metode ini melibatkan serangkaian reaksi kimia yang mengubah larutan homogen secara ireversibel dari prekursor reaktan molekul (sol) menjadi polimer tiga dimensi (gel) yang membentuk padatan elastis yang mengisi volume yang sama dengan solusinya. Sol adalah nama larutan koloid yang terbuat dari partikel padat berdiameter beberapa ratus nm, tersuspensi dalam fase cair. Gel dapat dianggap sebagai makromolekul padat yang direndam dalam pelarut. Jadi, secara umum, proses sol-gel terdiri dari transformasi kimia cairan (sol) menjadi keadaan gel dan selanjutnya setelah perlakuan dan transisi menjadi bahan oksida padat (Pokropivny *et al.*, 2007).

Katalis basa digunakan pada proses hidrolisis yang akan mempengaruhi bentuk struktur dan ukuran partikel ZnO menggunakan metode sol-gel, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi. Konsentrasi basa dapat mempengaruhi proses terbentuknya partikel ZnO. Basa berperan sebagai pembentuk sol $\text{Zn}(\text{OH})_2$ pada proses sintesis. Apabila konsentrasi tinggi maka basa memiliki pH yang tinggi pula (Wulandari, 2016). Dengan variasi penggunaan konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* yang berbeda yaitu 0,1 M dan 0,3 M serta variasi *Polyethylene Glycol* 0,5 gr dan 1,5 gr diharapkan akan memberikan bentuk struktur dan morfologi yang berbeda, untuk mengarakterisasi terbentuknya kristal nanopartikel ZnO yang dibuat akan dilakukan pengkajian mengenai morfologi partikel menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan untuk mengetahui kristal yang terbentuk menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*).

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* dengan konsentrasi 0,3 M dan 0,1 M serta *Polyethylene Glycol* dengan variasi 1,5 gr dan 0,5 gr terhadap ukuran dan morfologi dari nanopartikel ZnO?
2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* dengan konsentrasi 0,3 M dan 0,1 M serta *Polyethylene Glycol* dengan variasi 1,5 gr dan 0,5 gr terhadap ukuran, bentuk dan parameter kisi kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk?

1.3 Tujuan

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dengan konsentrasi 0,3 M dan 0,1 M terhadap ukuran dan morfologi dari nanopartikel ZnO.
2. Mengetahui pengaruh variasi *Polyethylene Glycol* ($\text{C}_{2n}\text{H}_{4n+2}\text{O}_{n+1}$) dengan variasi 1,5 gr dan 0,5 gr terhadap ukuran dan morfologi dari nanopartikel ZnO.
3. Mengetahui pengaruh variasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dengan konsentrasi 0,3 M dan 0,1 M terhadap ukuran kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk
4. Mengetahui pengaruh variasi *Polyethylene Glycol* ($\text{C}_{2n}\text{H}_{4n+2}\text{O}_{n+1}$) dengan variasi 1,5 gr dan 0,5 gr terhadap ukuran kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk.
5. Mengetahui pengaruh variasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dengan konsentrasi 0,3 M dan 0,1 M dan variasi *Polyethylene Glycol* ($\text{C}_{2n}\text{H}_{4n+2}\text{O}_{n+1}$) 1,5 gr dan 0,5 gr terhadap parameter kisi dan bentuk kristal yang dihasilkan.

1.4 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui tentang pengaruh variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* dan variasi *Polyethylene Glycol* terhadap struktur, bentuk, morfologi serta ukuran partikel dan kristalinitas nanopartikel ZnO menggunakan metode sol-gel.

1.5 Batasan Masalah

Untuk mencapai tujuan penelitian yang diinginkan, maka penelitian ini akan diberikan batasan masalah sebagai berikut:

1. Suhu sintesis dan pengujian pada kondisi ruangan.
2. Kecepatan pengadukan setiap larutan dianggap sama.
3. Suhu yang dipakai dalam pengadukan dianggap stabil.

1.6 Hipotesa

Hipotesa yang dibuat pada penelitian ini sebagai berikut:

Penambahan variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dyhydrate* dan variasi *Polyethylene Glycol* akan memberikan pengaruh terhadap struktur, bentuk, morfologi serta ukuran patikel dan kristalinitas nanopartikel *Zinc Oxide* yang berbeda. Semakin kecil konsentrasi *Zinc Acetate Dyhydrate* dan variasi *Polyethylene Glycol* maka akan semakin kecil ukuran partikel dan kristalin nanopartikel ZnO yang dihasilkan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanomaterial

Riset nanomaterial, khususnya bidang eksperimen, tidak bisa lepas dari kegiatan karakterisasi atau pengukuran. Dengan karakterisasi kita bisa yakin bahwa material yang disintesis sudah memenuhi kriteria nanostruktur, yaitu salah satunya berukuran nanometer. Dalam kesepakatan umum, dimensi dari nanometer adalah ukuran yang kurang dari 100 nm. Karakterisasi juga memberikan informasi tentang sifat-sifat fisis maupun kimiawi nanomaterial tersebut. Ini sangat penting karena ketika dimensi material menuju nilai beberapa nanometer (kurang dari 10 nm), banyak sifat fisis maupun kimiawi yang bergantung pada ukuran. Ini menghasilkan sejumlah kekayaan sifat dan peluang memanipulasi atau menggenerasi sifat-sifat baru yang tidak dijumpai pada material ukuran besar (*bulk*) (Mikrajuddin *et al.*, 2009).



Gambar 2.1 Perbandingan Ukuran Nanomaterial (Sholihin, 2016)

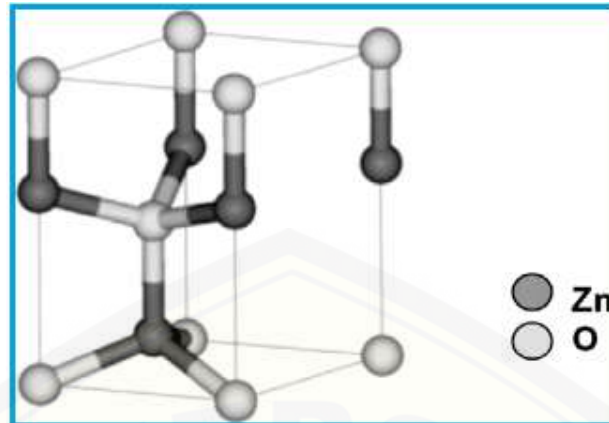
Pada skala nano, beberapa sifat material fisik dan kimia dapat berbeda secara signifikan dari bahan terstruktur masal dengan komposisi yang sama. Meskipun nanoteknologi adalah bidang penelitian baru, nanomaterial diketahui dapat digunakan selama berabad-abad. Perlu ditekankan bahwa nanoteknologi tidak bermaksud untuk menggantikan keberadaan teknologi mikro, tetapi untuk tetap berhubungan dekat dengan mereka untuk saling melengkapi dalam studi yang lebih dalam dan kontrol lanjutan dari dunia nanoteknologi.

Selain sifat optik dan elektronik, sifat mekanis nanomaterial adalah subjek penelitian *nanomechanics*. Ketika ditambahkan ke bahan massal, nanopartikel dapat sangat mempengaruhi sifat mekanik material, seperti kekakuan atau elastisitas. Misalnya, polimer tradisional dapat diperkuat oleh nanopartikel (seperti karbon nanotube) yang menghasilkan bahan baru yang dapat digunakan sebagai pengganti ringan untuk logam. Bahan komposit semacam itu dapat memungkinkan penurunan berat badan disertai dengan peningkatan stabilitas dan peningkatan fungsionalitas (Ramsden, 2011).

2.1.1 Nano Seng Oksida (ZnO)

ZnO merupakan suatu semikonduktor dengan celah pita lebar pada grup semikonduktor II-VI. Doping natif dari semikonduktor dikarenakan kekosongan oksigen atau interstisi seng adalah tipe-*n* (Ozgun *et al.*, 2005). Seng oksida merupakan material yang dapat ditemukan di alam dengan bentuk *Zincite* dan merupakan semikonduktor yang memiliki celah pita 3,07 eV pada suhu kamar. Hal ini membuat nanomaterial ini cukup menjanjikan untuk aplikasi pada DSSC (Wulandari, 2016). ZnO adalah material fungsional serbaguna yang memiliki beragam kelompok pertumbuhan morfologi, seperti nanobelts, nanowire, nanocage, nanocomb, nanospring, nanorings dan nanohelices.

ZnO murni berbentuk serbuk putih, tapi di alam ia terdapat sebagai mineral langka *zincite*, yang biasanya mengandung *mangan* dan ketidakmurnian lainnya yang menimbulkan warna kuning hingga warna merah (Khingshim *et al.*, 2007). Seng oksida mengkristal dalam dua bentuk, *heksagonal wurtzite* dan *kubik zinblende* (Fierro *et al.*, 2006). Struktur *wurtzite* merupakan yang paling stabil pada kondisi ambien. Bentuk *zinblende* dapat distabilkan dengan menumbuhkan ZnO pada substrat dengan struktur kisi kubik (Ozgun *et al.*, 2005). Struktur kristal ini berbentuk *sphalerite* dengan adanya atom Zn ini pada setiap sudut dan bagian tengah sisi (*face centered cubic*.FCC) dan atom O sebagai intersiti di antara empat atom Zn yang berdekatan.



Gambar 2.2 Heksagonal wurtzite struktur pada ZnO. Atom O ditunjukkan dengan bola berwarna putih, sedangkan Zn ditunjukkan dengan bola berwarna abu-abu (Alabdullah et al., 2017)

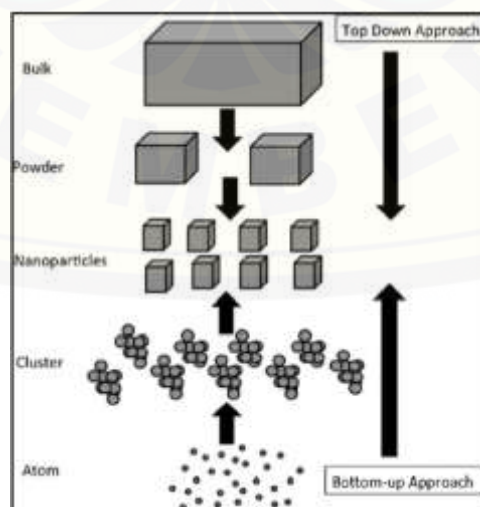
Pada suhu dan tekanan ambien, ZnO mengkristal dalam struktur *heksagonal wurtzite* (tipe B4), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 diatas. Koordinasi tetrahedral ini memberi ruang kepada polaritas sepanjang sumbu heksagonal. Polaritas ini bertanggung jawab untuk sejumlah properti ZnO, termasuk piezoelektrisitas dan polarisasi spontan, dan juga merupakan faktor kunci dalam kristal pertumbuhan, etsa dan generasi cacat. Selain menyebabkan polaritas yang melekat pada kristal ZnO, koordinasi tetrahedral senyawa ini juga merupakan indikator umum ikatan kovalen sp^3 . Namun, ikatan Zn-O juga memiliki karakter ion yang sangat kuat, dan dengan demikian ZnO terletak di perbatasan antara yang digolongkan sebagai senyawa kovalen dan ionik, dengan ionicity $f_i = 0,616$ pada skala ionisasi *Phillips*. Parameter kisi dari sel satuan heksagonal adalah $a = 3,2495 \text{ \AA}$ dan $c = 5,2069 \text{ \AA}$, dan densitasnya adalah $5,605 \text{ g cm}^{-3}$ (Wang, 2006).

Perbedaan struktur permukaan dari ZnO bisa menginduksi pertumbuhan anisotropik. Dibawah kesetimbangan termodinamika, sisi dengan energi permukaan lebih tinggi biasanya kecil pada permukaanya. Sebaliknya sisi dengan energi lebih rendah sisinya akan lebih besar. Dengan mengontrol pertumbuhan kinetik, memungkinkan untuk mengubah perilaku pertumbuhan dari nanobelt ZnO. Disini, kita menerima berbagai macam nanostruktur ZnO dengan parameter sintesis yang terkontrol, seperti temperatur deposisi, dan tekanan (Wang, 2006).

Serat nanopartikel yang dihasilkan dari sintesis ZnO menggunakan metode sol-gel ini bisa menghasilkan berbagai macam bentuk seperti contohnya nanofiber, nanorod, nanowire dll. Bentuk yang dihasilkan dari nanopartikel ini bergantung pada metode apa yang digunakan. Dari hasil penelitian yang dilakukan bisa menunjukkan bahwa bentuk yang dihasilkan dari sintesis nanopartikel ZnO metode sol-gel ini berbentuk nanorod. Yang mana nanorod ini berbentuk bola atau bulat tetapi ukuran panjang yang dihasilkan tidak sama (Iskandar, 2015).

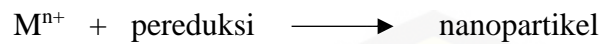
2.2 Metode Sintesis Nanopartikel

Secara garis besar, pembentukan nanopartikel logam dapat dilakukan dengan metode top down (fisika) dan bottom up (kimia). Metode fisika yaitu dengan cara memecah padatan logam menjadi partikel-partikel kecil berukuran nano. Sedangkan metode kimia dilakukan dengan cara menumbuhkan partikel-partikel nano mulai dari atom logam yang didapat dari prekursor molekular atau ionik. Sintesis nanopartikel logam dengan metode kimia dilengkapi dengan penggunaan surfaktan atau polimer yang membentuk susunan teratur (self-assembly) pada permukaan nanopartikel logam. Bagian surfaktan atau polimer yang hidrofob langsung teradsorpsi pada permukaan nanopartikel dan bagian hidrofilynya berada pada bulk larutan. Bahan organik tersebut (surfaktan dan polimer) dapat mengontrol kecepatan reduksi dan agregasi nanopartikel logam (Cahyani, 2011).



Gambar 2.3 Metode sintesis nanopartikel top-down dan bottom-up (Zhang, 2007)

Nanopartikel logam mempunyai struktur 3 dimensi berbentuk seperti bola (solid). Partikel ini dibuat dengan cara mereduksi ion logam menjadi logam yang tidak bermuatan (nol). Reaksi yang terjadi adalah (Hakim, 2008):



M^{n+} adalah ion logam yang akan dibuat menjadi nanopartikel. Contoh: Au, Pt, Ag, Pd, Co, Fe. Sedangkan contoh dari zat pereduksi adalah natrium sitrat, borohidrat, NaBH_4 dan alkohol. Proses ini terjadi karena adanya transfer elektron dari zat pereduksi menuju ion logam. Faktor yang mempengaruhi dalam sintesis nanopartikel antara lain: konsentrasi reaktan, molekul pelapis (capping agent), temperatur dan pengadukan (Hakim, 2008).

Pembentukan nanopartikel dengan keteraturan yang tinggi dapat menghasilkan pola yang lebih seragam dan ukuran yang seragam pula. Kebanyakan penelitian telah mampu menghasilkan nanopartikel yang lebih bagus dengan menggunakan metode-metode yang umum digunakan, seperti: kopresipitasi, sol-gel, mikroemulsi, hidrotermal/solvotermal, menggunakan cetakan (templated synthesis), sintesis biomimetik, metode cairan superkritis, dan sintesis cairan ionik (Cahyani, 2011). Dalam penelitian kali akan digunakan metode sol-gel dengan menggunakan prekursor Zinc Acetate Dihydrate dan katalis basa NaOH.

2.2.1 Metode Spray

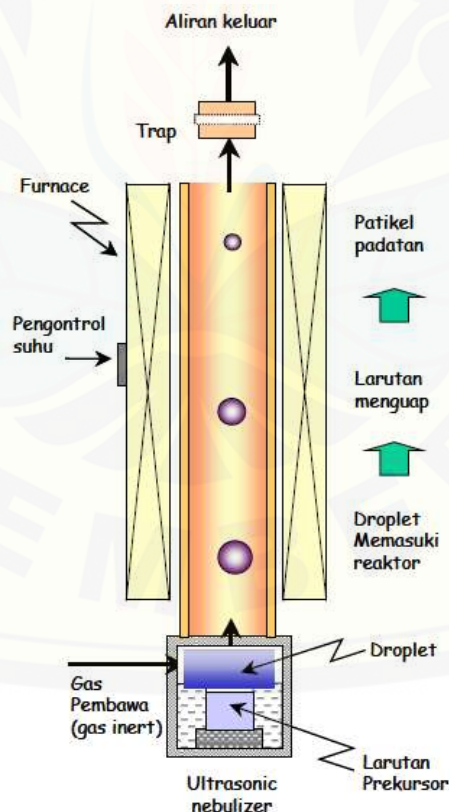
Spray adalah pembangkitan droplet-droplet kecil dari medium fase cair. Contoh spray yang paling kita kenal adalah parfum, hair spray, cat pilox, obat anti nyamuk cair, paint brush, dan sebagainya. Ukuran droplet yang dihasilkan bergantung pada berbagai faktor seperti viskositas cairan, tegangan permukaan cairan, ukuran lubang tempat droplet keluar, dan sebagainya.

1. Spray Pirolisis

Akhir-akhir ini metode spray banyak digunakan untuk membuat material dalam bentuk partikel berukuran mikrometer dan submikrometer. Proses yang

berlangsung adalah melakukan reaksi pirolisis pada droplet yang dihasilkan spray. Pirolisis adalah reaksi kimia pada suhu tinggi. Jika yang dispray adalah larutan prekursor yang dapat bereaksi pada suhu tinggi maka dengan metode spray kita dapat membuat partikel dengan cepat. Proses pembentukan partikel hanya berlangsung dalam beberapa detik.

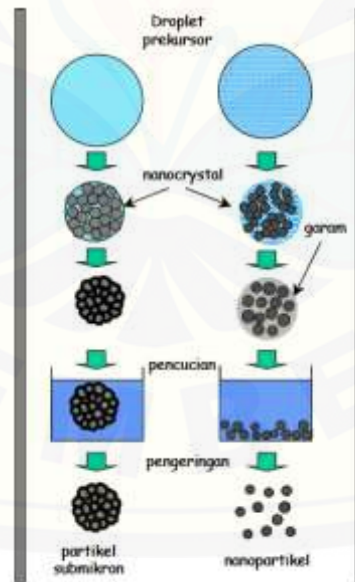
Spray pirolisis dilakukan pada sebuah reaktor yang terdiri dari pembangkit droplet yang dikenal pula dengan nama nebulizer atau atomizer, reaktor berbentuk tabung, dan penampung partikel. Skema reaktor spray pirolisis tampak pada Gambar 2.4. Tabung yang digunakan dalam reaktor harus dari bahan yang bisa tahan hingga suhu mendekati 1000°C . Contoh bahan tersebut adalah alumina, quartz, dan bisa juga stainless steel. Droplet yang dihasilkan dialirkan masuk ke dalam tabung yang telah diset pada suhu tinggi menggunakan carrier gas (gas pembawa).



Gambar 2.4 Metode Spray (Khairurrijal, 2008)

2. Salt assisted spray pyrolysis

Metode ini adalah metode spray pirolisis biasa dengan memberikan perlakuan akhir pada partikel yang dihasilkan untuk mendapatkan partikel yang lebih kecil. Cara yang ditempuh adalah menambahkan garam dengan konsentrasi sangat tinggi ke dalam prekursor yang akan dispray. Garam yang ditambahkan adalah garam yang tidak bereaksi dengan prekursor. Di dalam droplet yang dihasilkan terkandung prekursor dan garam. Saat reaksi pirolisis berlangsung garam berperan sebagai medium pemisah partikel-partikel kecil yang terbentuk sehingga tidak bersentuhan membentuk partikel besar (ukuran mikrometer). Secara singkat dapat dikatakan bahwa yang keluar dari reaktor adalah partikel-partikel kecil yang terdistribusi dalam matriks garam. Setelah partikel dikumpulkan para kolektor, partikel kemudian dicuci berkali-kali dengan pembersih ultrasonik disertai sentrifugasi. Tujuannya adalah agar garam terlarut dan partikel-partikel kecil terlepas dari matriks garam. Proses pembentukan tersebut dapat diilustrasi pada Gambar 2.6.

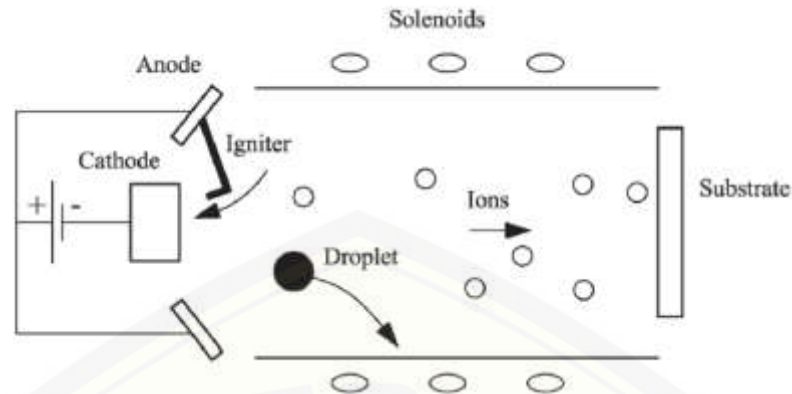


Gambar 2.5 Metode Salt assisted spray pyrolysis (Khairurijal, 2008)

2.2.2 Metode Direct Current Thermal Plasma

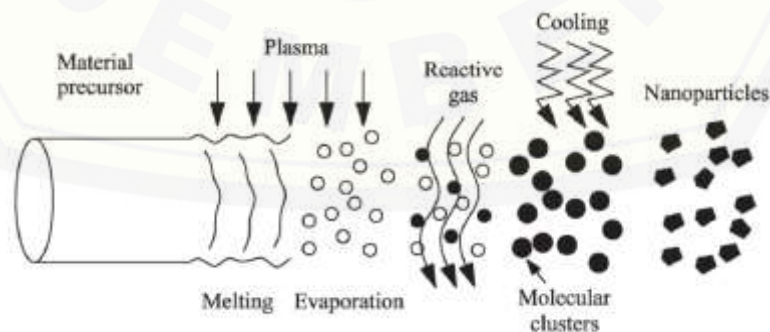
Teknologi DC thermal plasma terbukti menjadi salah satu topik yang banyak diminati. Karena memiliki keunggulan waktu proses yang relatif singkat, reaktivitas kimia yang cepat, dan memiliki suhu mencapai 10^4 K. Proses thermal plasma telah banyak digunakan dan memiliki potensi yang sangat menguntungkan baik untuk sintesa nanopartikel maupun deposisi lapisan struktur skala nano. Secara terpisah suhu yang tinggi dan densitas serbuk berpengaruh kuat terhadap laju proses produksi nanopartikel dan proses pelapisan. Thermal plasma dapat dihasilkan dari bermacam-macam gas atau pencampuran beberapa gas yang memungkinkan nanopartikel dapat dibuat menjadi beragam jenis keramik sama seperti metal dan alloy (Sholihin, 2016).

Penyemprotan bahan plasma ke substrat untuk membentuk lapisan pelindung banyak digunakan dalam praktik industri. Penggunaan plasma (gas terionisasi) selama masa` deposisi uap memungkinkan mengakses proses kimia dan fisik yang berbeda dan memperoleh bahan akhir kemurnian tinggi. Ada beberapa jenis reaktor deposisi plasma untuk plasma PVD (*physical vapor deposition*) dan CVD (*chemical vapor deposition*) . Dalam suhu reaktor plasma urutan 10.000 ° C dapat dicapai, menyebabkan penguapan atau memulai reaksi kimia. Jenis utama plasma yang digunakan adalah plasma Direct Current (DC Plasma) dan plasma induksi Radio-Frequency (RF). DC *glow discharge* melibatkan ionisasi atom gas oleh elektron yang dipancarkan dari filamen yang dipanaskan. Kemudian ion-ion gas dalam plasma dipercepat untuk menghasilkan sinar ion yang diarahkan. Jika gas adalah gas prekursor reaktif, balok ion ini digunakan untuk menyetor langsung ke substrat. Jika gas lambat digunakan, berkas ion menyerang material target yang menebarkan atom netral ke substrat yang berdekatan (Hussainova, 2009).



Gambar 2.6 Teknik deposisi sudut vakum (Prokropivny *et al.*, 2007)

Salah satu langkah luar biasa dalam pemrosesan plasma untuk sintesis nanopartikel adalah proses yang dikembangkan dari uap kondensasi. Prinsip metode ini diilustrasikan pada Gambar 2.8 . Bahan prekursor dimasukkan ke dalam ruang kerja dengan busur stabil. Ruang diisi oleh gas reaktif yang menjadi terionisasi; kemudian gugus molekul terbentuk dan didinginkan untuk menghasilkan nanopartikel. Dalam PVD plasma yang dibantu proses fase uap berasal dari target yang solid. Sebaliknya, CVD plasma meningkatkan mempekerjakan prekursor fase gas yang dipisahkan untuk membentuk fragmen molekuler yang mengembun membentuk film tipis atau nanopartikel. Itu suhu disosiasi yang diperlukan untuk CVD cenderung jauh lebih rendah daripada konvensional. Proses CVD karena energi plasma yang tinggi, dan ini mungkin dari kepentingan untuk pengendapan pada substrat sensitif seperti semikonduktor dan polimer (Prokropivny *et al.*, 2007).

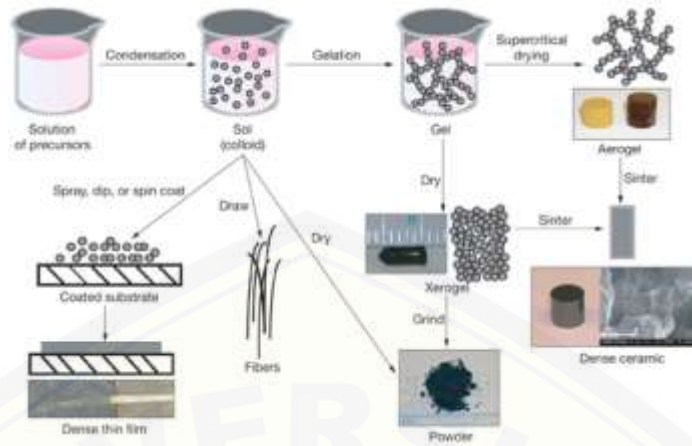


Gambar 2.7 Prinsip dari proses kondensasi uap (Prokropivny *et al.*, 2007)

2.2.3 Metode Sol-Gel

Teknologi sol-gel adalah teknologi kimia koloid yang berkedudukan kuat, yang menawarkan kemungkinan untuk menghasilkan berbagai bahan dengan sifat baru dan standar dalam proses yang sederhana dan biaya proses yang relatif rendah. Sol adalah nama larutan koloid yang terbuat dari partikel padat berdiameter beberapa ratus nm, tersuspensi dalam fase cair. Gel dapat dianggap sebagai makromolekul padat yang direndam dalam pelarut. Jadi, secara umum, proses sol-gel terdiri dari transformasi kimia cairan (sol) menjadi keadaan gel dan selanjutnya setelah perlakuan dan transisi menjadi bahan oksida padat (Pokropivny *et al*, 2007). Menurut Nolan (2010), metode sol-gel memiliki beberapa keunggulan dibandingkan teknik sintesis lainnya seperti kemurnian, homogenitas, kontrol stoikiometri, kemudahan persiapan dan kemudahan memperkenalkan dopan, komposisi dan kemampuan untuk menghasilkan lapisan film tipis atau bubuk berpori. Keuntungan ini membuat teknik ini sebagai metode yang sangat menarik.

Teknik sol-gel adalah salah satu solusi pengolahan yang paling populer untuk produksi nanopartikel (kebanyakan oksida). Metode sol-gel tergolong metode yang mudah dan bekerja pada temperatur yang rendah dibanding menggunakan metode yang lain. Metode ini melibatkan serangkaian reaksi kimia yang mengubah secara ireversibel larutan homogen dari prekursor reaktan molekul (sol) menjadi polimer tiga dimensi (gel) yang membentuk padatan elastis yang mengisi volume yang sama dengan solusinya. Ada dua kemungkinan untuk melakukan sintesis sol-gel yaitu, non-alkoksida dan alkoksida. Sol-gel melibatkan proses hidrolisis dan proses kondensasi alkoksida logam diikuti oleh perlakuan panas pada suhu tinggi yang menginduksi polimerisasi, menghasilkan jaringan oksida logam (Nolan, 2010).



Gambar 2.8 Tahapan preparasi dengan metode sol-gel (Cahyani, 2011)

Proses sol-gel melibatkan hidrolisis dan kondensasi dari alkoksida logam diikuti oleh perlakuan panas pada suhu tinggi yang menyebabkan polimerisasi, menghasilkan jaringan oksida logam. Semakin rendah elektronegativitas logam transisi menyebabkan mereka menjadi lebih elektrofobik dan dengan demikian kurang stabil terhadap hidrolisis, kondensasi dan reaksi nukleofilik lainnya. Mengontrol kondisi bisa sulit tetapi kontrol yang sukses dari kondisi reaksi memiliki potensi untuk menghasilkan bahan dengan ukuran, bentuk dan struktur yang konsisten. Sol-gel adalah teknik sintesis yang murah dan dan memakai suhu yang rendah yang memungkinkan kontrol yang baik terhadap komposisi produk (Klein, 1994).

Dalam proses sol-gel, ada beberapa faktor yang berpengaruh dalam menghasilkan produk yang diinginkan, yaitu (Fernandez, 2011):

a. Senyawa

Senyawa logam yang digunakan sebagai bahan awal pada reaksi hidrolisis dan kondensasi disebut prekursor. Persyaratan umum dari prekursor yang digunakan adalah harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Perbedaan senyawa alkoksida yang digunakan sebagai prekursor dalam proses sol-gel akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori dan luas permukaan gel.

b. Katalis

Penggunaan katalis menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi lebih cepat dan sempurna. Katalis yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah asam-asam anorganik, seperti: HCl, HNO₃ dan H₂SO₄. Disamping itu, asam-asam organik juga dapat digunakan sebagai katalis, seperti: asam asetat atau pembentukan gel dan sifat fisik gel. Namun demikian, katalis tidak diperlukan dalam reaksi kondensasi.

c. Pelarut

Pada tahap awal pelarut digunakan untuk menghomogenkan campuran bahan dasar dan air karena sifat kepolarnya berbeda. Pelarut berfungsi untuk menghalangi pemisahan fasa cair-cair pada waktu reaksi hidrolisis dan mengontrol konsentrasi logam. Pelarut yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah alcohol. Hal ini disebabkan karena alcohol mempunyai tekanan uap yang lebih tinggi pada temperatur kamar.

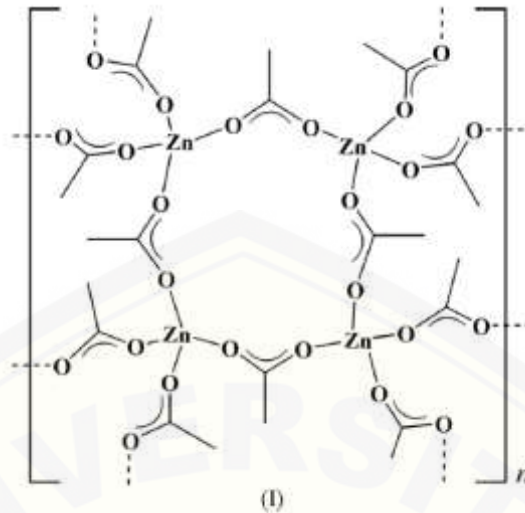
d. Temperatur

Temperatur dalam proses sol-gel akan mempengaruhi kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang telah dilakukan pada temperatur yang lebih tinggi dari temperatur kamar menyebabkan laju hidrolisis akan menjadi cepat dan juga menyebabkan gel cepat terbentuk.

2.3 Bahan Penyusun Nanopartikel ZnO

2.3.1 Prekursor Zinc Acetate Dihydrate

Zinc acetate dihydrate dengan rumus kimia Zn(CH₃CO₂)₂·2H₂O termasuk kedalam golongan garam (dalam kimia) dan dianggap sebagai bahan *ionic* (bahan yang terbentuk dari ion-ion yang mengalami gaya elektrostatis sehingga menyebabkan ion saling menempel) yang mana bisa terbentuk dari reaksi netralisasi (keseimbangan antara asam dan basa). Bahan ini biasanya terdapat dalam bentuk *dihydrate* (mengandung air) dan *anhydrate* (tidak mengandung air) dan berbentuk padat serta tidak berwarna. Struktur kristal dari bahan ini adalah *monoclinic* (P2/c) dan berbentuk dua-dimensioal (Hongshan He, 2006), seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.10 dibawah.



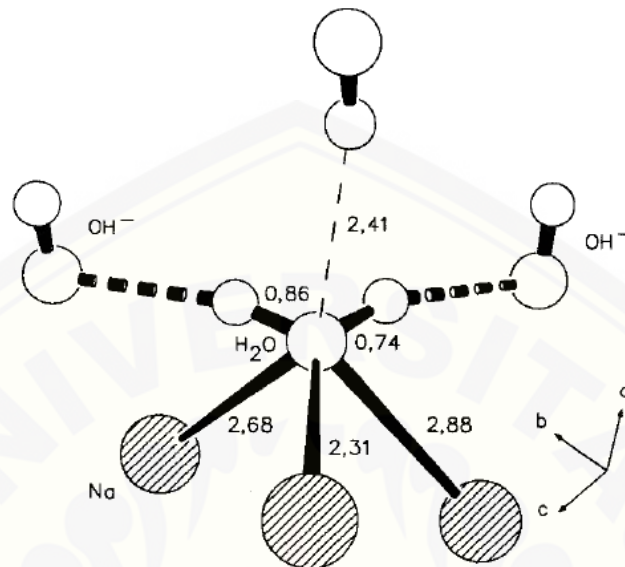
Gambar 2.9 Susunan atom kristal monoclinic Zinc Acetate (Hongshan He, 2006)

Zinc acetate biasanya digunakan pada industri skala besar seperti contohnya farmasi, suplemen makanan ternak, digunakan dalam proses pewarnaan dalam produksi katalis polimer dan lain sebagainya. *Zinc Acetate Dyhydrate* memiliki massa molar 219,5 gr/mol, massa jenis 1,735 gr/cm³ dan memiliki titik didih pada suhu 239°C (pada air titik didih 100°C) serta berbentuk padatan putih (Hongshan He, 2006).

2.3.2 Katalis *Sodium Hydroxide*

Sodium hidroksida atau yang biasa disebut dengan soda kaustik adalah bahan kimia anorganik yang memiliki rumus kimia NaOH. Bahan ini juga termasuk *ionic* yang terdiri dari kation Na⁺ dan anion OH⁻. Bahan ini termasuk bahan yang berbahaya bila terkena kulit, bisa menyebabkan reaksi alergi bahkan rasa terbakar pada kondisi temperatur ruang. Sodium Hidroksida ini memiliki struktur kristal *monohydrate* (Pbca) dengan diameter kisi a=1.1825 nm, b=0.6213 nm dan c=0.6069 nm. Tiap atom Sodium (Na) dikelilingi oleh enam atom oksigen (O), yang mana tiga diantaranya adalah anion OH⁻ dan tiga yang lain adalah molekul air. Atom hidrogen dari bentuk *hydroxyl* menempel kuat dengan atom oksigen pada tiap lapisan dan terikat kuat dengan ikatan hidrogen (gaya elektrostatis dari atom

hidrogen) diantara molekul air (Jacobs *et al.*, 1991), seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.11 dibawah.



Gambar 2.10 Struktur atom kristal monohydrate Sodium Hydroxide (Jacobs *et al.*, 1991)

Sodium hidroksida banyak digunakan pada beberapa industri besar, seperti pembuatan kertas, tekstil, sabun, detergen dan lain sebagainya. Pada dasarnya pembuatan bahan ini adalah dengan memperlakukan sodium carbonat dengan calcium hidroxyde pada reaksi metathesis (proses kimia yang melibatkan pertukaran ikatan antara dua atom yang berbeda), proses ini disebut *causticizing* (Jacobs *et al.*, 1991)

2.3.3 Polyethylene Glycol

Polyethylene glycol adalah polimer yang banyak digunakan pada skala industri besar seperti contohnya, industri pangan, kosmetik, farmasi dan lain sebagainya. Secara kimia bahan ini merupakan polimer sintetik (plastik: termoset atau termoplastik) yang larut dalam air dan memiliki struktur kimia gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung *oksietilen* (-CH₂-CH₂-O-). Bahan ini memiliki rumus kimia yaitu C_{2n+2}H_{4n+6}O_{n+2} dan massa molar 44n+62. Bentuk dari bahan ini adalah bening, cairan kental (pada kondisi berat molekul 200,400 dan 600), dan berbentuk serbuk putih (pada kondisi berat molekul 1500

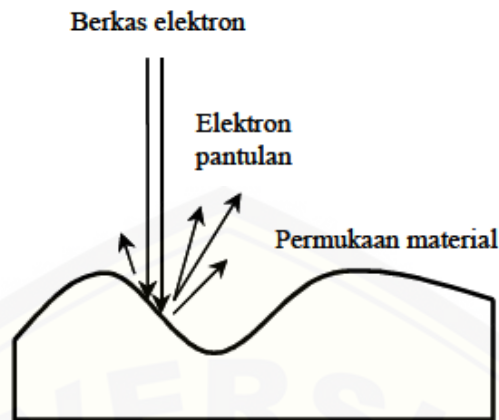
dan 4000) serta berbentuk bongkahan putih krim (pada berat molekul 4000 dan 6000). Sifat utama dari bahan ini adalah stabil, tersebar merata higroskopik (mudah menguap), dapat mengikat pigmen dan lain sebagainya (Kuixiong Gao, 1993).

2.4 Karakterisasi Material

Dalam pengembangannya, material nano diklasifikasikan menjadi tiga kategori, yaitu: material nano berdimensi nol (*nano particle*), material nano berdimensi satu (*nanowire*), dan material nano berdimensi dua (*thin films*) (Fernandez, 2011). Terdapat beberapa macam alat untuk mengkarakterisasi material yang berukuran nanometer. Mikroskop cahaya tidak dapat digunakan untuk mengkarakterisasi material yang berukuran nanometer. Hal ini dikarenakan panjang gelombang cahaya tampak yang digunakan pada mikroskop cahaya memiliki panjang gelombang yang lebih besar daripada dimensi sistem yang diamati. Seperti yang diketahui bahwa panjang gelombang cahaya tampak sekitar 400-700 nm. Oleh karena itu, mikroskop cahaya tidak bisa mengamati sistem yang berukuran nanometer.

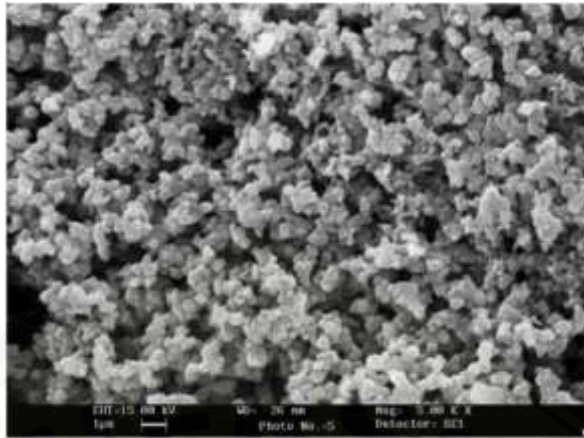
2.4.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi seperti diilustrasikan pada Gambar 2.11. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Mikrajuddin, 2009).



Gambar 2.11 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, 2009)

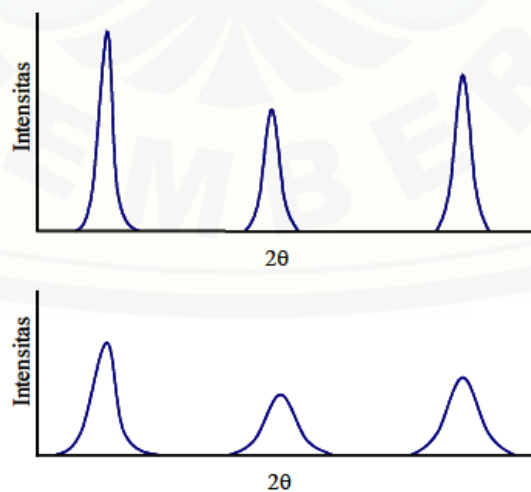
Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra permukaan yang tajam yaitu permukaan harus mempunyai sifat memantulkan elektron atau dengan kata lain dapat memantulkan elektron sekunder ketika SEM menembakan tepat ke permukaan benda. Karena, tingkat resolusi dari gambar akan berbeda jika panjang gelombang juga berbeda. Oleh karena itu, material yang mampu memantulkan gelombang elektromagnetik adalah logam, tetapi SEM dapat memotret material yang tidak memantulkan gelombang dengan teknik tertentu. Teknik tertentu itu adalah pelapisan tipis sample yang akan diuji dengan lapisan tipis emas-paladium (Ahzan *et al.*, 2011). Hasil dari pengujian SEM adalah seperti gambar 2.12 dibawah.



Gambar 2.12 Hasil analisa SEM nanopartikel ZnO (Azam et al., 2010)

2.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Pada penelitian ini difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Berdasarkan metode ini, makin kecil ukuran kristalinitas maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan, seperti diilustrasikan pada Gambar 2.14. Kristal yang berukuran besar dengan suatu orientasi menghasilkan puncak difraksi yang mendekati sebuah garis vertikal. Kristalinitas yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar dan memberikan informasi tentang ukuran kristalinitas.

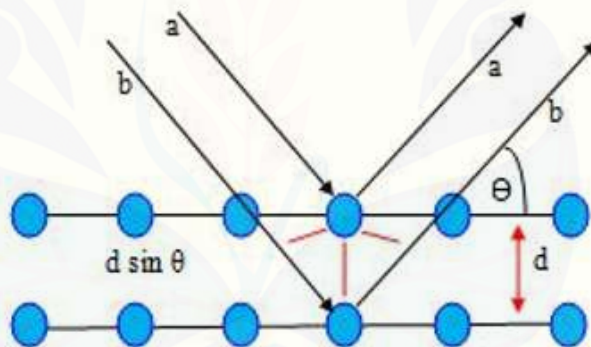


Gambar 2.13 Lebar puncak difraksi sinar-X (Khairurrijal, 2009)

Penyebab kristalinitas yang kecil menghasilkan puncak yang lebar adalah dikarenakan kristalinitas yang kecil memiliki bidang pantul sinar-X yang terbatas. Puncak difraksi dihasilkan oleh interferensi secara konstruktif cahaya yang dipantulkan oleh bidang-bidang kristal. Hubungan antara kristalinitas dengan lebar puncak difraksi dapat diprosimasi dengan persamaan *Scherrer*,

$$D \approx \frac{\lambda}{B \cos \theta B} \quad (2.1)$$

dimana D adalah ukuran (diameter) kristallites, 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 (Khairurrijal, 2009).



Gambar 2.14 Skema alat XRD (Hilma et al, 2014).

Secara umum teknik difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui kristalinitas dari suatu bahan seperti logam, keramik, polimer, dan komposit, dalam arti apakah suatu material memiliki fasa amorf atau kristal. Untuk bahan kristal, teknik ini juga menghasilkan informasi tentang struktur kristal, berupa parameter kisi dan jenis struktur. Penentuan struktur kristal dengan teknik sinar x didasarkan pada hukum *Bragg*, yang secara matematis dinyatakan dengan:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.2)$$

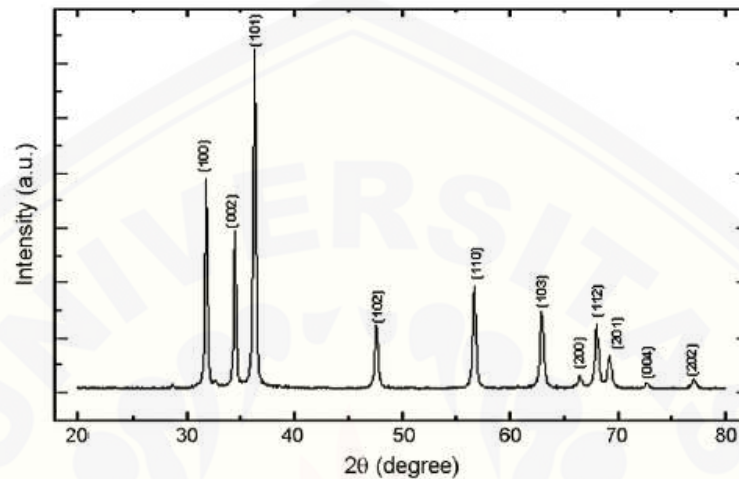
dengan:

n bilangan bulat 1, 2, 3

λ adalah panjang gelombang sinar-X

d adalah jarak antar bidang

θ adalah sudut difraksi .



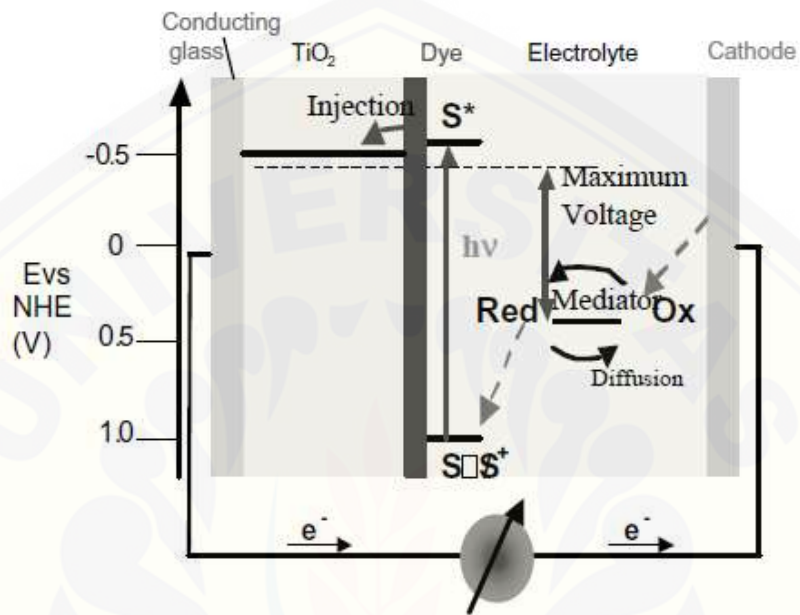
Gambar 2.15 Hasil XRD ZnO nanopartikel (Azam *et al.*, 2010)

Hukum *Bragg* menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus merupakan kelipatan panjang gelombang. Secara umum pada proses difraksi sinar-X, apabila suatu bahan dikenai sinar-X maka intensitas sinar-X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-x yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi inilah yang kemudian dikenal sebagai Hukum *Bragg* (Hilma *et al.*, 2014).

2.5 Aplikasi Nanopartikel ZnO

Penelitian ilmiah tentang nanopartikel sangat hebat karena mereka memiliki banyak aplikasi potensial di bidang kedokteran, fisika, optik, dan elektronik. Nanoteknologi mungkin memiliki kemampuan untuk membuat aplikasi medis yang ada menjadi lebih murah dan lebih mudah digunakan di tempat-tempat seperti kantor dokter umum dan di rumah. Mobil sedang diproduksi dengan

nanomaterial sehingga mereka mungkin membutuhkan lebih sedikit logam dan lebih sedikit bahan bakar untuk beroperasi di masa depan. Salah satu pengaplikasian nanopartikel ZnO dalam optik dan fotolistrik adalah sebagai zat perantara pada DSSC (*Dye-Sensitized Solar Cell*).



Gambar 2.16 Dye-Sensitized Solar Cell (Gratzel, 2003)

Dalam aplikasi DSSC saat ini ZnO telah dipertimbangkan sebagai alternatif pengganti TiO₂ karena beberapa pertimbangan. Salah satunya alasan strategis adalah bahwa ZnO memiliki energi pita celah yang hampir sama dengan TiO₂ yaitu sebesar 3.07 eV. Selain itu ZnO dapat difabrikasi dengan berbagai macam sintesis sederhana untuk memperoleh bentuk morfologi struktur nano yang bervariasi dan ukuran yang berbeda-beda. Salah satu alasan lainnya adalah sifat optik pada ZnO yaitu sifat cahaya pendar (*luminescence*), dimana nanostruktur ZnO dengan diameter yang lebih kecil akan mempunyai sifat absorpsi cahaya yang lebih baik (Ramadhita, 2011).

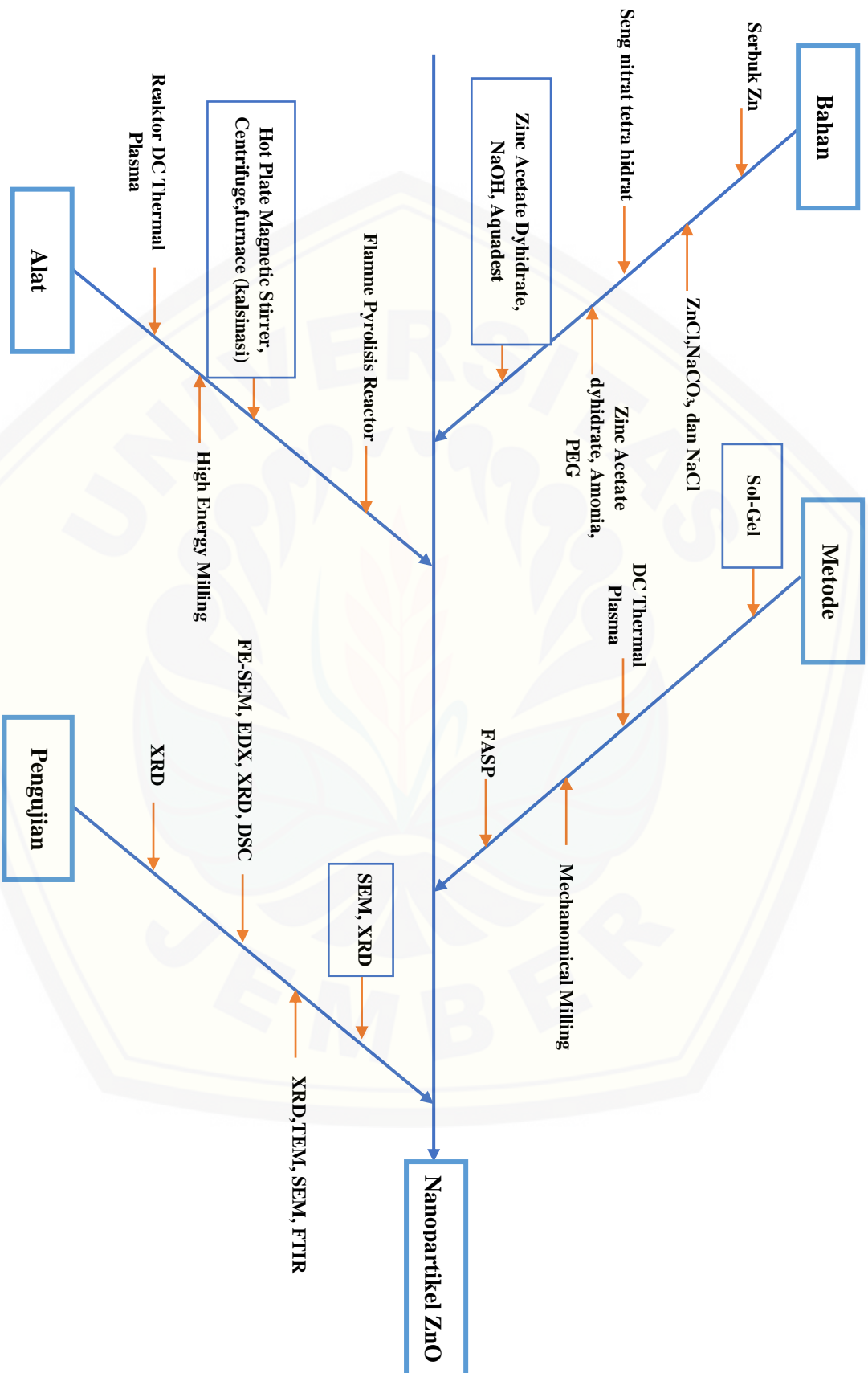
Pada proses foto-kimiawi di dalam DSSC, mekanisme yang melibatkan penyerapan energi foton sangat ditentukan oleh besarnya energi celah pita (*band gap*). Semakin besar pita celah energi dari suatu struktur nanopartikel semikonduktor oksida, maka dibutuhkan energi foton yang semakin tinggi untuk

dapat mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Hal ini menggeser rentang spektrum cahaya matahari yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron ke panjang gelombang yang lebih pendek (*UV-region*) dan ini membatasi penggunaan dari DSSC itu sendiri. Sebaliknya, dengan tingkat kristalinitas yang tinggi, diharapkan energi celah pita dari nanopartikel ZnO akan mendekati nilai material ruahnya (*bulk*) sehingga aplikasinya di dalam DSSC dapat mengakomodasi spektrum cahaya matahari dengan intensitas energi foton yang lemah sekalipun (seperti kondisi cuaca berawan dan penggunaan di dalam ruangan) (Ramahdita, 2011).

Mempertimbangkan pentingnya hubungan antara ukuran nanopartikel dan performa fungsional yang dihasilkan, maka diperlukan suatu penelitian yang mampu meningkatkan kristalinitas nanopartikel ZnO melalui suatu metode yang dapat dilakukan dengan fasilitas-fasilitas laboratorium standar pada temperatur dan konsumsi energi yang relatif rendah. Dalam penelitian kali ini akan digunakan metode sol-gel yang dimana metode ini mempunyai beberapa keuntungan diantaranya mudah dilakukan, bahan mudah didapat dan bekerja pada suhu rendah.

2.6 Diagram Fishbone

Fishbone merupakan sebuah diagram yang menunjukkan perkembangan penelitian yang telah dilakukan paada pembuatan nanopartikel ZnO menggunakan beberapa metode dan teknik yang berbeda yang dapat dilihat pada Gambar 2.18 dibawah ini:



Gambar 2.17 Diagram fishbone

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode sol-gel, yaitu sebuah metode kimia untuk menghasilkan nanopartikel ZnO menggunakan variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* dan dicampur dengan katalis basa NaOH yang ditambahkan *Polyethylene Glycol* hingga menghasilkan gel ZnO dan dikalsinasi pada suhu 700°C dengan *holding time* 2 jam menjadi nanopartikel padat.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Pembuatan sampel nanopartikel ini dilakukan di Laboratorium Material Maju, CDAST (*Center for Development of Advance Science and Technology*), Universitas Jember. Penelitian ini dilakukan pada bulan April 2018 sampai selesai.

3.3 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan adalah sebagai berikut:

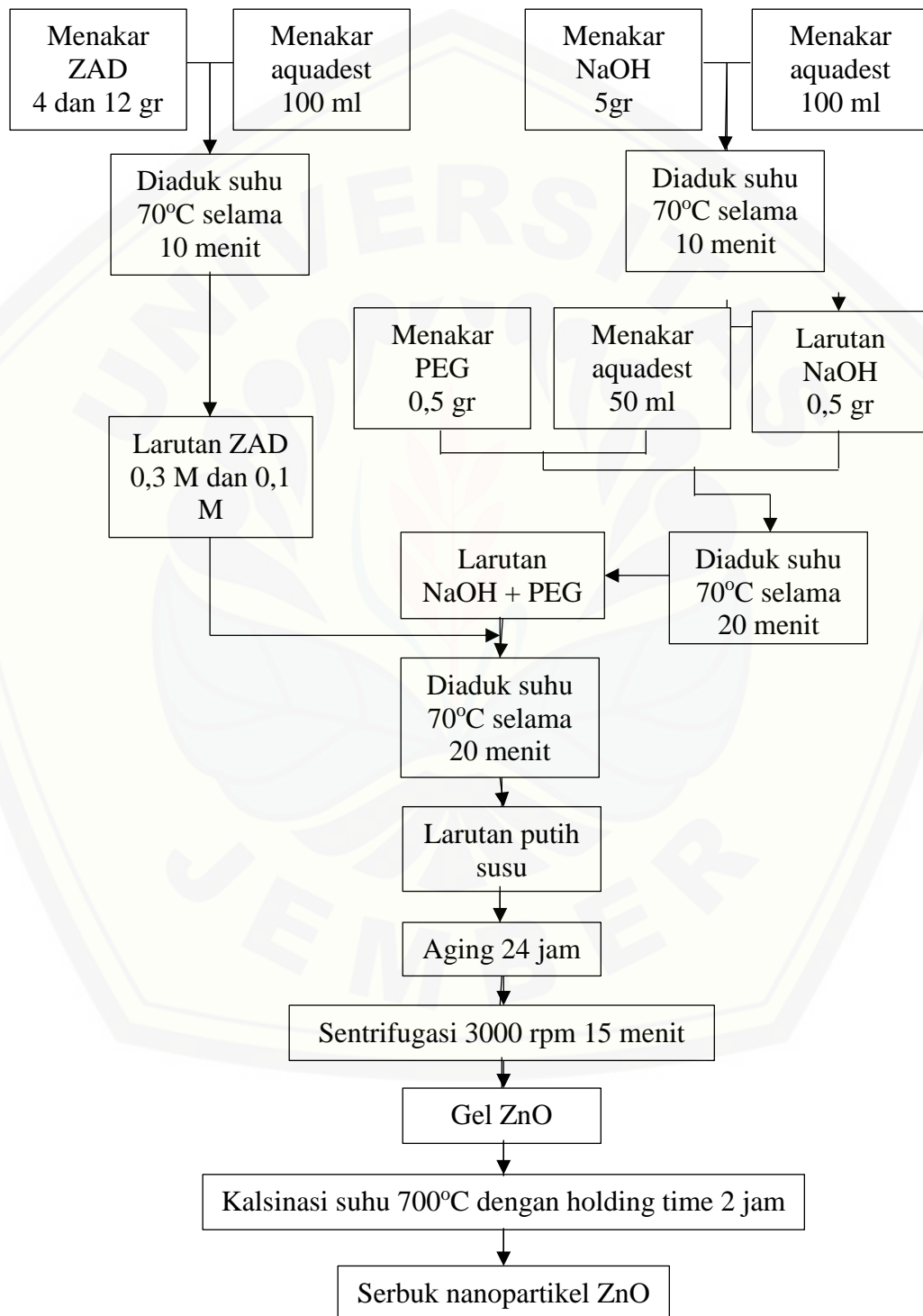
Tabel 3.1 Alat dan Bahan

Alat	Bahan
Hot plate and magnetic stirrer	Zinc Acetate Dihydrate
Centrifuge	NaOH
Gelas ukur	Aquadest
Cawan 50 ml	Polyethylene Glycol
Pipet	
Termometer	
Timbangan digital	
Furnace	
pH meter	
SEM	
XRD	

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi prekursor

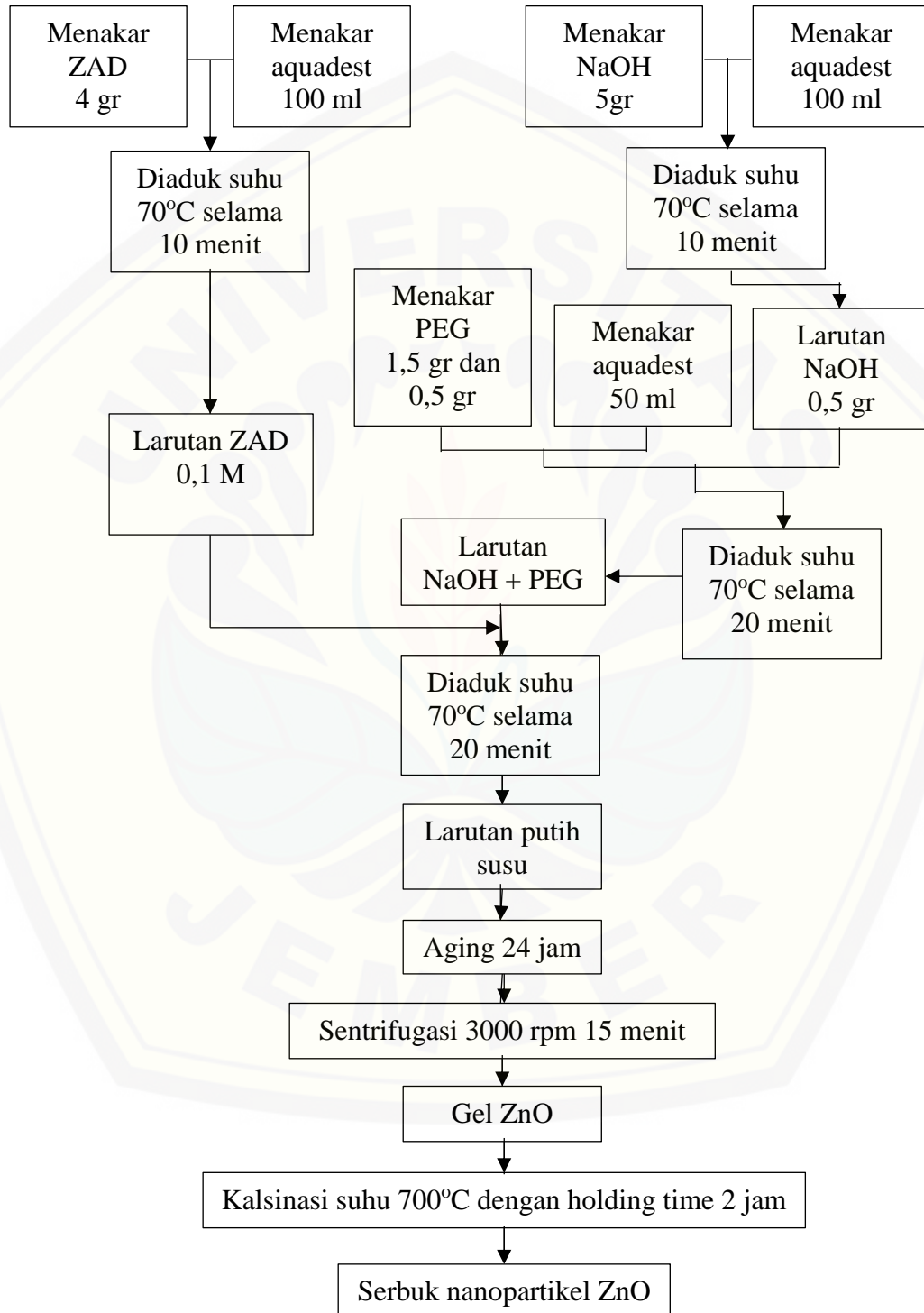
Preparasi serbuk nanopartikel ZnO dengan variasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* 0,3 M dan 0,1 M adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1 Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi prekursor

3.4.2 Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi *Polyethylene Glycol*

Preparasi serbuk nanopartikel ZnO dengan variasi prekursor Polyethylene Glycol 1,5 gr dan 0,5 gr adalah sebagai berikut:



Gambar 3.2 Tahapan preparasi nanopartikel ZnO variasi *Polyethylene Glycol*

3.5 Pengujian sampel

3.5.1 Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)

Hasil penelitian akan disajikan dalam bentuk gambar uji SEM dengan variasi konsentrasi prekursor dan variasi *Polyethylene Glycol* menggunakan metode sol-gel pada nanopartikel ZnO. Pengamatan pada penelitian ini yaitu pengaruh konsentrasi prekursor dan variasi *Polyethylene Glycol* terhadap ukuran nanopartikel yang dihasilkan. Alat uji SEM yang digunakan adalah alat uji NDT SEM FEI merk *Impact S50* di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju Fakultas MIPA Universitas Negeri Malang.

Bentuk morfologi dan ukuran partikel dari nanopartikel dikarakterisasi menggunakan alat uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Prosedur uji SEM adalah sebagai berikut:

1. Siapkan Alat pengujian NDT SEM FEI merk *Impact S50* seperti yang ditampilkan pada gambar 3.3.
2. Preparasi sampel serbuk nanopartikel ZnO di tempat yang telah disediakan.
3. Melapisi sampel serbuk nanopartikel ZnO dengan bahan konduktif (misal dalam uji kali ini menggunakan emas (*Au*))
4. Taruh sampel yang sudah siap diuji pada *stage* seperti gambar 3.3.
5. Masukkan *stage* kedalam alat NDT SEM FEI merk *Impact S50*.
6. Kemudian sampel siap di uji dengan pembesaran yang dikehendaki dan gambar ditampilkan pada layar monitor.



Gambar 3.3 Alat uji NDT SEM FEI merk Impact S50

3.5.2 Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

Hasil penelitian akan disajikan dalam bentuk grafik uji XRD dengan variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* dan variasi *Polyethylene Glycol* menggunakan metode sol-gel pada nanopartikel ZnO. Pengamatan pada penelitian ini yaitu pengaruh konsentrasi prekursor dan variasi *Polyethylene Glycol* terhadap ukuran kristal nanopartikel ZnO yang dihasilkan. Alat uji *X-Ray Diffraction* (XRD) yang digunakan adalah alat uji XRD merk *PanAnalytical*, *Type: E'xpert Pro* di Laboratorium Energi dan Lingkungan Fakultas Teknik Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Ukuran, bentuk dan parameter kisi kristal yang terbentuk dari nanopartikel dikarakterisasi menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD). Prosedur uji XRD adalah sebagai berikut:

1. Siapkan sampel serbuk yang akan dianalisis.
2. Golongkan sampel serbuk nanopartikel yang akan dianalisis guna menentukan panjang gelombang yang dipakai.
3. Ambil sampel serbuk dan letakan kedalan kaca preparat untuk sample (sample holder) serta beri nama atau kode pada setiap sampel.
4. Letakan kaca preparat yang berisi sampel tersebut kedalah mesin XRD.
5. Sampel siap ditembak dan dianalisis dengan mesin XRD merk *PanAnalytical*, *Type: E'xpert Pro*.



Gambar 3.4 Alat uji XRD merk *PanAnalytical*, Type: *E'xpert Pro*

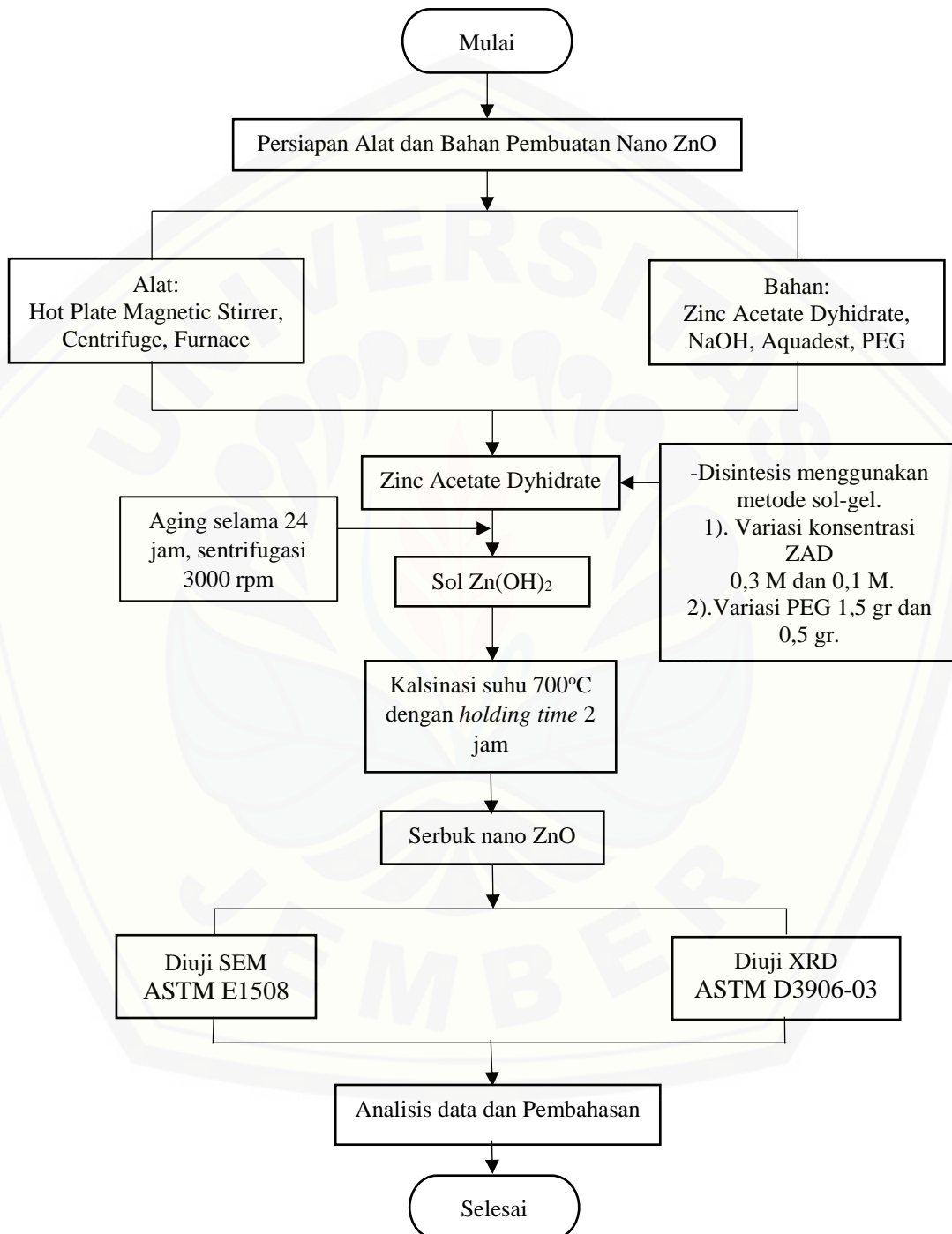
3.6 Analisa Data

Analisa data setelah diperoleh hasil pengujian pada nanopartikel ZnO sebagai berikut:

1. Analisa pengaruh variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dyhydrate* dan *Polyethyelene Glycol* terhadap ukuran dan morfologi nanopartikel ZnO yang dihasilkan.
2. Analisa pengaruh variasi konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dyhydrate* dan *Polyethyelene Glycol* terhadap ukuran, bentuk dan parameter kisi kristal yang terbentuk pada nanopartikel ZnO yang dihasilkan.

3.7 Diagram Alir

Diagram alir penelitian nanopartikel ZnO metode sol-gel adalah sebagai berikut:



Gambar 3.6 Diagram alir penelitian

BAB 5 KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil pengujian SEM menunjukkan bahwa rata-rata pertambahan ukuran partikel nanopartikel ZnO yang dihasilkan dengan menggunakan variasi prekursor *Zinc Acetate Dhydrate* 0,3 M menjadi 0,1 M adalah 86,62 nm menjadi 69,30 nm dan partikel berbentuk bulat serta beraglomerasi.
2. Hasil pengujian SEM menunjukkan bahwa rata-rata pertambahan ukuran partikel nanopartikel ZnO yang dihasilkan dengan menggunakan variasi *Polyethylene Glycol* 1,5 gr menjadi 0,5 gr adalah 157 nm menjadi 123 nm dan partikel berbentuk bulat serta beraglomerasi.
3. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa ukuran kristalin yang dihasilkan adalah dengan variasi prekursor *Zinc Acetate Dhydrate* 0,3 M menjadi 0,1 M adalah 86,62 nm menjadi 12,60 nm.
4. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa ukuran kristalin yang dihasilkan adalah dengan variasi *Polyethylene Glycol* 1,5 gr menjadi 0,5 gr adalah 121,49 nm menjadi 94,77 nm.
5. Parameter kisi kristalin nanopartikel ZnO yang dihasilkan adalah $a=3,2714 \text{ \AA}$ dan $c=5,2121 \text{ \AA}$. Struktur dan formasi atom kristalin nanopartikel ZnO yang terbentuk adalah *hexagonal*.

5.2 Saran

Penelitian ini perlu dikembangkan lagi untuk menghasilkan nanopartikel *Zinc Oxide* yang memiliki karakterisasi optimum, maka:

1. Perlu dilakukan penelitian tentang variasi suhu kalsinasi, tinggi rendah pH, waktu aging dan *holding time* kalsinasi.
2. Perlu dilakukan penelitian tentang penggunaan katalis yang berbeda.
3. Perlu dilakukan penelitian dengan variasi yang lebih banyak lagi.

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
- Achmad Sholihin, 2016, *Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Seng Oksida Metode Direct Current Thermal Plasma*, Fakultas Teknik Unej
- Ahzan,S., Purwaningsih S. Y., dan Darminto. 2011. *Sintesis Lapisan ZnO dengan Metode Sol-Gel Spincoating dan Karakterisasi Sifat Optiknya*. Surabaya: ITS
- A.J. Hashim*, M.S. Jaafar, Alaa J. Ghazai, N.M. Ahmed. 2011. *Fabrication and characterization of ZnO thin film using sol–gel method*. Optik
- Akhmad Herman Yuwono, Badrul Munir, Alfian Ferdiansyah, Arif Rahman, Wulandari Handini,"*Dye Sensitized Solar Cell with Conventionally Annealed and Post-Hydrothermally Treated Nanocrystalline Semiconductor Oxide TiO₂ Derive from Sol-Gel Process*", Jurnal Makara Seri Teknologi, under review.
- Ameer Azam*, Faheem Ahmed, Nishat Arshi, M. Chaman, A.H. Naqvi. 2010. *Formation and characterization of ZnO nanopowder synthesized by sol–gel method*. Journal of Alloys and Compounds
- Cinde Puspita Wulandari, 2016, *Sintesis Dan Karakterisasi Lapis Tipis ZnO Dengan Rasio Variasi Konsentrasi Prekursor Dan Konsentrasi Basa*, Jember, Jurusan Kimia FMIPA Unej
- Iskandar R. Mochamad. 2015. Struktur dan Sifat Optik ZnO Nanorod yang Disintesis Menggunakan Metode Sol-Gel.
- Grätzel, M. 2003. Dye-sensitized solar cells. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 4(2), 145–153.
- Ghiska Ramahdita, 2011, *Karakterisasi Nanopartikel ZnO Hasil Sintesis Dengan Metode Presipitasi Dan Perlakuan Pra-Hidrothermal*, Fakultas Teknik Universitas Indonesia
- H. Aydın, H.M. El-Nasser, C. Aydın, Ad.A. Al-Ghamdi, F. Yakuphanoglu, Synthesis and characterization of nanostructured undoped and Sn doped ZnO Thin Films via Sol-Gel Approach, *Applied Surface Science* (2015), <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.02.189>

- Huan Yuan, Li Zhang, Ming Xu, Xiaosong Du. 2015. *Effect of Sol pH on Microstructures, Optical and Magnetic Properties of (Co,Fe)-codoped ZnO films synthesized by Sol-Gel method*. Journal of Alloys and Compounds
- Hongshan He, 2006, *A new monoclinic polymorph of anhydrous zinc acetate*, Acta Crystallographica Section E Structure Reports ISSN 1600-5368
- H. JACOBS* und U. METZNER, 1991, Ungewöhnliche H-Brückenbindungen i Natriumhydroxidmonohydrat: Röntgen- und Neutronenbeugung an NaOH H₂O bzw. NaOD D₂O, Do r t m u n d, Fachbereic Chemie der Universitlt, Z. anorg. allg. Chem. 597 (1991) 97-106
- J.N. Hasnidawani, H.N. Azlina, H. Norita, N.N. Bonnia S. Ratim and E.S. Ali. (2016). *Synthesis of ZnO Nanostructures Using Sol-Gel Method*. Procedia Chemistry, 19, 211-216.
- J. Ungula, B.F. Dejene. 2016. *Effect of solvent medium on the structural, morphological and optical properties of ZnO nanoparticles synthesized by sol-gel method*. Physica B: Physics of Condensed Matter
- Jinxia Duan, Xintang Huang *, Enke Wang, 2006, *PEG-assisted synthesis of ZnO nanotubes*, College of Physical Science and Technology, Central China Normal University, Wuhan 430079, PR China
- Kausar Harun, Norsakinah Mansor, Zainal Arifin Ahmad, Ahmad Azmin Mohamad. 2016. *Electronic properties of ZnO nanoparticles synthesized by Solgel method: A LDA+U calculation and experimental study*. Procedia Chemistry 19 (2016) 125 – 132
- Khalaf AL ABDULLAHa, Sahar AWADa, Jean Zaraketb and Chafic Salameb. 2017. *Synthesis of ZnO Nanopowders By Using Sol-Gel and Studying Their Structural and Electrical Properties at Different Temperature*. Energy Procedia 119 (2017) 565–570
- Khairurrijal, 2008, *Review: Sintesis Nanomaterial*, Jurnal Nanosains & Nanoteknologi ISSN 1979-0880 Vol. 1 No.2, Juli 2008
- L. Znaidi , T. Chauveau, A. Tallaire, F. Liu, M. Rahmani, V. Bockelee, D. Vrel, P. Doppelt. 2015. *Textured ZnO thin films by sol–gel process: Synthesis and characterizations*. Thin Solid Films
- M Abdullah, T. Isakndar, S. Shibamoto, T. Ogi, and uyama, Acta Materialia, **52**, 5151 (2004).

- M.Huang, S.Mao, H.Feick, HQ. Yan, Y.Y. Wu, H.Kind, E.Weber, R.Russo and P.D. Yang, *Science*, 292, 1897 (2001).
- Muneer M. Ba-Abbad a,†, Abdul Amir H. Kadhum a, Abu Bakar Mohamad a, Mohd S. Takriff a, Kamaruzzaman Sopian, 2013, *The effect of process parameters on the size of ZnO nanoparticles synthesized via the sol-gel technique*, *Journal of Alloys and Compounds*
- Mikrajuddin Abdullah & Kikuo Okuyama, PROC. ITB Eng. Science Vol. 36 B, No. 2, 2004, 141-153, *Zinc Oxide Nanoparticles Prepared By a Simple Heating: Effect of Polymer Addition and Polymer Absence on the Morphology*, Department of Physics, Bandung Institute of Technology Jl. Ganeca 10 Bandung 40132, Indonesia E-mail: din@hiroshima-u.ac.jp
- Nolan, N.T. 2010. *Sol-Gel Synthesis and Characterisation of Novel Metal Oxide Nanomaterials for Photocatalytic Applications*. Doctoral Thesis. Dublin Institute of Technology. doi:10.21427/D7SW22
- N.B. Ibrahim*, S.M. AL-Shomar, Sahrim Hj. Ahmad. 2013. *Effect of aging time on the optical, structural and photoluminescence properties of nanocrystalline ZnO films prepared by a sol-gel method*. *Applied Surface Science*
- N.Daneshvar M.H.Rasoulifard 1 A.R.Khataee 1 F.Hosseinzadeh 1, 2007, *Removal of C.I. Acid Orange 7 from aqueous solution by UV irradiation in the presence of ZnO nanopowder*, *Journal of Hazardous Materials Volume* 143, Issues 1-2, 8 May 2007, Pages 95-101
- Pandu Purnomo. 2013. *Sintesis A-Fe₂O₃ Menggunakan Metode Sol-Gel*. Departemen Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor
- Robina Ashraf*, Saira Riaz, Syed Sajjad Hussain, Shahzad Naseem, 2015, *Effect of pH on properties of ZnO nanoparticles*, *International Conference on Solid State Physics 2013 (ICSSP'13)*, *Materials Today: Proceedings 2 (2015) 5754 – 5759*
- S.S. Alias, A.B. Ismail, A.A. Mohamad. 2010. *Effect of pH on ZnO nanoparticle properties synthesized by sol-gel centrifugation*. *Journal of Alloys and Compounds*
- V. Pokropivny, R. Lohmus, I. Hussainova, A. Pokropivny, S. Vlassov. *Introduction in nanomaterials and nanotechnology*. – University of Tartu. –2007, 225p.
- Y. Wang dan N. Herron, *J. Phys. Chem.* 95, 525 (1991).

LAMPIRAN

Lampiran A.

A. 1 perhitungan ukuran kristal variasi prekursor ZAD 0,1 M

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

$$= \frac{2,5527}{2} \times \frac{3,14}{180}$$

$$= 0,0222 \text{ radian}$$

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,0222 \cdot \cos 18,12}$$

$$= 8,37 \text{ nm}$$

2. perhitungan ukuran kristal variasi prekursor ZAD 0,3 M

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

$$= \frac{2,3208}{2} \times \frac{3,14}{180}$$

$$= 0,02024 \text{ radian}$$

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,02024 \cdot \cos 18,11}$$

$$= 9,26 \text{ nm}$$

3. perhitungan ukuran kristal variasi PEG 0,5 gr

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

$$= \frac{2,5526}{2} \times \frac{3,14}{180}$$

$$= 0,0221 \text{ radian}$$

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,0221 \cdot \cos 18,14}$$

$$= 8,37 \text{ nm}$$

4. perhitungan ukuran kristal variasi PEG 1,5 gr

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

$$= \frac{2,5527}{2} \times \frac{3,14}{180}$$

$$= 0,0226 \text{ radian}$$

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,0226 \cdot \cos 18,10}$$

$$= 8,50 \text{ nm}$$

5. perhitungan parameter kisi kristal nanopartikel ZnO

Untuk mendapatkan nilai parameter kisi kristal nanopartikel ZnO maka perlu kita hitung dengan rumus *Cohen* yang bisa dilihat pada tabel dibawah.

$$C = \frac{\lambda^2}{3a^2}, a = (h^2 + hk + k^2), B = \frac{\lambda^2}{4c^2}, \gamma = l^2, A = \frac{D}{10}, \text{ dan } \delta = 10 \sin^2 2\theta$$

peak	h	k	l	2 θ	θ	α	Γ	β	α^2	γ^2	β^2	$\alpha \cdot \gamma$	$\gamma \cdot \beta$	$\alpha \cdot \beta$	Sin ² 2 θ	Sin ² θ	α Sin ² θ	γ Sin ² θ	β Sin ² θ
1	1	0	0	31,73	15,865	1	0	0,9544	1	0	0,9108	0	0	0,95441	0,0954	0,0244	0,0244	0	0,0233
2	1	0	0	31,81	15,905	1	0	1,4741	1	0	2,1732	0	0	1,4741	0,1474	0,0383	0,0383	0	0,0564
3	0	0	2	34,42	17,21	0	4	0,1879	0	16	0,0353	0	0,7517	0	0,0187	0,9952	0	3,9811	0,1870
4	0	0	2	34,51	17,255	0	4	0,0225	0	16	0,0005	0	0,0902	0	0,0022	0,9994	0	3,9977	0,0225
5	1	0	1	36,22	18,11	1	1	9,9161	1	1	98,330	1	9,9161	9,9161	0,9916	0,4542	0,4542	0,4542	4,5041
6	1	0	1	36,31	18,155	1	1	9,6735	1	1	93,577	1	9,6735	9,6735	0,9673	0,4096	0,4096	0,4096	3,9628
7	0	1	2	47,51	23,755	1	4	1,4181	1	16	2,0112	4	5,6727	1,4181	0,1418	0,9631	0,9631	3,8527	1,365
8	0	1	2	47,64	23,82	1	4	2,435	1	16	5,9313	4	9,7417	2,4354	0,2435	0,9348	0,9348	3,7394	2,2768
9	1	1	0	56,53	28,265	3	0	0,0034	9	0	1,2141	0	0	0,0104	0,0003	8,7118	0,0002	0	3,0356
10	1	1	0	56,68	28,34	3	0	0,1714	9	0	0,0294	0	0	0,5144	0,0171	0,0043	0,0129	0	0,0007
11	0	1	3	62,83	31,415	1	9	3,43	1	81	1,1791	9	0,0003	3,4338	3,4338	8,5846	8,5846	7,7262	2,9478
12	0	1	3	63	31,5	1	9	0,2800	1	81	0,0784	9	2,5207	0,2800	0,0280	0,0070	0,0070	0,0634	0,0019
13	2	0	0	66,3	33,15	4	0	1,0290	16	0	1,0588	0	0	4,1160	0,1029	0,9735	3,8943	0	1,0018
14	2	0	0	66,48	33,24	4	0	2,3538	16	0	5,5407	0	0	9,4154	0,2353	0,9372	3,7488	0	2,2060
15	1	1	2	67,89	33,945	3	4	8,8514	9	16	78,347	12	35,4056	26,5542	0,8851	0,3305	0,9916	1,3221	2,9257
16	1	1	2	68,08	34,04	3	4	7,393	9	16	54,670	12	29,5758	22,1819	0,7393	0,2447	0,7342	0,9790	1,8097
17	2	0	1	69,01	34,505	4	1	0,1099	16	1	0,0120	4	0,1099	0,4397	0,0109	0,002	0,0110	0,0027	0,0003
18	2	0	1	69,2	34,6	4	1	0,0720	16	1	0,005	4	0,0720	0,2880	0,0072	0,0018	0,0072	0,0018	0,0001

19	0	0	4	72,56	36,28	0	16	0,8924	0	256	0,7964	0	14,2790	0	0,0892	0,9771	0	15,6346	0,8720
20	0	0	4	72,77	36,385	0	16	2,4119	0	256	5,8174	0	38,5909	0	0,2411	0,9355	0	14,968	2,2564
21	2	0	2	76,88	38,44	4	4	9,9209	16	16	98,425	16	39,6838	39,6838	0,9920	0,4555	1,8221	1,8221	4,5194
22	2	0	2	77,11	38,555	4	4	9,802	16	16	96,090	16	39,2102	39,2102	0,9802	0,5702	2,2810	2,2810	5,5899
23	0	1	4	81,36	40,68	1	16	0,997	1	256	0,995	16	15,9672	0,9979	0,0997	0,0256	0,0256	0,409	0,0255
24	0	1	4	81,6	40,8	1	16	0,0661	1	256	0,0043	16	1,0580	0,0661	0,0066	0,0016	0,0016	0,0264	0,0001
25	0	2	3	89,53	44,765	4	9	9,9997	16	81	99,994	36	89,997	39,9988	0,9999	0,4973	1,9892	4,4757	4,9729
26	0	2	3	89,82	44,91	4	9	9,2116	16	81	84,853	36	82,9045	36,8464	0,921	0,640	2,5615	5,7635	5,8990
27	2	1	0	92,66	46,33	7	0	9,9971	49	0	99,94	0	0	69,9798	0,9997	0,5084	3,5594	0	5,0834
28	2	1	0	92,96	46,48	7	0	9,2201	49	0	85,011	0	0	64,5412	0,9220	0,360	2,5226	0	3,3227
29	2	1	1	95,18	47,59	7	1	6,4472	49	1	41,566	7	6,4472	45,1304	0,6447	0,20	1,4138	0,2019	1,3021
30	2	1	1	95,49	47,745	7	1	8,9586	49	1	80,257	7	8,9586	62,7107	0,8958	0,3386	2,3705	0,3386	3,0338
31	1	1	4	98,55	49,275	3	16	8,4098	9	256	70,725	48	134,557	25,2296	0,8409	0,6993	2,0981	11,1901	5,881
32	1	1	4	98,88	49,44	3	16	9,9358	9	256	98,721	48	158,9738	29,8076	0,9935	0,5400	1,6201	8,6406	5,365
33	1	0	0	31,73	15,865	1	0	0,9544	1	0	0,91	0	0	0,9544	0,0954	0,0244	0,0244	0	0,0233
Σ									388	1994	1205,916	306	734,1595	543,875			34,49	84,557	68,4710

Tabel perhitungan parameter kisi nanopartikel ZnO

Setelah menghitung menggunakan rumus diatas maka langkah selanjutnya adalah menghitung nilai C, B dan A menggunakan rumus yang ada dibawah.

Nilai C, B dan A dapat diperoleh dari 3 persamaan:

$$\sum \alpha \sin^2 \theta = C \sum \alpha^2 + B \sum \alpha \gamma + A \sum \alpha \delta$$

$$\sum \gamma \sin^2 \theta = C \sum \alpha \gamma + B \sum \gamma^2 + A \sum \gamma \delta$$

$$\sum \delta \sin^2 \theta = C \sum \alpha \delta + B \sum \gamma \delta + A \sum \delta^2$$

Lalu hasil pada tabel disubstitusikan pada rumus diatas.

$$34,49 = 388 C + 306 B + 543,875 A$$

$$84,557 = 306 C + 1994 B + 734,159 A$$

$$68,471 = 543,875 C + 734,159 B + 1205,916 A$$

Lalu nilai C, B dan A diatas dihitung menggunakan determinan matriks Ax=B seperti yang dicontohkan dibawah.

$$|A| = \begin{vmatrix} 388 & 306 & 543,875 \\ 306 & 1994 & 734,159 \\ 543,875 & 734,159 & 1205,91 \end{vmatrix} = 265478872,5$$

Lalu determinankan lagi menjadi A=|A1|

$$|A1| = \begin{vmatrix} 34,49 & 306 & 543,875 \\ 84,557 & 1994 & 734,159 \\ 68,471 & 734,159 & 1205,91 \end{vmatrix} = 8046848,418$$

Lalu determinankan sekali lagi menjadi |A1| = |A2|

$$|A2| = \begin{vmatrix} 388 & 34,49 & 543,875 \\ 306 & 84,557 & 734,159 \\ 543,875 & 68,471 & 1205,91 \end{vmatrix} = 7487728,561$$

Nilai C didapatkan dari rumus dibawah.

$$C = \frac{|A1|}{|A|} = 0,030311$$

Nilai B didapatkan dari rumus dibawah.

$$B = \frac{|A2|}{|A|} = 0,028205$$

Nilai parameter kisi kristal nanopartikel ZnO a dan c didapatkan dengan rumus dibawah.

Parameter kisi a :

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \cdot \sqrt{C}}$$

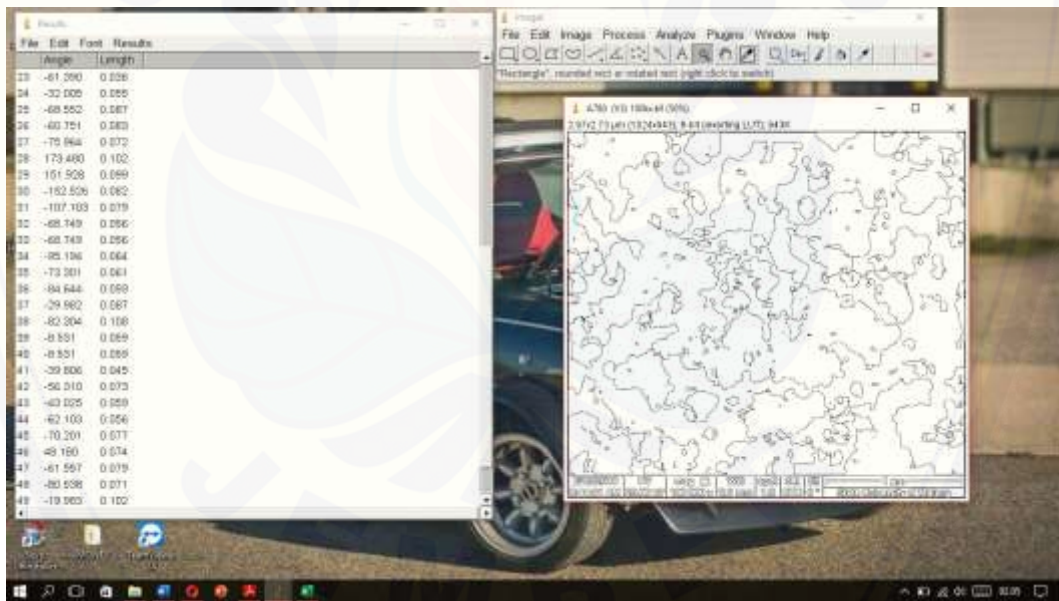
$$a = \frac{0,154}{\sqrt{3} \cdot \sqrt{0,030311}} = 5,1069$$

Parameter kisi c :

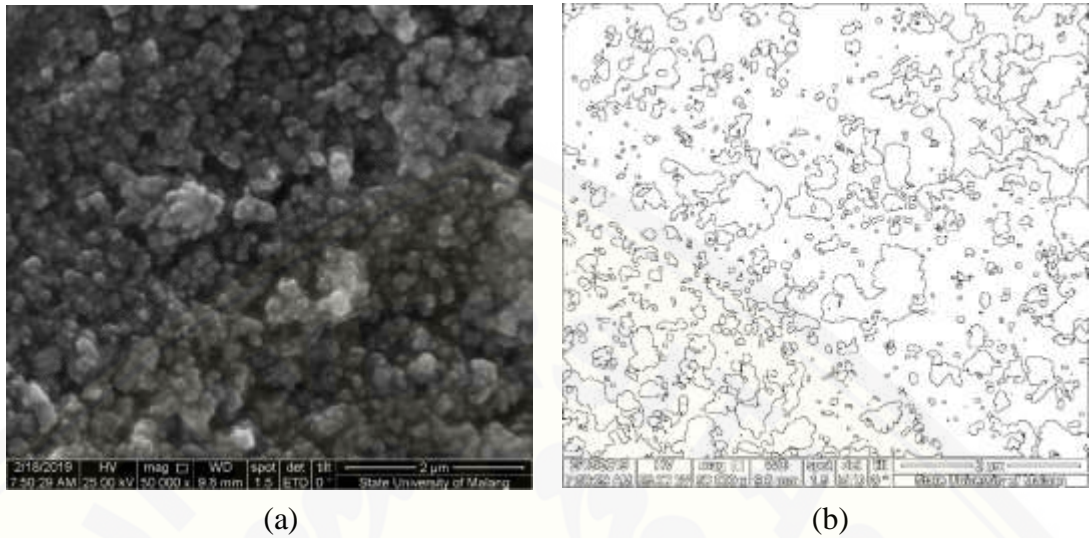
$$c = \frac{0,154}{2 \cdot \sqrt{0,028205}} = 0,1293$$

Lampiran B

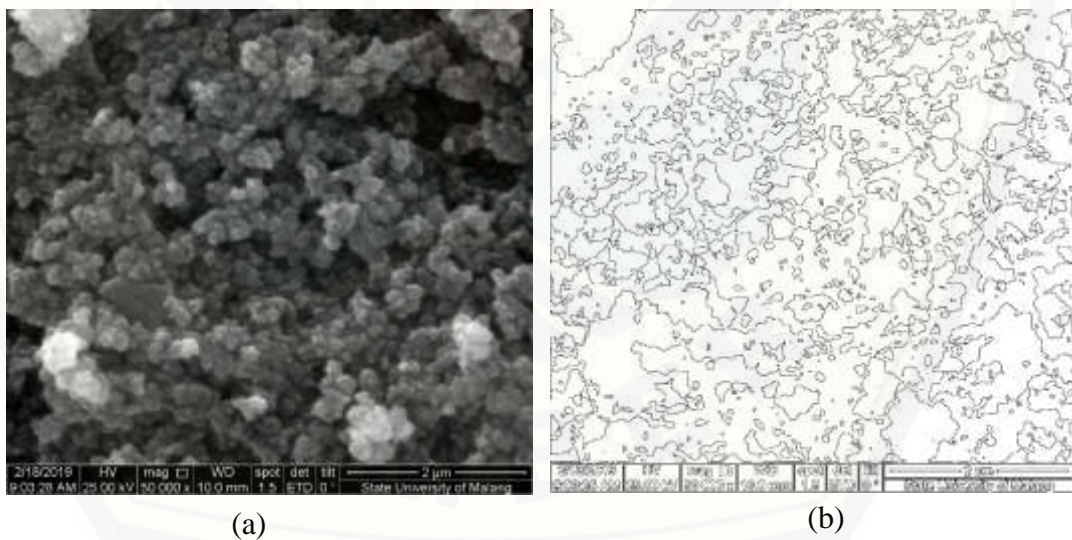
Analisa distribusi ukuran partikel hasil SEM ini menggunakan software ImageJ yang mana pada prinsipnya menggunakan perbandingan jarak dan perhitungan otomatis serta dapat memanipulasi kontras gambar sehingga dapat diketahui jarak, ukuran serta diameter gambar yang diuji. Hasil dari analisis menggunakan software ini adalah seperti dibawah ini:



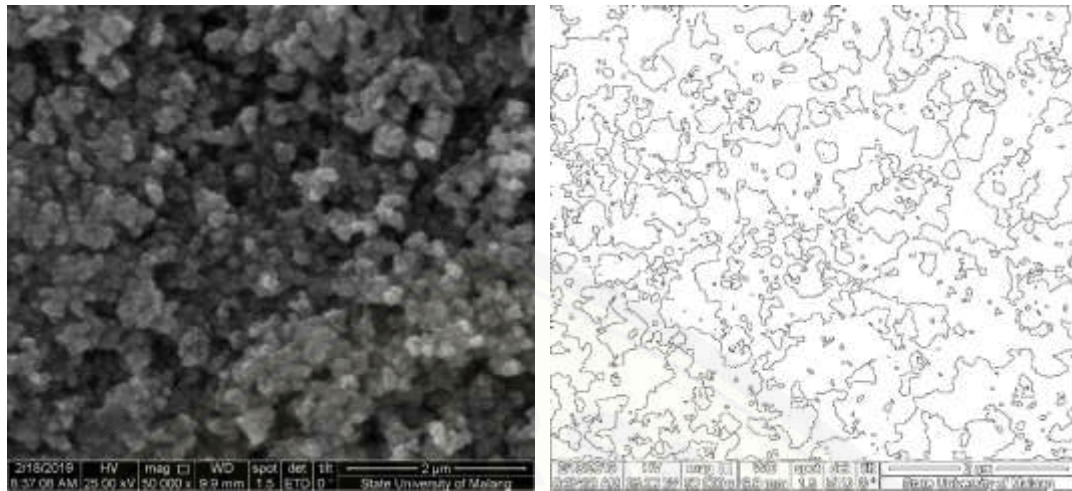
1. Gambar proses analisis distribusi ukuran partikel menggunakan software ImageJ.



Gambar B.1 Hasil analisis distribusi ukuran partikel pengamatan SEM variasi prekursor ZAD 0,3 M menggunakan program ImageJ (a) gambar asli (b) gambar Outline.



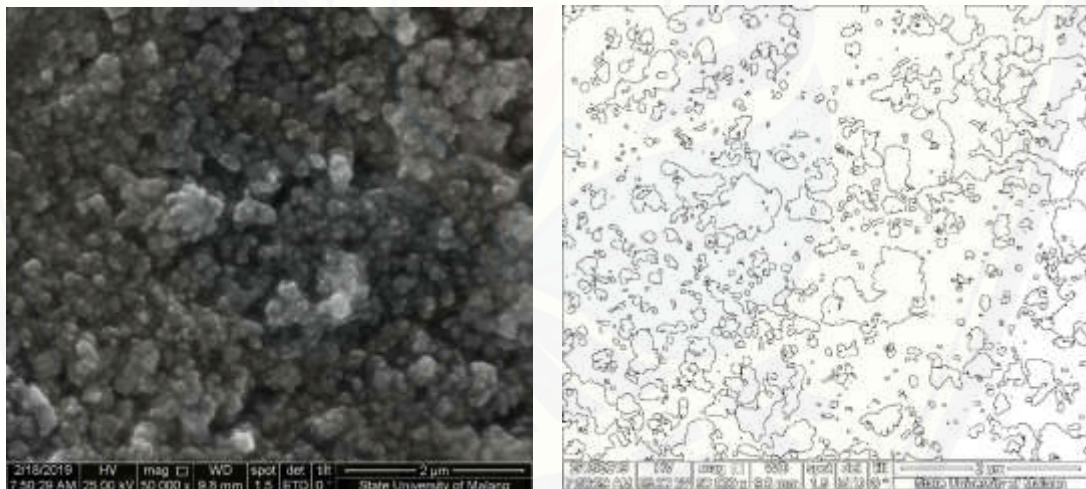
Gambar B.2 Hasil analisis distribusi ukuran partikel pengamatan SEM variasi prekursor ZAD 0,1 M menggunakan program ImageJ (a) gambar asli (b) gambar Outline



(a)

(b)

Gambar B.3 Hasil analisis distribusi ukuran partikel pengamatan SEM variasi prekursor PEG 1,5 gr menggunakan program ImageJ (a) gambar asli (b) gambar Outline

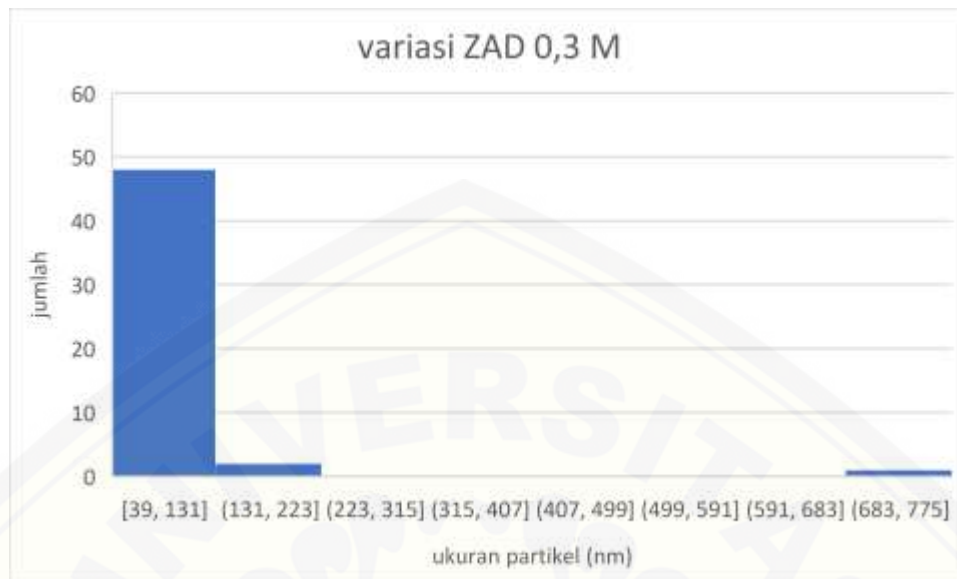


(a)

(b)

Gambar B.4 Hasil analisis distribusi ukuran partikel pengamatan SEM variasi prekursor PEG 0,5 gr menggunakan program ImageJ (a) gambar asli (b) gambar Outline.

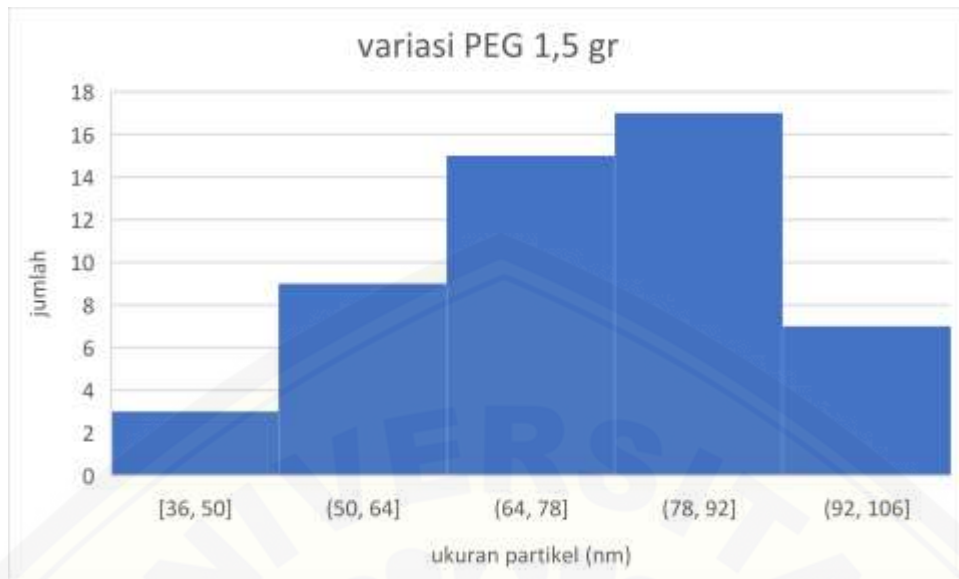
2. Data distribusi ukuran partikel menggunakan program ImageJ.



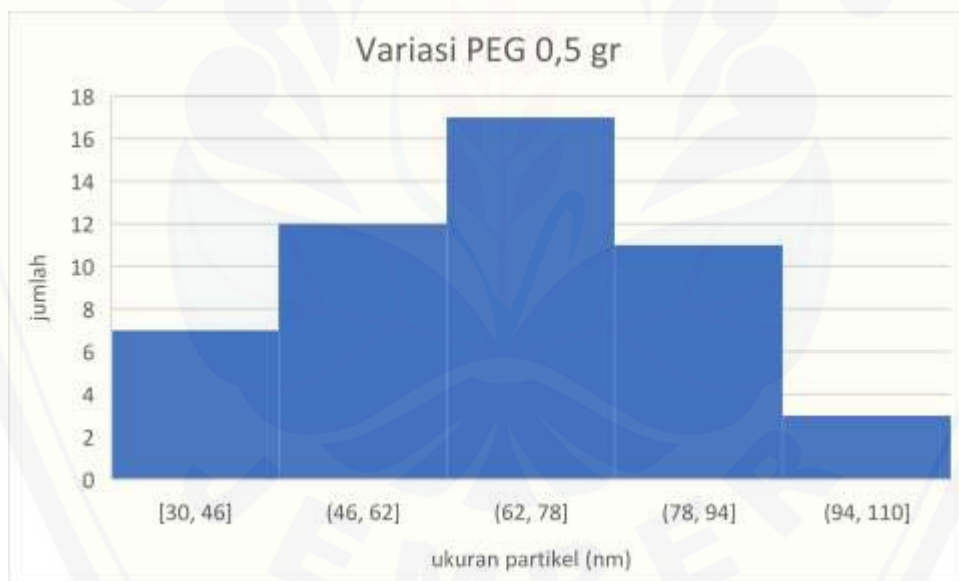
Gambar B.5 data distribusi ukuran partikel variasi prekursor ZAD 0,3 M.



Gambar B.6 data distribusi ukuran partikel variasi prekursor ZAD 0,1 M.



Gambar B.7 data distribusi ukuran partikel variasi prekursor PEG 1,5 gr.



Gambar B.8 data distribusi ukuran partikel variasi prekursor PEG 0,5 gr.

Lampiran C

1. Dokumentasi penelitian



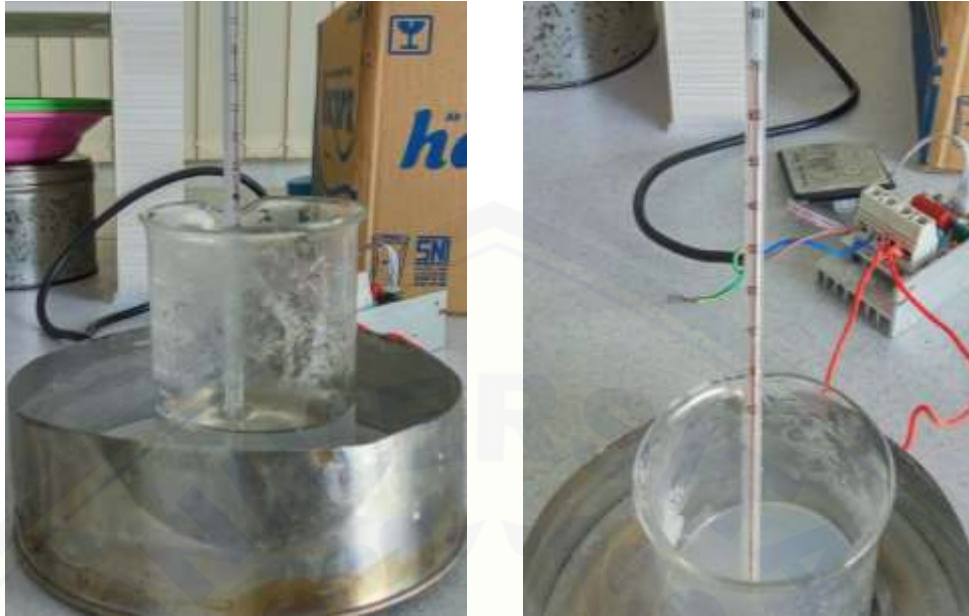
Gambar C.1 Bahan utama Prekursor ZAD dan katalis NaOH.



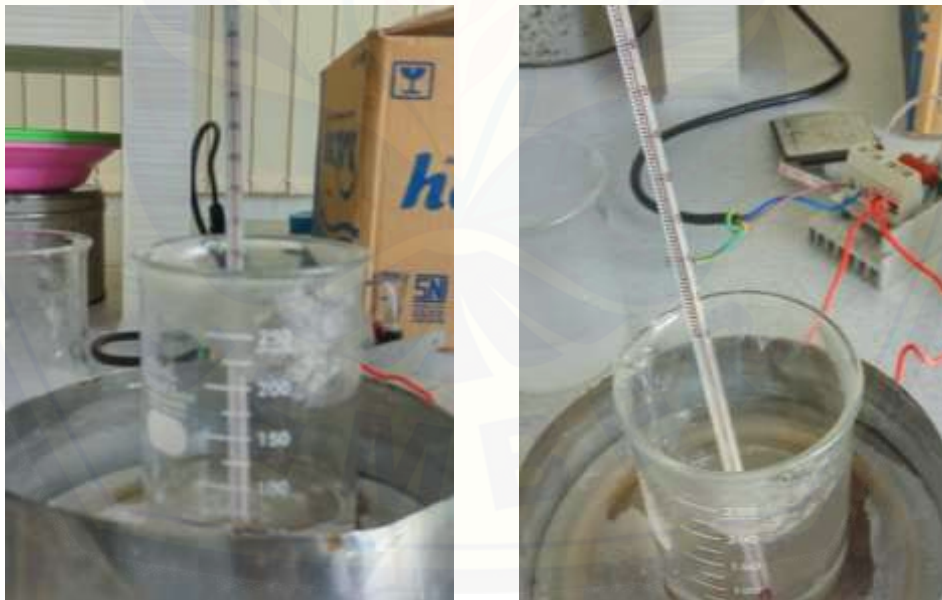
Gambar C.2 Bahan tambahan PEG 4000.



Gambar C.3 Menimbang a). ZAD, b). NaOH dan c). PEG 4000



Gambar C.4 Proses pencampuran prekursor Zinc Acetate dyhidrate dengan aquadest.



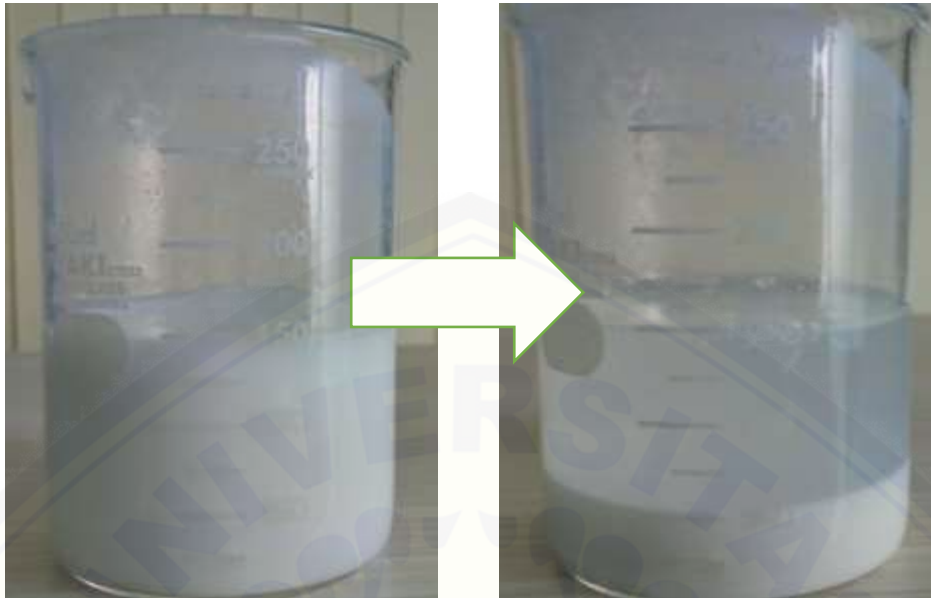
Gambar C.5 Proses pencampuran katalis basa NaOH dengan aquadest.



Gambar C.5 Proses pencampuran larutan katalis basa NaOH dengan larutan PEG.



Gambar C.6 Proses pencampuran larutan katalis basa NaOH + PEG kedalam larutan prekursor ZAD dengan cara ditetaskan (titrasi) dan sekaligus mengukur pH yang dihasilkan.



Gambar C.7 Proses Aging selama 24 jam.



Gambar C.8 Proses sentrifugasi untuk memisahkan gel ZnO dengan air.



Gambar C.9 Proses pembakaran pada suhu 700°C dengan waktu tahan 2 jam untuk mendapatkan serbuk nanopartikel ZnO.



Gambar C.10 Serbuk Nanopartikel ZnO