



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS ZnO NANORODS MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL DENGAN VARIASI PENAMBAHAN
POLYETHYLENE GLYCOL (PEG) DAN WAKTU TAHAN
KONDENSASI AMONIA (NH₃)**

SKRIPSI

**HASRIARDY DHARMA
0405040333**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
JULI 2009**



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS ZnO NANORODS MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL DENGAN VARIASI PENAMBAHAN
POLYETHYLENE GLYCOL (PEG) DAN WAKTU TAHAN
KONDENSASI AMONIA (NH₃)**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

**HASRIARDY DHARMA
0405040333**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
JULI 2009**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya Saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah Saya nyatakan dengan benar.

Nama : Hasriardy Dharma

NPM : 04050333

Tanda Tangan : 

Tanggal : Juli 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Hasriardy Dharma

NPM : 04 05 04 0333

Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material

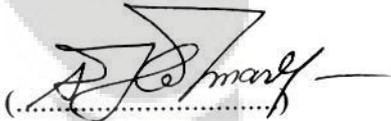
Judul Skripsi :

Sintesis ZnO Nanorods menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Penambahan Polyethylene Glycol (PEG) dan Waktu Tahan Kondensasi Amonia (NH₃)

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ir. A. Herman Yuwono, M. Phil. Eng.

()

Penguji I : Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia, M. Phil. Eng.

()

Penguji II : Dr. Ir. Sotya Astutiningsih, M. Eng.

()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Juli 2009

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah Subhanahu Wa Ta'ala, karena atas berkat dan rahmat-Nya saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Metalurgi dan Material pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa selama masa penelitian sampai pada penyusunan skripsi ini banyak pihak yang telah membantu. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Ir. Akhmad Herman Yuwono, M. Phil. Eng. selaku dosen pembimbing yang dengan sangat sabar dan telah menyediakan waktu, tenaga, pikiran, dan dana untuk mengarahkan Saya dalam penyusunan skripsi ini;
2. Orang tua dan Saudara, abang yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral, dan kepada adik-adik –yang hanya cukup dengan diam dan tidak mengganggu penulis– telah banyak membantu penulis; serta
3. Saudara Tego Hadi Pujianto, Alfian Ferdiansyah, dan Pandu Lanang Kinasih, yang telah memberikan bantuan yang sangat banyak dan mendorong penulis untuk menyelesaikan penulisan Tugas Akhir ini tepat waktu. Terima kasih untuk bantuan di detik-detik yang menentukan.
4. Para sahabat yang telah memberikan atmosfer yang menyenangkan di masa-masa penulisan yang menegangkan.

Akhir kata, Saya berharap Allah Subhanahu Wa Ta'ala berkenan membalas kebaikan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Depok, Juli 2009

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Hasriardy Dharma
NPM : 04 05 04 0333
Departemen : Metalurgi dan Material
Fakultas : Teknik
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*) atas karya ilmiah Saya yang berjudul :

Sintesis ZnO Nanorods menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Penambahan Polyethylene Glycol (PEG) dan Waktu Tahan Kondensasi Amonia (NH₃)

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir Saya selama tetap mencantumkan nama Saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini Saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juli 2009

Yang menyatakan

(Hasriardy Dharma)

ABSTRAK

Nama : Hasriardy Dharma
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul : **Sintesis ZnO Nanorods menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Penambahan Polyethylene Glycol (PEG) dan Waktu Tahan Kondensasi Amonia (NH₃)**

Pada penelitian ini, ZnO *nanorods* telah berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel dengan campuran (Zn(NO₃)₂·4H₂O), NH₄OH, dan Polyethylene glycol (PEG). Variasi pada konsentrasi PEG dan penahanan laju evaporasi pada larutan dilakukan dan ZnO *nanorods* yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan SEM untuk menginvestigasi perbedaan pada diameter *nanorods*, morfologi dan tingkat nanokristalinitasnya. Penambahan PEG sebanyak 1, 2 dan 3 gr pada larutan meningkatkan ukuran diameter *nanorods* masing-masing dari 157.70, 300.60, dan 464.30 nm. Selain itu, penambahan PEG juga meningkatkan kristalinitas *nanorods* yang diindikasikan dengan menurunnya rata-rata nilai *full width at half maximum* (FWHM) dari 0.28176 menjadi 0.25299. Pada variasi waktu tahan kondensasi amonia selama 2, 3, dan 4 jam, juga meningkatkan kristalinitas dengan penurunan nilai FWHM masing-masing 94.77, 123.49, dan 166.59, serta besar kristalinitasnya dari 94.77, 121.49, dan 166,59 nm.

Kata kunci: ZnO *nanorods*, PEG, kristalinitas

ABSTRACT

Name : Hasriardy Dharma
Study Program : Metallurgy and Materials Engineering
Title : **Synthesis of ZnO Nanorods using Sol-Gel Method with Variation in Polyethylene Glycol (PEG) Concentration and Ammonia (NH₃) Condensation Holding Time**

In this research, ZnO nanorods has been synthesized using sol-gel method with a mixture of (Zn(NO₃)₂·4H₂O), NH₄OH, and Polyethylene glycol (PEG). Variation in PEG concentration and condensation holding time on the solution were carried out, and the resulting ZnO nanorods were characterized by XRD and SEM to investigate the difference in nanorods diameter, morphology and nanocrystallinity. The addition of PEG from 1, 2, and 3 gr into the solution has increased the diameter of ZnO nanorods from 157.70, 300.60 and 464.30 nm. This also increases the crystallinity of the nanorods as indicated by the decrease in the average of full width at half maximum (FWHM) from 0.28176 to 0.25299. The variation in condensation holding time for 2, 3, and 4 hours, has also increased the crystallinity from 0.25299, 0.22342, to 0.21753 as well as its crystallite size from 94.77, 121.49, to 166,59 nm.

Keywords: ZnO nanorods, PEG, crystallinity

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR SINGKATAN	xiii
DAFTAR RUMUS	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Batasan Masalah	4
1.5. Sistematika Penulisan	5
BAB 2 DASAR TEORI	6
2.1. Nano Teknologi.....	6
2.1.1. Urgensi Nanoteknologi.....	7
2.1.2. Pengaruh Nanoteknologi di Berbagai Disiplin Ilmu	9
2.2. Semikonduktor	10
2.3. ZnO <i>Nanorods</i>	13
2.4. Metode Sintesis ZnO <i>Nanorods</i>	17
2.4.1. Thermal Evaporation	17
2.4.2. Laser Ablation – Assisted CVD	18
2.4.3. Metode Physical Vapour Deposition (PVD)	20
2.4.4. Metode Kimiawi Basah	21
2.4.4.1. Keuntungan Penggunaan Garam Logam (Zinc nitrite) pada Metode Sol-Gel	22
2.4.4.2. Mekanisme Pertumbuhan ZnO <i>Nanorods</i> Pada Substrat	23
2.4.4.3. Mekanisme Pembentukan <i>Nanorod</i> dengan Stimulan PEG (PEG- <i>assisted</i>).....	25
2.5. Aplikasi ZnO <i>Nanorods</i> ; Photovoltaic	28
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....	32
3.1. Diagram Alir Penelitian.....	32
3.2. Alat dan Bahan	33

3.2.1. Larutan ZnO dengan variasi PEG	33
3.2.2. Larutan ZnO dengan Variasi Waktu Tahan Kondensasi Amonia	33
3.3. Prosedur Penelitian	34
3.3.1. Pembuatan larutan ZnO.....	34
3.3.2. Proses Pencampuran dan Sintesis ZnO	35
3.3.3. Proses Pencucian Sampel.....	36
3.3.4. Proses Pengeringan Endapan	36
3.4. Karakterisasi Material.....	38
3.4.1 Pengujian <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	38
3.4.2. Pengujian <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	39
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	41
4.1. Efek Penambahan Polyethilen Glycol (PEG) Terhadap <i>ZnO Nanorods</i>	41
4.1.1. Analisis Foto SEM	41
4.1.1.1. Analisis Distribusi Ukuran <i>ZnO Nanorods</i>	44
4.1.1.2. Analisis Morfologi <i>ZnO nanorods</i>	45
4.1.2. Analisis Uji XRD terhadap Kristalitas <i>Nanorods</i>	45
4.2. Efek variasi waktu tahan kondensasi Amonia (NH ₃) terhadap <i>ZnO nanorods</i>	51
4.2.1. Analisis Foto SEM	52
4.2.1.1. Analisis Distribusi Ukuran <i>ZnO Nanorods</i>	54
4.2.1.2. Analisis Morfologi <i>ZnO nanorods</i>	55
4.2.2. Hasil Uji XRD terhadap Kristalitas <i>ZnO Nanorods</i>	56
BAB 5 KESIMPULAN.....	61
DAFTAR REFERENSI	62
LAMPIRAN.....	66

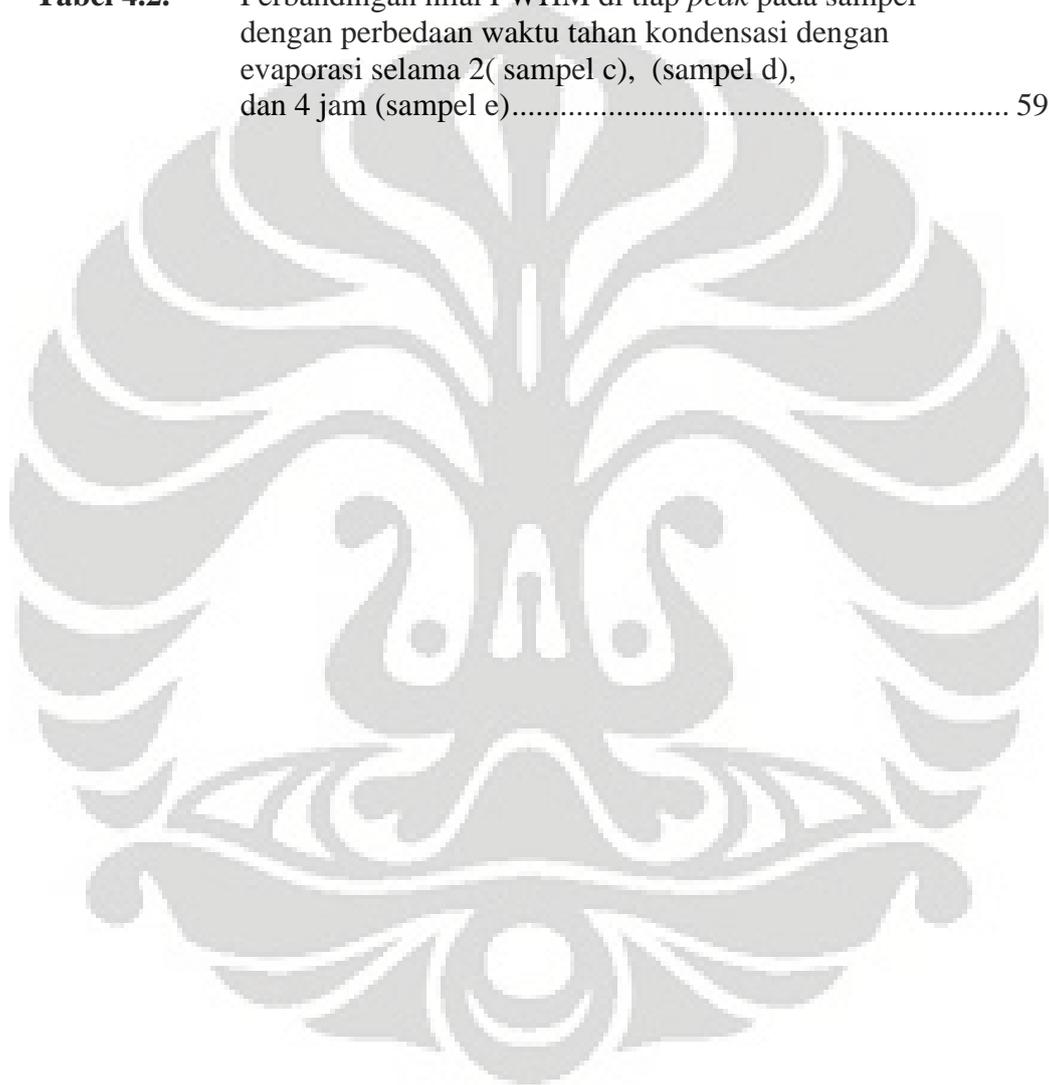
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Perubahan sifat material akibat modifikasi ukuran ke <i>nanosize</i>	8
Gambar 2.2.	Mekanisme <i>Doping</i> material semikonduktor	11
Gambar 2.3.	Mekanisme eksitasi elektron oleh material semikonduktor.....	13
Gambar 2.4.	Pola difraksi sinar-X <i>ZnO nanorods</i> dengan struktur kristal wurtzite.....	14
Gambar 2.5.	Sifat <i>surface luminescence</i> antara: (a) material nanostruktur dengan bulk-nya, (b) material nanostruktur dengan perbedaan ukuran	16
Gambar 2.6.	Skema proses <i>Thermal Evaporation</i>	18
Gambar 2.7.	Skema proses <i>Laser ablation – assisted CVD</i>	19
Gambar 2.8.	Skema proses PVD	26
Gambar 2.9.	Mekanisme pertumbuhan <i>ZnO nanorods</i> pada substrat tertentu.....	23
Gambar 2.10.	Transformasi pertumbuhan <i>ZnO nanowire</i> ke <i>nanorods</i>	24
Gambar 2.11.	Mekanisme pertumbuhan <i>nanorods</i> pada metode sol-gel.....	25
Gambar 2.12.	Mekanisme pertumbuhan <i>bundled nanorods</i>	26
Gambar 2.13.	Pertumbuhan <i>ZnO nanorods/nanowires</i> pada larutan encer, (a) mekanisme pembentukan struktur nanorods, (b) ilustrasi struktur <i>nanowires</i> [42] ^{rev}	27
Gambar 2.14.	Skema perubahan <i>nanorods</i> ke <i>nanocups</i> , <i>nanodiscs</i> , <i>nanoflowers</i> , dan <i>nanospheres</i>	28
Gambar 2.15.	Ilustrasi Sel Photovoltaic.	30
Gambar 2.16.	Energi foton pada panjang gelombang tertentu	31
Gambar 3.1.	Diagram alir penelitian	32
Gambar 3.2.	Timbangan digital.....	35
Gambar 3.3.	<i>Magnetic Stirrer</i>	35
Gambar 3.4.	Proses pencucian sampel.....	36
Gambar 3.5.	Diagram alir sintesis <i>ZnO nanorods</i> dengan: (a) variasi konsentrasi PEG; (b) variasi laju evaporasi NH_4OH	37
Gambar 3.6.	Mesin <i>Scanning Electron Microscope</i> LEO 420i.....	38

Gambar 3.7.	Mesin Phillips <i>X-ray diffractometer</i> (XRD).....	39
Gambar 3.8.	Contoh grafik hasil uji XRD.....	40
Gambar 4.1.	Foto SEM ZnO <i>nanorods</i> hasil reaksi sol-gel (Zn(NO ₃) ₂ .4H ₂ O dan NH ₄ OH dengan penambahan: (a) 1 gr PEG (sampel a); (b) 2 gr PEG (sampel b); (c) 3 gr PEG (sampel c).	42
Gambar 4.2.	Hasil <i>X-Ray Diffraction</i> dengan variasi penambahan PEG pada sampel a (1gr PEG) dan c (3 gr PEG) dengan struktur kristal wurtzite.....	47
Gambar 4.3.	Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO <i>nanorods</i> untuk sampel 1 gr PEG (sampel a).....	48
Gambar 4.4.	Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO <i>nanorods</i> dengan 3 gr PEG (sampel c).....	48
Gambar 4.5.	Tampilan pengolahan data menggunakan program <i>peakfit</i> mengenai pola difraksi hasil penyinaran XRD di <i>peak</i> ke-4 pada sampel (a) 1 gr PEG a) sebelum <i>smoothing</i> , (2) setelah <i>smoothing</i> ; (c) 3 gr PEG a) sebelum <i>smoothing</i> , b) setelah <i>smoothing</i>	50
Gambar 4.6.	Foto SEM ZnO <i>nanorods</i> hasil reaksi sol-gel Zn(NO ₃) ₂ . 4H ₂ O, NH ₄ OH, dan 3 gr PEG dengan laju evaporasi: (c) 2, (d) 3, dan (e) 4 jam.....	53
Gambar 4.7.	Hasil <i>X-Ray Diffraction</i> sampel dengan variasi waktu tahan kondensasi amonia pada sampel c (3 gr PEG), d (3 gr PEG evaporasi 3 jam), dan e (3 gr PEG evaporasi 4 jam) dengan struktur kristal wurtzite.....	57
Gambar 4.8.	Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO <i>nanorods</i> 3 gr PEG dengan 3 jam evaporasi (sampel d).....	57
Gambar 4.9.	Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO <i>nanorods</i> 3 gr PEG dengan 4 jam evaporasi (sampel e).....	58
Gambar 4.10.	Grafik pengaruh waktu tahan kondensasi terhadap besar kristalit ZnO <i>nanorods</i> dengan variasi penahan laju evaporasi NH ₃ pada sampel 3 gr PEG (sampel c), 3 gr PEG evaporasi 3 jam (sampel d), dan 3 gr PEG evaporasi 4 jam (sampel e)	59
Gambar 4.11.	Variabel yang dipengaruhi laju evaporasi NH ₃ pada sampel 3 jam evaporasi (sampel c), 3 jam evaporasi (sampel d), dan 4 jam evaporasi (sampel e)	60

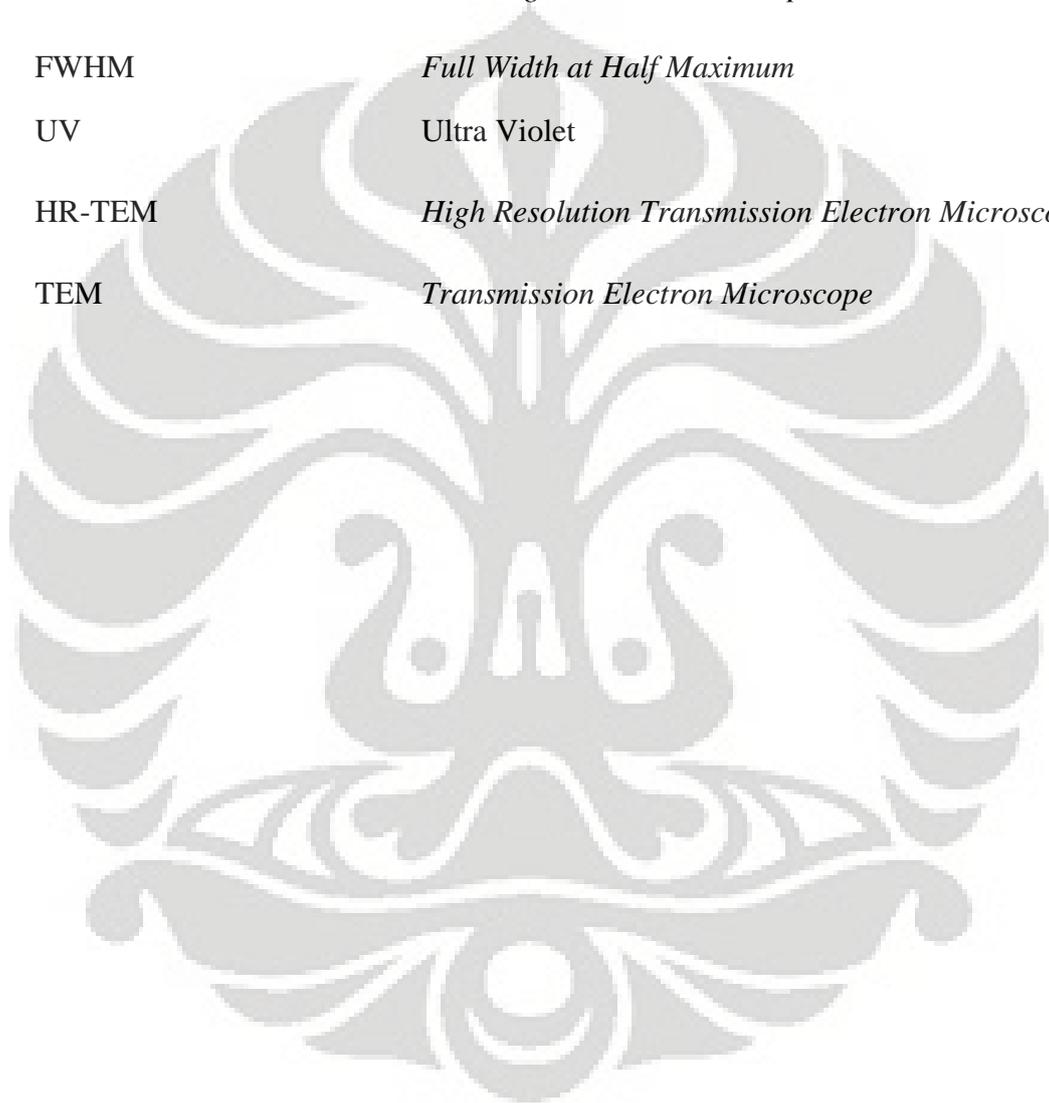
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Karakteristik dari bebarapa macam semikonduktor.....	14
Tabel 4.1.	Perbandingan nilai FWHM di tiap <i>peak</i> pada sampel dengan perbedaan konsentrasi 1 (sampel a) dan 3 gr PEG (sampel c)	49
Tabel 4.2.	Perbandingan nilai FWHM di tiap <i>peak</i> pada sampel dengan perbedaan waktu tahan kondensasi dengan evaporasi selama 2(sampel c), (sampel d), dan 4 jam (sampel e).....	59



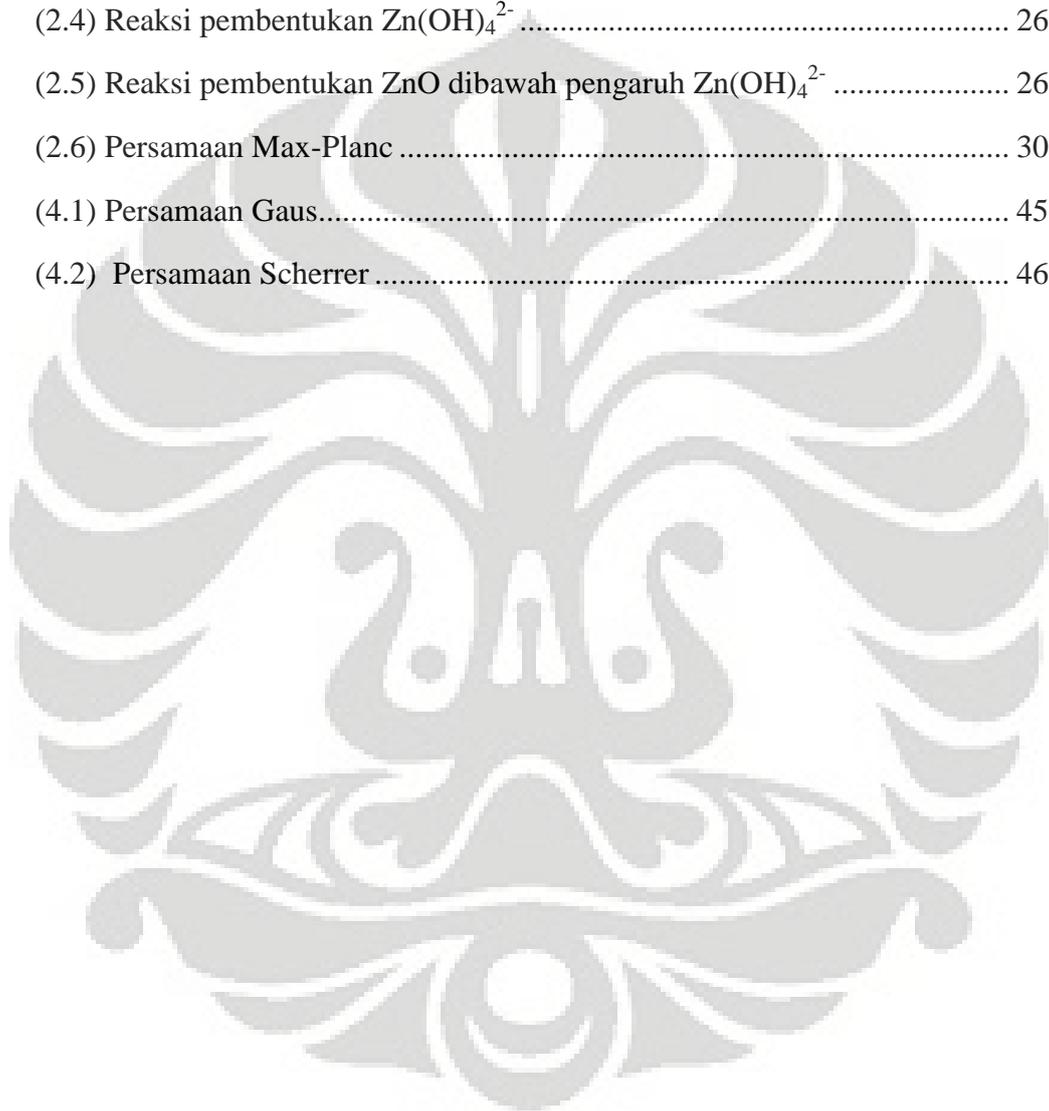
DAFTAR SINGKATAN

PEG	Polyethylene Glycol
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
UV	Ultra Violet
HR-TEM	<i>High Resolution Transmission Electron Microscope</i>
TEM	<i>Transmission Electron Microscope</i>



DAFTAR RUMUS

(2.1) Reaksi pelarutan NH_3	26
(2.2) Reaksi pembentukan $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$	26
(2.3) Reaksi pembentukan ZnO dibawah pengaruh ion OH^-	26
(2.4) Reaksi pembentukan $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$	26
(2.5) Reaksi pembentukan ZnO dibawah pengaruh $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$	26
(2.6) Persamaan Max-Planc	30
(4.1) Persamaan Gaus.....	45
(4.2) Persamaan Scherrer	46



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pengukuran diameter ZnO <i>Nanorods</i>	66
Lampiran 2 Pengolahan Data XRD.....	68
Lampiran 3 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal	74
Lampiran 4 Hasil XRD untuk Masing-masing Sampel	79



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Kehidupan manusia tidak akan pernah lepas dari energi. Karena sejatinya tidak akan ada hal yang terjadi di dunia ini dalam skala ukuran besar atau kecil sekalipun, tanpa peran serta energi. Karena dengan adanya energi akan terjadi pergerakan dalam suatu sistem yang mendorong terjadinya aktivitas dalam sistem tersebut.

Mekanisme perpindahan elektron yang terjadi adalah akibat respon terhadap energi yang diberikan. Energi yang diberikan dalam suatu sistem dapat berbagai macam, dari yang sifatnya tidak terbatas (*renewable energy*), seperti: energi matahari, cahaya, angin, panas bumi, air, dan sebagainya; maupun energi yang sifatnya terbatas (*unrenewable energy*) seperti: minyak bumi, gas alam, batu bara.

Kecenderungan penggunaan energi yang tidak terbarukan yang sangat banyak hingga saat ini, terus menipiskan cadangan energi tidak terbarukan tersebut di dunia. Cadangan sumber energi yang berasal dari fosil di seluruh dunia diperkirakan hanya sampai, 60 tahun untuk gas alam, 40 tahun untuk minyak bumi, dan 200 tahun untuk batu bara [1,2]. Dan apabila hal ini tidak segera ditanggulangi maka akan terjadi krisis energi secara global yang tentunya akan mengancam peradaban manusia. Oleh karena itu perlu dikembangkan pendayagunaan energi dari sumber-sumber yang tidak akan pernah habis, seperti matahari, angin, panas, bumi, air, dan lain-lain.

Penggunaan energi terbarukan sebagai tindakan efisiensi terhadap penggunaan energi tidak terbarukan sudah lama diaplikasikan di beberapa negara maju di dunia. Namun hal tersebut tentunya masih jauh dari sempurna. Mulai dari instalasi dan fabrikasinya yang sangat mahal, perawatan yang rumit, sampai efisiensinya yang masih rendah. Bagaimanapun juga para peneliti energi terbarukan di seluruh dunia terus

menyumbangkan pikirannya untuk mengatasi masalah tersebut dan mencegah krisis energi global.

Salah satu jenis energi terbarukan yang sangat menjanjikan terutama untuk negara-negara yang dilintasi garis katulistiwa adalah energi matahari. Paparan sinar matahari yang kuat tiap harinya akan sangat menjanjikan sebagai energi untuk membantu manusia melaksanakan aktivitasnya.

Namun, seperti jenis penggunaan energi terbarukan yang lain, energi matahari juga tidak lepas dari masalah. Hal yang paling krusial tentunya tingkat efisiensi dari energi matahari yang sangat rendah. *Solar cell* merupakan salah satu aplikasi dari pemanfaatan energi matahari. Namun setelah dijelaskan sebelumnya, tingkat efisiensi dari *solar cell* masih rendah, yaitu hanya berkisar 15%. Artinya dari energi yang disediakan oleh alam dan ditangkap oleh panel surya, hanya 15% nya yang dapat dikonversi menjadi energi [3].

Kecilnya tingkat efisiensi tersebut salah satunya disebabkan oleh pemilihan material yang kurang baik. Seperti kita tahu, jenis material yang digunakan pada *traditional solar cell panel* adalah SiO_2 . SiO_2 yang dipergunakan pada *traditional solar cell panel* dibuat melalui proses pengecoran dan pemotongan *wafer* yang tentunya mempunyai dimensi yang besar. Oleh karena itu, perlu dilakukan modifikasi dalam rangka peningkatan efisiensi dari *solar cell*. Hal yang berkembang beberapa tahun terakhir dalam upaya peningkatan efisiensi tersebut adalah pemilihan dan ukuran material untuk panel *solar cell*.

ZnO merupakan material pilihan yang dipercaya mampu meningkatkan efisiensi *solar cell* karena memiliki *band-gap energy* yang besar yaitu sekitar 3,3 eV dibandingkan SiO_2 yang nilai *band-gap*-nya hanya 1.6 eV [4]. Selain itu, upaya peningkatan efisiensi penyerapan energi matahari oleh panel surya juga dilakukan melalui perbaikan ukuran menjadi lebih kecil, sampai ukuran nanometer. Bentuk nanostruktur yang dikembangkan adalah *nanorods*.

ZnO *nanorods* adalah silinder kecil yang mempunyai ukuran 100 kali lebih tipis dari rambut manusia yang disusun secara teratur [5]. Karena ukuran yang sangat kecil tersebut, maka rasio luas permukaan terhadap volume akan semakin besar dibandingkan material *bulk*-nya. Dengan jumlah stom yang terdapat di permukaannya juga akan lebih banyak, tingkat penyerapan sinar matahari akan berlangsung di tiap-tiap area permukaan *nanorods*. Sehingga dengan sedikit pemicu oleh cahaya matahari, maka sistem akan mampu untuk menghasilkan listrik sebagai jawaban alternatif energi untuk negara-negara katulistiwa. Oleh sebab itu, dirasakan perlunya suatu penelitian yang menitikberatkan pada sintesis dan karakterisasi ZnO *nanorods*.

1.2. Perumusan Masalah

Penelitian ini terfokus pada proses sintesis ZnO *nanorods* menggunakan metode kimiawi basah (*wet chemical method*). Dalam penelitian ini juga akan diamati tahapan pertumbuhan dari struktur *nanorods* pada ZnO dan faktor-faktor yang mempengaruhi pertumbuhan tersebut, termasuk upaya untuk meningkatkan tingkat kiralinitas ZnO melalui modifikasi variabel proses.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk :

- 1 Mengetahui kelayakan proses pembuatan ZnO *nanorods* menggunakan metode kimiawi basah dengan peralatan yang ada di Departemen Metalurgi dan Material-Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
2. Mengetahui faktor-faktor yang berpengaruh terhadap pembentukan *nanorods* menggunakan metode kimiawi basah.

1.4. Batasan Masalah

Permasalahan yang dibahas dalam peneliain ini adalah mempelajari mekanisme terbentuknya struktur *nanorods* dan faktor-faktor yang berpengaruh terhadap pembentukan tersebut, baik dari segi distribusi, ukuran, maupun morfologinya. Selain itu diharapkan dengan memodifikasi parameter proses yang dilakukan, dapat ditemukan distribusi, ukuran, dan morfologi *nanorods* terbaik untuk meningkatkan kereaktifannya sebagai material yang digunakan dalam sistem *solar cell*. Berikut akan dijabarkan ruang lingkup penelitian ini:

1. Pembuatan larutan ZnO *nanorods*

- *Raw material* yang digunakan dalam penelitian ini adalah garam logam (*metal salts*) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Larutan NH_4OH digunakan untuk mengatur derajat kebasaaan
- PEG sebagai *driving force* pembentukan *nanorods* pada larutan
- Air suling yang digunakan sebagai pelarut dan untuk mencuci sampel

2. Pengadukan dan pemanasan

Proses pengadukan dan pemansan dilakukan di tabung erlenmeter, di atas alat *magnetic stirrer*.

3. Karakterisasi

- Pengamatan SEM untuk melihat morfologi dari ZnO *nanorods* dengan perbedaan konsentrasi larutan dan laju evaporasi.
- Pengujian XRD untuk mengkonfirmasi fasa dan melihat tingkat kristalinitas dari sampel.

1.5. Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan pada makalah ini adalah:

BAB I : PENDAHULUAN

Menjelaskan latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB II : TINJAUAN PUSTAKA

Menjelaskan keunikan dari material ZnO *nanorods*, sifat dan aplikasi dari material ZnO *nanorods*, reaksi sol-gel yang terjadi dan mekanisme pembentukan ZnO *nanorods*.

BAB III : METODE PENELITIAN

Menjelaskan tentang diagram alir penelitian, peralatan penelitian, bahan penelitian, prosedur penelitian, parameter yang divariasikan, data penelitian, dan cara pengambilan data.

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

Menjelaskan tentang hasil yang didapat selama penelitian dan menganalisisnya, terdiri dari hasil SEM dari struktur ZnO *nanorods* dengan perbedaan konsentrasi PEG waktu tahan kondensasi NH₃, serta *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui tingkat kristalinitas dari ZnO *nanorods* yang diperlakukan pada berbagai variasi temperatur anil dengan menggunakan *Scherrer's formula* kemudian dihitung besar kristalinitasnya dengan menggunakan program *PeakFit*.

BAB V : KESIMPULAN DAN SARAN

Menjelaskan mengenai kesimpulan yang didapat selama penelitian dan beberapa hal yang disarankan untuk kepentingan pengembangan penelitian.

BAB II

DASAR TEORI

2.1. Nano Teknologi

Teknologi dewasa ini berkembang sangat cepat di berbagai bidang dan aplikasi. Tuntutan untuk memudahkan manusia mengerjakan hal-hal dalam kehidupan sehari-hari mendorong manusia untuk berpikir menciptakan hal yang baru. Salah satu hal yang sangat diperhatikan dewasa ini adalah tentang nanoteknologi [6].

Nano teknologi adalah ilmu yang mempelajari tentang desain, karakterisasi, produksi, dan aplikasi dari struktur, instrumen, dan sistem dengan cara mengontrol ukuran dan bentuk dalam skala nanometer yang akan menghasilkan material, instrumen, dan sistem yang mempunyai sifat yang jauh lebih baik dibandingkan material '*bulk*'nya. [7]. Umumnya nanoteknologi berfokus pada struktur, ataupun partikel yang berukuran 100 nanometer atau lebih kecil lagi, dan juga pengembangannya untuk menciptakan alat atau instrumen lain dengan memanfaatkan ukuran kecil tersebut. Definisi tadi bisa diterjemahkan dalam beragam cara, mulai dari pengembangan dari alat-alat konvensional, agar memenuhi prinsip dasar nanoteknologi tentang pengaturan atom secara seragam dan mandiri untuk menciptakan material baru dengan ukuran nano, sampai spekulasi tentang pengontrolan struktur dalam skala nano.

Nano teknologi sangat potensial untuk menciptakan material baru dan instrumen dengan aplikasi yang sangat beragam, seperti di bidang kedokteran, elektronik, dan tentunya energi. Untuk aplikasi yang terakhir, energi, pengembangan nanoteknologi sangat memegang peranan penting dalam upaya diversifikasi energi yang sampai saat ini masih didominasi oleh penggunaan terhadap bahan bakar tak terbarukan, seperti gas, dan minyak bumi. Pemanfaatan energi terbarukan memang bukan fenomena yang baru didengungkan beberapa tahun terakhir. Bahkan sudah banyak material, alat yang dipergunakan untuk menjadi jawaban atas diversifikasi energi. Teknologi pemanas air menggunakan sinar matahari misalnya. Namun, masalah yang masih

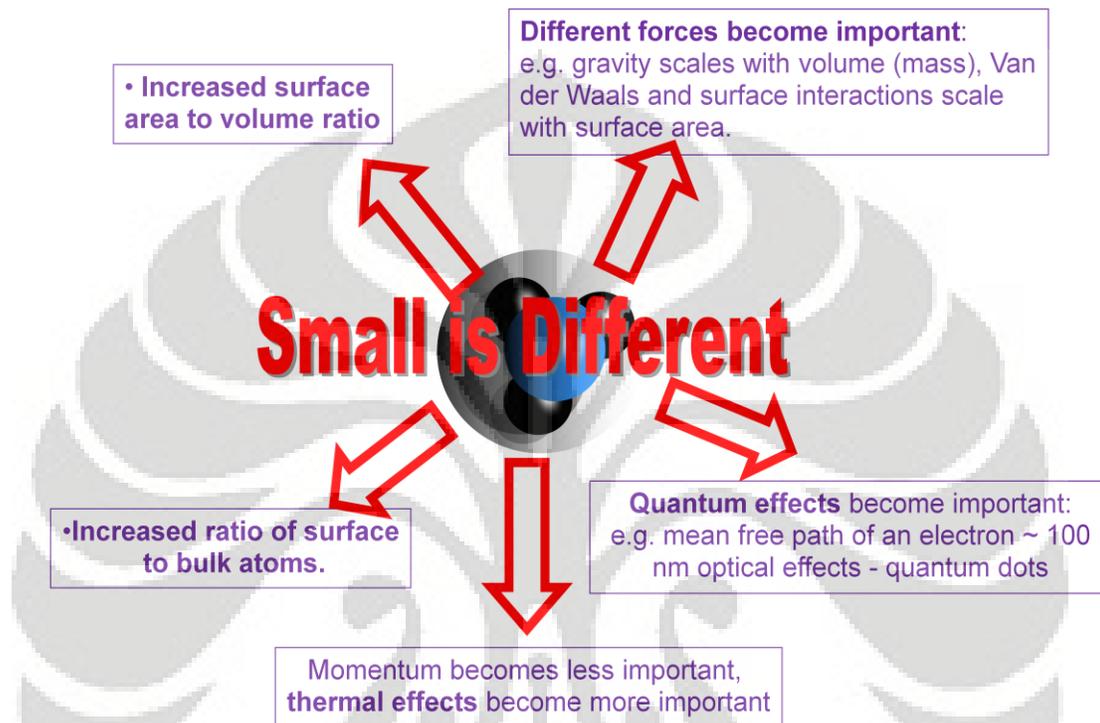
sering terjadi dengan teknologi konvensional tersebut terletak dari tingkat efisiensinya. Material dasar yang digunakan saat ini mempunyai tingkat efisiensi yang sangat rendah. Artinya jika dibandingkan dengan biaya produksi yang dikeluarkan, tingkat keuntungan yang dihasilkan masih rendah.

2.1.1. Urgensi Nanoteknologi

Material yang direkayasa menggunakan nanoteknologi dipercaya mempunyai jawaban yang memuaskan untuk menanggulangi permasalahan tersebut. Ukuran yang diperkecil akan mempercepat reaksi, apapun itu, dalam suatu sistem. Karena kemampuan untuk memanipulasi material pada skala nanometer adalah penting, sebab pada skala ukuran inilah material mulai membentuk sifat-sifat tertentu berdasarkan strukturnya. Pada level yang lebih kecil, level atomik (skala Angstrom), sifat yang dimiliki adalah sifat dasar atom itu sendiri. Ketika atom mulai bergandeng satu sama lain dan menyusun struktur molekular tertentu, sifatnya pun akan berbeda menurut struktur tersebut. Misalnya, atom Karbon (C), yang ketika tersusun dalam struktur tetrahedron tiga dimensi akan membentuk intan yang keras, tetapi ketika tersusun dalam struktur heksagonal dua dimensi dan membentuk lapisan-lapisan, maka yang kita dapati adalah grafit (bahan baku pensil) yang rapuh [8]. Peranan modifikasi ukuran dalam skala nano juga akan mempengaruhi hal-hal berikut, seperti yang terlihat pada Gambar 2.1.

Selain hal tersebut di atas, alasan lain mengapa urgensi nanoteknologi sangat tinggi dalam perkembangan teknologi saat ini, terutama dalam upaya menciptakan atau improvisasi alat/*device*. Untuk lebih mendapatkan material yang secara makroskopis unggul dan efisien dari segi sifat listrik maupun optiknya, maka modifikasi dan analisis nano memegang peranan yang penting. Karena ketika kita menganalisis material dalam ukuran nano, maka kita akan melihat bagaimana karakter material *nanosize* tersebut terhadap respon yang diberikan yang berbeda dari material *bulk-*

nya. Karakterisasi tersebut dapat dilakukan dengan menggunakan STEM/TEM, FESEM, *High Resolution TEM*, SEM, dan AFM.



Gambar 2.1. Perubahan sifat material akibat modifikasi ukuran ke *nanosize* [9]

Para ilmuwan fisika, kimia dan termasuk ilmuwan dalam bidang material elektronik saat ini tengah dan telah berusaha menciptakan material untuk menghasilkan material yang berguna dalam industri optoelektronik. Tentu dasarnya adalah teknologi semikonduktor yang sudah dikenal lama. Dalam perkembangannya, teknologi semikonduktor mampu menghasilkan dioda, lalu transistor bahkan yang lebih kompleks lagi yaitu *microprocessor*. Peralatan/*Devices* tersebut sangat berperan dalam penemuan dan pembuatan piranti elektronik untuk komputer, *handphone* [10].

2.1.2. Pengaruh Nanoteknologi di Berbagai Disiplin Ilmu

Nanoteknologi dibedakan atas aplikasinya dalam disiplin ilmu yang berbeda. Karena investigasi tentang struktur nano dilakukan oleh akademisi dari disiplin ilmu yang berbeda, hal ini memungkinkan pengembangan produk berdasarkan nanoteknologi berkembang secara independen dan sendiri-sendiri memanfaatkan sifat-sifat dari nanomaterial tersebut, meliputi [11] :

Sifat fisik: Proses pembentukan dari molekul berdasarkan gaya-gaya mekanis akibat interaksi dari atom. Nanoteknologi dalam hal ini termasuk proses desain dari molekul konvensional untuk tujuan tertentu. Namun, hukum-hukum yang berlaku dalam fisika akan terus memandu proses interaksi dalam sistem atom untuk memahami bagaimana fisika kuantum mempengaruhi sifat-sifat dari suatu material dalam skala ukuran tertentu.

Kimia: Interaksi dari molekul-molekul yang berbeda ditentukan oleh reaksi kimia yang berlangsung. Nanoteknologi akan membahas pengontrolan dan interaksi dari molekul-molekul yang berbeda tersebut. Pengontrolan tersebut biasanya dilakukan dalam tahapan pembentukan larutan kimia (*chemical solution*). Pengertian terhadap bagaimana berbagai material saling berinteraksi merupakan hal yang paling krusial dalam proses desain suatu nanomaterial untuk tujuan tertentu.

Biologi: Fokus utama dari nanoteknologi adalah penciptaan instrumen yang berukuran sangat kecil (*nanodevices*) yang dapat memproses informasi dan melaksanakannya dalam skalo nano. Proses eksekusi yang biasanya dikodekan menggunakan DNA digunakan untuk membentuk protein, yang nantinya akan melaksanakan tugas yang rumit untuk membentuk struktur yang lebih rumit lagi. Pemahaman tentang bagaimana sistem biologi bekerja pada tingkatan paling kecil akan memudahkan peneliti untuk menerapkan proses yang serupa untuk mencapai tujuan tertentu, salah satunya dalam upaya untuk pengembangan dalam dunia medis.

Teknologi komputer: Moore's Law dan akibatnya. Fenomena dimana performa, kecepatan, dan kapasitas setiap komponen pada komputer dan dunia komunikasi telah meningkat secara eksponensial selama beberapa dekade terakhir, dapat dicapai akibat studi material dengan ukuran kecil. Termasuk ukuran transistor yang terus berkurang, disipasi panas dan rekayasa elektron. Bahkan, pengembangan *nanodevice* akan tergantung dengan bagaimana ukuran transistor dapat dibuat dengan skala sekecil mungkin

Bidang rekayasa listrik: Untuk dapat bekerja secara mandiri, *nanodevice* akan membutuhkan asupan daya (*power*) yang cukup. Upaya untuk memasukan atau mengeluarkan daya pada alat/instrumen merupakan tantangan tersendiri dalam pengembangan *nanodevice*. Hal ini berkaitan dengan pengaturan sinyal listrik pada transistor *switchers* dan *memory storage*. Oleh karena itu dibutuhkan pengembangan nanoteknologi tentang bagaimana menghasilkan dan mengatur daya secara efisien.

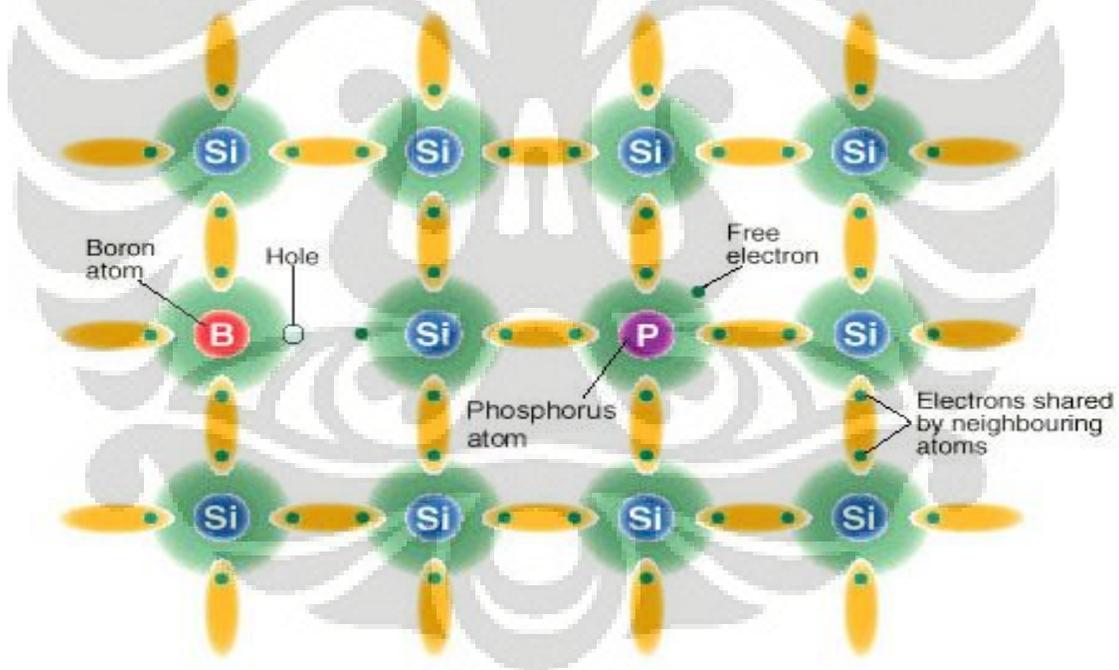
Bidang rekayasa mesin: Bahkan dalam tingkatan nano, masalah seperti beban, keausan, fatik, dan pelumasan tetap berpengaruh. Pemahaman yang lebih menyeluruh tentang bagaimana membuat alat/instrumen pada ukuran tertentu agar dapat bekerja sesuai dengan keinginan kita [11].

2.2. Semikonduktor

Semikonduktor adalah sebuah bahan dengan konduktivitas listrik yang berada di antara insulator dan konduktor. Nilai konduktivitas dari sebuah semikonduktor dapat diatur dengan perubahan jumlah *impurity*, temperatur dan eksitasi *optic*. Sebuah semikonduktor bersifat sebagai insulator pada temperatur yang sangat rendah, namun pada temperatur ruangan bersifat sebagai konduktor [12].

Semikonduktor adalah salah satu alasan kita dapat menciptakan dunia multimedia seperti saat ini. Penemuan dan pemanfaatan material jenis ini dan teknologinya, membuka wawasan kita tentang penciptaan material yang menggunakan prinsip medan magnet dan transfer elektron terkontrol, seperti komputer, *handphone*, *microwave*, kulkas, dan lain-lain.

Salah satu alasan utama kegunaan semikonduktor adalah sifat elektroniknya dapat diatur melalui pengontrolan sifat-sifat optik, dalam sebuah cara terkontrol dengan menambah sejumlah kecil ketidakmurnian yang disebut *doping* [13]. Ketidakmurnian ini disebut *dopant*. Mekanisme *doping* suatu material semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Mekanisme *doping* material semikonduktor [14]

Dopant yang diberikan pada suatu semikonduktor akan mempengaruhi keelektronegatifan dari semikonduktor tersebut, apakah bersifat positif, maupun

negatif. Jenis *dopant* yang dapat digunakan antara lain fosfor (P, gol VA) dan boron (B, gol. IIIA). Pada Gambar 2.2., fosfor yang mempunyai diameter atom yang hampir sama dengan silikon akan mensubsitisi atom silikon. Karena fosfor mempunyai lima tangan dan silikon hanya mempunyai empat tangan, maka untuk mencapai keseimbangan oktet, terdapat satu lubang pada atom fosfor. Kelebihan atom tersebut akan memunculkan sifat negatif pada ikatan tersebut.

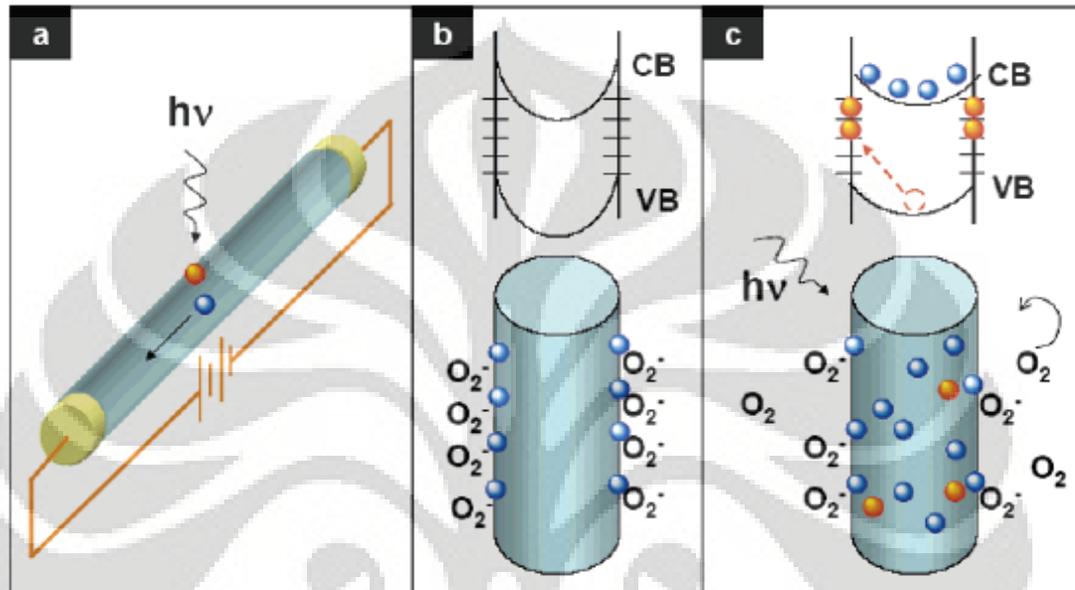
Boron, yang juga mempunyai diameter atom yang hampir menyerupai silicon melakukan subsitisi ke ikatan atom silikon. Jumlah tangan bebas yang hanya ada tiga pada boron mengakibatkan adanya satu tangan yang bebas dan dapat bergerak. Jenis ikatan ini akan menghasilkan nilai negatif.

Doping sejumlah besar ke semikonduktor dapat meningkatkan konduktivitasnya dengan faktor lebih besar dari satu milyar. Dalam sirkuit terpadu modern, misalnya, *polycrystalline silicon* yang diberi *dopant* dengan jumlah yang banyak seringkali digunakan sebagai pengganti logam.

Sebuah semikonduktor listrik adalah sebuah material yang yang memiliki pita energi yang terpisah oleh celah kosong yang tidak terisi oleh elektron. Pita energi tersebut adalah pita valensi (VB) – yang dalam keadaan temperatur kamar terisi penuh elektron – dan pita konduksi (CB), yang dalam keadaan suhu kamar hampir kosong oleh elektron. Sedangkan celah diantara dua pita energi tersebut, yang tidak ditempati oleh elektron disebut sebagai celah pita, seperti terlihat pada Gambar 2.3. Jika sebuah ikatan kovalen terputus, maka akan terjadi kekosongan atau lubang (*hole*). Pada daerah dimana terjadi kekosongan akan terdapat kelebihan muatan positif, dan daerah yang ditempati elektron bebas mempunyai kelebihan muatan negatif. Kedua muatan inilah yang memberikan kontribusi adanya aliran listrik pada semikonduktor [15,16].

Untuk dapat menghasilkan medan listrik pada sistem semikonduktor, maka harus terdapat energi yang memicu berpindahnya elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Energi pemicu tersebut dapat diperoleh dari berbagai sumber. Sumber

energi yang dapat digunakan untuk menghasilkan medan listrik pada sistem semikonduktor akan mendiversifikasi aplikasi dari semikonduktor.



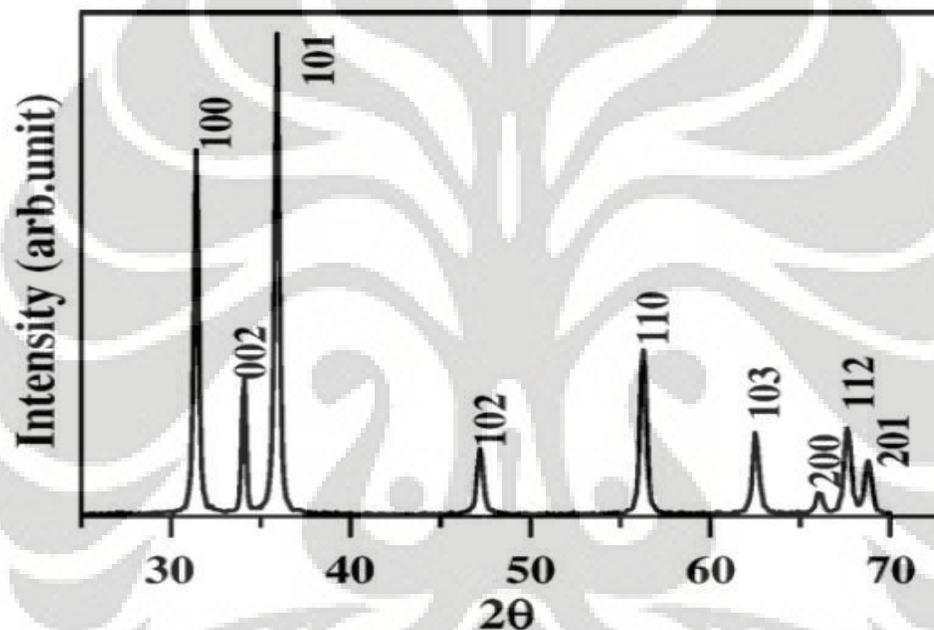
Gambar 2.3. Mekanisme eksitasi elektron oleh material semikonduktor pada; (a) dipaparkan cahaya dengan energi sedikit diatas energi *band gap*-nya, (b) tidak dipaparkan cahaya, (c) di bawah paparan sinar ultraviolet (UV) [17]

2.3. ZnO Nanorods

ZnO adalah salah satu material yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi mengacu pada sifat mekanisnya seperti, sifat katalitik, elektrik, optoelektronik, dan *photochemicalnya* [18]. Berdasarkan sifat-sifat tersebut, penelitian untuk membuat alat-alat yang berbasis semikonduktor seperti pada *microwave absorber*, *light emitting diode*, *optical device*, *solar cell*, dan lain-lain sedang gencar dilakukan oleh para peneliti [19].

ZnO merupakan semikonduktor golongan II-VI yang memiliki struktur kristal wurtzite, seperti dapat dilihat pada Gambar 2.4., yang memiliki nilai *band-gap* yang

tinggi, yaitu, 3,37 eV dan *excitation binding* energi yang kuat, yaitu 60 meV. Nilai tersebut merupakan yang tertinggi dibandingkan dengan material nanostruktur dimensi satu (1 D) lainnya [20]. Beberapa bentuk kristal ZnO yang berhasil ditemukan antara lain, yang berdimensi satu (1 D) *rod*, *tube*, *wire*, dan *nail*, berdimensi dua (2 D) *sheet*, *hexagon*, *tower*, dan *comb*, dan berdimensi tiga (3D) *flower* [19].



Gambar 2.4. Pola difraksi sinar-X ZnO *nanorods* dengan struktur kristal wurtzite[19]

Nanostruktur 1-D, seperti *nanorods*, *nanowires*, maupun *nanobelts*, merupakan struktur berdimensi paling kecil yang dipercaya dapat digunakan sebagai media transportasi elektron dan eksitasi optik yang paling efektif [22]. Keutamaan di sifat elektrik dan optikalnya yang dimiliki oleh material tersebut berhubungan dengan ukuran dua dimensinya yang sangat kecil dibandingkan material *bulk*-nya.

Dapat dilihat pada Tabel 2.1., material ZnO memiliki nilai *band-gap* yang cukup tinggi, yaitu 3.2 eV. Besarnya nilai *band-gap* ini menyebabkan ZnO mampu

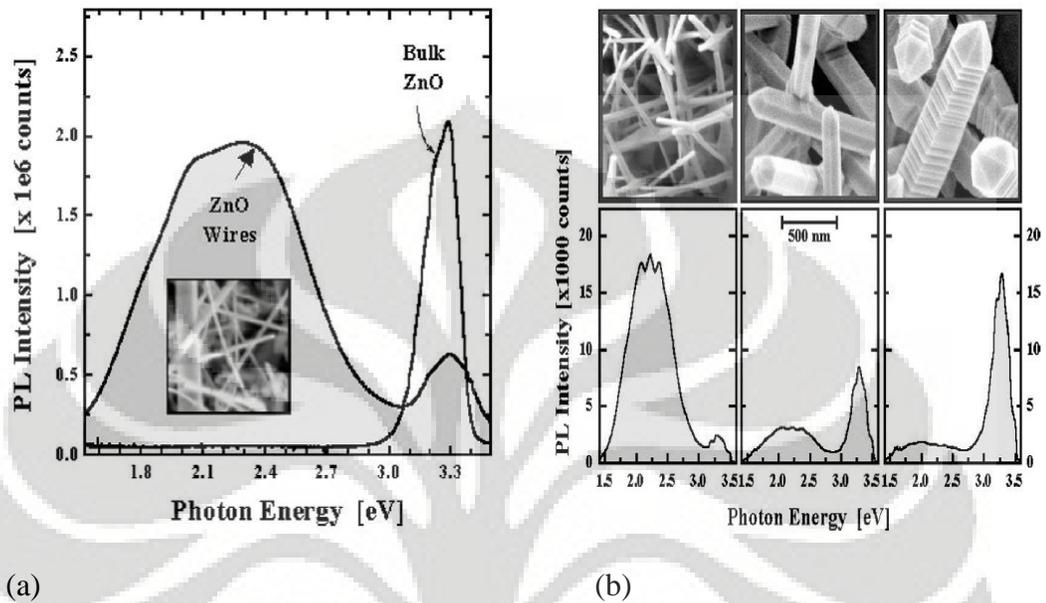
menyerap energi foton dari matahari dengan jumlah yang banyak. Selain itu, nilai *band-gap* tersebut juga berhubungan dengan rentang cahaya yang dapat diserap oleh material semikonduktor. Seperti dapat dilihat dalam tabel tersebut, besarnya nilai *band-gap* tersebut membutuhkan cahaya dengan panjang gelombang yang kecil, yaitu 387 nm. Hal ini jelas lebih menguntungkan daripada material konvensional yang digunakan sebagai material dasar sel surya. Dimana hanya membutuhkan paparan cahaya matahari yang relatif rendah untuk menghasilkan elektron bebas.

Tabel 2.1. Karakteristik dari beberapa macam semikonduktor [21]

Semikonduktor	VB vs NHE (eV)	Band-gap (eV)	Band gap wavelength (nm)
TiO ₂	+ 3,1	3,2	387
SnO ₂	+ 4,1	3,9	318
ZnO	+ 3,0	3,2	387
WO ₃	+ 3,0	2,8	443

Semikonduktor *nanowires* yang tersusun teratur dan mempunyai dimensi yang sangat kecil diprediksi sangat potensial untuk meningkatkan sifat *photocatalysis* dan *photovoltaic* pada substrat sel *photovoltaic*. Salah satu sifat optik pada ZnO adalah sifat *surface luminescence*, dimana ZnO *nanorods* dengan diameter yang lebih kecil akan mempunyai sifat *surface luminescence* yang lebih baik, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5. Peningkatan nilai *surface luminescence* tersebut karena dengan ukuran yang lebih kecil, maka jumlah atom yang terdapat pada permukaan akan lebih banyak dibanding material *bulk*-nya selain juga kristalinitas dari ZnO *nanorods* yang juga tinggi [23]. Pemahaman yang lebih menyeluruh tentang mekanisme respon *photoelectric* dan transfer muatan pada struktur yang tersusun rapi seperti pada ZnO *nanorods* dengan berbagai ukuran dan morfologi yang berbeda adalah sangat penting dalam proses desain dan optimisasi alat/*device*. Mekanisme respon tentang bagaimana permukaan yang memiliki besar *nanorods* yang berbeda dapat

mempengaruhi tingkat penyerapan cahaya pada panjang gelombang yang berbeda perlu untuk dipahami untuk menciptakan alat dengan sifat *photoelectric* terbaik [22],



Gambar 2.5. Sifat *surface luminescence* antara: (a) material nanostruktur dengan *bulk*-nya, (b) material nanostruktur dengan perbedaan ukuran [23]

Fabrikasi dalam skala ukuran nano telah menunjukkan bahwa semikonduktor nanostruktur memiliki tingkat fleksibilitas fungsi melalui desain atau pengaturan strukturnya [23]. Dalam konteks ini, tujuan utamanya adalah untuk (1) menciptakan berbagai alat/*device* dengan ukuran yang kecil, (2) meningkatkan kepresisian dimensi, (3) pengontrolan dan pendesainan berbagai sifat-sifat material berukuran kecil.

Salah satu hal yang sangat diperhatikan dalam pengembangan nanostruktur adalah usaha pengaturan sifat-sifat dari material melalui modifikasi ukuran nanostruktur. Hal ini dikarenakan material dengan ukuran yang kecil akan memiliki sifat yang berbeda dengan material makroskopisnya, seperti, sifat optik, kereaktifannya.

Pengontrolan struktur dari nanomaterial merupakan langkah awal yang penting dalam usaha menciptakan *nanodevice* dan aplikasi lainnya [24]. Selain perbedaan yang

didasarkan pada sifat mekanis yang dimiliki tiap-tiap material semikonduktor berbeda, kemampuan penyerapan cahaya pada suatu panel dalam sistem PV juga dapat disebabkan oleh kecepatan reaksi dari elektron yang terdapat di dalam sistem konversi pada panel PV.

2.4. Metode Sintesis ZnO Nanorods

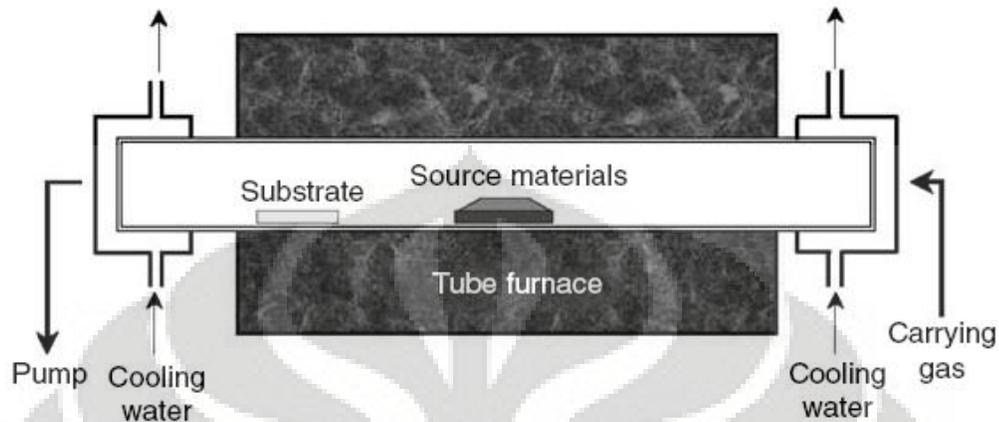
Berbagai metode sintesis ZnO telah ditemukan dan dikembangkan untuk mencapai struktur nano tersebut, diantaranya, *physical vapour deposition (PVD)*, *chemical vapour deposition (CVD)*, *laser ablation*, dan *solution method* [18]. Berbagai metode yang berkembang tersebut tentunya memiliki keunggulan dan kelemahan masing-masing. Pemilihan metode untuk mensintesis ZnO nanostruktur didasarkan atas aplikasi yang diinginkan. Pada aplikasi yang berhubungan dengan dunia elektronika misalnya, umumnya dibutuhkan ZnO *nanorods* yang ditumbuhkan pada substrat yang nantinya akan dikenakan proses litografi. Namun pada aplikasi lain, dibutuhkan ZnO *nanorods* dalam bentuk yang berbeda.

Pengembangan proses sintesis dari nanomaterial merupakan hal yang paling sering dipelajari dalam dunia nanoteknologi. Beberapa metode telah berhasil dalam menciptakan nanostruktur satu dimensi (1 D), yaitu, *thermal evaporation*, *laser ablation*, *arc discharge*, PVD, dan sol-gel.

2.4.1. Thermal Evaporation

Thermal evaporation adalah salah satu cara fabrikasi material nanostruktur yang paling populer dan berhasil dalam fabrikasi *nanobelts*, dan *nanowires* dengan berbagai karakteristik. Basis dari proses ini adalah mensublimasi material sumber ke dalam berbentuk bubuk pada temperatur tinggi dan deposisi bubuk tersebut pada substrat untuk menghasilkan bentuk nanostruktur yang diinginkan.

Proses ini seperti ditunjukkan pada Gambar 2.6.



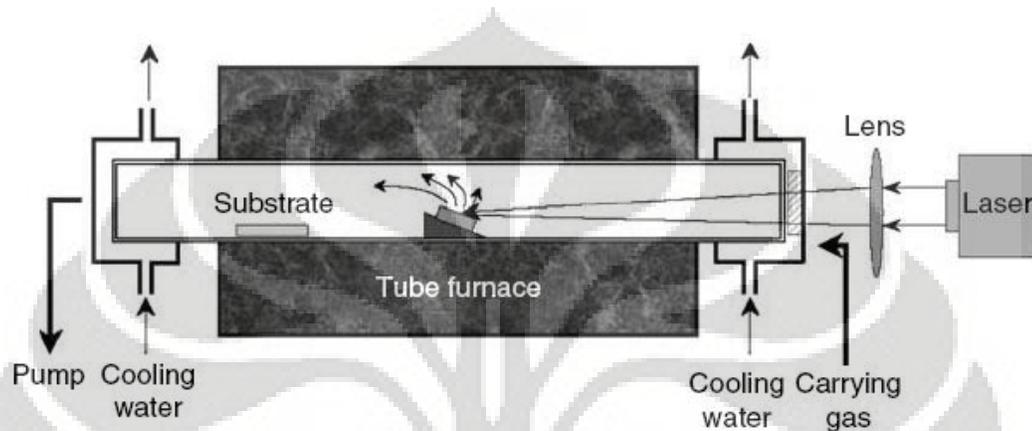
Gambar 2.6. Skema proses *Thermal Evaporation* [25]

Proses sintesis dilakukan di alumina atau *quartz tube*, yang diletakkan horizontal pada dapur. Bubuk oksida dengan tingkat kemurnian yang tinggi kemudian diletakkan di tengah-tengah *tube*, yang memiliki suhu paling tinggi. Substrat, sebagai tempat melekatnya material nanostruktur diletakkan pada daerah aliran gas. Substrat yang digunakan dapat berupa *silicon wafer*, *polycrystalline alumina*, atau *single crystal alumina (sapphire)*. Kedua ujung dari *tube* akan ditutupi oleh tutup yang terbuat dari *stainless steel*. Pada bagian ujung dari *tube* akan dilakukan pendinginan pada saat proses berlangsung agar menghasilkan gradien temperatur yang tepat pada *tube* untuk menghasilkan material nanostruktur [25].

2.4.2. *Laser Ablation – Assisted CVD*

Metode ini merupakan salah satu metode yang cukup efektif dalam menciptakan struktur nano dalam satu dimensi (1D) [25], terutama pada semikonduktor. Tidak seperti metode sebelumnya, pada metode *laser ablation*, deposisi terjadi secara dua dimensi, dimana target diletakkan pada bagian atas dari *tube* mengakibatkan sistem ini menggunakan kombinasi dari *pulse laser* dan *thermal*

evaporation dengan beberapa modifikasi, seperti terlihat pada Gambar 2.7. Material sumber (*source material*) dilekatkan ke alumina krusibel dengan sudut 45° terhadap sinar laser.



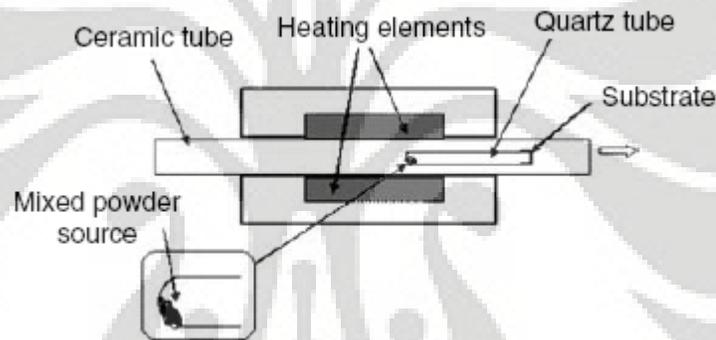
Gambar 2.7. Skema proses *Laser ablation – assisted CVD* [25]

Proses ini serupa dengan proses *thermal evaporation*. Temperatur dapur yang digunakan pada proses ini berkisar antara 500 sampai 800°C . Ketika suhu dan temperatur yang digunakan tercapai, sinar laser ditembakkan ke arah target (*source material*) sampai menguap. Uap tersebut akan dideposisikan dengan cepat di substrat dengan bantuan katalis logam. Jika temperatur deposisinya rendah dan jarak antar material sumber dan substrat terlalu jauh, uap tersebut akan mengalami *homogenous nucleation* dan *growth* selama proses perpindahan tersebut, dan bentuk akhir dari nanostruktur akan diterima oleh substrat.

Metode *laser ablation* dapat digunakan dalam fabrikasi nanostruktur untuk material dengan komposisi kimia yang kompleks. Dengan penggunaan sinar laser berkekuatan besar, material sumber dapat disublimasi pada suhu yang relatif rendah. Tanpa mengubah jenis *tube* dan temperatur deposisi, kepadatan dari uap yang dihasilkan dapat diatur dengan memvariasikan kekuatan dan frekuensi dari sinar laser sehingga mencapai ukuran dan *optimum growth control*.

2.4.3. Metode *Physical Vapour Deposition* (PVD)

Berbagai proses yang dapat diterapkan untuk menghasilkan ZnO *nanorods* memiliki temperatur kerja yang berbeda. Proses PVD membutuhkan suhu yang tinggi untuk melakukan proses evaporasi pada material dasar untuk disublimkan pada material substrat di bawah pengaruh aliran gas inert. Metode ini akan menghasilkan ZnO nanostruktur melalui evaporasi bubuk Zn, atau campuran antara Zn dengan material lain, seperti Se, maupun campuran antara ZnO dengan grafit, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Skema proses PVD [26]

Pada proses sintesis tersebut, uap dari material basis akan diarahkan ke substrat dengan bantuan gas argon, atau campuran antara gas argon dengan oksigen dan hydrogen. Metode ini biasanya membutuhkan prekursor seperti diethyl zinc ($\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$) atau zinc acetylacetonate hydrate $\text{Zn}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2) \cdot x\text{H}_2\text{O}$. ZnO *nanowires* juga dapat diproduksi menggunakan metode penguapan sederhana material campuran ZnO dan grafit dengan menjaga tekanan oksigen pada *tube furnace* dan kondensasi pada substrat melalui mekanisme gradien temperatur pada *tube* keramik [26].

2.4.4. Metode Kimiawi Basah

Perkembangan teknologi sol-gel didasarkan pada keluhan pada teknologi *solid state reaction* yang lebih dahulu ditemukan dalam proses produksi refraktori. Teknologi *solid state reaction* membutuhkan temperatur proses yang sangat tinggi sebagaimana proses sintesis hanya dapat berlangsung melalui mekanisme sintering dan pelelehan. Oleh karenanya, dibutuhkan teknologi yang hanya menggunakan temperatur sintesis yang rendah. Teknologi sol-gel adalah jawaban yang ditawarkan terhadap masalah tersebut [27].

Pada bidang nanoteknologi, sol-gel merupakan salah satu metode yang dapat digunakan karena semua produk hasil reaksinya akan mengandung nanopartikel atau nanokomposit. Akhirnya metode ini memegang peranan penting dalam usaha pengembangan nanoteknologi modern dalam usaha menciptakan material-material baru [28].

Keistimewaan utama dari teknologi sol-gel adalah kemampuan untuk mengontrol mekanisme dan kinetika dari tiap-tiap tahapan reaksi kimia yang terjadi. Dengan kata lain, pengontrolan dan modifikasi setiap tahapan dalam teknologi sol gel dapat mempengaruhi bentuk akhir dari material yang dihasilkan. Perubahan struktur dan fasa yang dapat terjadi merupakan hal yang terus dibahas dan dikembangkan melalui percobaan laboratorium yang terus menerus [27]. karena hingga saat ini belum ditemukan pemahaman yang menyeluruh dan konsisten tentang kontrol proses sol-gel tersebut [28].

Metode sol-gel merupakan alternatif yang menarik terhadap metode lain yang telah dikembangkan sebelumnya dalam proses sintesis keramik karena banyak alasan, yaitu: temperatur sintesis yang rendah, peralatan yang digunakan sederhana, proses yang sederhana, dan kemudahan dalam mengontrol setiap tahapan proses [29].

2.4.4.1. Keuntungan Penggunaan Garam Logam (Zinc nitrite) pada Metode Sol-Gel

Pada umumnya, material utama (*raw material*) yang digunakan pada metode sol-gel adalah *metal alkoksida*, yang dengan proses hidrolisis dan kondensasi dapat dibuat menjadi oksida dengan ukuran nano atau partikel-partikel hidroksida. Namun, oksida logam yang banyak digunakan sebagai material utama tersebut, secara umum, sangat sulit untuk didapatkan karena kesensitifitasannya yang tinggi terhadap kelembaban atmosfer. Akibatnya, proses pembuatan keramik akan bergantung pada tingkat dari hidrolisis hidroksida, yang sangat sulit untuk dikendalikan [29]

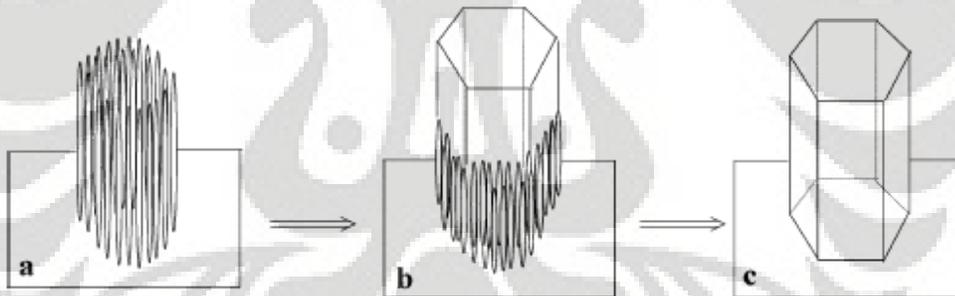
Garam-garam logam yang harganya lebih murah, mudah dikontrol, akan lebih berguna dibandingkan dengan oksida logam. Garam logam mudah untuk diubah menjadi oksidanya melalui dekomposisi termal dan dengan mudah dapat terlarut pada pelarut organik membentuk *metal complexes*. Dengan kata lain, proses sol-gel dengan garam-garam logam dapat dilakukan melalui *chelating* ion-ion logam oleh ligan organik.

Beberapa material yang digolongkan sebagai *metal salt* antara lain, klorit, asetat, nitrit, dan sulfit. Klorit, nitrat dan sulfit mempunyai tingkat kelarutan yang tinggi di air maupun pelarut organik lainnya. Jika material tersebut dilarutkan di air atau pelarut organik lainnya tanpa reaksi kimia lainnya seperti *chelating*, hanya akan terjadi rekristalisasi pada evaporasi pelarutnya. Adalah sangat penting bagaimana menstabilkan ion-ion logam dalam larutan tanpa koordinasi dari anion seperti Cl^- atau NO_3^- [29].

Skema proses sintesis umumnya dapat dibagi berdasarkan prekursor yang digunakan, yaitu: *aqueous solutions of metal salt*, *metal alkoxide solution*, *mixed organic* dan *inorganic precursor*.

2.4.4.2. Mekanisme Pertumbuhan ZnO *nanorods* Pada Substrat

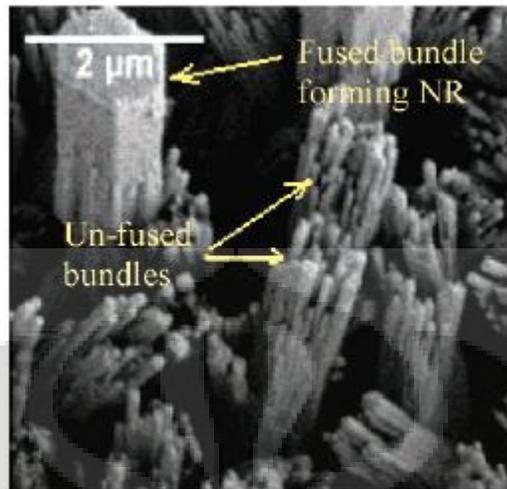
Struktur ZnO *nanorods* dapat dihasilkan melalui proses sintesis yang menghasilkan bubuk maupun ditumbuhkan di atas substrat tertentu. Pada struktur yang ditumbuhkan dengan media substrat, pertumbuhan Zn *nanorods* akan berlangsung dengan mekanisme berikut, seperti terlihat pada Gambar 2.9. Pertumbuhan *nanorods* akan dimulai dengan tumbuhnya struktur *rod* (silinder pejal) yang kecil pada permukaan substrat (a). Struktur *rod* tersebut dapat bergabung membentuk *rod* dengan dimensi yang lebih besar (b). Proses tersebut akan terus berlanjut sehingga semua *rod* berukuran kecil bersatu membentuk *rod* berukuran besar (c) Proses penggabungan *rod-rod* berukuran kecil tersebut dapat terjadi dengan perubahan parameter proses seperti, perubahan temperatur, derajat keasaman (pH), dan konsentrasi salah satu pelarut [30].



Gambar 2.9. Mekanisme pertumbuhan ZnO *nanorods* pada substrat tertentu [30]

Studi yang dilakukan oleh Pacholski [31] dan Penn dan Banfield [32] mengungkapkan fenomena bahwa struktur nano berukuran kecil dapat bergabung membentuk nanostruktur dengan ukuran yang lebih besar.

Pada percobaan yang dilakukan oleh Li Quanchang et al [30], menghasilkan struktur seperti dapat dilihat di Gambar 2.10. Seperti terlihat pada gambar terjadi penggabungan dari *nanowires* untuk membentuk nanostruktur yang lebih besar (*nanorods*).



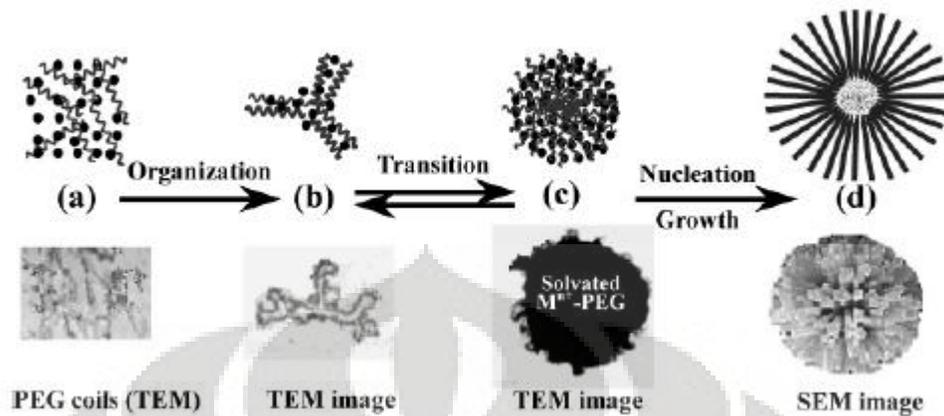
Gambar 2.10. Transformasi pertumbuhan ZnO *Nanowire* ke *nanorods* [30]

Hal ini terjadi karena adanya penurunan energi permukaan. Pada proses sintesis, reaksi terjadi pada temperatur rendah (88°C) konsentrasi basa yang tinggi. Akibat suhu yang rendah dan konsentrasi basa yang tinggi, maka evaporasi dari zat pembasa akan berlangsung lambat sehingga reaksi basa dan garam zinc (zinc nitrate) akan berlangsung cukup lama mengakibatkan pertumbuhan ZnO yang lama tersebut membentuk ZnO *nanowire* ke struktur yang lebih besar (*nanorod*).

2.4.4.3. Mekanisme Pembentukan *Nanorod* dengan Stimulan PEG (PEG-assisted)

PEG dalam sintesis ZnO *nanorods* dengan metode sol-gel digunakan sebagai pemicu terbentuknya bentuk bulat pada struktur yang dihasilkan. Interaksi yang terjadi antara logam transisi dan rantai-rantai PEG menyebabkan rantai-rantai tersebut menggelembung menjadi bulatan berukuran nano, yang akan berfungsi sebagai *template* yang akan mengarahkan proses pertumbuhan *nanorod* melalui beberapa tahapan [33].

Secara umum, mekanisme yang terjadi pada proses sol-gel, dalam kasus ini antara garam logam dan PEG adalah seperti ditunjukkan pada Gambar 2.11. berikut :



Gambar 2.11. Mekanisme pertumbuhan *nanorods* pada metode sol-gel [34]

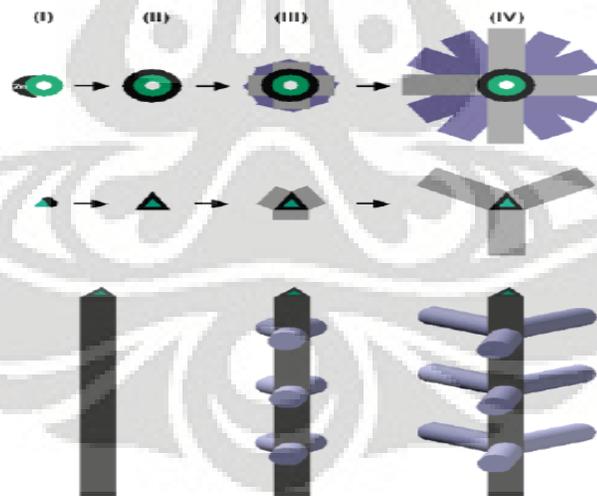
Interaksi antara garam logam dan PEG akan membentuk rantai yang akan berubah menjadi *microglobule*, yang akan bertindak sebagai template, bertugas untuk mengarahkan pertumbuhan untuk membentuk organisasi struktur *nanorods* [33]. Proses sol-gel yang digunakan adalah metode Pechini, yaitu merupakan salah satu metode sintesis bubuk oksida yang sangat populer dimana prekursor yang dihasilkan berasal dari reaksi antara garam logam, ethylene glycol dan/atau citric acid dengan perlakuan panas pada suhu rendah [29]. Karena reaksi dilakukan pada suhu rendah di bawah pengaruh gaya mekanik putaran yang dihasilkan oleh *magnetic stirrer*, maka struktur yang dihasilkan karena pengaruh gaya-gaya eksternal tersebut, selain konsentrasi bahan-bahan yang digunakan, yaitu garam logam, NH_4OH , dan PEG.

Reaksi yang berlangsung pada reaksi sol-gel dengan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan NH_4OH adalah:



Pada penambahan PEG + NH_4OH ke dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ akan terjadi reaksi organisasi/percampuran antara prekursor dan *chelate agent* [31] yang akan menghasilkan resin. Resin yang dihasilkan pada awal penambahan PEG akan berwarna putih susu dengan tingkat kebasaaan yang masih rendah. Dengan penambahan PEG terus menerus sampai pH tertentu, larutan akan berubah menjadi bening. Penentuan pH menjadi sangat penting dalam usaha menumbuhkan *nanostructured materials* karena akan berpengaruh ke jenis nanostruktur yang dihasilkan [18, 19, 20]. Setelah larutan berwarna bening dilakukan pemanasan larutan selama beberapa jam agar reaksi berlangsung sempurna. Proses pemanasan dilakukan untuk merubah resin yang dihasilkan menjadi bubuk *nanosize* untuk kemudian berkembang menjadi material nanostruktur [27].

Proses pemanasan yang dilakukan menyebabkan terjadinya nukleasi pada prekursor yang akan berkembang menjadi struktur *bundled nanorods*. Lebih jelasnya proses pertumbuhan *bundled nanorods* ditunjukkan pada Gambar 2.12.



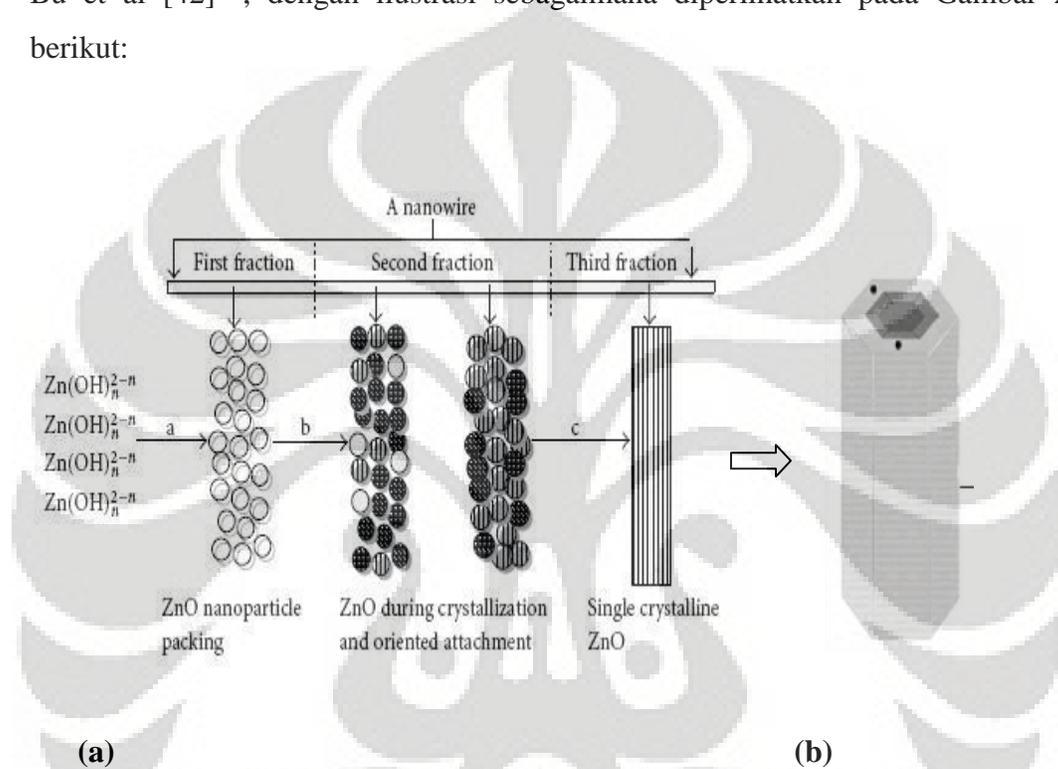
Gambar 2.12. Mekanisme pertumbuhan *bundled nanorods* [35]

Mekanisme terbentuknya ZnO *nanorods* adalah:

- (i) Terbentuk prekursor Zn

- (ii) *Chelating agent* akan menutupi seluruh permukaan prekursor
- (iii) ZnO akan tumbuh memanjang di seluruh permukaan Zn prekursor
- (iv) Terbentuk ZnO *nanorods*

Mekanisme pertumbuhan ZnO *nanorods* juga diilustrasikan oleh beberapa Shaojing Bu et al [42]^{rev}, dengan ilustrasi sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 2.13., berikut:

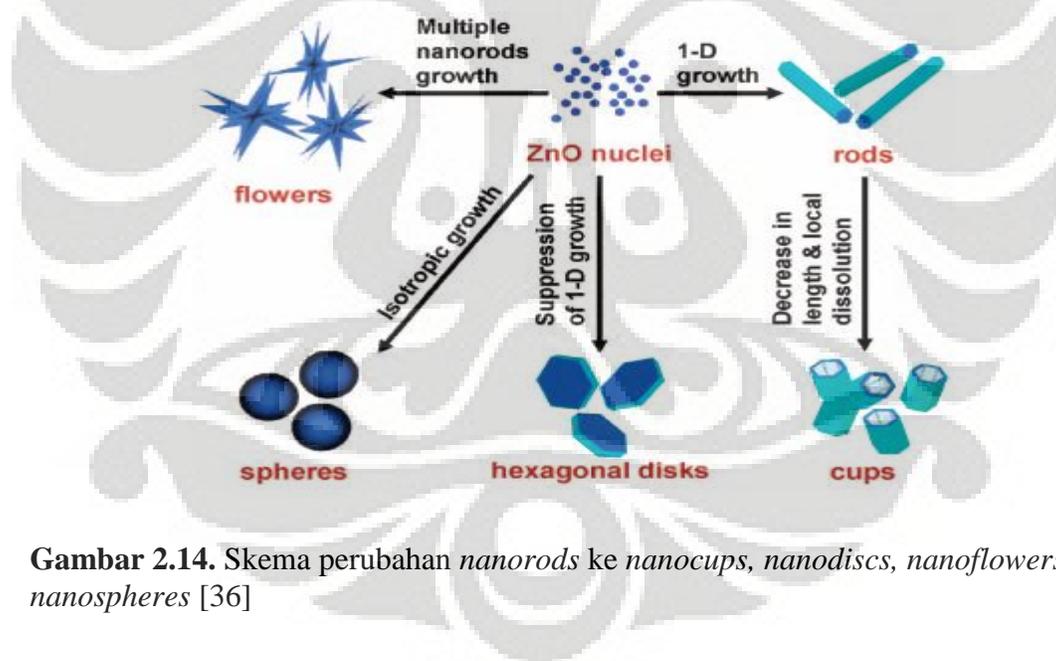


Gambar 2.13. Pertumbuhan ZnO *nanorods/nanowires* pada larutan encer, (a) mekanisme pembentukan struktur *nanorods*, (b) ilustrasi struktur *nanowires* [42]^{rev}

Pada Gambar 2.13.a., berdasarkan periode pertumbuhannya, terdapat tiga tahapan pembentukan ZnO *nanorods/nanowires*, yaitu: (i) pembentukan material nanopartikel, (ii) kristalisasi atom untuk mencapai orientasi yang sama, (iii) pembentukan material ZnO *single crystalline*, menghasilkan struktur nanorods seperti dapat dilihat pada Gambar 2.13.b.

Selain pengaruh pH, variabel tekanan juga mempengaruhi bentuk *nanorods* yang dihasilkan. *Nanorods* dapat bertransformasi menjadi beberapa bentuk. Proses transformasi pertumbuhan *nanorods* diilustrasikan dengan Gambar 2.14.

ZnO inti pada umumnya akan berevolusi menjadi *nanorods* pada arah c aksis [0001]. Kedua, *nanorods* akan berubah menjadi *nanocups* dengan pengurangan pertumbuhan kristal pada arah [0001] bersamaan dengan disolusi lokal pada permukaan (0001). Ketiga, ketika pertumbuhan kristal pada arah [0001] ditekan, akan dihasilkan *nanodisks* akibat pertumbuhan pada arah 6-fold symmetric. Keempat, *multiple nanorods* akan tumbuh dari pusat inti yang akan menghasilkan *nanoflowers*. Akhirnya, ketika pertumbuhan dari pusat inti ditekan, akan terbentuk *nanospheres* akibat *isotropic growth* dari tengah inti [36].



Gambar 2.14. Skema perubahan *nanorods* ke *nanocups*, *nanodisks*, *nanoflowers*, dan *nanospheres* [36]

2.5. Aplikasi ZnO Nanorods pada Photovoltaic

Seperti telah dijelaskan pada Subbab 2.1., terdapat banyak sekali aplikasi dari material semikonduktor *nanorods*, diantaranya adalah sebagai material *solar cell* [18,

19, 22,]. Salah satu alasan yang mengemuka terhadap urgensi penggunaan energi terbarukan adalah pada aplikasi pesawat luar angkasa pada tahun 1950an. Pada saat itu dibutuhkan energi untuk menggerakkan Satelit *Vanguard* yang sifatnya konstan pada jangka waktu yang lama dan proses perawatan yang seminimal mungkin. Energi yang mempunyai basis cahaya, yang sifat dan jumlahnya tak terbatas dan tersedia di luar angkasa adalah salah satu jawaban terhadap fenomena tersebut. Dan mulai saat itu, mulai dikembangkan sistem konversi energi tersebut yang sering disebut *photovoltaic* ini.

Sistem *solar cell* atau *photovoltaic* terdiri dari *nanorod* yang tersusun secara teratur dan kontinu. Ukuran yang lebih kecil meningkatkan efisiensi penyerapan cahaya matahari di sepanjang permukaan *nanorod* yang akan dikonversi menghasilkan listrik [35].

Photovoltaics merupakan sebuah sistem kerja yang dapat mengkonversi energi radiasi cahaya menjadi energi listrik. Sel *photovoltaic* terbuat dari material semikonduktor, yang pada umumnya terbuat dari silikon. Prinsip dari sistem ini sangat sederhana yaitu, timbulnya listrik diantara dua elektroda yang ditempelkan pada sistem padat maupun cair di bawah paparan sinar cahaya, seperti dapat dilihat pada Gambar 2.15. Ketika cahaya dipaparkan ke panel sel, sebagian dari cahaya tersebut akan diserap oleh material semikonduktor tersebut. Artinya, energi yang diberikan ke sel tersebut akan dialirkan ke semikonduktor. Energi tersebut akan menyebabkan elektron terlepas dan bebas bergerak. Sel *photovoltaic* tersebut memiliki beberapa pola aliran medan magnet yang akan menuntun elektron bebas tersebut ke arah tertentu. Aliran elektron tersebut yang dinamakan dengan arus listrik. Dengan meletakkan kontak di bagian atas dan bawah sel, kita dapat “mengeluarkan” listrik tersebut dari dalam sel untuk kebutuhan sehari-hari [37].

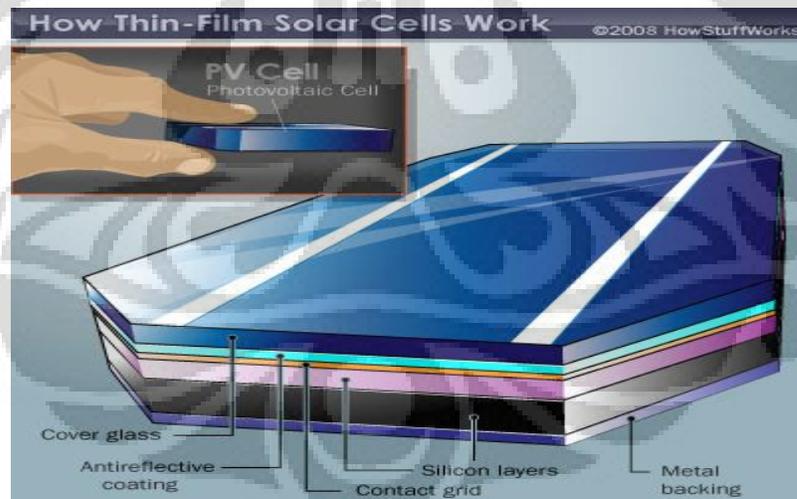
Sinar matahari yang terdiri dari foton-foton dengan panjang gelombang yang berlainan seperti terlihat pada Gambar 2.16, jika menimpa permukaan bahan solar sel (*absorber*), akan diserap, dipantulkan atau dilewatkan begitu saja, dan hanya foton

dengan level energi tertentu yang akan membebaskan elektron dari ikatan atomnya, sehingga mengalir arus listrik. Level energi dari suatu foton ditentukan dari panjang gelombangnya.

Sesuai dengan persamaan :

$$\lambda = \frac{h c}{\nu} \quad (2.6)$$

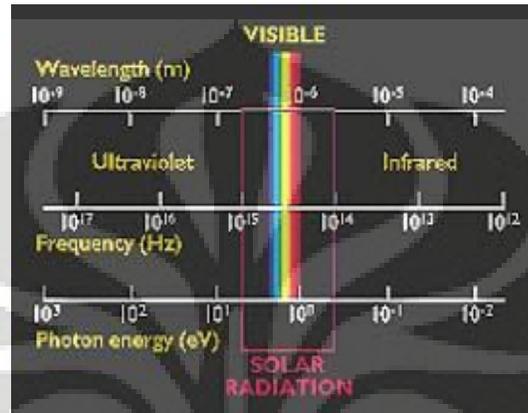
Level energi tersebut disebut energi *band-gap* yang didefinisikan sebagai sejumlah energi yang dibutuhkan untuk mengeluarkan elektron dari ikatan kovalennya sehingga terjadi aliran arus listrik. Untuk membebaskan elektron dari ikatan kovalennya, energi foton harus sedikit lebih besar atau diatas daripada *energi band-gap*. Jika energi foton terlalu besar dari pada energi *band-gap*, maka ekstra energi tersebut akan dirubah dalam bentuk panas pada solar sel [39].



Gambar 2.15. Ilustrasi Sel *Photovoltaic* [38]

Silikon sebagai material konvensional yang digunakan sebagai material dasar pada sel *photovoltaic* memiliki beberapa kelemahan, yaitu dengan nilai energi *band-gap*

yang rendah, sekitar 1,6 eV, membutuhkan cahaya dengan nilai panjang gelombang yang tinggi agar dapat menyebabkan terbentuknya elektron bebas untuk menghasilkan listrik. Selain itu, agar efisiensi dari *solar cell* bisa tinggi maka foton yang berasal dari sinar matahari harus bisa diserap yang sebanyak banyaknya,



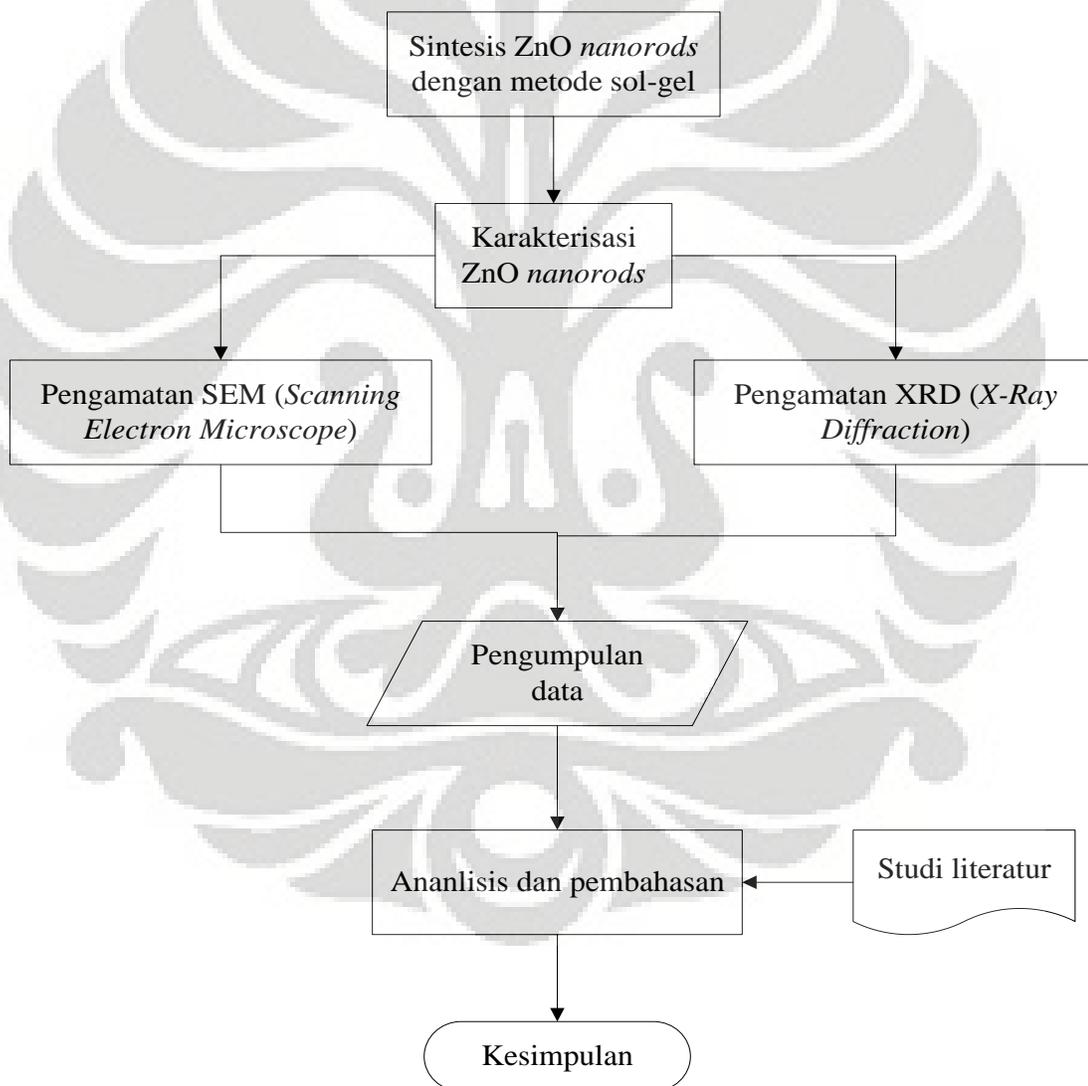
Gambar 2.16. Energi foton pada panjang gelombang tertentu [39]

kemudian memperkecil refleksi dan rekombinasi serta memperbesar konduktivitas dari bahannya. Oleh karena itu dibutuhkan material semikonduktor sebagai *absorber* yang memiliki energi *band-gap* dengan jangkauan yang lebar, sehingga bisa menyerap sinar matahari yang mempunyai energi sangat bermacam-macam tersebut dan struktur nano yang terbaik yang bisa meningkatkan sifat *photoelectric*-nya. Memerptimbangkan hal-hal di atas, maka *ZnO nanorods* diharapkan mampu menjawab tantangan itu.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Tahapan penelitian ini secara garis besar ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Larutan ZnO dengan Variasi Penambahan PEG

Bahan :

- 5,23 gr $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Polyethylene Glycol (PEG) masing-masing 1,2, dan 3 gr
- 0,15 mol NH_4OH
- Alkohol
- Akuades

Alat :

- Timbangan digital
- *Magnetik stirrer*
- *Glass arloji*
- Spatula
- Tabung Erlenmeyer 100 ml
- Tabung Erlenmeyer 250 ml
- Gelas Ukur 25 ml
- Pipet tetes
- Oven Naberthem
- Kertas pH indikator
- Kertas Saring

3.2.2. Larutan ZnO dengan Variasi Waktu Tahan Kondensasi Amonia

Bahan :

- 5,23 gr $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Polyethylene Glycol (PEG) 3 gr
- 0,15 mol NH_4OH
- Alkohol
- Akuades

Alat :

- Timbangan digital
- *Magnetik stirrer*
- *Glass arloji*
- Spatula
- Tabung Erlenmeyer 100 ml
- Tabung Erlenmeyer 250 ml
- Gelas Ukur 25 ml
- Pipet tetes
- Oven Naberthem
- Kertas pH indikator
- Kertas Saring

3.3. Prosedur Penelitian

Penelitian yang dilakukan dibagi atas beberapa tahapan proses, yaitu :

3.3.1. Pembuatan Larutan ZnO

Metode sol-gel membutuhkan lebih sedikit bahan untuk proses sintesis ZnO dibandingkan dengan metode sintesis lainnya. Pembuatan larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilakukan dengan mengencerkan 5,23 gr zinc nitrite ke dalam 100 ml air pada tabung Erlenmeyer 250 ml. Proses penimbangan dilakukan dengan timbangan digital, seperti terlihat pada Gambar 3.2, untuk meningkatkan kepresisian proses. Proses pelarutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilakukan dengan kondisi *under stirring* selama 1,5 sampai 2 jam agar pelarutan terjadi dengan sempurna menggunakan *magnetic stirrer* dengan skala pengadukan 3 (disebut Larutan 1).

Pada tabung Erlenmeyer yang lain, dilakukan pembuatan larutan PEG. Larutan PEG dibuat dengan mengencerkan PEG, masing-masing sebanyak 1,2, dan 3 gr - sesuai dengan parameter proses, yaitu, perbedaan konsentrasi PEG - ke dalam 50 ml air. Proses pengadukan yang juga dilakukan dengan kondisi *under stirring* selama 15 – 20 menit menggunakan tabung Erlenmeyer 100 ml. Setelah PEG terlarut sempurna di dalam air, dilakukan penambahan 0,15 mol NH_4OH ke dalam larutan PEG di tabung Erlenmeyer 100 ml. Setelah NH_4OH dimasukkan, pengadukan masih dilakukan antara 5 – 10 menit, agar percampuran terjadi secara merata (disebut Larutan 2).



Gambar 3.2. Timbangan Digital

3.3.2. Proses Pencampuran dan Sintesis ZnO

Proses sintesis ZnO dimulai dengan percampuran larutan 2 ke dalam larutan 1 menggunakan alat *magnetic stirrer*, seperti terlihat pada Gambar 3.3, perlahan-lahan dalam kondisi *under stirring*. Penambahan larutan 2 dihentikan sampai tercapai derajat keasaman, $\text{pH} \approx 10,5$. Sesaat kondisi $\text{pH} \approx 10,5$ tercapai, kondisi pengadukan dipercepat sampai skala pengadukan 4 pada mesin *magnetic stirrer* dengan suhu 75°C selama hingga beberapa jam (sesuai parameter proses), sampai terbentuk endapan putih pucat.



Gambar 3.3. *Magnetic stirrer*

3.3.3. Proses Pencucian Sampel

Setelah terbentuk endapan putih pucat, endapan tersebut disaring menggunakan kertas saring. Endapan lalu dibilas menggunakan etanol dan akuades. Endapan hasil bilasan kembali disaring dengan kertas saring dan kembali dicuci dan dibilas menggunakan campuran etanol dan akuades. Proses ini berlangsung sampai 3 kali untuk memastikan hilangnya ion-ion dan menetralkan pH.

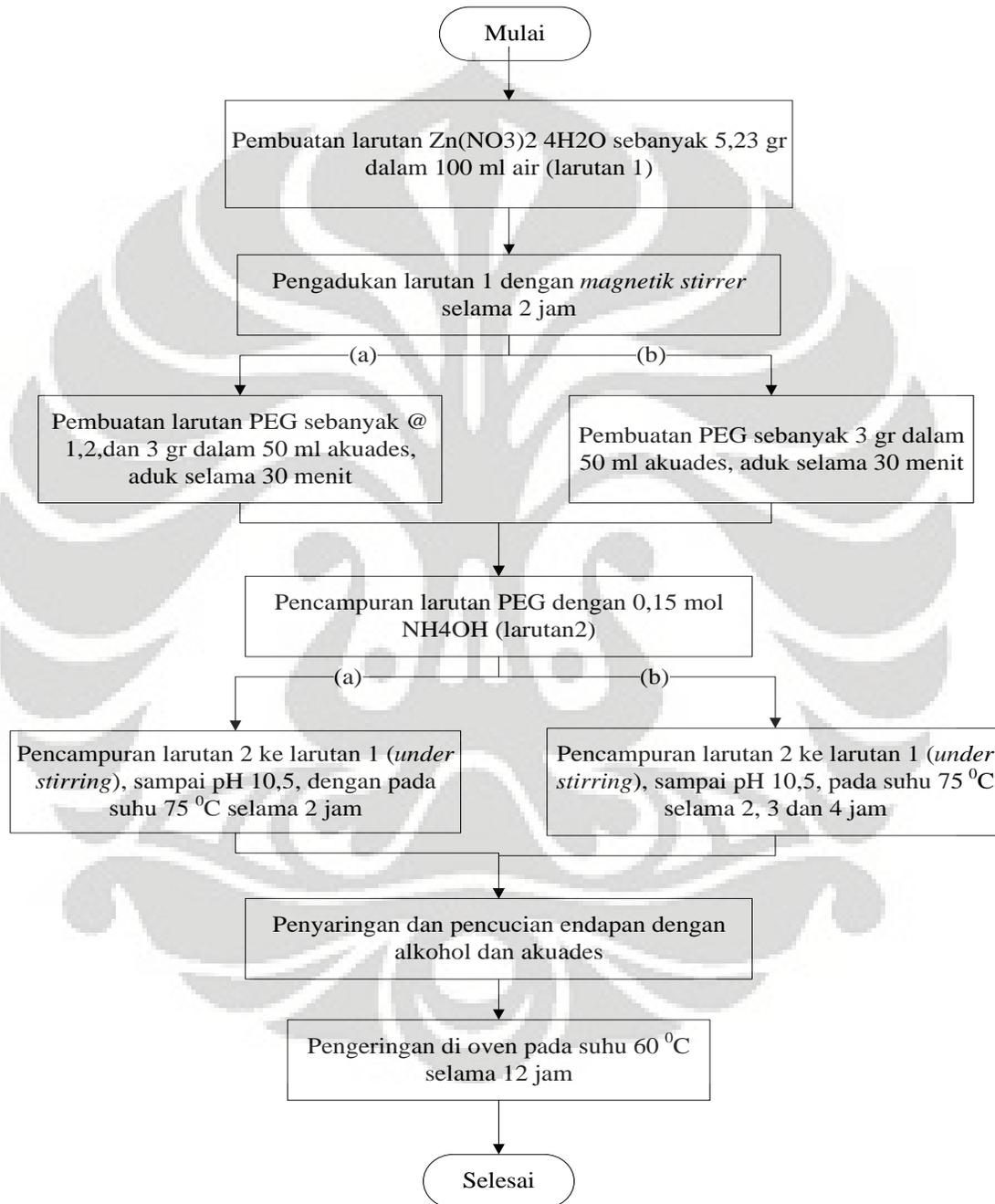


Gambar 3.4. Proses pencucian sampel.

3.3.4. Proses Pengeringan Endapan

Hasil dari pencucian selanjutnya akan di masukkan kedalam oven untuk pengeringan selama 12 jam pada temperatur 60°C . Setelah selesai dikeringkan kemudian sampel dilakukan proses karakterisasi dengan menggunakan SEM yang berfungsi untuk melihat struktur mikro dari *nanorods* dan XRD yang berfungsi untuk melihat tingkat kristalinitas pada material tersebut berdasarkan perbedaan konsentrasi PEG dan laju evaporasi NH_3 . Keempat tahapan proses tersebut dilakukan untuk dua variasi proses,

yaitu, perubahan kadar PEG dan perubahan laju evaporasi NH_3 seperti dapat dilihat pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5. Diagram alir sintesis ZnO nanorods dengan: (a) variasi konsentrasi PEG; (b) variasi waktu tahan kondensasi amonia

3.4. Karakterisasi Material

3.4.1. Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Uji SEM dilakukan di laboratorium SEM Departemen Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia. Pengujian SEM menggunakan SEM *LEO 420i* milik Departemen Metalurgi dan Material seperti yang terlihat pada Gambar 3.6. Mikroskop pemindai elektron (SEM) digunakan untuk studi detil arsitektur permukaan sel (atau struktur jasad renik lainnya), dan obyek diamati secara tiga dimensi. Contoh foto sampel menggunakan SEM dapat dilihat pada gambar 3.7. Pada SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut dipindai dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor CRT (*cathode ray tube*). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar bisa dilihat.



Gambar 3.6. Mesin Scanning Electron Microscope *LEO 420i*

Agar dapat mengamati sampel hasil proses pengeringan dan juga hasil proses anil dengan baik, diperlukan persiapan sampel dengan melakukan fiksasi, yang bertujuan untuk agar tidak mengubah struktur serbuk yang akan diamati, fiksasi dapat

dilakukan dengan menggunakan senyawa perekat carbon. Setelah itu sampel baru dapat dimasukkan kedalam *chamber*. Untuk mendapatkan hasil yang bagus maka dibutuhkan harus diperhatikan pengaturan perbesaran dan kontas gambar.

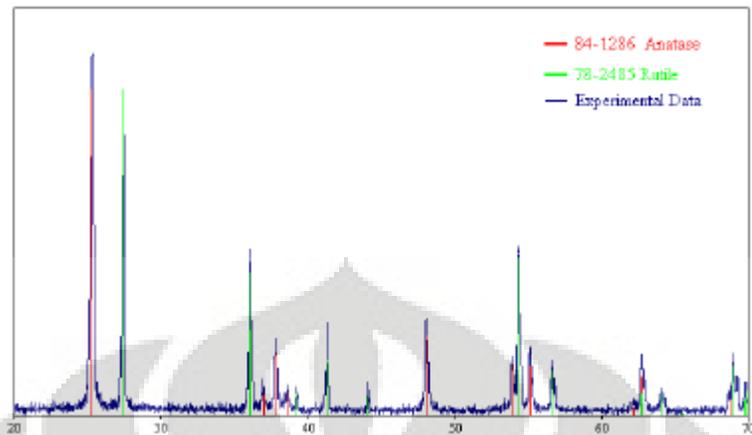
3.4.2. Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

Uji XRD dilakukan di laboratorium XRD Departemen Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia. Menggunakan mesin Phillips *X-ray diffractometer*, dengan radiasi monokromatik Cu $K\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). Gambar mesin XRD ditunjukkan pada Gambar 3.8 di bawah ini:



Gambar 3.7. Mesin Phillips *X-ray diffractometer* (XRD)

Uji XRD dilakukan kepada sampel dengan variasi PEG dan laju evaporasi untuk mengetahui hubungannya terhadap ukuran diameter *nanorods* dan kristal yang dihasilkan. Pada pengujian ini akan didapatkan nilai *broadening* atau pelebaran dari tiap sampel kristal. Dari *peak* tertinggi yang dihasilkan dari tiap sampel- ilustrasi ditunjukkan dari Gambar 3.7, didapatkan nilai *full width at half maximum* (FWHM). Nilai FWHM tersebut kemudian dimasukkan ke dalam persamaan Scherrer untuk mendapatkan nilai pelebarannya.



Gambar 3.8. Contoh grafik hasil uji XRD

Pada Gambar 3.8., ilustrasi grafik hasil uji XRD, terlihat beberapa peak yang dari sinar x-ray, dengan ketinggian dan pelebaran dari sampel. Setelah diketahui nilai pelebaran dia tiap *peak*-nya, maka data yang didapatkan dikonversi ke dalam diagram *scatter*. Selanjutnya nilai konstanta dari hasil interpolasi titik-titik tertinggi akan digunakan untuk menghitung besar kristalit rata-rata. Detil prosedur percobaan dapat dilihat pada Lampiran 2.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam bab ini akan dibahas faktor-faktor atau parameter proses yang mempengaruhi pembentukan ZnO *nanorods* yang berkaitan dengan morfologi, ukuran dan distribusi *nanorods* yang dihasilkan.

4.1. Efek Penambahan Polyethylen Glycol (PEG) Terhadap ZnO *Nanorods*

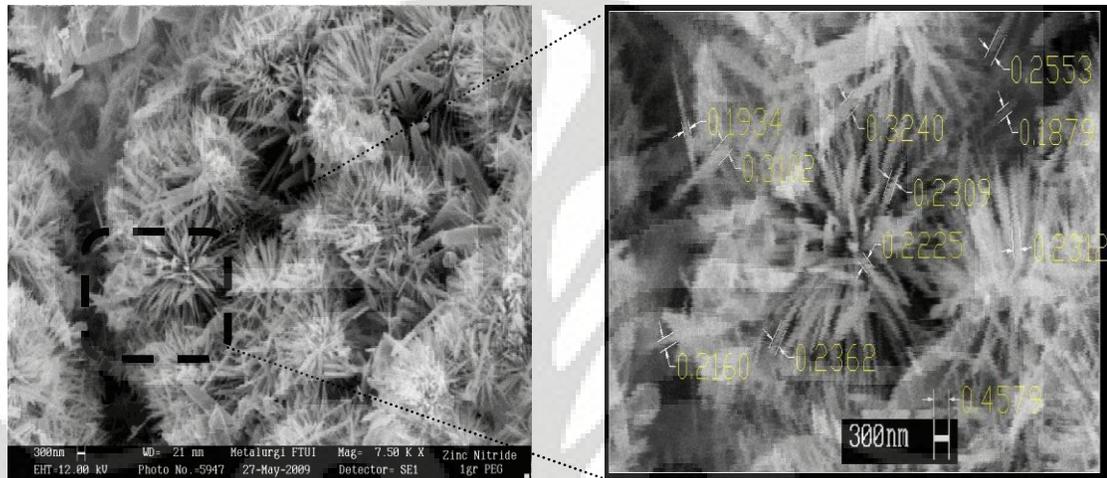
Percobaan telah dilakukan dengan menggunakan dua variasi proses, yaitu, perubahan konsentrasi polyethylene glycol (PEG) dalam larutan zinc oksida nitrat ((Zn(NO₃)₂.4H₂O) dan waktu tahan kondensasi amonia (NH₃). Pada variabel proses yang pertama, yaitu perubahan konsentrasi PEG sebesar 1, 2, dan 3 gram. Sampel dengan perbedaan konsentrasi PEG tersebut kemudian dinamakan dengan sampel a untuk 1 gr PEG, sampel b untuk 2 gr PEG, dan sampel c untuk 3 gr PEG.

Proses foto pada SEM dilakukan dengan menggunakan tiga kali perbesaran, yaitu, 2.500, 5.000, dan 7500 kali. Pengambilan gambar pada tiga perbesaran tersebut dilakukan untuk mengetahui tingkat sebaran *nanorods* yang dihasilkan dan besar rata-rata dari *nanorods* tersebut.

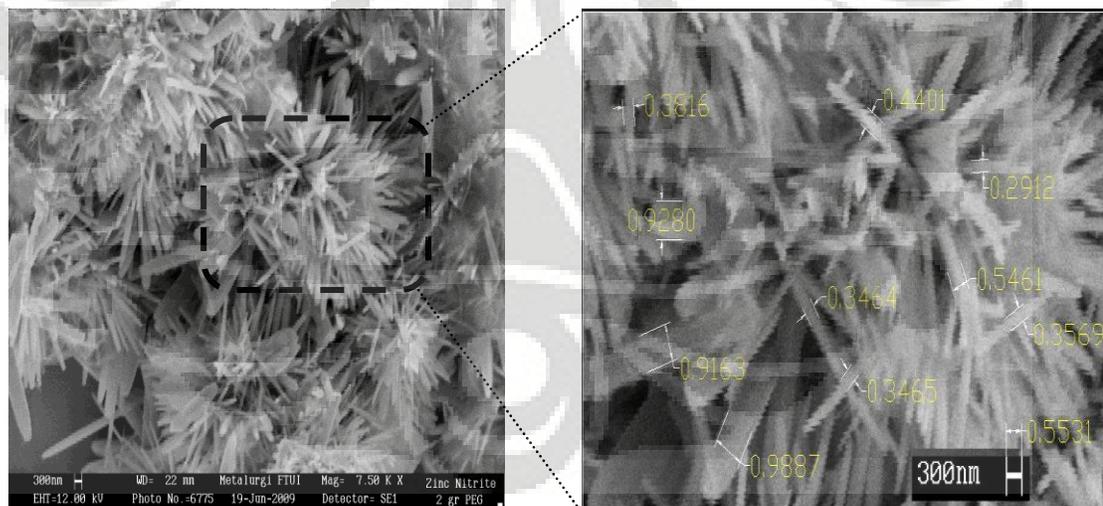
4.1.1. Analisis Foto SEM

Dari tiga variasi perbesaran foto yang dilakukan untuk tiap sampel, hanya digunakan foto dengan perbesaran 7.500 kali, untuk mengetahui perbedaan ukuran dan tingkat sebaran ZnO *nanorods* dengan pengaruh penambahan PEG. Percobaan yang dilakukan dengan penambahan PEG dari 1, 2 ,dan 3 gram dengan waktu evaporasi konstan, yaitu 2 jam, menunjukkan adanya peningkatan ukuran diameter dari *nanorods* yang dihasilkan, sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 4.1. (a). (b) dan

(c). *Nanorods* yang dihasilkan dari larutan dengan PEG 1, 2, dan 3 gr masing-masing mempunyai rata-rata diameter sebesar 157.73, 300.58 , dan 464.31 nm, yang dihitung menggunakan Program *AutoCad*, dengan detail perhitungan ditunjukkan pada Lampiran 1.1.



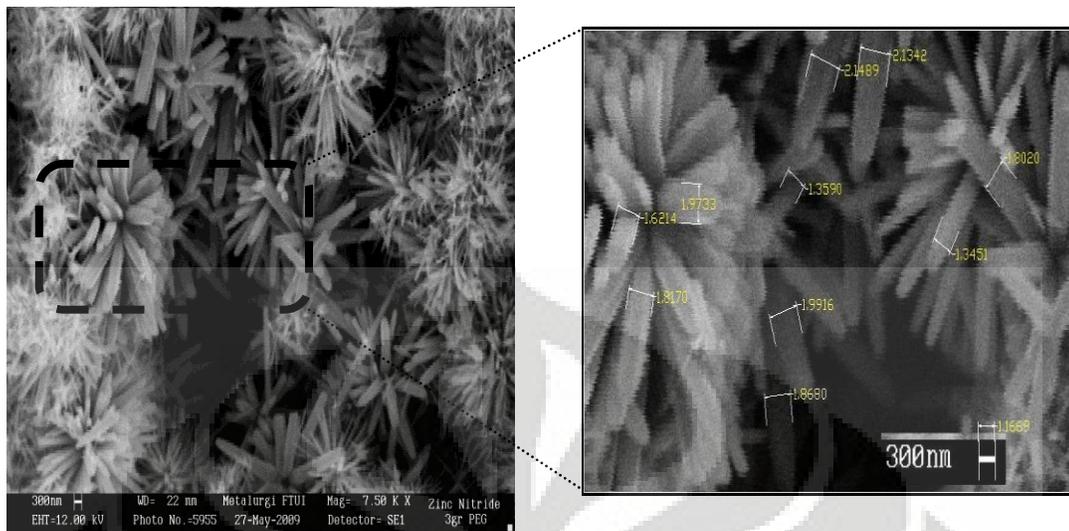
(a)



(b)

Gambar 4.1. Foto SEM ZnO *nanorods* hasil reaksi sol-gel ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan NH_4OH dengan penambahan: (a) 1 gr PEG (sampel a); (b) 2 gr PEG (sampel b); (c) 3 gr PEG (sampel c)

Universitas Indonesia



(c)

Gambar 4.1. (lanjutan)

PEG yang mempunyai rantai struktur yang merata dan teratur akan diserap oleh prekursor. Ketika terjadi penyerapan oleh prekursor maka aktivitas kinetika yang terjadi pada permukaan prekursor yang menyerap PEG pada beberapa arah akan dibatasi. Oleh karenanya, penambahan PEG pada prekursor garam logam akan memvariasikan tingkat dari kinetika pertumbuhan yang akan menentukan pertumbuhan *anisotropic* dari kristal [40].

Berdasarkan percobaan yang dilakukan oleh Zhengquan et al. [40], ditemukan kecenderungan, yaitu, jumlah PEG yang diberikan akan berpengaruh terhadap panjang dan diameter *nanorods* yang dihasilkan. Pada percobaan yang Zhengquan lakukan, penambahan PEG < 2 ml, didapatkan struktur *nanorods* yang pendek dan tidak teratur. Pada penambahan PEG dengan konsentrasi yang lebih tinggi akan didapat *nanorods* dengan ukuran yang lebih panjang dan teratur. Dengan kata lain, penambahan jumlah PEG ke dalam larutan prekursor akan meningkatkan proses *intertwisted* menghasilkan *nanorods* dengan diameter yang lebih besar dan sebaliknya [40].

Hal tersebut serupa dengan hasil percobaan ini yang dapat dilihat pada foto perbesaran di Gambar 4.1. Dengan variasi penambahan PEG, yaitu 1, 2, dan 3, dihasilkan struktur ZnO *nanorods* dengan diameter paling kecil pada konsentrasi 1 gr PEG dan paling besar pada konsentrasi 3 gr PEG. Selain berpengaruh terhadap ukurannya, penambahan jumlah PEG dalam jumlah yang kecil, yaitu 1 gr, menghasilkan *nanorods* dengan bentuk yang tidak teratur. Fenomena ini sesuai dengan percobaan yang dilakukan oleh Zhengquan [40].

Namun demikian, ketika dilakukan penambahan PEG sekitar 5 gr ke dalam larutan prekursor, resin tidak akan berubah menjadi bubuk nanostruktur dimana tidak ditemukan endapan pada larutan akhir. Artinya tidak terdapat kinetika pertumbuhan yang cukup untuk menghasilkan *nanorods* akibat prekursor jauh terbungkus oleh PEG sehingga tidak terjadi pertumbuhan *anisotropic* pada kristal.

4.1.1.1. Analisis Distribusi Ukuran ZnO *Nanorods*

Hasil karakterisasi SEM pada foto dengan perbesaran 7.500 x pada Gambar 4.1. menunjukkan tidak ada perubahan struktur dari *nanorods* yaitu *bundled nanorods*. Reaksi sol-gel dalam pembentukan *nanorods* dengan variasi penambahan PEG dilakukan dengan waktu yang sama, yaitu 2 jam. Pada gambar tersebut terlihat distribusi ukuran *nanorods* yang tidak merata. Sesuai dengan persamaan 2.3., ZnO *nanorods* akan terbentuk dibawah pengaruh $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ dengan tumbuh memanjang pada seluruh permukaan prekursor, seperti dapat dilihat di Gambar 2.12.. Karena reaksi yang berlangsung pada kondisi dipanaskan tersebut berlangsung pada rentang waktu yang sama, yaitu 2 jam, maka jumlah ion $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ yang terdapat di dalam larutan pada reaksi akan berada pada konsentrasi yang sama. Faktor inilah yang menyumbangkan ketidakseragaman ukuran dari *nanorods*. Dengan kata lain, distribusi ukuran akan merata ketika jumlah ion $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ yang terdapat dalam larutan berada pada waktu yang lebih lama.

4.1.1.2. Analisis Morfologi ZnO Nanorods

Ketiga percobaan dilakukan pada kondisi laju evaporasi dan tekanan yang sama. Kondisi tekanan yang sama pada ketiga sampel terjadi karena tidak dilakukan mekanisme kondensasi dengan memberikan penutup di tabung Erlenmeyer. Seperti terlihat pada foto perbesaran di Gambar 4.1.(a), (b), dan (c), untuk masing-masing variasi penambahan PEG tidak terdapat perbedaan morfologi di ujung (*end tip*) *nanorods*. Karena dengan perbedaan tekanan dalam suatu proses sintesis ZnO *nanorods* dapat merubah struktur *nanorods* tersebut menjadi *nanocups*, *nanodiscs*, *nanoflowers*, dan *nanosphere*, seperti diperlihatkan pada gambar 2.13. Pentingnya perbedaan morfologi pada *nanorods* karena nanostruktur dengan bentuk yang berbeda pada akan menghasilkant *nanorods* dengan sifat, seperti *photoelectric* dan *photocatalytic*, yang berbeda pula [35,36].

4.1.2. Analisis Uji XRD terhadap Kristalinitas ZnO Nanorods

Untuk mengetahui besar kristal perlu diketahui besar pelebaran atau *broadening* sampel setelah ditembakkan sinar x. Nilai pelebaran yang dihasilkan dari hasil uji XRD (B_{total}) meliputi pelebaran kristal, pelebaran regangan, dan pelebaran instrumen. Dengan menggunakan program *peakfit*, didapatkan nilai pelebaran total tersebut yang disebut dengan *full width at half maximum* (FWHM). Oleh karena terdapat variabel instrumen dalam penentuan nilai *broadening* suatu kristal maka perlu dilakukan usaha untuk mengeliminasi atau meminimalkan variabel tersebut, yang dirumuskan dengan persamaan berikut:

$$Br^2 = B_{total}^2 - B_{instrumen}^2 \quad (4.1)$$

Sinar yang ditembakkan ke sampel akan mempunyai reaksi yang berbeda terhadap jenis sampel yang diberikan. Hal ini dikarenakan tiap sampel mempunyai jenis kristal yang berbeda, yang akan memancarkan sinar-X tersebut dengan pola yang tidak

sama. Oleh karena itu, untuk mencari nilai *broadening* di jenis sampel tertentu diperlukan standardisasi sampel tersebut.

Untuk sampel ZnO yang mempunyai struktur kristal wurtzite [19,41], digunakan bubuk ZnO yang dianil pada suhu 600 °C selama 3 jam, karena setelah perlakuan panas tersebut, akan dihasilkan bubuk dengan derajat kristalinitas yang optimal, yang diharapkan dapat mendifraksi seluruh sinar-X dan dapat meminimalisasi kesalahan alat.

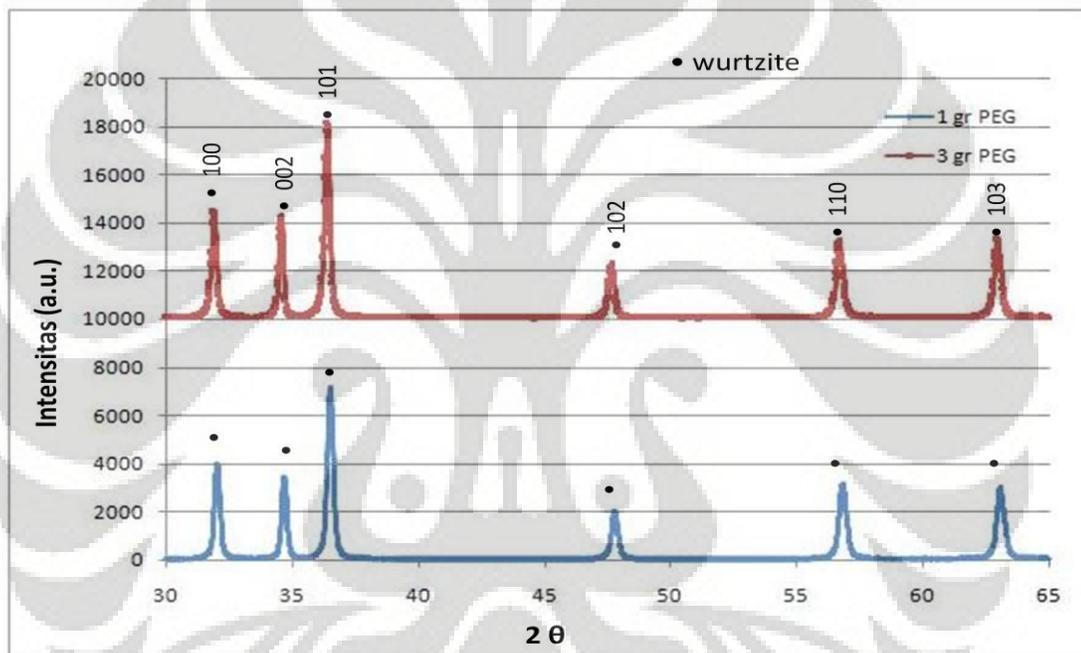
Setelah mengetahui nilai *broadening* dari semua *peak*, maka akan didapat konstanta persamaan garis, hasil ekstrapolasi semua titik tersebut. Nilai konstanta tersebut akan digunakan untuk menghitung besar kristalit menggunakan Persamaan Scherrer, yaitu:

$$t = \frac{k \lambda}{c} \quad (4.2)$$

dimana k adalah ketetapan Scherrer 0.89, λ adalah panjang gelombang sinar-X, yaitu 0.154056 nm, dan c adalah nilai konstanta hasil grafik pelebaran puncak difraksi. Nilai rata-rata FWHM dari ZnO anil yang didapat menggunakan program *peakfit* adalah 0.168066293 yang dapat dilihat di Lampiran 1.3.

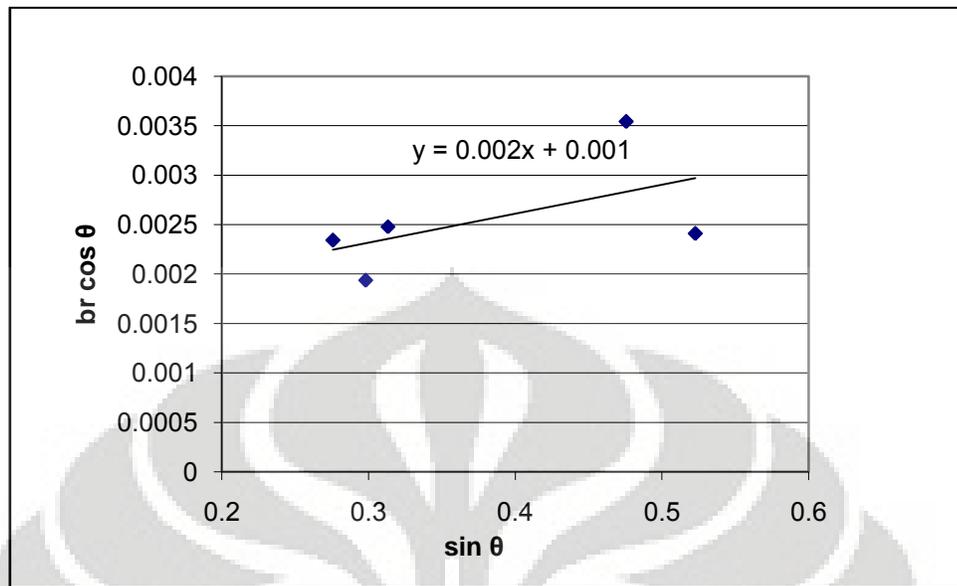
Untuk Subbab 4.1., hanya digunakan dua sampel (dari 3 sampel) yaitu, sampel a (1 gr PEG) dan c (3 gr PEG) dalam pengujian XRD dengan tujuan mengetahui kecenderungan yang terjadi pada kristalinitas dengan tingkat perbedaan PEG yang cukup besar. Hasil XRD untuk seluruh sampel memiliki puncak/*peak* pada koordinat yang hampir sama, baik pada sumbu x (2θ) maupun sumbu y (intensitas). Oleh karena itu, ditetapkan puncak yang sama untuk setiap sampel (sampel a, b, c, d, dan e) sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 4.2. Dari gambar tersebut ditetapkan 5 titik/puncak yang nantinya akan digunakan untuk menentukan kristalinitas dan besar kristal untuk masing-masing sampel. Titik-titik tersebut adalah puncak pertama dengan orientasi kristal (100), puncak kedua dengan orientasi kristal (002), puncak ketiga dengan orientasi kristal (101), puncak kelima dengan orientasi kristal (110), dan puncak keenam dengan orientasi kristal (103), seperti ditunjukkan oleh gambar

tersebut. Pengambilan ke-lima puncak tersebut untuk menentukan kristalinitas dan besar kristal dari sampel adalah karena puncak-puncak tersebut memiliki intensitas tertinggi. Oleh karenanya, diharapkan dengan penetapan ke-lima puncak tersebut akan didapatkan nilai kristalinitas dan besar kristal yang representatif untuk masing-masing sampel. Hasil XRD yang lebih lengkap untuk seluruh sampel dapat dilihat di Lampiran 4.



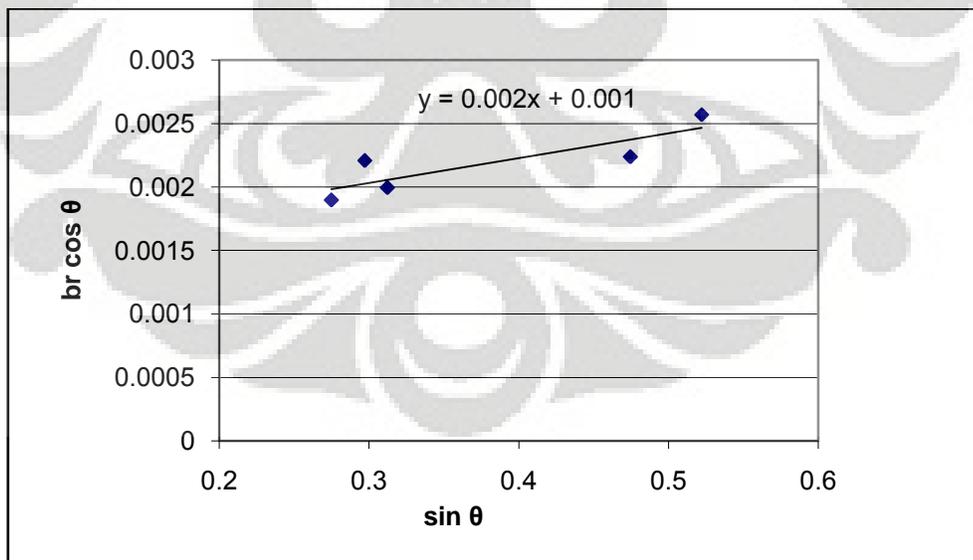
Gambar 4.2. Hasil *X-Ray Diffraction* dengan variasi penambahan PEG pada sampel a (1gr PEG) dan c (3 gr PEG) dengan struktur kristal wurtzite

Untuk sampel dengan penambahan 1 gr PEG (sampel a) didapatkan grafik pelebaran puncak difraksi seperti diperlihatkan pada Gambar 4.3. Dari grafik pelebaran puncak difraksi tersebut, didapatkan nilai konstanta pada persamaan garis pada grafik tersebut sebesar 0.00143635. Dengan memasukkan konstanta persamaan garis tersebut yang ke dalam Persamaan 4.2. didapatkan besar kristalit 95.42 nm. Detil dari perhitungan untuk menentukan besar kristalit ini dapat dilihat di Lampiran 3.1.



Gambar 4.3. Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO *nanorods* untuk sampel 1 gr PEG (sampel a)

Sedangkan untuk sampel dengan 3 gr penambahan PEG (sampel c) didapatkan grafik pelebaran puncak difraksi seperti terlihat pada Gambar 4.4. berikut:



Gambar 4.4. Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO *nanorods* dengan 3 gr PEG (sampel c)

Dengan memasukkan konstanta persamaan garis yang didapat dari hasil interpolasi pelebaran difraksi puncak, yaitu 0.001446158 ke dalam Persamaan 4.2. didapatkan besar kristalinitas 94.77 nm. Perhitungan lebih detail dapat dilihat di Lampiran 3.2.

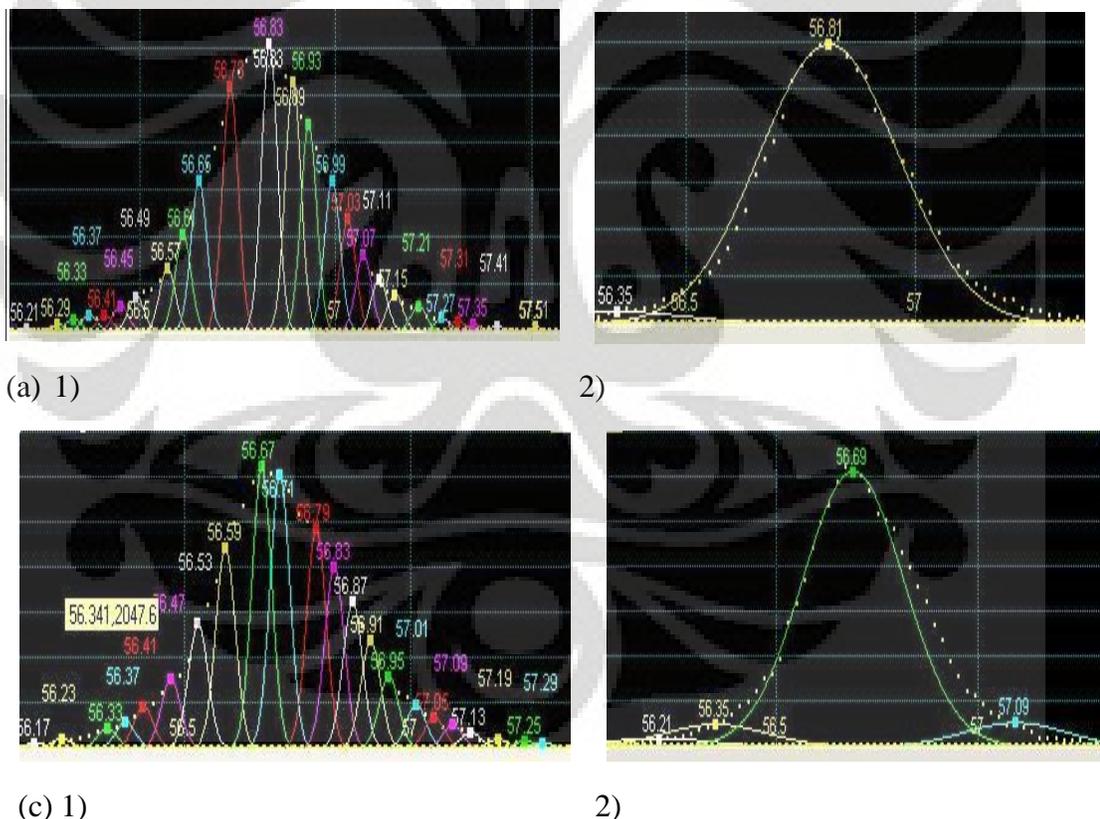
Berdasarkan data yang dapat dilihat di Tabel 4.1., nilai FWHM yang didapatkan untuk sampel a dan c dengan perbedaan konsentrasi PEG, mengalami penurunan di setiap titik (kecuali *peak* 5). Artinya dengan penambahan PEG akan menurunkan nilai FWHM dan berarti meningkatkan kristalinitas fasa ZnO.

Tabel 4.1. Perbandingan nilai FWHM di tiap *peak* pada sampel dengan perbedaan konsentrasi pada sampel a (1gr PEG) dan c (3 gr PEG)

Bidang kristal	FWHM	
	sampel a (1 gr PEG)	sampel c (3 gr PEG)
100	0.26396511	0.24168931
002	0.2443809	0.21401771
101	0.27243211	0.24765369
110	0.34487846	0.26905827
103	0.28318196	0.29257519

Kristalinitas didefinisikan sebagai banyaknya struktur kristal yang terbentuk pada sampel. Menurunnya nilai FWHM pada penambahan PEG diakibatkan difraksi yang terjadi pada sampel dibatasi dengan banyaknya kristal yang terdapat pada struktur tersebut, seperti terlihat pada Gambar 4.5. Gambar tersebut merupakan hasil pengolahan data XRD menggunakan Program *Peakfit*, dengan detail proses dapat dilihat pada Lampiran 2. Pada gambar tersebut, terlihat banyak sekali *peak* kecil, yang menandakan banyaknya kristal pada sampel. Hal tersebut menandakan tingginya kristalinitas pada sampel dengan penambahan PEG (Gambar 4.5.(a.1.) dan (c.1)). Setelah dilakukan proses *smoothing* untuk meminimalisasi *peak* kecil tersebut, masih terdapat *peak* pada Gambar 4.5.(a.2.) dan dengan jumlah yang sedikit lebih banyak pada Gambar 4.5.(c.2.). Artinya sampel dengan 3 gr PEG memiliki tingkat kristalinitas yang lebih tinggi daripada sampel 1 gr PEG. Namun, peningkatan kristalinitas di tiap *peak* tersebut tidak berbanding lurus dengan besar kristal yang

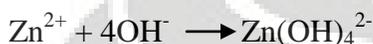
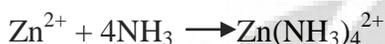
dihasilkan, seperti hasil perhitungan di atas, didapatkan kristalit dengan ukuran yang tidak jauh berbeda, yaitu 95,42 dan 94,77. Maka dari data yang diperoleh, diketahui bahwa penambahan PEG pada reaksi sol-gel akan meningkatkan diameter *nanorods* yang dihasilkan karena penambahan jumlah PEG ke dalam larutan prekursor akan meningkatkan proses *intertwisted* menghasilkan *nanorods* dengan diameter yang lebih besar [19,40], tapi tidak terlalu mempengaruhi mempengaruhi besar kristalinitasnya. Jadi, pada variasi penambahan PEG terjadi peningkatan diameter dari *nanorods* (seperti ditunjukkan pada Lampiran 1.1.), peningkatan kristalinitas (yang diindikasikan dengan menurunnya nilai FWHM di Tabel 4.1. tapi tidak memperbesar atau memperkecil ukuran kristal tersebut.



Gambar 4.5. Tampilan pengolahan data menggunakan program *peakfit* mengenai pola difraksi hasil penyinaran XRD di *peak* ke-4 pada sampel (a) 1 gr PEG a) sebelum *smoothing*, (2) setelah *smoothing*; (c) 3 gr PEG a) sebelum *smoothing*, b) setelah *smoothing*.

4.2. Efek Variasi Waktu Tahan Kondensasi Amonia (NH₃) Terhadap ZnO Nanorods

Sebagaimana telah dijelaskan di Subbab 2.4.4.3., reaksi yang terjadi pada sintesis ZnO dengan metode sol-gel adalah :



Dengan penambahan PEG, pertumbuhan $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ atau $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ akan mudah diserap oleh atom O yang terdapat pada rantai C-O-C, yang akan mengubah kedua ion tersebut menjadi partikel kristalin ZnO [19].

Pada kondisi pertama, data yang didapat merupakan hasil dari Percobaan 4.1, yaitu sampel dengan 3 gr PEG (sampel c) dengan waktu evaporasi normal. Percobaan yang dilakukan adalah dengan mengatur laju evaporasi dari NH₃ di dalam tabung Erlenmeyer. Pada kondisi evaporasi biasa, pembentukan *nanorods* akan berlangsung selama 2 jam pemanasan pada suhu 75 °C pada kondisi *under stirring*. Proses transformasi resin berubah menjadi bubuk nanostruktur dimulai setelah 1 jam pertama kondisi pemanasan. Jumlah bubuk nanostruktur yang dihasilkan akan optimal saat memasuki jam kedua pengadukan.

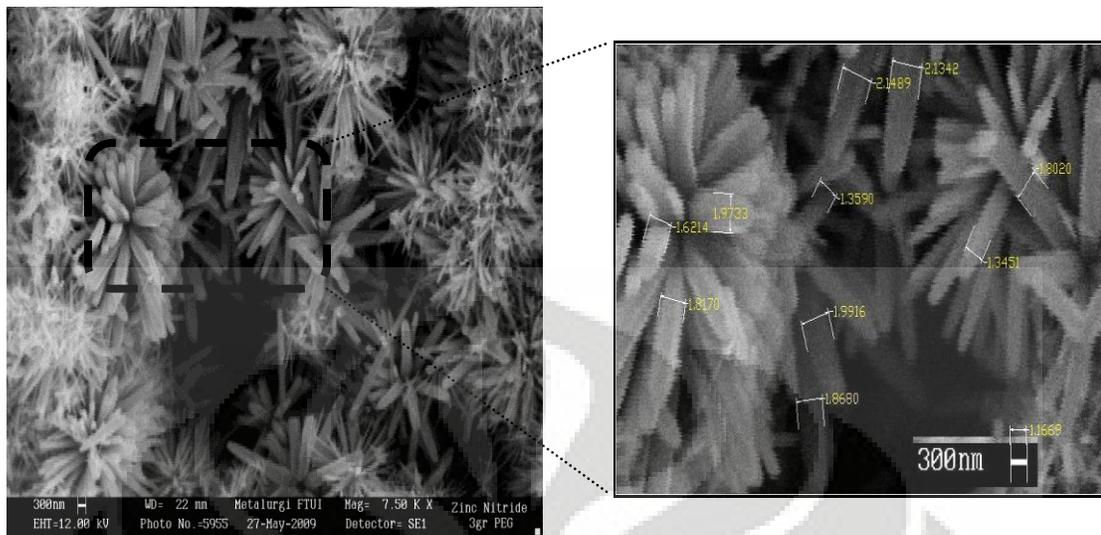
Pada kondisi kedua, dilakukan penahanan laju evaporasi NH₃ dengan memberi penutup di mulut tabung erlenmeyer. Proses penutupan dilakukan selama 1 jam. Pada kondisi tabung erlenmeyer tertutup, belum terjadi transformasi resin menjadi bubuk nanostruktur karena larutan masih berwarna bening. Empat puluh lima menit setelah penutup tabung erlenmeyer dibuka (menit ke-105) mulai terbentuk cairan putih yang artinya proses transformasi ke bubuk nanostruktur mulai berlangsung. Proses

pemanasan dalam kondisi *under stirring* tersebut berlangsung sampai jam ke-3. Sampel dengan 3 jam waktu evaporasi ini dinamakan sampel d.

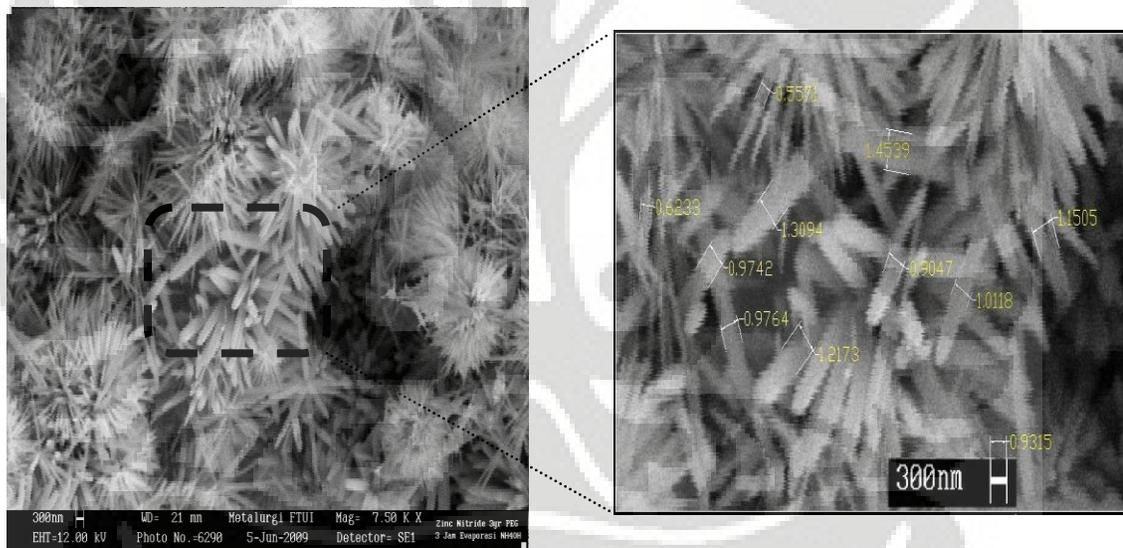
Pada kondisi ketiga, kembali dilakukan penahanan laju evaporasi NH_3 dengan meletakkan kembali penutup ke tabung Erlenmeyer selama 2 jam. Belum terjadi perubahan warna pada larutan ketika penutup dibuka (jam ke-2). Dua puluh menit setelah penutup dibuka (menit ke-140) larutan mulai berubah warna menjadi putih pucat. Proses pemanasan dalam kondisi *under stirring* tersebut terus dilakukan sampai jam ke-4. Sampel dengan 4 jam waktu evaporasi ini kemudian dinamakan sampel e.

4.2.1. Analisis Foto SEM

Sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.6. (d), dan (e) dihasilkan ZnO *nanorods* dengan distribusi yang lebih merata dibandingkan dengan percobaan pertama, yaitu evaporasi normal selama 2 jam (sampel c). Selain itu, dengan penambahan PEG yang sama, yaitu 3 gr, menghasilkan *nanorods* dengan ukuran diameter yang sedikit berbeda. Penahan laju evaporasi pada parameter proses ini agar terjadi mekanisme kondensasi pada larutan sehingga mempengaruhi struktur *nanorods*. Mekanisme kondensasi tersebut, yang dilakukan dengan memberi penutup pada mulut tabung erlenmeyer. Selain akan berpengaruh terhadap laju evaporasi dari NH_3 , pemberian penutup tersebut juga memberikan tekanan pada larutan karena uap yang berasal dari pemanasan tidak dapat keluar dengan mudah.

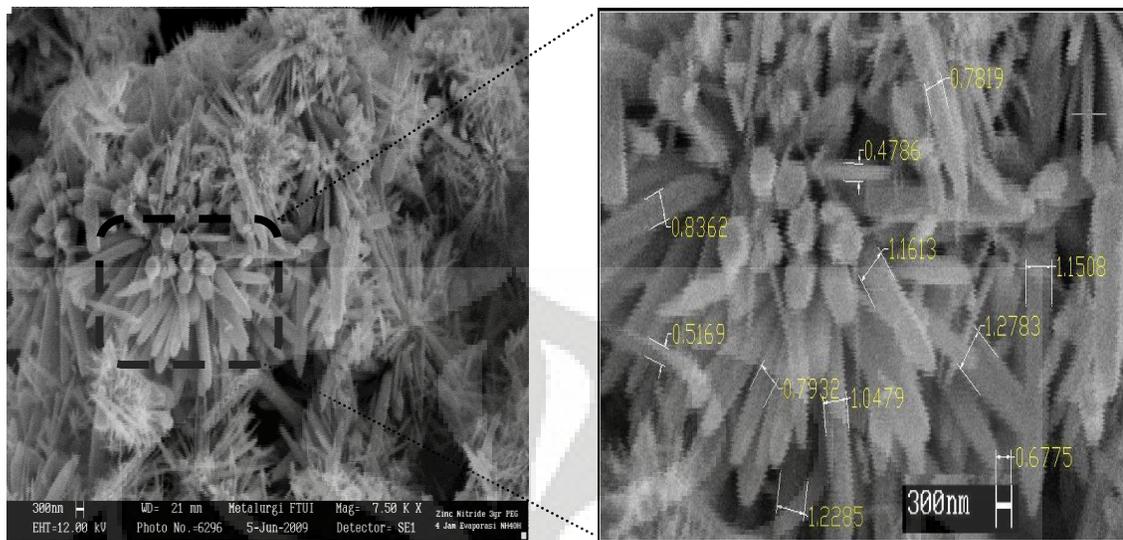


(c)



(d)

Gambar 4.6. Foto SEM ZnO *nanorods* hasil reaksi sol-gel $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, NH_4OH , dan 3 gr PEG dengan laju evaporasi: (c) 2 (sampel c), (d) 3 (sampel d), dan (e) 4 jam (sampel e)



(e)

Gambar 4.6. (lanjutan)

4.2.1.1. Analisis Distribusi Ukuran ZnO Nanorods

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan didapatkan data bahwa penahanan laju evaporasi akan meningkatkan distribusi ukuran yang lebih merata pada struktur *nanorods* yang dihasilkan. Dengan menahan laju evaporasi amonia, maka akan lebih banyak terdapat zat pembasa (amonia) tersebut di dalam larutan yang masih bereaksi dengan garam logam (zinc nitrate) [20], artinya reaksi akan berlangsung lebih merata pada resin untuk menghasilkan struktur *nanorods* yang lebih merata. Seperti terlihat pada Gambar 4.6., distribusi *nanorods* akan lebih baik seiring dengan penambahan laju evaporasi. Hal ini terjadi karena dengan penahanan laju evaporasi dari NH_3 , maka akan terdapat $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ yang lebih banyak dalam larutan. Jadi ketika reaksi berlangsung lebih lama, maka reaksi antara $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ dan ZnO inti akan berlangsung semakin lama pula, menghasilkan ZnO *nanorods* dengan ukuran yang optimal dan distribusi yang merata [19]. Diameter *nanorods* yang diukur menggunakan Program *AutoCad* untuk sampel c, d, dan e berturut-turut adalah

464.31, 327.81, dan 410.63 nm (detil perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 1.2.). Pada kondisi laju evaporasi yang ditahan, proses untuk mengubah resin menjadi bubuk nanostruktur menjadi semakin lama. Akibatnya *nanorods* yang dihasilkan akan berukuran lebih kecil daripada sampel dengan evaporasi normal yang tidak ditahan. Namun ketika proses sintesis dilakukan lebih lama, maka struktur *nanorods* yang berukuran kecil tersebut akan memanjang [19]. Hal ini sesuai dengan percobaan yang dilakukan, yaitu diameter *nanorods* pada kondisi evaporasi normal bernilai maksimal, kemudian turun pada 3 jam evaporasi. Saat evaporasi dilanjutkan menjadi 4 jam, struktur tersebut kembali membesar mendekati ukuran semula.

4.2.1.2. Analisis Morfologi ZnO Nanorods

Laju evaporasi yang ditahan akan meningkatkan tekanan yang terdapat pada tabung Erlenmeyer karena uap akibat proses pemanasan tidak leluasa keluar dari tabung erlenmeyer. Hal ini akan berpengaruh terhadap bentuk dari ujung *nanorods* yang dihasilkan [41]. Selain itu, ketika laju evaporasi ditahan, maka $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^2$ yang tersisa di dalam larutan akan masih banyak, yang akan mengurangi tingkat pembentukan inti ZnO dan menghasilkan struktur *nanorods* yang lebih pendek. Namun ketika proses berlangsung lebih lama, maka struktur *nanorods* tersebut akan memanjang [19].

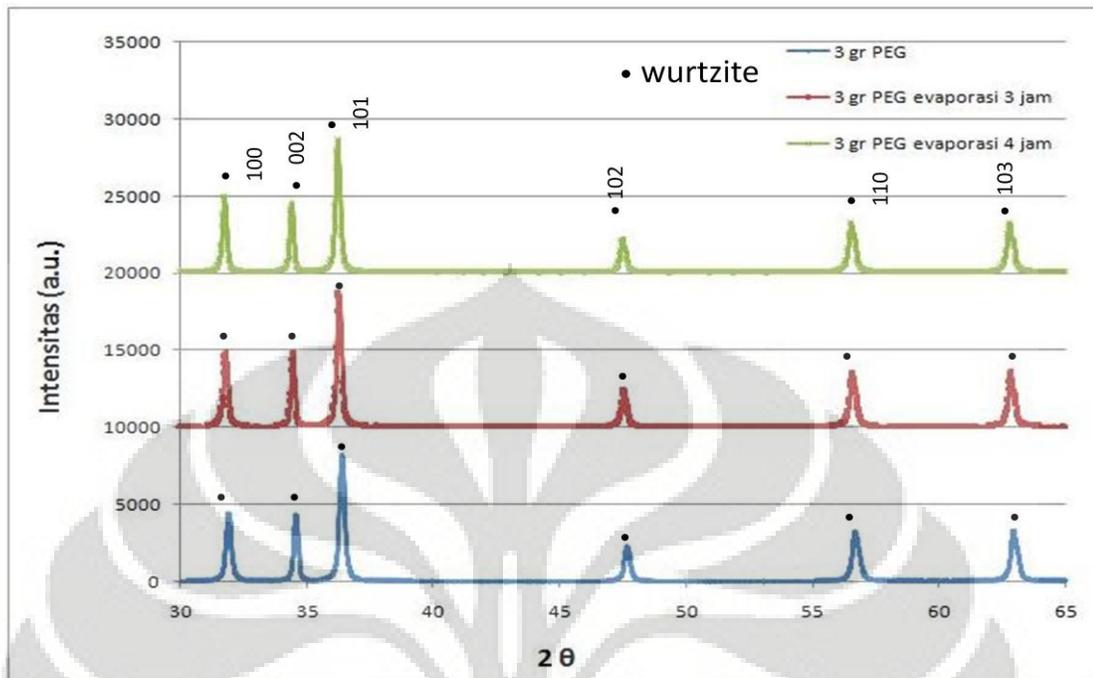
Pada percobaan yang dilakukan dengan variasi laju evaporasi NH_3 terdapat perubahan pada ujung *nanorods*, seperti terlihat pada foto perbesaran di Gambar 4.6. Seperti terlihat pada ujung *nanorods* terdapat perbedaan geometri dari sampel dengan beda laju evaporasi. Perbedaan tersebut terdapat pada sampel c, d dengan sampel e. Pada foto perbesaran di Gambar 4.6.c dan 4.6.d terdapat struktur *rod* yang bulat, namun pada gambar 4.6.e. terakhir terbentuk ujung yang menyerupai heksagonal (*nanodiscs*). Fenomena ini terjadi seperti penjelasan pada Gambar 2.13., dimana bentuk *nanorods* akan berubah ke bentuk-bentuk lain (*nanocups*, *nanodiscs*) akibat pengaruh tekanan dari laju evaporasi yang ditahan [36]. Seperti telah dijelaskan pada Subbab 4.1.1.2., perbedaan struktur *nanorods* menajsi sangat penting karena struktur

yang berbeda akan memiliki sifat yang berbeda pula. Perbedaan sifat tersebut terjadi karena nanorods dengan morfologi yang berbeda, baik *nanodiscs*, *nanocups*, maupun *nanoflowers*, akan mempengaruhi distribusi oksigen *vacancy* pada ZnO. Distribusi oksigen *vacancy* yang berbeda tersebut akan secara langsung mempengaruhi sifat optik ZnO.

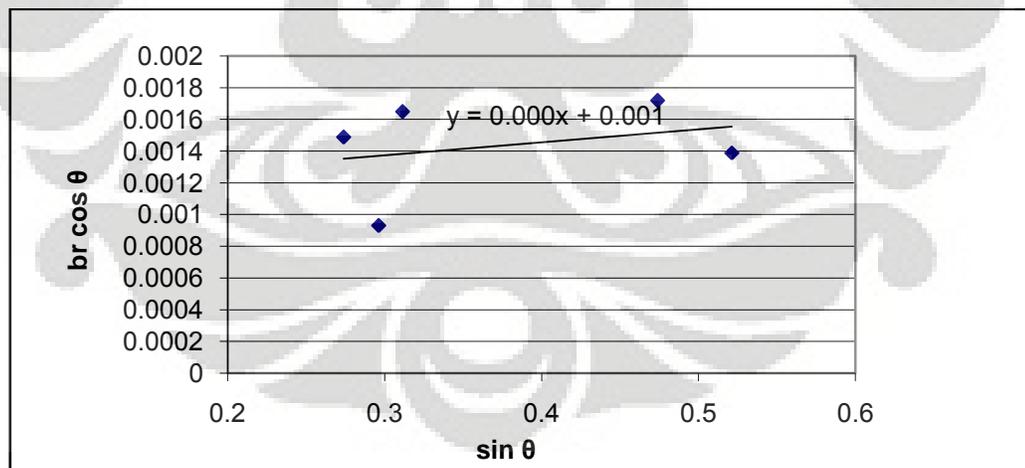
4.2.2. Hasil Uji XRD terhadap Kristalinitas ZnO Nanorods

Pada Subbab 4.2.2., akan dibahas hasil pengujian XRD pada 3 sampel dengan tujuan mengetahui kecenderungan yang terjadi dengan tingkat evaporasi NH_3 yang cukup besar, yaitu, sampel dengan 2 jam (sampel c), 3 jam (sampel d) dan 4 jam pemanasan (sampel e). Laju evaporasi pada sampel d dan e, ditahan dengan memberikan penutup agar terjadi proses kondensasi pada larutan. Untuk masing-masing sampel, digunakan jumlah PEG yang sama, yaitu 3 gr sebagai variabel konstan. Grafik hasil uji XRD untuk sampel dengan variasi waktu tahan kondensasi ammonia dapat dilihat pada Gambar 4.7. Seperti telah dijelaskan pada Subbab 4.1.2., dari gambar hasil uji xrd tersebut tersebut ditetapkan 5 titik/puncak yang nantinya akan digunakan untuk menentukan kristalinitas dan besar kristal untuk masing-masing sampel

Seperti telah dijelaskan pada Subbab 4.1.2., untuk mengetahui besar kristal perlu diketahui besar pelebaran atau *broadening* sampel setelah ditembakkan sinar X-ray. Untuk sampel pertama digunakan sampel dengan Variasi Penambahan PEG (sampel c). Seperti dapat dilihat pada Gambar 4.4., dengan memasukkan konstanta persamaan garis dari grafik pelebaran puncak difraksi didapat *nanorods* pada sampel 3 gr PEG evaporasi 2 jam dengan ukuran kristal 94.77 nm, dengan detail perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 3.3. Untuk sampel dengan penambahan 3 gr PEG, evaporasi 3 jam (sampel d) didapat grafik pelebaran puncak difraksi sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.8.



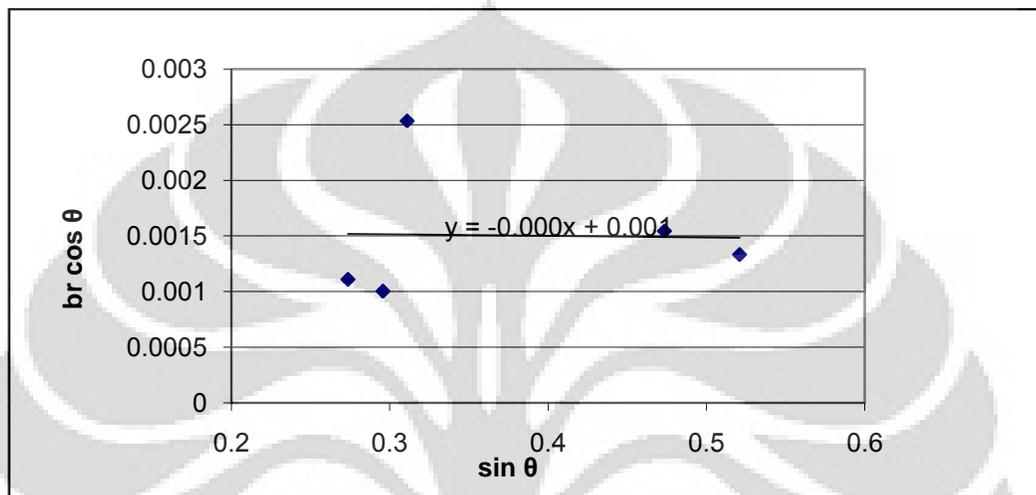
Gambar 4.7. Hasil *X-Ray Diffraction* sampel dengan variasi waktu tahan kondensasi amonia pada sampel c (3 gr PEG), d (3 gr PEG evaporasi 3 jam), dan e (3 gr PEG evaporasi 4 jam) dengan struktur kristal wurtzite



Gambar 4.8. Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO *nanorods* 3 gr PEG dengan 3 jam evaporasi (sampel d)

Dengan memasukkan konstanta persamaan garis yang didapat dari grafik pelebaran difraksi puncak, yaitu 0.001128, ke dalam Persamaan 4.2., didapatkan kristalinit

dengan ukuran 121.49 nm (detil perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 3.3). Sementara untuk sampel dengan laju evaporasi 4 jam (sampel e), didapatkan grafik pelebaran puncak difraksi seperti dapat dilihat pada Gambar 4.9. berikut:

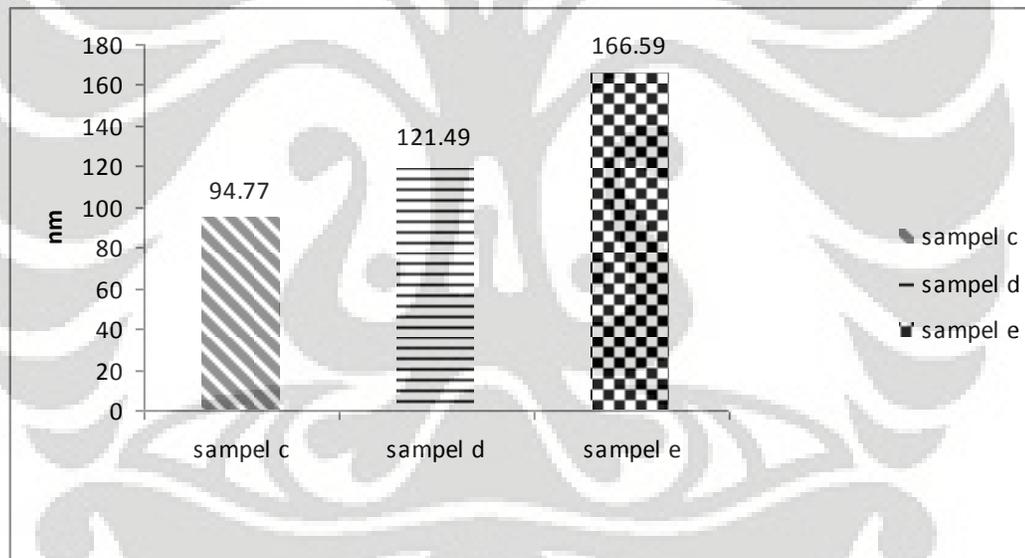


Gambar 4.9. Grafik pelebaran puncak difraksi ZnO *nanorods* 3 gr PEG dengan 4 jam evaporasi (sampel e)

Dengan memasukkan konstanta persamaan garis yang didapat dari hasil interpolasi pelebaran difraksi puncak, yaitu 0.001558 ke dalam persamaan 4.2. didapatkan besar kristalit: 166.59 nm (detil perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 3.4.).

Berdasarkan persamaan garis yang didapatkan dari grafik pelebaran puncak difraksi, akan menghasilkan konstanta persamaan garis. Konstanta persamaan garis tersebut digunakan untuk menghitung besar kristalit ZnO *nanorods*. Untuk sampel 3 gr PEG dengan variasi evaporasi 2 (sampel c), 3 (sampel d), dan 4 jam (sampel e), didapatkan kristal dengan ukuran berturut-turut 94.77, 121.49 dan 166.59 nm, seperti diperlihatkan pada Gambar 4.10. Terjadinya peningkatan besar kristalit tersebut karena reaksi terjadi secara optimal untuk menghasilkan inti yang lebih banyak. PEG yang berfungsi meningkatkan kristalinitas dapat terlarut dengan lebih sempurna saat reaksi dilakukan lebih lama dengan mekanisme penahanan laju evaporasi.

Pada parameter proses ini, peningkatan besar kristalit akan diikuti dengan peningkatan nilai kristalinitas. Peningkatan kristalinitas ini diindikasikan dengan menurunnya nilai FWHM pada sampel setelah dilakukan proses fitting menggunakan program *peakfit* atas data hasil XRD (detil proses penghitungan FWHM menggunakan program *peakfit* dapat dilihat di Lampiran 2). Penurunan nilai FWHM tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.2 Dari tabel tersebut, terjadi penurunan FWHM di di setiap *peak*, yang berarti jumlah fasa kristal ZnO semakin bertambah. Berarti dengan parameter penahan laju evaporasi melalui mekanisme kondensasi amonia, akan meningkatkan nilai kristalinitas seiring dengan penahan laju evaporasi untuk waktu yang lebih lama.



Gambar 4.10. Grafik pengaruh Waktu Tahan Kondensasi Amonia terhadap besar kristalit ZnO *nanorods* dengan variasi penahan laju evaporasi NH_3 pada sampel 3 gr PEG (sampel c), 3 gr PEG evaporasi 3 jam (sampel d), dan 3 gr PEG evaporasi 4 jam (sampel e)

Tabel 4.2. Perbandingan nilai FWHM di tiap *peak* pada sampel dengan perbedaan waktu tahan kondensasi dengan evaporasi selama 2 (sampel c), (sampel d), dan 4 jam (sampel e)

Bidang kristal	FWHM		
	Sampel c	Sampel d	Sampel e
100	0.24168931	0.2221695	0.20517475
002	0.21401771	0.1978677	0.20095757
101	0.24765369	0.23061054	0.22720196
110	0.26905827	0.24071263	0.23155733
103	0.29257519	0.22574934	0.22278157

Secara umum, hasil yang didapatkan pada penelitian di subbab ini dapat diwakili oleh Gambar 4.11. yaitu:

Pertama, terjadi peningkatan kristalinitas karena reaksi POG lebih optimal dan terdistribusi secara merata. Kedua, peningkatan kristalinitas diikuti dengan peningkatan ukuran kristalit. Berkurangnya diameter pada sampel c dengan sampel d terjadi akibat mekanisme kondensasi menyebabkan pertumbuhan terhambat. Namun dengan penahanan laju lebih lama lagi akan memperbesar diameter *nanorods* tersebut mendekati ukuran semula seperti ditunjukkan pada sampel e.

	Sampel (c)	Sampel (d)	Sampel (e)
Diameter <i>Nanorods</i>		←	→
Nilai kristalinitas		→	→
Besar kristalit		→	→

Gambar 4.11. Variabel yang dipengaruhi laju evaporasi NH_3 pada sampel 3 jam evaporasi (sampel c), 3 jam evaporasi (sampel d), dan 4 jam evaporasi (sampel e) (→ meningkat) (← berkurang)

BAB V

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Sintesis ZnO *nanorods* telah berhasil dilakukan dengan metode sol-gel pada suhu yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan metode sintesis lainnya.
2. Peningkatan ukuran diameter *nanorods* pada sampel dengan variasi penambahan PEG tidak disertai dengan peningkatan ukuran kristalit, yaitu 157.73 dan 464.31 nm untuk diameter serta 95,42 dan 94.77 nm untuk besar kristalitnya pada sampel 1 (sampel a) dan 3 gr PEG (sampel c).
3. Peningkatan waktu tahan kondensasi melalui penahanan evaporasi NH₃ akan meningkatkan nilai kristalinitas dan ukuran kristalitnya yaitu 94.77, 121.49, dan 166.59 nm untuk sampel dengan 3 gr PEG (sampel c), 3 gr PEG evaporasi 3 jam (sampel d), dan 3 gr PEG evaporasi 4 jam (sampel e).
4. Penahanan laju evaporasi NH₃ akan menghasilkan *nanorods* dengan distribusi ukuran yang lebih merata dalam ukuran dan nilai kristalinitas yang makin baik yang ditandai dengan turunnya nilai *full width at half maximum* (FWHM).
5. Penahanan laju evaporasi memiliki karakteristik yang menyerupai proses *annealing*, dimana dengan penahan laju evaporasi akan menyebabkan banyaknya larutan yang akan bereaksi dengan prekursor menghasilkan nilai kristalinitas yang makin baik.

DAFTAR REFERENSI

- 1, Brian, Yulianto. *Energi Surya : Alternatif Sumber Energi Masa Depan Indonesia. Berita Iptek*. 16 Februari 2006.
http://indeni.org/index.php?view=article&catid=43%3Asolar-energy&id=60%3Aenergi-surya-alternatif-sumber-energi-masa-depan-di-indonesia&option=com_content&Itemid=65 diakses pada 14/05/09.
2. Solar Energy International, Renewable Energy for a Sustainable Future.
<http://www.solarenergy.org/resources/energyfacts.html> diakses pada 26/05/09.
3. Green, M. A., 2001, "Solar Cell Efficiency Tables (Version 18)", *Prog. Photovolt. Res. Appl.*, 9, 287-93.
4. Hui, Zhang, et al. *Controllable growth of ZnO nanostructure by citric acid assisted hydrothermal process*. Elsevier: Zhejiang University. Maret 2005.
5. johnstodderinexile.wordpress.com, akses 5 mei 2009.
6. www.coe.ntu.edu.sg/Research/ResearchThrusts/Pages, akses 5 Mei 2009.
7. M. Meyyappan Director, Center for Nanotechnology NASA Ames Research Center. *Nanoscale Science and Technology, and Nanoscale Properties*.
8. Wicaksono, Dedy H.B., Alumnus Teknik Fisika ITB, kandidat doktor bidang Biomimetic Sensor di Dept. Microelektronics, Technische Universiteit Delft, Belanda. Pikiran Rakyat.
9. Zein, Muhammad. "What is Nanoscience and Nanotechnology, an Introduction". Universitas Indonesia. Depok. Februari 2007.
10. www.chem-is-try.org. diakses pada 03/05/09.
11. Shaxton, Jim. *Nanotechnology, The Future is Coming Sooner than You Think*. A Joint Economic Commitee Study. 2007.
12. www.research.ncku.edu.tw. diakses pada 1/05/09.
13. www.Wikipedia.com. diakses pada 1/05/09.
14. http://www.esru.strath.ac.uk/Courseware/Solar_energy/index.htm, diakses pada 1/05/09.

15. Jacobi, B.G. *Semiconductor Materials. An Introduction to Basic Prinsiple*. Kluwer Academic Publishers: University of Toronto. 2003.
16. “Bahan Semikonduktor”. *Elektronika dasar*. Hal 54-55.
17. Soci, C, et al., *ZnO Nanowire UV photodetector with high internal gain*. Nano Letters: University of California. Februari 2007.
18. Youngjo, Tak dan Kijung Yong. *Controlled Growth of Well-aligned ZnO nanorods using a Novel Solution Method*. American Chemical Society: Pohang University of Science and Tech. Agustus 2005.
19. Hongxia, Zhang, et al. *Preparation of ZnO Nanorods Through Wet Chemical Method*. Elsevier: Harbin Enginnering University. April 2007.
20. Banerjee, D, et al. *Large Hexagonal Arrays of Aligned ZnO Nanorods*. Material Science and Processing: Boston College. Oktober 2004.
21. Phattalung, Sutassana, Na., Smith, Michael, F.,& Limpijumnong, Sukit, “First Principles Study of Native Defects in Anatase TiO₂.” *Suranaree University of Technology (SUT)*, 2006.
22. Qidong, Zao, et al. *Size and Orientation-Dependent Photovoltaic Properties of ZnO Nanorods*. American Chemical Society: Jilin University. September 2007.
23. Shalish, Ilan, Henryk Temkin, dan Vankatesh Narayanamurti. *Size-Dependent Surface Luminescence in ZnO Nanowires*. Harvard University: Amerika. Juni 2004.
23. Jacobi, B.G. *Semiconductor Materials. An Introduction to Basic Prinsiple*. Kluwer Academic Publishers: University of Toronto. 2003.
24. www.natureasia.com. Diases pada 26/05/09.
25. Xudong, Wang dan Zhong Lin Wan. “Nanobelts and Nanowire of Functional Oxides”. *Nanoengineering of Structural, Fungsional, and Smart Materials*. Ed. Mark J.Schulz dkk.Taylor and Francis: New York. Hal 99-120.
26. Banerjee, Debashish, Jingyu Lao, dan Zhifeng Ren. “Design of Nanostructured Material”. *Nanoengineering of Structural, Fungsional, and Smart Materials*. Ed. Mark J.Schulz dkk.Taylor and Francis: New York. Hal 15-53.
27. Dimitiruev Y., Y., Ivanova, dan R. Iordanova. *History of Sol Gel Science and Technology*. University of Chemical Technology and Metallurgy. 2008.

28. Sumio, Sakka. *Sol-Gel Science and Technology*. 2003. Hal 29.
29. Keishi, Nishio dan Toshio Tsuchiya. "Sol-Gel Processing of Thin Film with Metal Salts: *Handbook Sol gel science and Technology* Ed. Hiromitsu Kozuka. Kluwer Academic Publishers. Hal 59-75.
30. Quanchang, Li, et al. *Fabrication of ZnO nanorods and nanotube in aqueous solution*. American Chemical Society: Northwestern university. Desember 2004.
31. Pacholski, C et al. *Chemical:Introduction Edition*. Angew. 2002. Hal 41, 1188.
32. Penn, R. L. dan Bandfield, J. F. *Science*. 1998. Hal 281, 969.
33. Xingfu, Zhou, et al *Mechanistic Investigations of PEG, Directed Assembly of One-Dimensional ZnO Nanostructure*. American Chemical Society: Nanjing University. 2006.
34. Xingfu, Zhou, et al. *Microsphere Organization of Nanorods Directed by PEG Linear Polymer*. American Chemical Society: Nanjing University. Desember 2005.
35. Seung, Yong Bae, et al. *Heterostructures of ZnO Nanorods with Various 1-D Nanostructures*. American Chemical Society: Korea. Juni 2004.
36. Seung, Ho Jung, et al. *Sonochemical Preparation of Shape-Selective ZnO Nanostructure*. American Chemical Society: Korea. September 2007.
37. <http://science.howstuffworks.com/solar-cell.htm>, diakses pada 20/06/09.
38. <http://static.howstuffworks.com/gif/thin-film-solar-cells-4.jpg>, diakses pada 20/06/09.
39. Tjatur, Rusminto. Nano Structure and Advanced Materials, Universitas Kagoshima Jepang (http://www.chem-is-try.org/wp-content/migrated_images/refleksi/refleksi23d.jpg&imgrefurl=http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_material/solar_cell_sumber_energi_masa_depan_yang_ramah_lingkungan/&usg diakses pada 20/06/09.
40. Zhengquan, Li, Yujie Xiong, dan Yie Xie. *Selected-Control of ZnO Nanowire and Nanorods via PEG-Assisted Route*. Inorganic Chemistry: University of Science and Technology of China. Januari 2003.

41. C, X Su et al. *Aligned ZnO Nanorods Synthesized by a Simple Hydrothermal Reaction*. Institute of Physic Publishing: NTU and Nanjing University. January 2006.
42. Shaojing, Bu, et al. *Growth of ZnO Nanowires in Aqueous Solution by a Dissolution- Growth Mechanism*. Hindawi Publishing Corporation. Hebei Univetsity of Teck. China. December 2007



LAMPIRAN

Lampiran 1

Pengukuran diameter ZnO Nanorods

1.1. Perhitungan Diameter *Nanorods* Variasi Penambahan PEG

1 gr PEG			2 gr PEG			3 gr PEG		
Skala	0.4579	: 300 nm	Skala	0.5531	: 300 nm	Skala	1.1669	: 300 nm
Titik	Panjang terukur	Diameter nanorods (nm)	Titik	Panjang terukur	Diameter nanorods (nm)	Titik	Panjang terukur	Diameter Nanorods (nm)
1	0.1934	126.7	1	0.9887	536.2	1	1.868	480.2
2	0.3102	203.2	2	0.9163	496.9	2	1.817	467.1
3	0.216	141.5	3	0.928	503.3	3	1.9916	512.0
4	0.324	212.3	4	0.3816	206.9	4	1.6214	416.8
5	0.2309	151.3	5	0.4401	238.7	5	1.9733	507.3
6	0.2225	145.8	6	0.2912	157.9	6	1.359	349.3
7	0.2362	154.8	7	0.5461	296.2	7	2.1489	552.4
8	0.2312	151.5	8	0.3569	193.5	8	2.1342	548.6
9	0.1879	123.1	9	0.3464	187.8	9	1.802	463.2
10	0.2553	167.3	10	0.3465	187.9	10	1.3451	345.8
	Diameter rata-rata (nm)	157.8		Diameter rata-rata (nm)	300.6		Diameter rata-rata (nm)	464.3

1.2. Perhitungan Diameter *Nanorods* dengan Variasi Waktu Tahan Kondensasi Amonia (NH₃)

3 jam evaporasi			4 jam evaporasi			2 jam evaporasi		
Skala	0.9315 : 300 nm		Skala	0.6775 : 300 nm		Skala	1.1669 : 300 nm	
Titik	Panjang terukur	Diameter nanorods (nm)	Titik	Panjang terukur	Diameter nanorods (nm)	Titik	Panjang terukur	Diameter Nanorods (nm)
1	1.2173	392.0	1	1.2285	543.9	1	1.868	480.2
2	0.9764	314.4	2	1.0479	464.0	2	1.817	467.1
3	0.9742	313.7	3	0.7932	351.2	3	1.9916	512.0
4	0.6233	200.7	4	0.5169	228.8	4	1.6214	416.8
5	1.3094	421.7	5	0.8362	370.2	5	1.9733	507.3
6	0.5571	179.42	6	1.1613	514.2	6	1.359	349.3
7	1.4539	468.2	7	0.4786	211.9	7	2.1489	552.4
8	0.9047	291.3	8	0.7819	346.2	8	2.1342	548.6
9	1.0118	325.8	9	1.2783	566.0	9	1.802	463.2
10	1.1505	370.5	10	1.1508	509.5	10	1.3451	345.8
	Diameter rata-rata (nm)	327.8		Diameter rata-rata (nm)	410.6		Diameter rata-rata (nm)	464.3

1.3. Perhitungan Besar FWHM untuk ZnO Anneal 600 °C

Bidang kristal	B(°)/FWHM
100	0.15498214
002	0.16080128
101	0.17752673
110	0.17421419
103	0.17062298

FWHM rata-rata 0.168066293

Lampiran 2

Pengolahan Data XRD

2.1. Pengolahan Data XRD dengan Program *Peakfit*

Hasil data XRD diatas kemudian diolah dengan menggunakan program *Peakfit* v4.12 untuk mendapatkan nilai *broadening* atau pelebaran dari tiap sampel kristal, kemudian untuk setiap *peak* dari sampel akan didapat nilai *full width at half maximum* (FWHM). Nilai FWHM ini selanjutnya akan dimasukkan dalam formula *Scherrer* untuk mendapatkan nilai pelebaran sampel (*Br*).

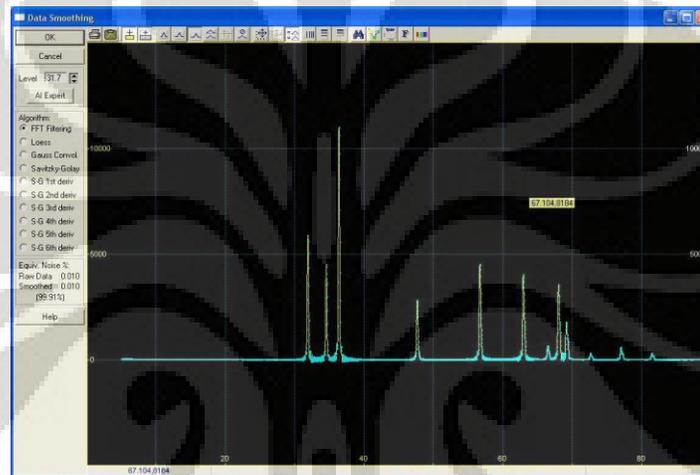
Sebelum menggunakan program *Peakfit* v4.12, terlebih dahulu kita melakukan konversi file hasil XRD yang memiliki format *.udf* dengan menggunakan program *Bella V2.0*:Konversi file UDF ke GSAS (RAW) atau XY yang ditunjukkan oleh gambar dibawah ini. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan data excel hasil XRD dan memudahkan untuk pengambilan data dari tiap *peak-peak* yang paling tinggi yang selanjutnya didapatkan nilai pelebarannya.



Tampilan program Bella V 2.0

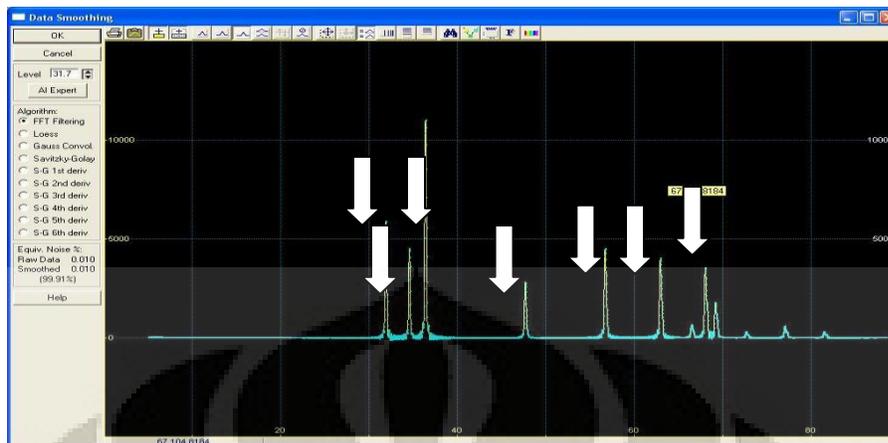
Berikut ini adalah tahapan-tahapan penggunaan program *peakfit*:

1. Membuka program *Peakfit* v4.12, kemudian memasukkan data excel hasil konversi dari program Bella dengan meng-klik file → import, pilih file yang akan dibuka bisa dengan format excel atau txt, kemudian klik OK. Didapatkan hasil grafik seperti gambar dibawah ini.



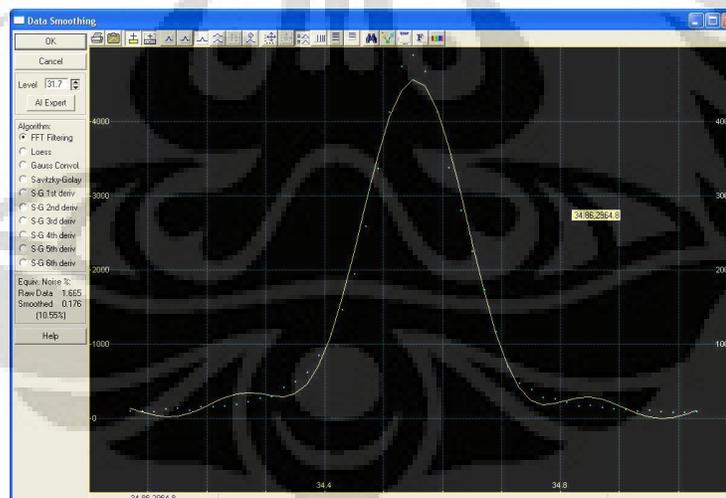
Proses *Peakfit* 1.

2. Kemudian kita lakukan proses *smoothing* untuk mempermudah menentukan *peak-peak* tertinggi dengan meng-klik prepare → smooth → AI Expert. Selanjutnya tentukan *peak-peak* tertinggi dan catat tiap sudut-sudut yang memiliki *peak* tertinggi yang ditunjukkan oleh anak panah gambar dibawah ini.



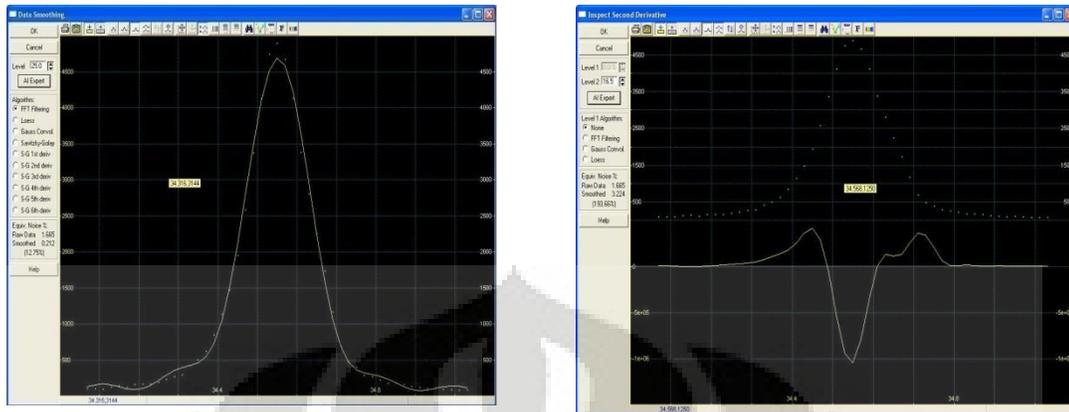
Proses *Peakfit* 2.

- Setelah menentukan nilai sudut dengan puncak tertinggi, kemudian kita mengambil rentang tiap titik yang menunjukkan nilai *peak* tertinggi dari data excel yang awal misalnya pada rentang sudut 34.07-35.023 (*peak* ke-2). Selanjutnya, hasil dari excel tiap puncak kita masukkan pada program *Peakfit* dan akan dihasilkan pada gambar dibawah ini:



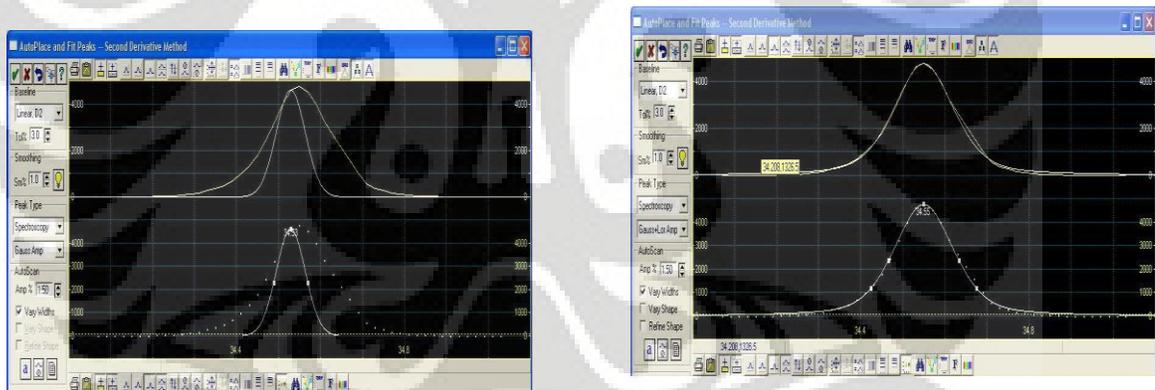
Proses *Peakfit* 3.

- Kemudian melakukan proses *smoothing* dengan meng-klik prepare → smooth → AI Expert → inspect 2nd Derivative (untuk melihat hasil dari turunan fungsinya), dihasilkan grafik yang ditunjukkan oleh gambar dibawah ini.



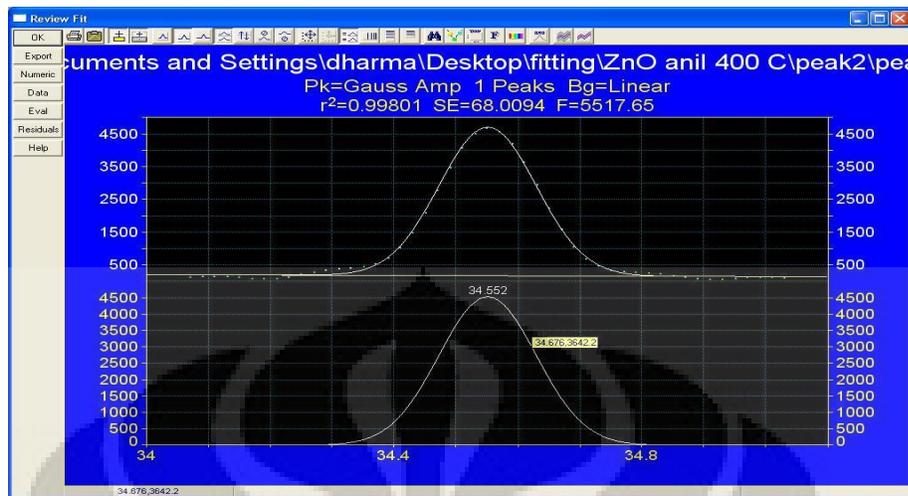
Proses *Peakfit* 4. Tampilan; (a) sebelum dikenakan proses *smoothing*, (b) setelah dikenakan *inspect 2nd derivative*

- Selanjutnya klik kiri autofit peak II Second Derivative kemudian lakukan perbaikan grafik dengan menghapus grafik yang tidak perlu hingga muncul grafik pada gambar dibawah ini:



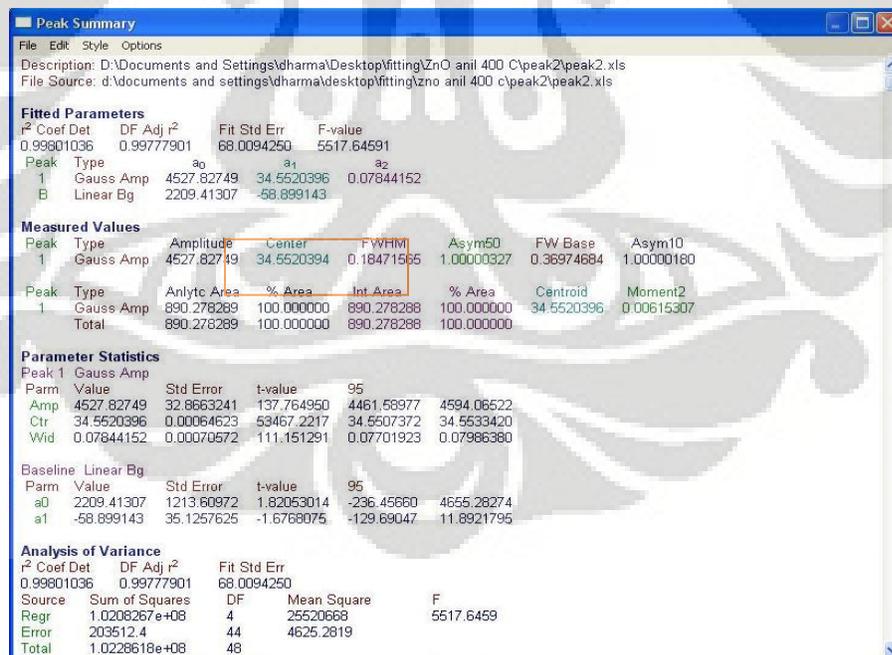
Proses *Peakfit* 5. Tampilan; (a) sebelum dilakukan *fitting*, (b) setelah dilakukan proses *fitting*

- Kemudian klik kiri pada bagian kiri bawah simbol yang bertuliskan *Full Peak Fit with Graphical Update*, setelah yakin grafik yang dihasilkan sudah benar, klik *review fit* hingga muncul gambaran seperti pada gambar dibawah ini. Nilai r^2 yang mendekati harga 1 menunjukkan kesempurnaan dari grafik hasil *fitting* yang mendekati grafik hasil XRD sebenarnya.



Proses *Peakfit* 6. Tampilan proses fitting selesai

7. Setelah dilakukan *review fit*, hal yang harus dilakukan adalah dengan meng-klik *Numeric* untuk mendapatkan nilai *full width at half maximum* (FWHM) dari tiap-tiap *peak* seperti yang ditunjukkan oleh gambar dibawah ini:



Proses *Peakfit* 7.

8. Proses yang sama dilakukan untuk *peak-peak* lainnya yang muncul pada hasil XRD.

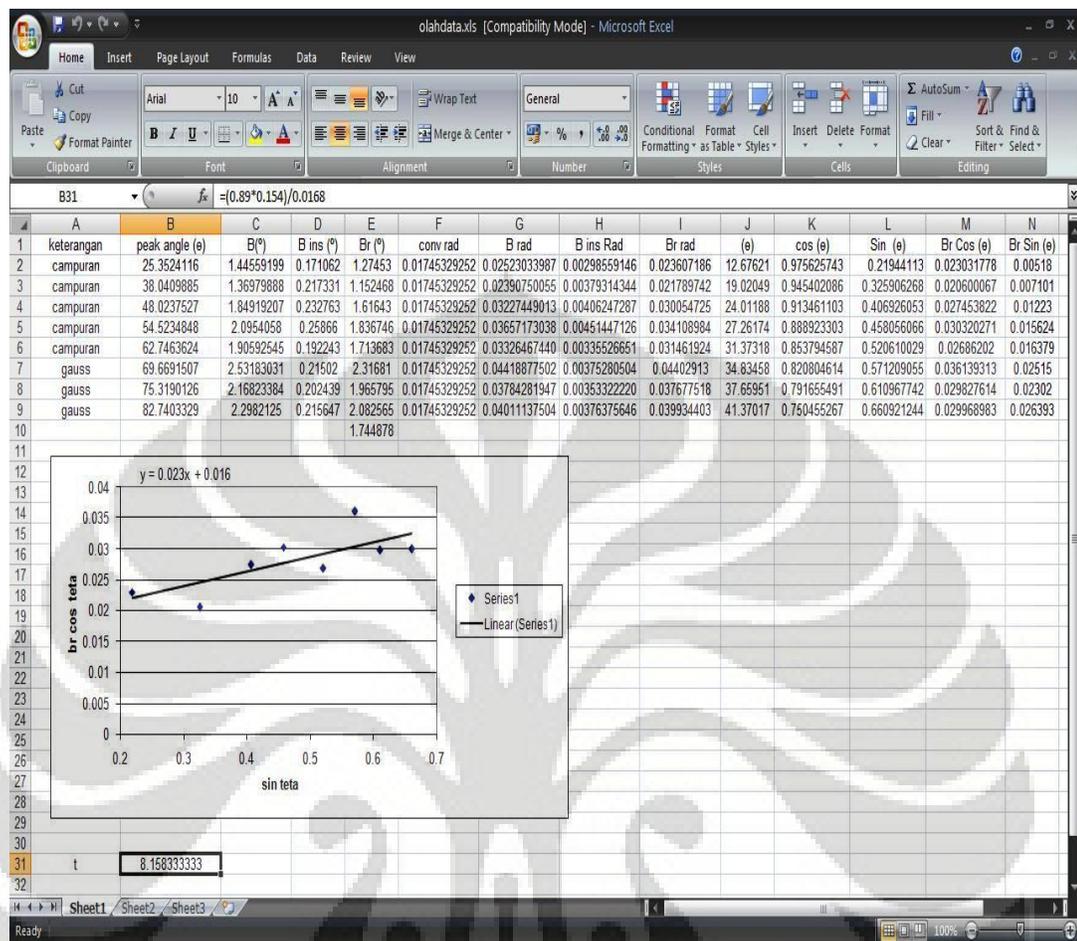
2.2. Perhitungan Besar Kristalit Hasil XRD

Hasil pengolahan data dengan menggunakan program *Peakfit* diatas kemudian akan diolah kembali dengan menggunakan excel dengan memasukkan nilai sudut θ dan juga nilai FWHM sebagai $B(\theta)$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.19 dibawah ini. Nilai FWHM akan dimasukkan kedalam persamaan *Scherrer* untuk mendapatkan nilai pelebarannya (Br).

Selanjutnya, setelah dilakukan oleh data, nilai pelebaran akan dimasukkan kedalam diagram *scatter* untuk mendapatkan nilai konstanta (c) hasil dari *peak-peak* tertinggi. Setelah mendapatkan nilai konstanta, maka ukuran kristalit rata-rata dapat diperoleh dengan memasukkan formulasi dibawah ini.

$$t = \frac{k \lambda}{B \cos \theta}$$

Dimana t merupakan ukuran rata-rata kristalit; k merupakan konstanta *Scherrer* yang memiliki nilai rentang sembarang dalam rentang 0,87-1 dimana nilai 0,89 yang sering digunakan, λ adalah panjang gelombang sinar-X; dan B adalah besarnya pelebaran pada ketinggian setengah dari puncak maksimum difraksi atau *full width at half maximum* (FWHM) dihitung dalam radian, nilai B dapat diperoleh dari konstanta nilai c dari diagram *scatter*, dan θ adalah posisi puncak difraksi.



Pengolahan data excel untuk menentukan besar kristalit.



Lampiran 3

Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal

3.1. Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal Sampel 1 gr PEG (sampel a)

keterangan	peak angle (2 θ)	B(°)/FWHM	B ins (°)	Br (°)	conv rad	B rad	B ins Rad	Br rad
gabungan	32.0245809	0.26396511	0.168066293	0.095898817	0.01745329252	0.00460706028	0.002933331018	0.002438463
gabungan	34.6808376	0.2443809	0.168066293	0.076314607	0.01745329252	0.00426525133	0.002933331018	0.002030838
gabungan	36.5055452	0.27243211	0.168066293	0.104365817	0.01745329252	0.00475483731	0.002933331018	0.002610851
gabungan	56.8196197	0.34487846	0.168066293	0.176812167	0.01745329252	0.00601926465	0.002933331018	0.00402744
gabungan	63.0395958	0.28318196	0.168066293	0.115115667	0.01745329252	0.00494245758	0.002933331018	0.002827041

(θ)	cos (θ)	Sin (θ)	Br Cos (θ)
16.01229045	0.961202547	0.275843549	0.002343857
17.3404188	0.954550781	0.298048328	0.001938538
18.2527726	0.949683971	0.313209763	0.002479484
28.40980985	0.879567126	0.47577481	0.003542404
31.5197979	0.85245957	0.522793154	0.002409938

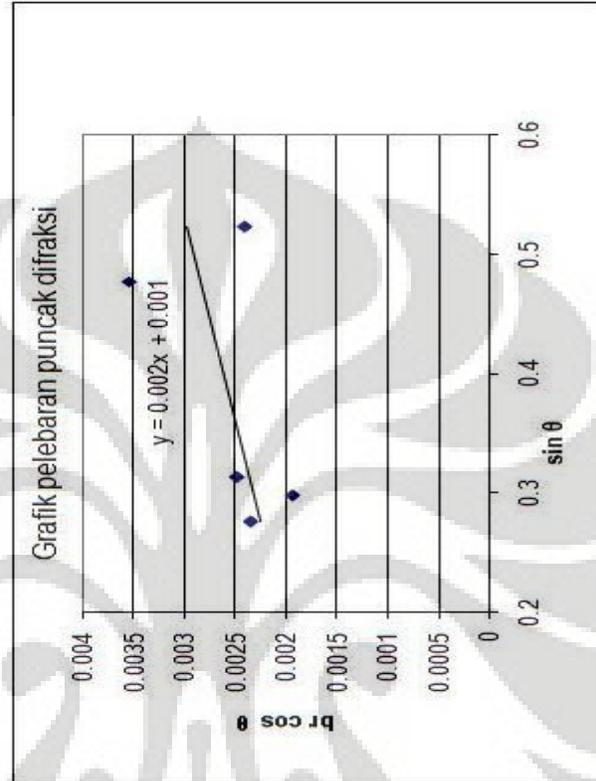
konstanta dari persamaan garis adalah

$$0.001436357$$

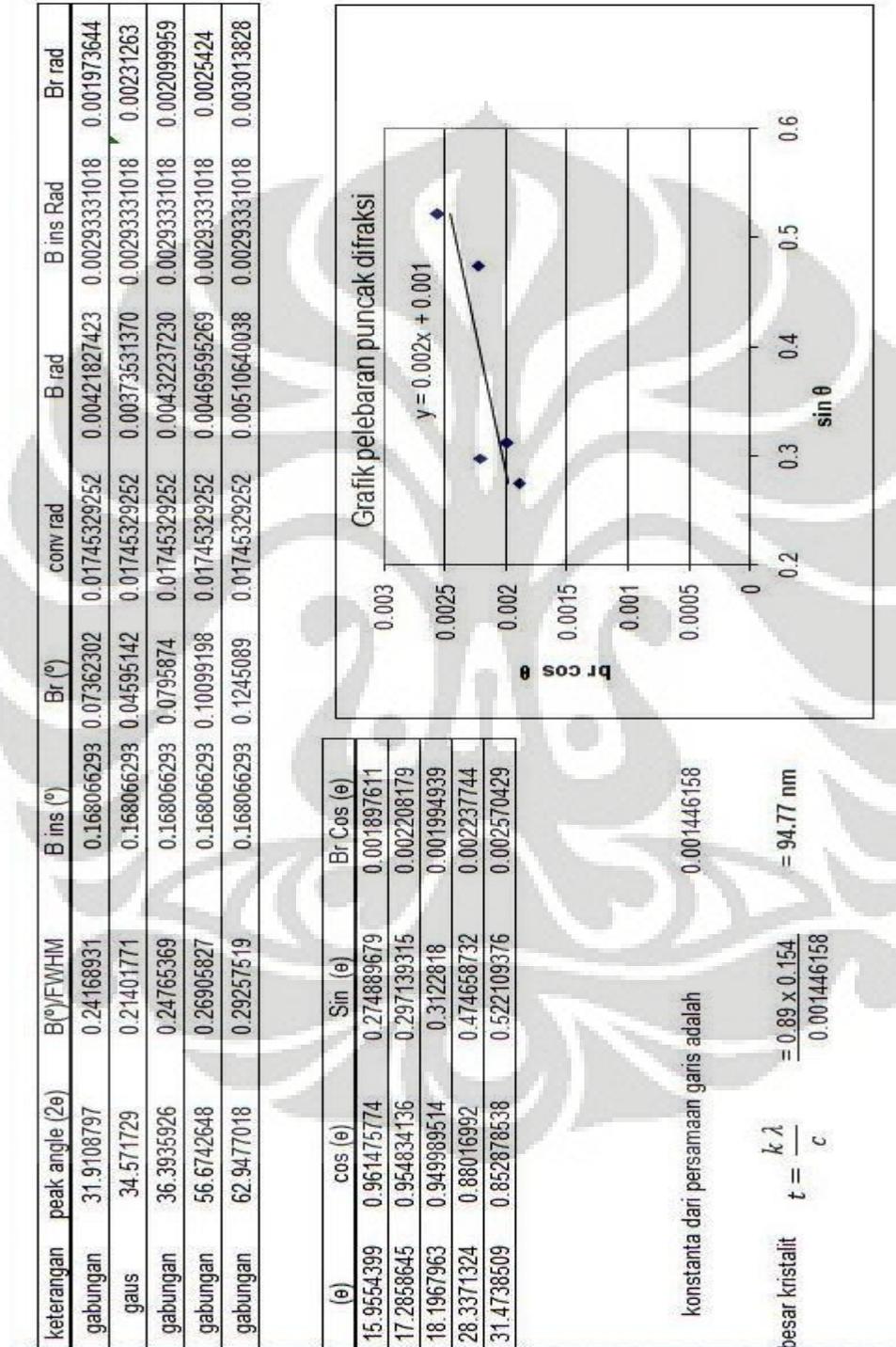
$$\text{besar kristalit } t = \frac{k \lambda}{c}$$

$$= \frac{0.89 \times 0.154}{0.001436357}$$

$$= 95.42 \text{ nm}$$



3.2. Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal Sampel 3 gr PEG (sampel c)



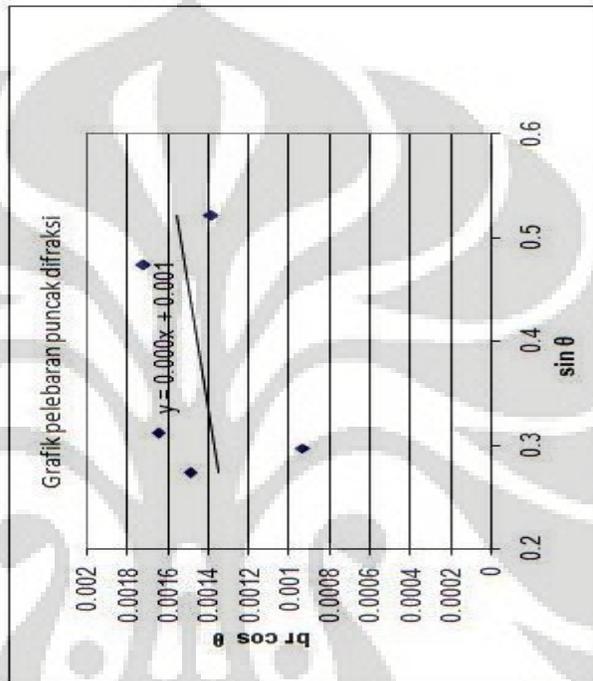
3.3. Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal Sampel 3 gr PEG, Evaporasi 3 jam (sampel d)

keterangan	peak angle (2 θ)	B(°)FWHM	B ins (°)	Br (°)	conv rad	B rad	B ins Rad	Br rad
gabungan	31.8000891	0.2221695	0.168066293	0.05410321	0.01745329252	0.00387758927	0.002933331018	0.001547485
gabungan	34.4605119	0.1978677	0.168066293	0.02980141	0.01745329252	0.00345344285	0.002933331018	0.000973656
gabungan	36.2839393	0.23061054	0.168066293	0.06254425	0.01745329252	0.00402491321	0.002933331018	0.001734495
gabungan	56.5710916	0.24071263	0.168066293	0.07264634	0.01745329252	0.00420122795	0.002933331018	0.001952809
gabungan	62.8360915	0.22574934	0.168066293	0.05768305	0.01745329252	0.00394006927	0.002933331018	0.001627372

(θ)	cos (θ)	Sin (θ)	Br Cos (θ)
15.90004455	0.961741097	0.273959967	0.00148828
17.23025595	0.955122076	0.296212459	0.000929961
18.14196965	0.950287903	0.311372607	0.00164827
28.2855458	0.880596925	0.473866073	0.001719638
31.41804575	0.853386659	0.521278438	0.001388777

konstanta dari persamaan garis adalah 0.001128113

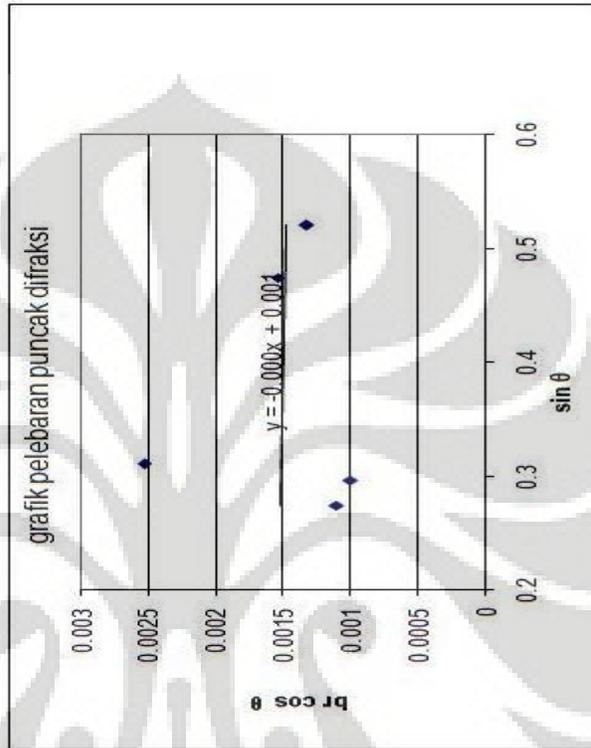
$$\text{besar kristalit } t = \frac{k \lambda}{c} = \frac{0.89 \times 0.154}{0.001128113} = 121.49 \text{ nm}$$



3.4. Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal Sampel 3 gr PEG, Evaporasi 4 Jam (sampel e)

keterangan	peak angle (2 θ)	Br ^(o) /FWHM	B ins (°)	Br (°)	conv rad	B rad	B ins Rad	Br rad
gabungan	31.7495239	0.20517475	0.168066293	0.037108457	0.01745329252	0.00358097493	0.002933331018	0.001153399
gabungan	34.4067196	0.20095757	0.168066293	0.032891277	0.01745329252	0.00350737125	0.002933331018	0.001050634
gaus	36.2323734	0.22720196	0.168066293	0.059135667	0.01745329252	0.00396542227	0.002933331018	0.002668382
gabungan	56.5136748	0.23155733	0.168066293	0.063491037	0.01745329252	0.00404143782	0.002933331018	0.001755191
gabungan	62.7842667	0.22278157	0.168066293	0.054715277	0.01745329252	0.00388827191	0.002933331018	0.001561208

(θ)	cos (θ)	Sin (θ)	Br Cos (θ)
15.87476195	0.961861892	0.273535558	0.00110941
17.2033598	0.95526102	0.295764067	0.00100363
18.1161867	0.950427924	0.310944949	0.002536105
28.2568374	0.880834248	0.473424785	0.001546033
31.39213335	0.853622323	0.520892435	0.001332682

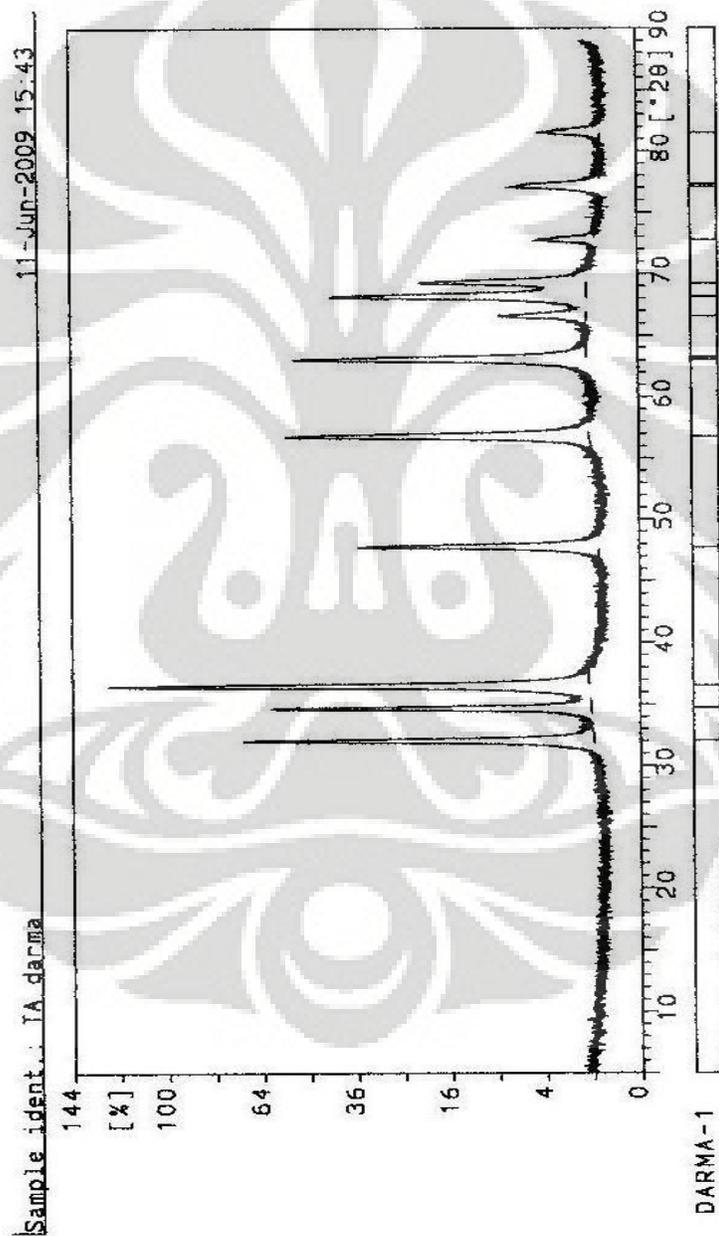


konstanta dari persamaan garis adalah 0.001558444

$$\text{besar kristalit } t = \frac{k \lambda}{c} = \frac{0.89 \times 0.154}{0.00155844} = 166.59 \text{ nm}$$

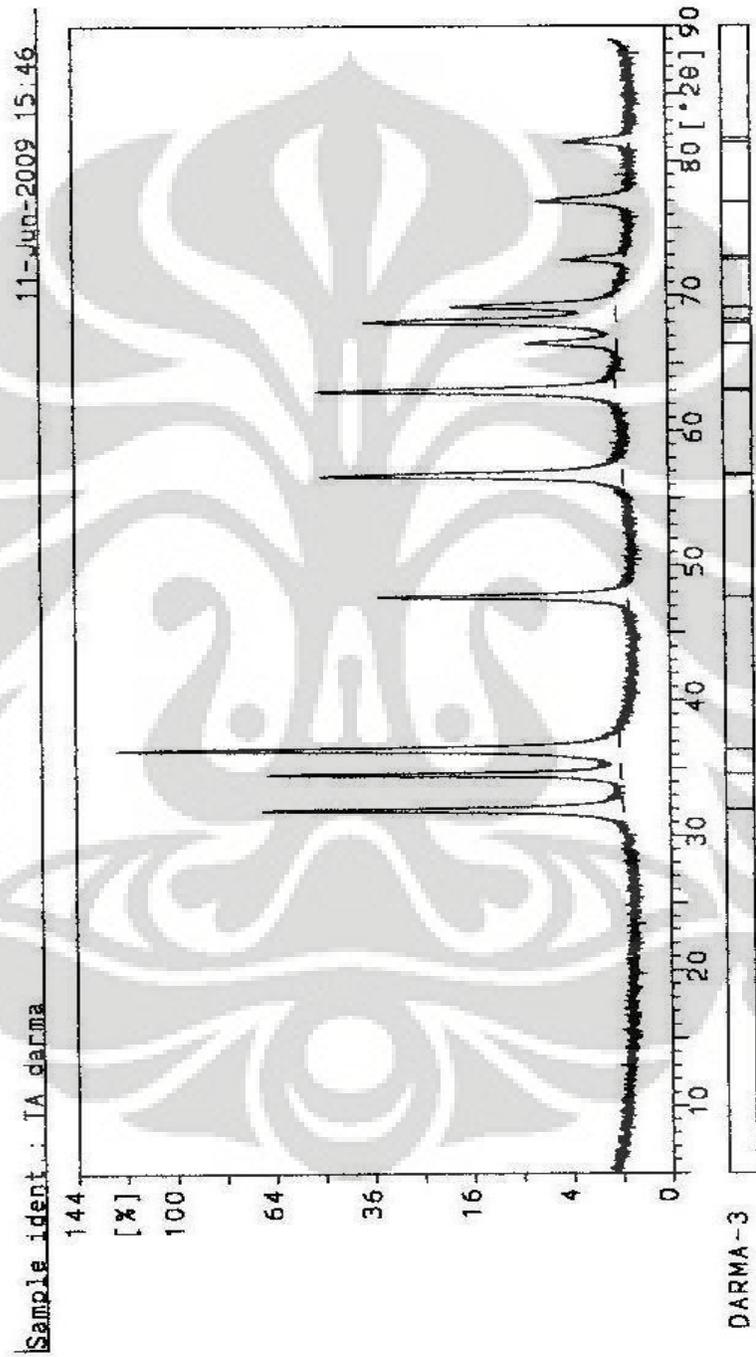
Lampiran 4
Hasil XRD untuk Masing-masing Sampel

4.1. Grafik XRD untuk Sampel dengan 1 gr PEG

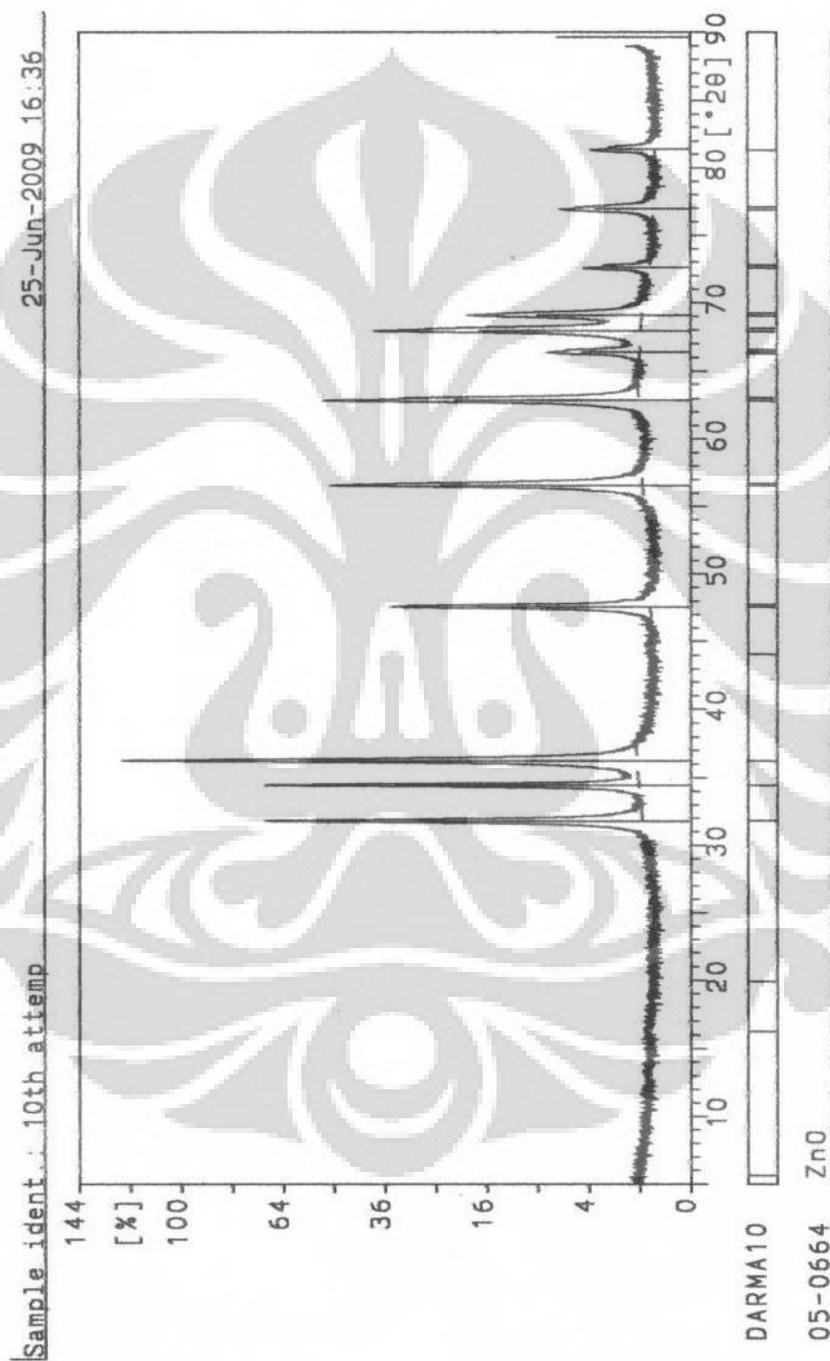


Universitas Indonesia

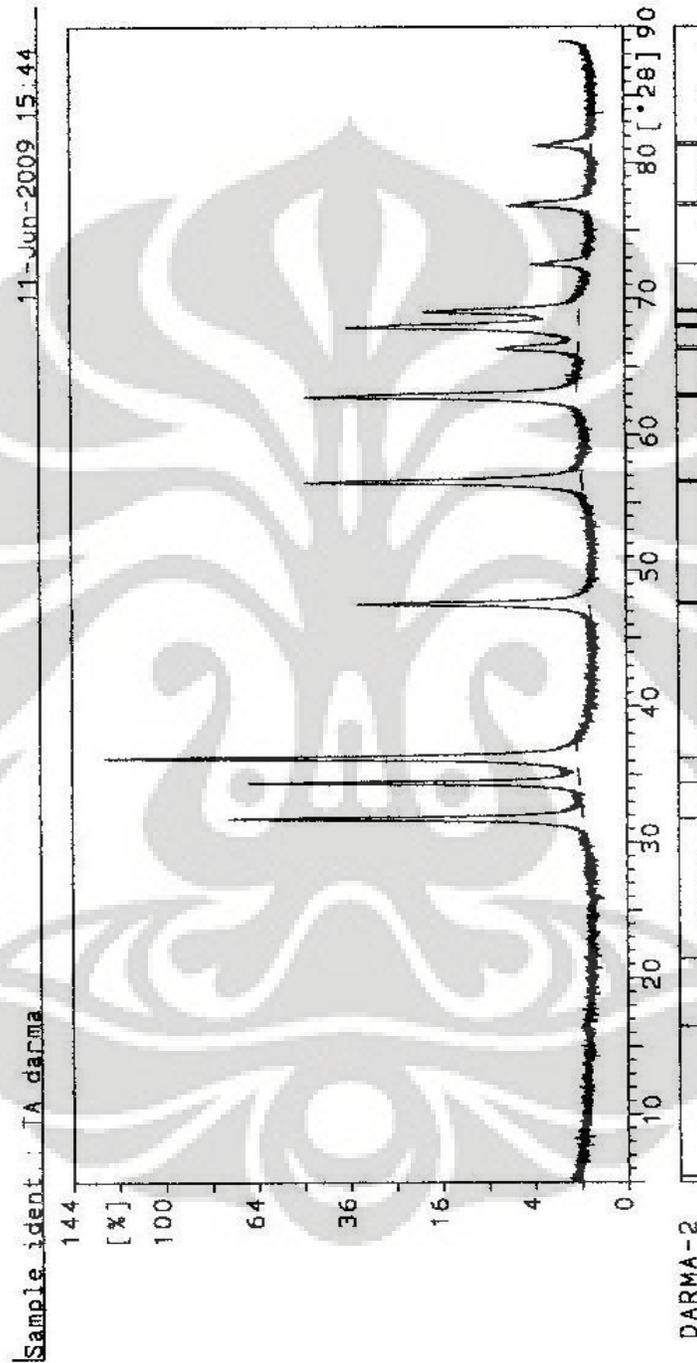
4.2. Grafik XRD untuk Sampel dengan 3 gr PEG



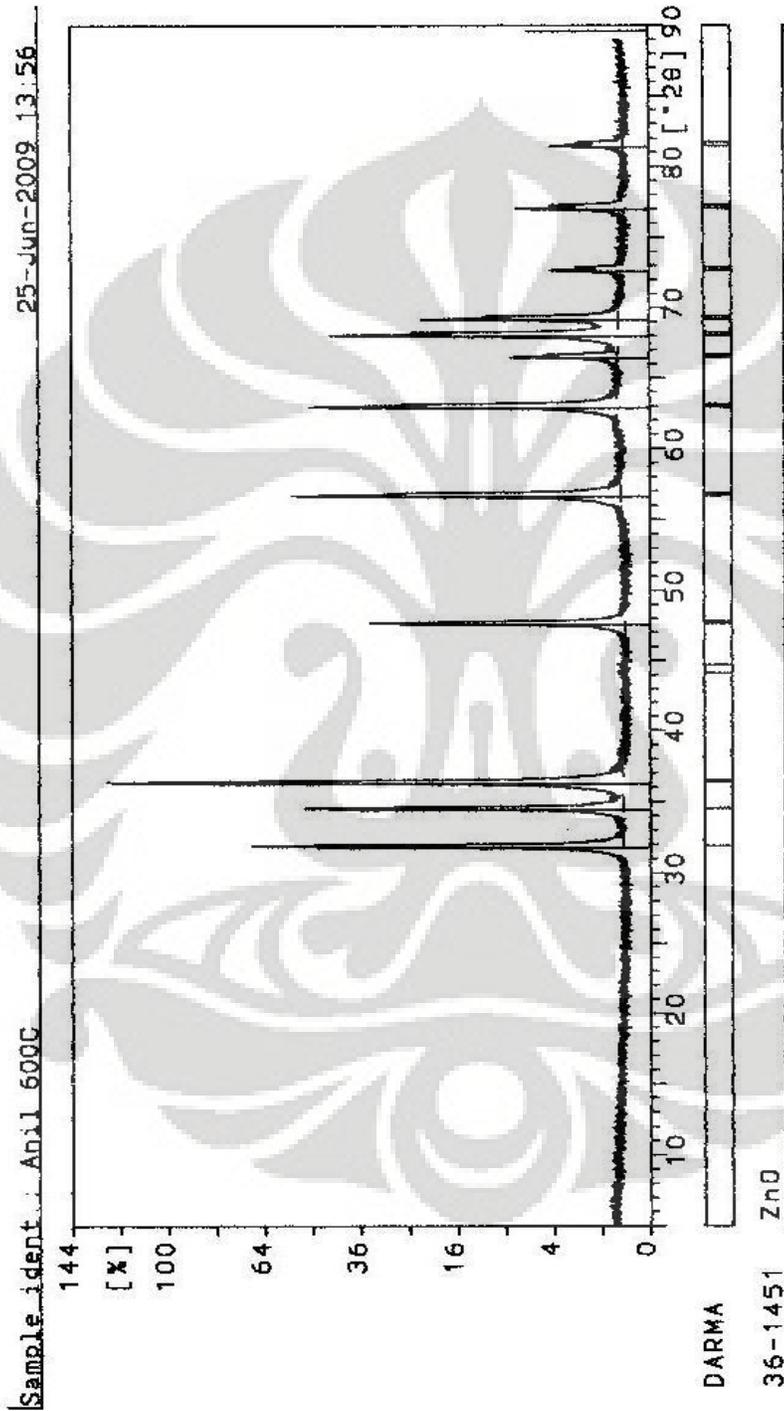
4.3. Grafik XRD untuk Sampel dengan 3 gr PEG Evaporasi 3 jam



4.4. Grafik XRD untuk Sampel dengan 3 gr PEG Evaporasi 4 jam



4.5. Grafik XRD untuk Sampel ZnO Anneal 600 °C



Universitas Indonesia