



UNIVERSITAS INDONESIA

KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ZnO HASIL SINTESIS  
DENGAN METODE PRESIPITASI DAN PERLAKUAN PRA-  
HIDROTHERMAL

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik**

GHISKA RAMAHDITA  
0806331595

FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL  
DEPOK  
JUNI 2011

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Ghiska Ramahdita

NPM : 0806331595

Tanda Tangan : 

Tanggal : 27 Juni 2011

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Ghiska Ramahdita  
NPM : 0806331595  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Judul Skripsi :

### **KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ZnO HASIL SINTESIS DENGAN METODE PRESIPITASI DAN PERLAKUAN PRA-HIDROTERMAL**

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.Akhmad Herman Yuwono,M.Phil.Eng (.....)

Penguji 1 : Nofrijon, Ph.D. (.....)

Penguji 2 : Dr. Ir. Sotya Astutiningsih, M.Eng. (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 27 Juni 2011

## KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim,

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT karena dengan rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan serangkaian kegiatan Tugas Akhir dimulai dari tahap awal perancangan kegiatan, pelaksanaan hingga penyusunan skripsi ini. Kegiatan skripsi ini ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib Skripsi yang berlaku di silabus kurikulum Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia (DMM FTUI), yang juga merupakan salah satu persyaratan kelulusan dalam meraih gelar Sarjana Teknik.

Dalam melaksanakan rangkaian kegiatan tugas akhir ini tentunya penulis sangat terbantu oleh berbagai pihak. Untuk itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

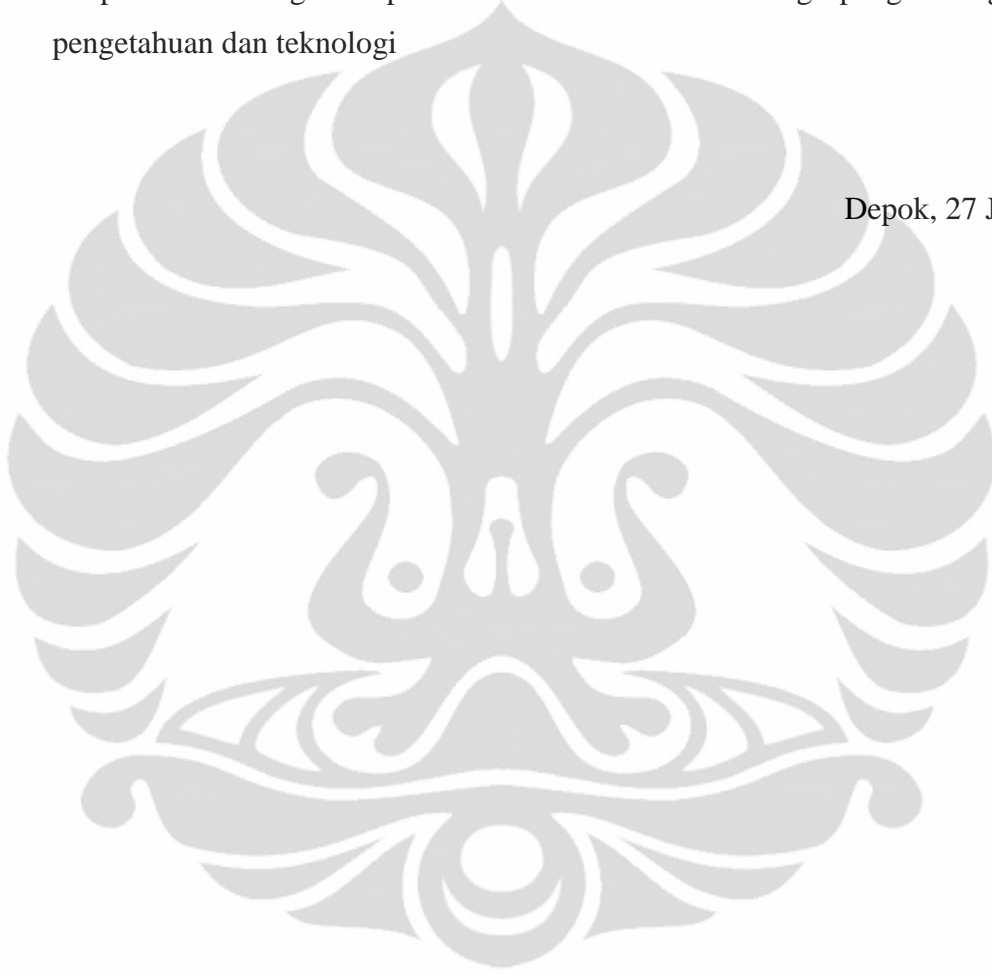
1. Dr. Ir. Akhmad Herman Yuwono, M.Phil.Eng. selaku dosen pembimbing skripsi sekaligus pembimbing akademik yang telah banyak menyediakan waktu, tenaga dan pikiran dalam mengarahkan saya dalam melaksanakan kegiatan perkuliahan, penelitian hingga penyusunan skripsi ini;
2. Prof. Dr. –Ing. Ir. Bambang Suharno selaku Ketua Departemen yang turut memberi dukungan selama saya menjalani perkuliahan di DMM FTUI;
3. Kedua orang tua dan keluarga yang senantiasa memberikan pengertian, dukungan dan motivasi kepada saya dalam menyelesaikan rangkaian tugas akhir;
4. Maryane Anugerah Putri sebagai sahabat dan rekan penelitian yang siap membantu dan menemani penulis dalam serangkaian proses penelitian;
5. Seluruh Bapak-Ibu staf pengajar DMM FTUI yang telah memberikan banyak ilmu kepada penulis selama menjalani kegiatan perkuliahan serta para staf karyawan yang turut membantu dalam rangkaian kegiatan tugas akhir;
6. Seluruh staf Laboratorium Afiliasi Kimia – FMIPA UI dan Bapak Wisnu – PT. BIN BATAN yang telah membantu penulis dalam melakukan karakterisasi UV-Vis dan XRD;

7. Seluruh sahabat dan teman-teman penulis yang senantiasa memberikan semangat untuk menyelesaikan penyusunan skripsi.

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

Depok, 27 Juni 2011

Penulis



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

---

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

Nama : Ghiska Ramahdita  
NPM : 0806331595  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Departemen : Teknik 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:

**KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ZnO HASIL SINTESIS DENGAN  
METODE PRESIPITASI DAN PERLAKUAN PRA-HIDROTERMAL**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan 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 : 27 Juni 2011

Yang menyatakan,



(Ghiska Ramahdita)

## ABSTRAK

Nama : Ghiska Ramahdita  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Judul :

### **KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ZnO HASIL SINTESIS DENGAN METODE PRESIPITASI DAN PERLAKUAN PRA-HIDROTERMAL**

Berbagai penelitian mengenai teknologi nano terus difokuskan pada nanopartikel semikonduktor seng oksida (ZnO) dengan berbagai potensi strategis yang dimilikinya. Dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis nanopartikel ZnO dengan teknik presipitasi yang dikombinasikan dengan perlakuan pra-hidrotermal dengan variasi waktu tahan 0, 24, 48 dan 72 jam yang secara khusus ditujukan untuk menginvestigasi pengaruh perlakuan tersebut terhadap ukuran nanopartikel, kristalinitas dan energi celah pita nanopartikel yang dihasilkan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa meningkatnya waktu perlakuan pra-hidrotermal dari 0 hingga 72 jam mampu meningkatkan ukuran nanopartikel ZnO dari 3.47 menjadi 13.85 nm, serta menurunkan energi celah pita dari 3.099 menjadi 3.076 eV.

Kata kunci:

Teknologi nano, semikonduktor, nanopartikel ZnO, pra-hidrotermal, energi celah pita.

## ABSTRACT

Name : Ghiska Ramahdita  
Study Program : Metallurgy and Material Science Engineering  
Title :

### **THE CHARACTERIZATION OF ZnO NANOPARTICLES SYNTHESIZED BY PRECIPITATION METHODS AND PRE- HYDROTHERMAL TREATMENT**

Many research on nanotechnology has been focused on zinc oxide (ZnO) semiconductor nanoparticles which has strategic potentials. In the current research the synthesis of ZnO nanoparticles has been performed, using a precipitation technique assisted by a pre-hydrothermal treatment with various holding time of 0, 24, 48 and 72 hours. This route was specifically aimed at investigating the effect of this treatment on the nanocrystallite size, crystallinity and band gap energy of the resulting nanoparticles. The result of investigation showed that an increasing of pre-hydrothermal treatment duration from 0 to 72 hours has increased the crystallite size of ZnO nanoparticles from 3.47 to 13.85 nm, and decreased the band gap energy from 3.099 to 3.076 eV.

Keywords:

Nanotechnology, semiconductor, ZnO nanoparticles, pre-hydrothermal, band gap energy.



## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR SINGKATAN.....	xv
DAFTAR RUMUS.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvii
<b>BAB 1 PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Permasalahan.....	4
1.3. Tujuan Penelitian.....	5
1.4. Batasan Masalah.....	5
1.5. Sistematika Penulisan.....	6
<b>BAB 2 DASAR TEORI.....</b>	<b>7</b>
2.1. Nanopartikel ZnO.....	7
2.1.1. Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Zat Pewarna.....	10
2.1.2. Aplikasi Fotokatalisis dan Fotoelektrik.....	13
2.1.3. Aditif pada Polimer.....	15
2.1.4. Keperluan Medis.....	16
2.1.5. Kosmetik.....	17
2.1.6. <i>Coating</i> .....	18
2.1.7. <i>Zinc oxide nanorod sensor</i> .....	18
2.1.8. Piezoelektrisitas.....	18
2.1.9. Biosensor.....	18
2.2. Teknik-teknik Sintesis Nanostruktur ZnO.....	19
2.2.1. Thermal Evaporation.....	20
2.2.2. Laser Ablation – Assisted CVD.....	21
2.2.3. Metode Physical Vapour Deposition (PVD) .....	22
2.2.4. Metode Kimiawi Basah.....	23
2.3. Teknik Hidrotermal.....	25
<b>BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>28</b>
3.1. Diagram Alir Eksperimen.....	28
3.2. Alat dan Bahan.....	29

3.3.	Prosedur Penelitian.....	30
3.3.1.	Proses Formulasi.....	30
3.3.2.	Sintesis Zn(OH) <sub>2</sub> dengan Proses Mixing.....	31
3.3.3.	Perlakuan Pra-hidrotermal.....	32
3.3.4.	Karakterisasi Larutan.....	32
3.3.5.	Pembuatan Serbuk Nanopartikel ZnO.....	34
3.3.6.	Karakterisasi Nanopartikel ZnO.....	34
<b>BAB 4</b>	<b>PEMBAHASAN.....</b>	<b>39</b>
4.1.	Larutan Prekursor Zinc-acetate dan Na-OH.....	39
4.1.1.	Formulasi Larutan.....	39
4.1.2.	Perlakuan Pra-hidrotermal.....	41
4.2.	Serbuk Nanopartikel ZnO.....	44
4.2.1.	Karakterisasi XRD.....	45
4.2.2.	Karakterisasi Spektroskopi UV-Vis.....	56
4.2.3.	Perbandingan Ukuran Kristalit dan Energi Celah Pita Hasil Pengeringan dan Kalsinasi.....	62
<b>BAB 5</b>	<b>KESIMPULAN.....</b>	<b>65</b>
	<b>DAFTAR REFERENSI.....</b>	<b>66</b>

## DAFTAR TABEL

	Halaman
<b>Tabel 2.1.</b> Karakteristik dari beberapa macam semikonduktor.....	11
<b>Tabel 3.1.</b> Kode untuk karakterisasi sampel larutan dengan variabel waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal.....	33
<b>Tabel 3.2.</b> Kode untuk karakterisasi sampel serbuk dengan variabel waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal.....	35
<b>Tabel 4.1.</b> Panjang gelombang terukur dari grafik absorbansi sampel larutan hasil perlakuan pra-hidrotermal.....	43
<b>Tabel 4.2.</b> Perbandingan nilai energi celah pita larutan hasil uji spektroskopi UV-Vis.....	43
<b>Tabel 4.3.</b> Nilai $2\theta$ kristal <i>wurtzite</i> (ZnO) hasil deteksi oleh program Match!.....	46
<b>Tabel 4.4.</b> Perbandingan nilai FWHM pada enam puncak utama XRD sampel hasil pengeringan.....	49
<b>Tabel 4.5.</b> Perbandingan ukuran kristalit nanopartikel ZnO hasil pengeringan dengan pendekatan persamaan linear.....	49
<b>Tabel 4.6.</b> Perbandingan nilai FWHM keempat sampel hasil kalsinasi..	54
<b>Tabel 4.7.</b> Hasil perhitungan besar ukuran kristalit rata-rata dari keempat sampel serbuk ZnO hasil kalsinasi.....	56
<b>Tabel 4.8.</b> Pengolahan data linear untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil pengeringan.....	58
<b>Tabel 4.9.</b> Pengolahan data linear untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil kalsinasi.....	61
<b>Tabel 4.10.</b> Ukuran dan nilai energi celah pita dari sampel serbuk ZnO hasil perlakuan pra-hidrotermal dilanjutkan dengan pengeringan dan kalsinasi.....	62
<b>Tabel 4.11.</b> Persentase kenaikan ukuran kristalit sebelum dan sesudah proses kalsinasi.....	64

## DAFTAR GAMBAR

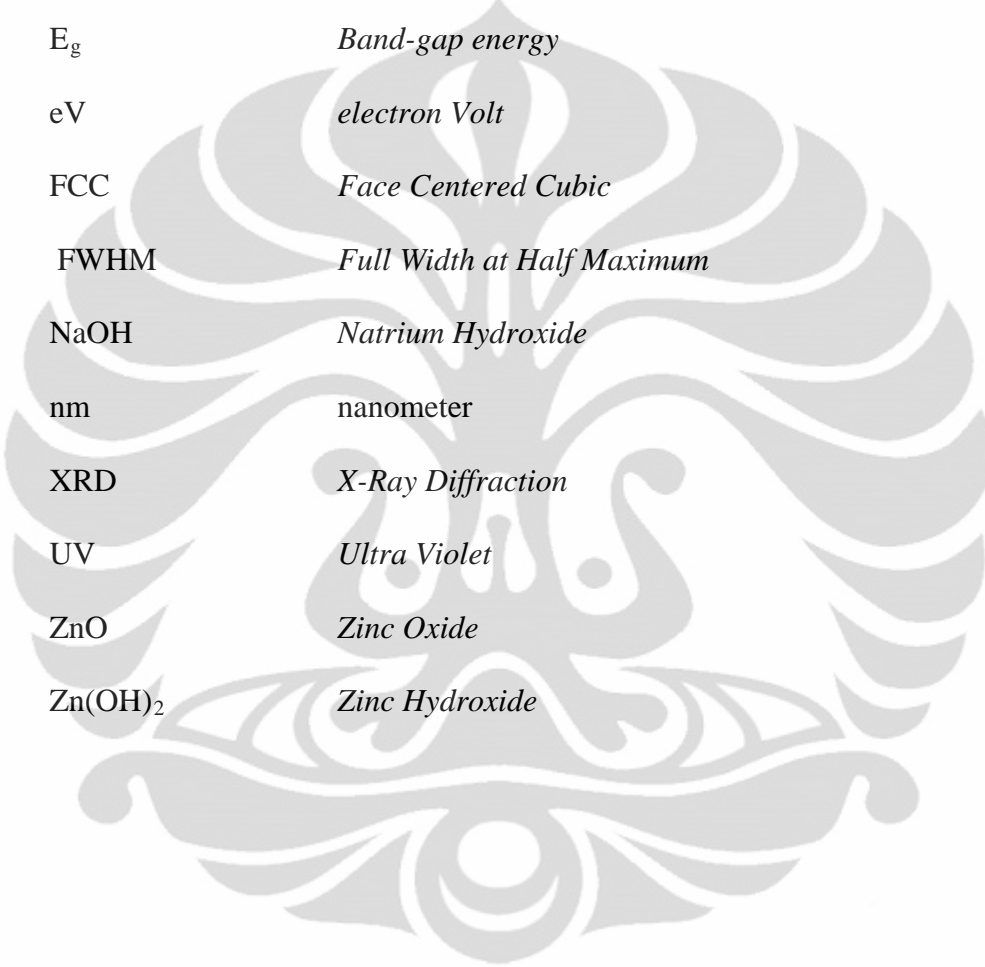
	Halaman
<b>Gambar 2.1.</b> Struktur kristal Seng Oksida <i>Zincite</i> dan <i>Wurtzite</i> .....	8
<b>Gambar 2.2.</b> Karakteristik khusus material ZnO.....	9
<b>Gambar 2.3.</b> Skema kerja foton (energi cahaya) pada DSSC.....	11
<b>Gambar 2.4.</b> Pengaruh penurunan ukuran partikel dengan lebar celah pita konduksi menuju pita valensi.....	12
<b>Gambar 2.5.</b> Mekanisme fotokatalisis pada nanopartikel ZnO.....	14
<b>Gambar 2.6.</b> Sifat <i>surface luminescence</i> antara: (a) material nanostruktur dengan bulk-nya, (b) material nanostruktur dengan perbedaan ukuran.....	14
<b>Gambar 2.7.</b> Struktur polimer dengan lapisan ZnO pada industri tekstil..	15
<b>Gambar 2.8.</b> Produk <i>sunscreen</i> dengan bahan utama nanopartikel ZnO..	16
<b>Gambar 2.9.</b> Perbandingan penggunaan <i>lotion</i> berukuran nano dan ukuran mikro/makro.....	17
<b>Gambar 2.10.</b> Biosensor nanopartikel ZnO.....	19
<b>Gambar 2.11.</b> Skema proses Evaporasi Termal.....	20
<b>Gambar 2.12.</b> Skema proses <i>Laser ablation – assisted CVD</i> .....	21
<b>Gambar 2.13.</b> Skema proses PVD.....	22
<b>Gambar 2.14.</b> Karakteristik: (a) partikel hasil proses hidrotermal berupa partikel-partikel yang lebih seragam dan padat serta tingkat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi; (b) hasil <i>ball milling</i> konvensional.....	26
<b>Gambar 3.1.</b> Diagram alir eksperimen.....	28
<b>Gambar 3.2.</b> Zat yang digunakan dalam sintesis ZnO metode kimiawi basah.....	29

<b>Gambar 3.3.</b>	Timbangan digital ACIS D-600 H dan <i>Magnetic stirrer</i> NSH.....	31
<b>Gambar 3.4.</b>	<i>Hydrothermal Autoclave</i> .....	32
<b>Gambar 3.5.</b>	<i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD) Phillips.....	35
<b>Gambar 3.6.</b>	Contoh Grafik Hasil Uji XRD.....	37
<b>Gambar 4.1.</b>	Tampilan visual larutan <i>zinc-acetate</i> dengan variasi penambahan NaOH 0.1 M.....	40
<b>Gambar 4.2.</b>	Puncak grafik hasil XRD yang mengkonfirmasi fasa <i>wurtzite</i> dengan berbagai arah kristal.....	45
<b>Gambar 4.3.</b>	Difraktogram XRD serbuk ZnO hasil pengeringan dari campuran larutan seng asetat dan NaOH dengan variasi waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal.....	47
<b>Gambar 4.4.</b>	Hasil difraksi nanopartikel ZnO hasil sintesis pada variasi temperatur saat perlakuan pra-hidrotermal dilanjutkan dengan pengeringan pada suhu 60°C.....	49
<b>Gambar 4.5.</b>	Grafik persamaan linear hasil pengukuran lebar difraksi XRD sampel nanopartikel ZnO hasil pra-hidrotermal dengan variasi waktu.....	50
<b>Gambar 4.6.</b>	Difraktogram XRD serbuk ZnO hasil pengeringan dilanjutkan kalsinasi dari campuran larutan seng asetat dan NaOH hasil perlakuan pra-hidrotermal dengan variasi waktu.....	52
<b>Gambar 4.7.</b>	Perbandingan hasil difraksi fasa anatase TiO <sub>2</sub> hasil Perlakuan pra-hidrotermal dengan variasi waktu tahan hasil pengeringan dan anil.....	53
<b>Gambar 4.8.</b>	Hasil interpolasi pengolahan data XRD dari sampel hasil kalsinasi dengan variasi waktu tahan pra-hidrotermal.....	55
<b>Gambar 4.9.</b>	Perbandingan spektrum absorbansi dari sampel hasil pengeringan dengan variasi waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal.....	57
<b>Gambar 4.10.</b>	Perbandingan spektrum absorbansi dari sampel hasil kalsinasi dengan variasi waktu tahan pra-hidrotermal.....	59

**Gambar 4.11.** Kebergantungan lebar celah pita energi (a) dan energi emisi luminisens (b) partikel semikonduktor oksida terhadap jari-jari partikel..... 63



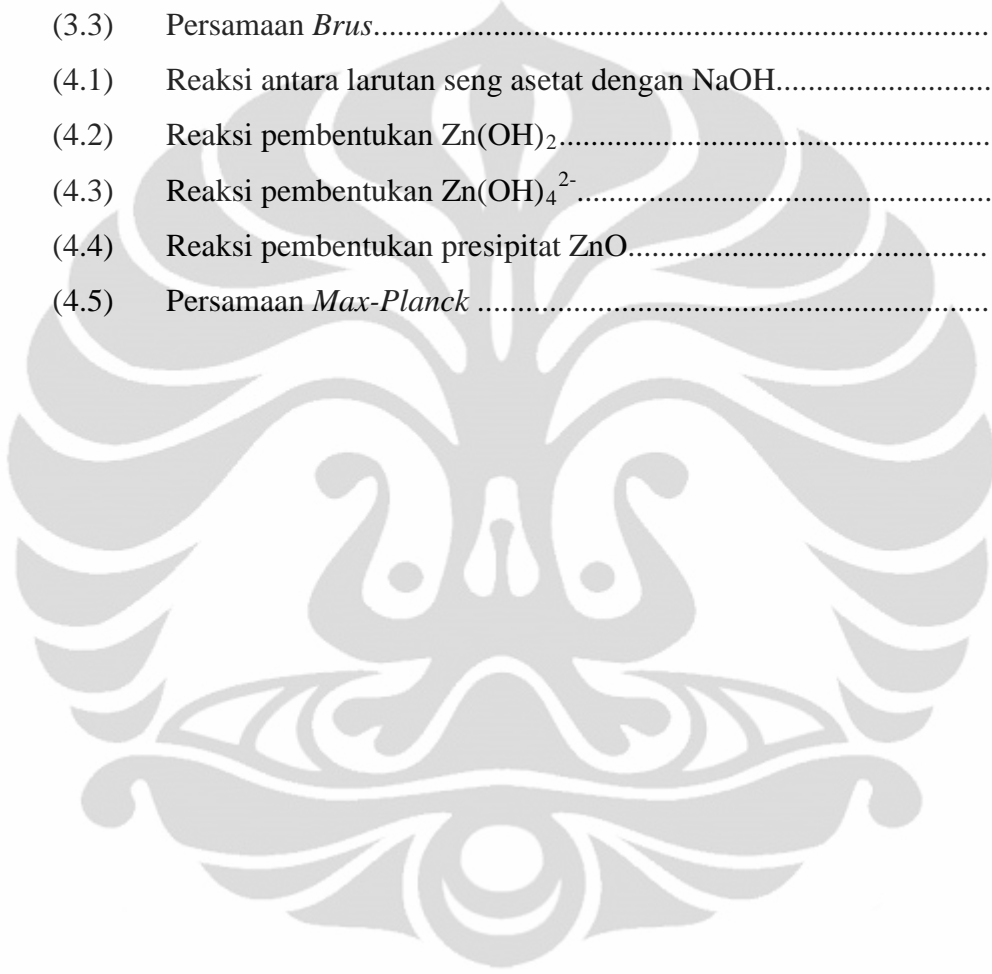
## DAFTAR SINGKATAN



COD	<i>Crystallography Open Database</i>
DSSC	<i>Dye Sensitized Solar Cell</i>
$E_g$	<i>Band-gap energy</i>
eV	<i>electron Volt</i>
FCC	<i>Face Centered Cubic</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
NaOH	<i>Natrium Hydroxide</i>
nm	<i>nanometer</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
UV	<i>Ultra Violet</i>
ZnO	<i>Zinc Oxide</i>
Zn(OH) <sub>2</sub>	<i>Zinc Hydroxide</i>

## DAFTAR RUMUS

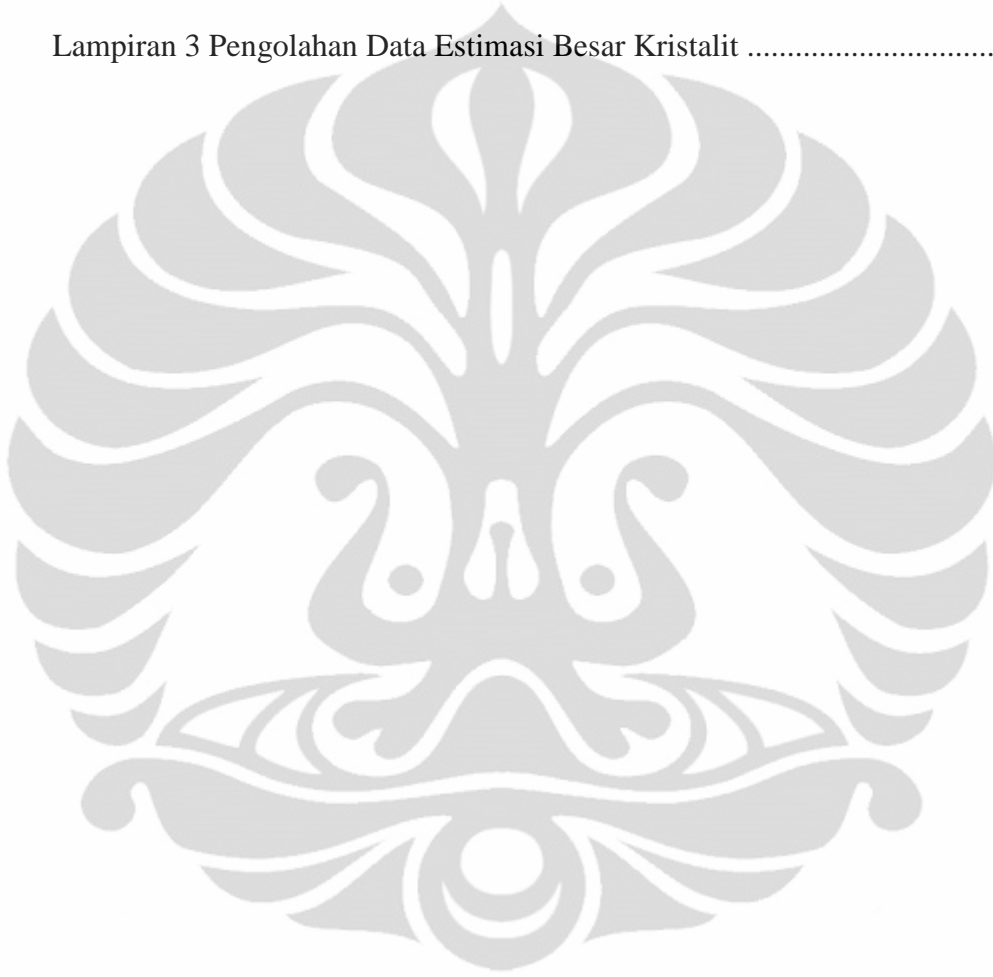
	Halaman
(3.1) Persamaan <i>Scherrer</i> .....	36
(3.2) Persamaan <i>Tauc</i> .....	37
(3.3) Persamaan <i>Brus</i> .....	38
(4.1) Reaksi antara larutan seng asetat dengan NaOH.....	41
(4.2) Reaksi pembentukan $Zn(OH)_2$ .....	41
(4.3) Reaksi pembentukan $Zn(OH)_4^{2-}$ .....	41
(4.4) Reaksi pembentukan presipitat ZnO.....	42
(4.5) Persamaan <i>Max-Planck</i> .....	43





## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Pengolahan Data UV-Vis. ....	70
Lampiran 2 Hasil XRD untuk Masing-masing Sampel.....	78
Lampiran 3 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristalit .....	82



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Abad ke-21 merupakan momen yang sangat krusial bagi dunia internasional dimana era globalisasi telah berlangsung. Tidak dapat dipungkiri lagi, perdagangan bebas adalah suatu titik tolak bagi setiap negara untuk berlomba-lomba menghasilkan karya-karya terbaik dari anak bangsa. Dengan adanya sistem perdagangan bebas, diharapkan adanya inovasi-inovasi baru tanpa menimbulkan efek samping yang dapat membahayakan kehidupan manusia itu sendiri.

Seiring dengan berjalannya era globalisasi ini, kemajuan teknologipun berkembang pesat. Berbagai cabang ilmu yang saling berkolaborasi berlomba-lomba untuk menghasilkan suatu inovasi yang dapat diandalkan. Kemajuan teknologi ini tentunya tidak melewatkan adanya perkembangan teknologi material sebagai salah satu kebutuhan utama yang selalu menyertai peradaban umat manusia. Salah satu inovasi yang dilakukan adalah teknologi nano (*nanotechnology*). Prinsip dasar dari teknologi nano adalah pemanfaatan struktur-struktur berskala nano, termasuk di dalamnya adalah material berukuran 1-100 nm, menjadi divais-divais berukuran sangat kecil yang memberikan performa hasil yang tidak dapat diperoleh dengan material berukuran ruah (*bulk*). Kunci utama dari rekayasa berskala nanometer ini terletak pada sinergi yang ditimbulkan oleh adanya efek ukuran (*volume/size effect*), efek permukaan (*surface effect*) dan interaksi antara domain. Semakin kecil ukuran material, maka rasio luas permukaan terhadap volume akan semakin besar dibandingkan material ruahnya. Hal ini juga mengakibatkan jumlah atom yang berinteraksi dengan lingkungan akan semakin banyak sehingga reaksi fungsional akan berlangsung di tiap-tiap area permukaan partikel nano.

Berbagai penelitian tentang material nano difokuskan pada senyawa semikonduktor oksida logam dimana salah satunya adalah seng oksida (*zinc oxide*, ZnO). Seng oksida telah diteliti secara luas dan pada berbagai aplikasi teknologi terkini. Material ini memiliki energi celah pita (*band gap energy*) yang lebar sebesar 3.07 eV serta emisi ultraviolet yang kuat karena tingginya energi ikatan elektron sebesar 60 meV pada temperatur ruang yang jauh lebih tinggi dibandingkan galium nitrida (25 meV)<sup>[1]</sup>. Karakteristik ini membawa potensi yang sangat besar bagi ZnO di dalam aplikasinya sebagai laser semikonduktor UV-biru<sup>[2]</sup>, dioda pemancar cahaya<sup>[3-5]</sup> dan divais-divais optoelektronik lainnya. Selain itu, ZnO juga telah banyak digunakan sebagai bahan aditif pada polimer, sensor gas dan varistor.<sup>[6-10]</sup> Beberapa metode preparasi telah dikembangkan untuk menghasilkan nanokristalin ZnO dengan ukuran dan morfologi yang berbeda seperti nanopartikel, *nanowire*, *nanorod*, *nanoflower*, *nanotube* dan sebagainya. Termasuk di dalam metode tersebut adalah teknik evaporasi termal serbuk ZnO dengan bantuan gas pembawa dengan atau tanpa katalis, sol-gel, pencetakan menggunakan oksida aluminium hasil anodisasi, deposisi uap senyawa metal-organik, *molecular beam epitaxy*, *pulsed laser deposition* dan deposisi elektrokimiawi.<sup>[11]</sup>

Dalam aplikasi sel surya tersensitasi zat pewarna (*dye sensitized solar cell*, DSSC) saat ini ZnO telah dipertimbangkan sebagai alternatif pengganti TiO<sub>2</sub> karena beberapa pertimbangan. Salah satu alasan strategis adalah bahwa ZnO memiliki energi pita celah (*band gap energy*,  $E_g$ ) yang hampir sama dengan TiO<sub>2</sub>, yaitu sebesar 3.07 eV. Selain itu, posisi pita valensi yang dimiliki oleh ZnO tepat berada di bawah pita konduksi (*direct band gap semiconductor*) sehingga proses eksitasi elektron akan lebih mudah dan cepat berlangsung pada saat absorpsi energi dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> yang memiliki karakteristik sebagai *indirect bandgap semiconductor*. Di samping itu ZnO juga dapat difabrikasi melalui berbagai teknik sintesis sederhana untuk memperoleh bentuk morfologi struktur nano yang bervariasi.

Beberapa cara yang telah umum digunakan untuk mempersiapkan lapisan semikonduktor oksida seperti ZnO dalam aplikasi DSSC adalah teknik sol-gel

dan presipitasi. Proses presipitasi merupakan salah satu metode kimiawi basah yang melibatkan reaksi kimia antara dua atau lebih larutan sehingga menghasilkan endapan logam hidroksida. Proses kimiawi basah ini memiliki beberapa kelebihan-kelebihan, antara lain: (i) konsumsi energi yang rendah karena rendahnya temperatur proses; (ii) kemurnian hasil yang tinggi, dan (iii) keleluasaan menerapkan proses-proses lain pasca sol-gel dan presipitasi; dan (iv) investasi peralatan yang relatif jauh lebih murah dibandingkan teknik deposisi secara fisika seperti *sputtering*, *molecular beam epitaxy*, *pulse laser deposition* dan sebagainya. Namun di sisi lain sebagai hasil konsekuensi rendahnya temperatur proses kimiawi basah ini maka tingkat kristalinitas fasa inorganik yang dihasilkan juga terhitung rendah (amorfus). Aspek inilah yang menjadi keterbatasan hasil proses sol-gel dan presipitasi untuk aplikasi-aplikasi dimana tingkat kristalinitas yang tinggi menjadi suatu persyaratan. Pada proses foto-kimiawi di dalam DSSC, mekanisme yang melibatkan penyerapan energi foton sangat ditentukan oleh besarnya energi celah pita. Semakin besar pita celah energi dari suatu struktur nanopartikel semikonduktor oksida, maka dibutuhkan energi foton yang semakin tinggi untuk dapat mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Hal ini menggeser rentang spektrum cahaya matahari yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron ke panjang gelombang yang lebih pendek (*UV-region*) dan ini membatasi penggunaan dari DSSC itu sendiri. Sebaliknya, dengan tingkat kristalinitas yang tinggi, diharapkan energi celah pita dari nanopartikel ZnO akan mendekati nilai material ruahnya (*bulk*) sehingga aplikasinya di dalam DSSC dapat mengakomodasi spektrum cahaya matahari dengan intensitas energi foton yang lemah sekalipun (seperti kondisi cuaca berawan dan penggunaan di dalam ruangan).

Mempertimbangkan pentingnya hubungan antara ukuran nanopartikel dan performa fungsional yang dihasilkan, maka diperlukan suatu penelitian yang mampu meningkatkan kristalinitas nanopartikel ZnO hasil proses presipitasi melalui suatu metode yang dapat dilakukan dengan fasilitas-fasilitas laboratorium standar pada temperatur dan konsumsi energi yang relatif rendah. Berdasarkan penelitian sebelumnya<sup>[12]</sup> dilaporkan bahwa peningkatan kristalinitas nanopartikel TiO<sub>2</sub> hasil proses sol-gel secara signifikan dapat diperoleh melalui perlakuan

khusus pasca-hidrotermal yang memanfaatkan uap air bertekanan di dalam wadah tertutup (*autoclave*) pada temperatur 150°C. Oleh sebab itu dalam penelitian ini akan dilakukan investigasi efek perlakuan hidrotermal terhadap prekursor ZnO untuk melihat sejauh mana peningkatan kristalinitas dapat diperoleh. Berbeda dengan perlakuan pasca-hidrotermal yang dilakukan setelah prekursor tersebut berupa padatan, maka pemanfaatan uap air bertekanan akan dilakukan pada saat prekursor ZnO masih berada dalam fasa larutan, atau disebut perlakuan **pra-hidrotermal**.

## 1.2. Perumusan Masalah

Penelitian ini difokuskan pada metode kimiawi basah dengan teknik presipitasi untuk mensintesis ZnO nanopartikel, dikombinasikan dengan metode pra-hidrotermal. Dalam penelitian ini akan dilihat apakah perlakuan pra-hidrotermal terhadap prekursor ZnO yang masih berada dalam fasa larutan ini mampu meningkatkan kristalinitas nanopartikel ZnO yang dihasilkan setelah proses pengeringan dan kalsinasi. Secara khusus, dengan variasi waktu tahan (*holding time*) perlakuan prahidrothermal larutan prekursor ZnO di dalam wadah bertekanan (*autoclave*) ingin diketahui pengaruhnya terhadap perbedaan ukuran partikel dan energi celah pita yang dibentuk dari nanopartikel ZnO yang dihasilkan. Dengan adanya variabel lama waktu pra-hidrotermal dalam proses sintesis ini, akan diamati perbedaan ukuran partikel dan karakteristik elektronik dasar sebagai basis analisis bilamana nanopartikel ZnO ini selanjutnya digunakan dalam aplikasi sel surya tersensitasi zat pewarna.

### 1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk :

1. Mengetahui kelayakan proses pembuatan nanopartikel ZnO menggunakan metode kimiawi basah presipitasi dengan peralatan yang tersedia di Laboratorium Nanomaterial Departemen Metalurgi dan Material - Fakultas Teknik - Universitas Indonesia.
2. Menginvestigasi pengaruh parameter-parameter sintesis selama berlangsungnya proses presipitasi (konsentrasi prekursor) dan perlakuan lanjutan pra-hidrotermal (waktu tahan) terhadap karakteristik nanopartikel ZnO (ukuran kristalit, tingkat kristalinitas dan distribusi ukuran) .
3. Menginvestigasi pengaruh karakteristik nanostruktural pada nanopartikel ZnO yang dihasilkan melalui teknik presipitasi dan perlakuan-prahidrotermal terhadap sifat elektronik fundamental material (energi celah pita, tingkat absorpsi pada spektrum cahaya tampak dan ultraviolet).

### 1.4. Batasan Masalah

Ruang lingkup penelitian ini meliputi sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan prekursor Zn-asetat di dalam pelarut etanol yang direaksikan dengan reaktan Na-OH yang dilarutkan dengan pelarut yang sama. Upaya peningkatan kristalinitas dilakukan dengan melakukan proses pra-hidrotermal campuran Zn-asetate dan Na-OH di dalam *autoclave* dengan variasi waktu tahan: 18, 24, 48 dan 72 jam. Karakterisasi nanopartikel ZnO yang dihasilkan dilakukan dengan alat spektroskopi UV-Vis dan Difraksi Sinar-X (XRD).

## 1.5. Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan pada karya tulis ini adalah:

### **BAB I : PENDAHULUAN**

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

### **BAB II : TINJAUAN PUSTAKA**

Menjelaskan material nanopartikel dan karakter umum nanopartikel ZnO, sifat dan aplikasi dari material nanopartikel ZnO, serta berbagai metode sintesis nanopartikel ZnO yang mengerucut pada metode kimiawi basah dengan mekanisme pembuatannya.

### **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 menganalisanya, terdiri dari hasil spektroskopi dan konduktifitas dari larutan Zn(OH)<sub>2</sub>, serta spektroskopi dan *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui tingkat kristalinitas dari nanopartikel ZnO yang diperlakukan pada berbagai waktu tahan pra-hidrotermal dengan menggunakan *Scherrer's Formula* kemudian dihitung besar kristalit rata-rata dengan menggunakan program *PeakFit*.

### **BAB V : KESIMPULAN**

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

## BAB II

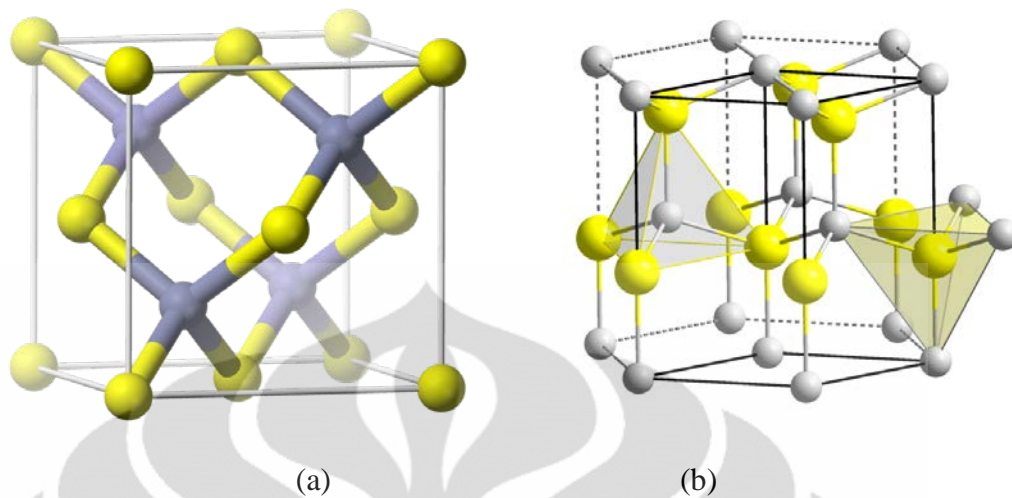
### DASAR TEORI

#### 2.1. Nanopartikel ZnO

Seng oksida (*zinc oxide*) atau ZnO merupakan suatu senyawa kimia anorganik oksida logam yang umumnya berupa serbuk. Serbuk seng oksida ini sangat banyak digunakan sebagai bahan aditif pada berbagai produk material seperti plastik, keramik, kaca, semen, karet, pelumas, cat, adesif, hingga perangkat elektronik. Luasnya aplikasi dari seng oksida terkait dengan berbagai sifat yang dimilikinya, antara lain harganya yang ekonomis, sensitivitas gas yang baik, aktivitas fotokatalitik, anti bakteri, sifat optis yang dapat direkayasa, kemampuan sebagai katalisator dan sifat *non-toxic* pada konsentrasi yang cukup rendah.<sup>[13]</sup>

Secara kristalografi, seng oksida memiliki tiga jenis struktur kristal, yaitu *wurtzite*, *zincite* atau *zincblende* dan *rocksalt*.<sup>[14]</sup> Seng oksida yang tersedia sebagai mineral di alam memiliki struktur *zincite*. Struktur kristal ini berbentuk *sphalerite* dengan adanya atom Zn di setiap sudut dan bagian tengah sisi (*face centered cubic*, FCC) dan atom O sebagai interstisi di antara empat atom Zn yang berdekatan. Di lain hal, seng oksida yang biasa diproduksi secara komersial merupakan hasil sintesis dan berstruktur *wurtzite*. Struktur ini memiliki bentuk heksagonal dan stabil pada suhu ruang. Struktur kristal *wurtzite* dan *zincite* dapat dilihat pada Gambar 2.1. Berbeda dengan dua struktur kristal lain yang cukup banyak diperoleh, seng oksida dengan struktur *rocksalt* hanya dapat diperoleh pada tekanan tinggi di atas 10 GPa.<sup>[15]</sup>

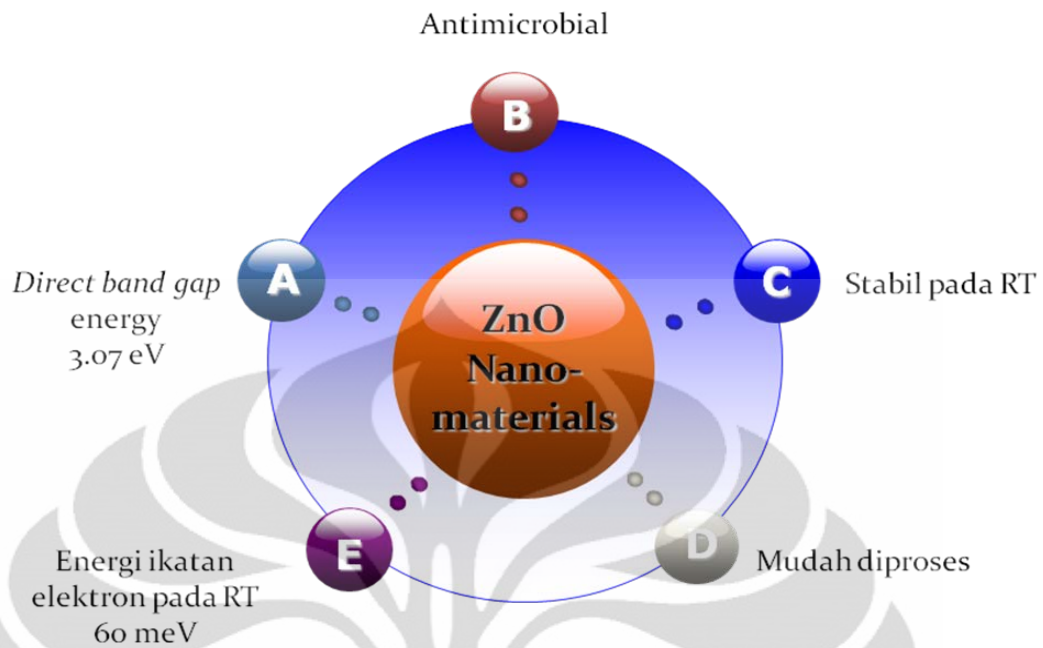




**Gambar 2.1.** Struktur kristal seng oksida *zincite* (a) dan *wurtzite* (b) <sup>[14]</sup>

Nanopartikel ZnO merupakan semikonduktor golongan II-VI yang memiliki struktur kristal *wurtzite*, seperti dapat dilihat pada Gambar 2.1 (b), memiliki nilai *band-gap energy* yang tinggi yaitu 3.07 eV dan *excitation binding energy* yang kuat, yaitu 60 meV. Nilai energi celah pita tertinggi yang pernah dicapai oleh nanopartikel ZnO adalah 3.20 eV. Hal ini membuat nanomaterial ini cukup menjanjikan untuk aplikasi semikonduktor dan DSSC. Di lain sisi, sifat *antimicrobial* yang dimiliki oleh material ini juga memperluas aplikasi untuk nanopartikel ZnO.

Keunggulan nanostruktur dari ZnO tidak hanya dilihat dari segi aplikasinya, tetapi juga kelayakan yang dimiliki untuk difabrikasi melalui metode sintesis yang konvensional. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa nanopartikel ZnO dapat difabrikasi melalui berbagai teknik, mulai dari yang konvensional seperti *milling* dan metode kimiawi basah, hingga metode fabrikasi yang cukup kompleks seperti *molecular beam epitaxy* dan *chemical vapor deposition* yang membutuhkan teknologi tinggi. Karena struktur kristal yang dimilikinya, nanopartikel ZnO hasil sintesis stabil pada temperatur ruang. Hal ini mendukung kecenderungan nanopartikel ZnO untuk dimanfaatkan lebih lanjut pada berbagai aplikasi. Secara umum, karakteristik yang dimiliki oleh nanopartikel ZnO dapat dilihat pada Gambar 2.2.



**Gambar 2.2.** Karakteristik khusus material ZnO

Nilai tersebut merupakan yang tertinggi dibandingkan dengan material nanostruktur dimensi satu (1 D) lainnya.<sup>[16]</sup> Beberapa bentuk kristal ZnO yang berhasil ditemukan antara lain, yang berdimensi satu (1-D) seperti *nanorod*, *tube*, *wire*, berdimensi dua (2-D) yaitu *nanosheet*, *hexagon*, *tower*, dan *comb*, serta berdimensi tiga (3-D) berupa *nanoflower*.<sup>[17]</sup> Dengan struktur kristal yang dimilikinya, seng oksida memiliki potensi yang luas di bidang elektronik, tidak hanya sebagai material semikonduktor, tetapi juga piezoelektrik, spintronik, sensor gas, *surface acoustic wave* (SAW), sel surya hybrid LED dan berbagai jenis elektroda.

Penelitian yang dilakukan mengenai fabrikasi dalam skala nano telah menunjukkan bahwa semikonduktor nanostruktur memiliki tingkat fleksibilitas fungsi melalui desain atau pengaturan strukturnya.<sup>[18]</sup> Dalam konteks ini, tujuan utamanya adalah untuk:

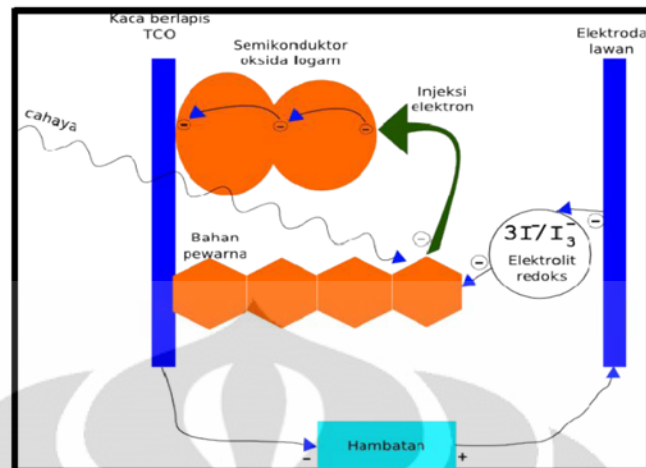
- (i) menciptakan berbagai alat/*device* dengan ukuran yang kecil,
- (ii) meningkatkan kepresisian dimensi,
- (iii) pengontrolan dan desain berbagai sifat-sifat material berukuran kecil.

Salah satu hal yang sangat diperhatikan dalam pengembangan nanostruktur adalah usaha pengaturan sifat-sifat dari material melalui modifikasi ukuran. Hal ini dikarenakan material dengan ukuran yang kecil akan memiliki sifat yang berbeda dengan material makroskopisnya, seperti sifat optik dan reaktivitasnya. Pengontrolan struktur dari nanomaterial merupakan langkah awal yang penting dalam usaha menciptakan *nanodevice* dan aplikasi lainnya, diantaranya untuk (i) sel surya, (ii) fotokatalis dan fotoelektrik, (iii) antibakteri pada polimer (iv) keperluan medis (v) kosmetik (vi) *coating* (vii) sensor (viii) piezoelektrik, dan (ix) biosensor.

### 2.1.1 Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Zat Pewarna

Sel surya (*solar cell*) pertama kali dipelajari oleh Hendri Becquerel tahun 1839. Prinsip alat ini adalah perubahan energi matahari menjadi energi listrik yang timbul dari material semikonduktor. Perubahan energi ini didasarkan pada sifat elektron di dalam material yang terpisah dalam pita-pita energi tertentu yang disebut pita konduksi (pada semikonduktor hampir kosong) dan pita valensi (pada semikonduktor terisi hampir penuh), sedangkan keadaan tanpa elektron disebut celah pita (*band-gap*).

Pada DSSC, foton akan diserap oleh lapisan pewarna organik dan membentuk eksiton (sebuah keadaan pasangan elektron-lubang yang terikat) yang akan dipisahkan pada *interface* lapisan penerima elektron (akseptor) berupa semikonduktor oksida logam dan pewarna menjadi elektron dan *hole* dengan demikian muatan listrik dihasilkan.<sup>[19]</sup> Dan mekanisme kerja dari DSSC dapat dilihat pada Gambar 2.3



**Gambar 2.3.** Skema kerja foton (energi cahaya) pada DSSC <sup>[20]</sup>

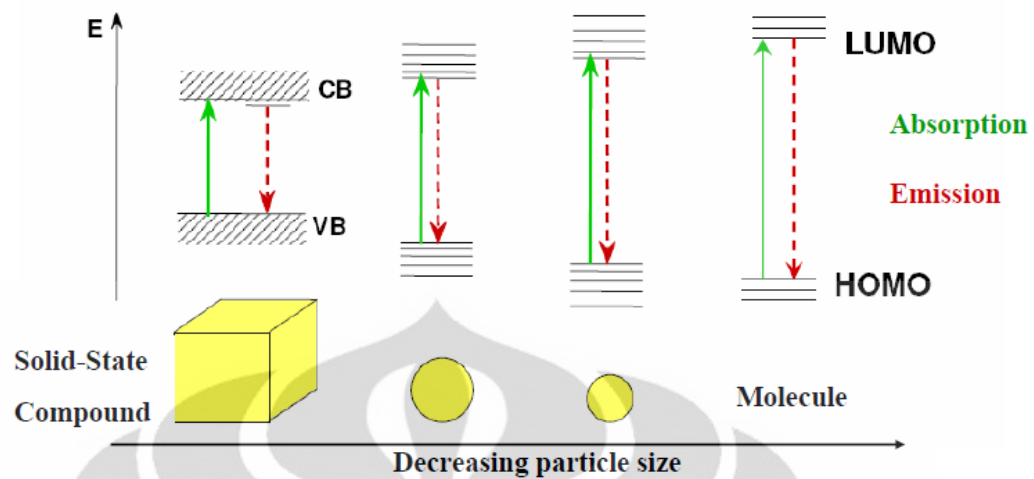
Dalam aplikasi sel surya tersebut, salah satu faktor yang menentukan adalah bagaimana elektron dapat berpindah dari pita valensi menuju pita konduksi. Mekanisme ini dipicu oleh adanya energi dari cahaya matahari untuk mengaktifkan sisi konduktif dari suatu material semikonduktor. Energi pada celah antara pita konduksi dan pita valensi ini berbeda-beda sesuai dengan jenis material semikonduktor.

Dari Tabel 2.1 dapat dilihat bahwa material ZnO memiliki nilai energi celah pita (*band-gap energy*,  $E_g$ ) yang cukup tinggi, yaitu 3.07 eV.<sup>[21]</sup> Besarnya nilai energi celah pita ini menyebabkan ZnO mampu menyerap energi foton dari matahari dengan jumlah yang besar. Selain itu, nilai energi celah pita 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 405 nm. Hal ini jelas lebih menguntungkan daripada material konvensional yang digunakan sebagai material dasar sel surya, dimana hanya membutuhkan paparan cahaya matahari dengan panjang gelombang yang relatif rendah untuk menghasilkan elektron bebas.

**Tabel 2.1.** Karakteristik dari beberapa macam semikonduktor <sup>[21-22]</sup>

<b>Semikonduktor</b>	<b>Band-gap (eV)</b>	<b>Band gap wavelength (nm)</b>
<b>BaTiO<sub>3</sub></b>	3.3	375
<b>CdO</b>	2.1	590
<b>CdS</b>	2.5	497
<b>CdSe</b>	1.7	730
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	2.2	565
<b>GaAs</b>	1.4	887
<b>GaP</b>	2.3	540
<b>SnO<sub>2</sub></b>	3.9	318
<b>SrTiO<sub>3</sub></b>	3.4	365
<b>TiO<sub>2</sub></b>	3.0	390
<b>WO<sub>3</sub></b>	2.8	443
<b>ZnO</b>	3.07	405
<b>ZnS</b>	3.7	336

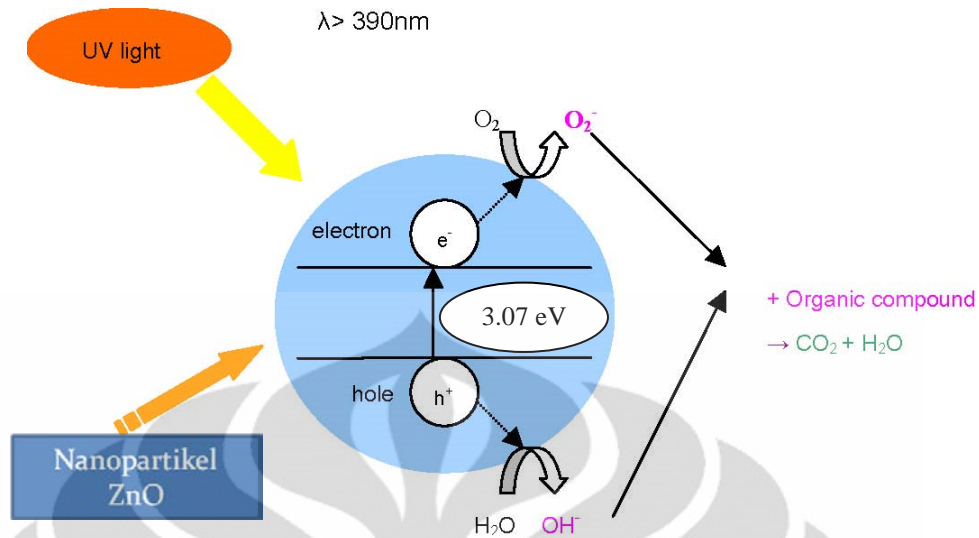
Lebih jauh lagi, dengan adanya teknologi nano yang berperan untuk memperkecil ukuran semikonduktor untuk aplikasi sel surya, energi celah pita dapat direkayasa hingga mendekati energi celah pita material ruahnya. Adanya efek ukuran yang dikenal sebagai *quantum size effect* dapat memperluas aplikasi nanomaterial dimana partikel dengan ukuran yang lebih kecil dapat menghasilkan energi celah pita yang semakin besar dibandingkan material ruahnya. Hal ini didasarkan pada efek permukaan (*surface effect*) yang menjelaskan bahwa material dengan ukuran kecil hingga pada skala nano akan memiliki persentase atom terluar yang semakin besar dibandingkan keseluruhan atom yang dimiliki oleh partikel tersebut. Susunan atom terluar inilah yang memiliki fungsionalitas paling baik karena dapat berinteraksi langsung dengan lingkungan luar melalui bagian *interface* yang tersusun oleh atom terluar, sehingga potensi yang dimiliki oleh nanopartikel akan semakin besar. Pengaruh ukuran dengan lebar celah pita dari material nano dapat dilihat pada Gambar 2.4.



**Gambar 2.4.** Pengaruh penurunan ukuran partikel dengan lebar celah pita konduksi menuju pita valensi <sup>[23]</sup>

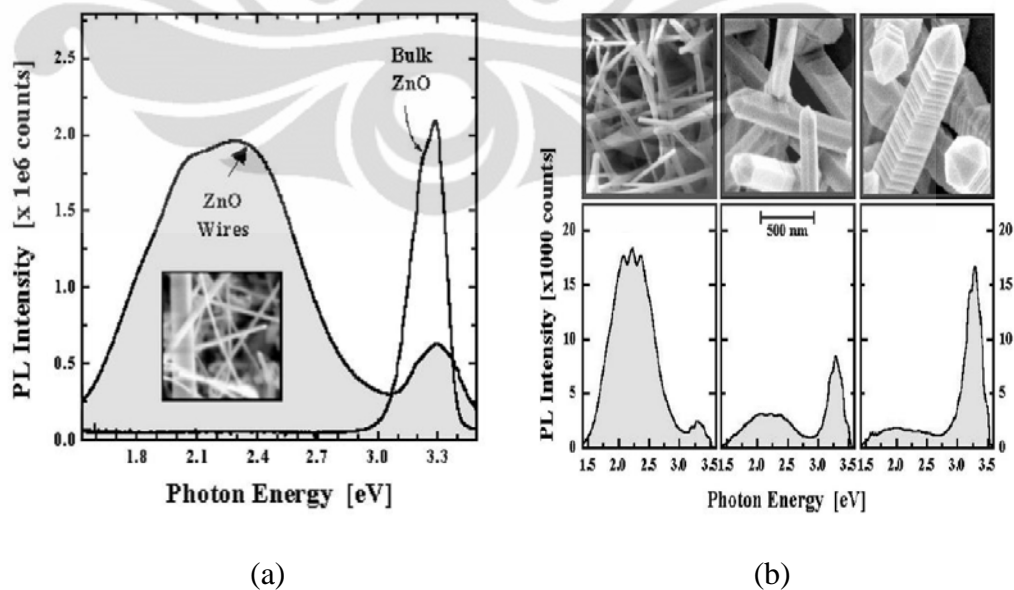
### 2.1.2 Aplikasi Fotokatalisis dan Fotoelektrik

Nanostruktur semikonduktor yang tersusun teratur dan mempunyai dimensi yang sangat kecil telah dibuktikan sangat potensial untuk meningkatkan sifat fotokatalisis. Prinsip dari fotokatalisis adalah adanya penyerapan energi cahaya dengan bantuan senyawa tertentu dapat menghasilkan reaksi kimia. Reaksi kimia ini dipicu oleh adanya absorpsi energi foton dari cahaya yang menyebabkan adanya perbedaan kondisi pada suatu material semikonduktor, yaitu dari keadaan pada pita valensi menuju pita konduksi yang meninggalkan berkas *hole*,  $h^+$ . Hal ini memicu terjadinya reaksi oksidasi pada bagian *hole*. Pada sisi lain, yaitu pita konduksi memiliki muatan negatif akibat adanya eksitasi elektron yang berasal dari pita valensi,  $e^-$ . Muatan negatif ini dapat memicu terjadinya reaksi reduksi terhadap Oksigen dari atmosfer. Mekanisme fotokatalisis secara skematis dapat dilihat pada Gambar 2.5. Umumnya reaksi fotokatalisis ini digunakan untuk mengurai rantai karbon pada limbah organik atau polimer, untuk menghasilkan OH radikal yang dapat secara aktif memutus rantai karbon.



**Gambar 2.5.** Mekanisme Fotokatalisis pada nanopartikel ZnO <sup>[24]</sup>

Salah satu sifat optik pada ZnO adalah sifat cahaya pendar (*luminescence*), dimana nanostruktur ZnO dengan diameter yang lebih kecil akan mempunyai sifat absorpsi cahaya yang lebih baik, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6. Peningkatan nilai *surface luminescence* tersebut dikarenakan dengan ukuran yang lebih kecil, maka jumlah atom yang terdapat pada permukaan akan lebih banyak dibanding material bulk-nya selain juga kristalinitas dari nanopartikel ZnO yang juga tinggi.



**Gambar 2.6.** Sifat *surface luminescence* antara: (a) material nanostruktur dengan bulk-nya, (b) material nanostruktur dengan perbedaan ukuran <sup>[25]</sup>

### 2.1.3. Aditif pada Polimer

Sekitar 50% dari ZnO digunakan dalam industri polimer. Seng oksida beserta asam stearat banyak digunakan dalam proses vulkanisasi untuk mengontrol proses fabrikasi karet dengan lebih cepat dan hasil yang lebih baik. Salah satu contohnya adalah pada industri karet ban mobil. Seng oksida digunakan sebagai salah satu penyusun katalisator untuk proses vulkanisasi karena dapat meningkatkan konduktivitas bahan, yang sangat penting untuk menjaga panas ketika proses deformasi pada pencetakan ban.

Selain untuk mempertahankan tingkat konduktivitas panas pada karet, aditif berupa seng oksida juga dapat melindungi poliester dan bahan-bahan tekstil lainnya dari serangan jamur, seperti yang tertera pada Gambar 2.7. Umumnya proses penambahan seng oksida ini dilakukan dengan cara pelapisan (*coating*) pada benang atau bahan tekstil, sehingga dapat menghasilkan suatu lapisan khusus dengan ketebalan nano untuk melindungi polimer dari serangan bakteri dan jamur. Dengan adanya karakteristik ini, penelitian mengenai nanopartikel ZnO untuk industri tekstil masih terus dikembangkan.

Jika dikaitkan dengan efek permukaan pada nanomaterial seng oksida, semakin kecil ukuran nanomaterial ZnO maka fraksi atom-atom yang berada pada permukaan partikel atau kristalit akan semakin besar. Hal ini mengakibatkan peningkatan efektivitas kontak yang dimiliki untuk menjaga hantaran panas dan anti-jamur akan semakin baik.



**Gambar 2.7.** Struktur polimer dengan lapisan ZnO pada industri tekstil <sup>[26]</sup>



#### 2.1.4. Keperluan medis

Seng oksida sebagai campuran dengan  $\pm 0.5\%$  iron (III) oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) disebut kalamina dan digunakan di dalam berbagai jenis obat kulit. Selain itu, campuran seng oksida dengan eugenol terbukti dapat digunakan untuk aplikasi *prosthodontic* dan penyembuhan dalam kedokteran dokter gigi. Fungsi seng oksida pada obat kulit dan aplikasinya pada kedokteran gigi berhubungan dengan sifat *antimicrobial* yang dimiliki oleh senyawa oksida ini.

Dengan semakin majunya perkembangan material, serbuk seng oksida berskala nano juga digunakan sebagai komposisi utama pada tabir surya (*sunscreen*). Berbagai merk dari produk ini semakin berlomba-lomba dalam upaya pengembangan teknologi nanopartikel ZnO, sebagaimana tertera pada Gambar 2.8. Ketika digunakan sebagai campuran pada *sunscreen*, seng oksida pada permukaan kulit tidak meresap ke dalam kulit melainkan bertugas menghalangi sinar ultraviolet UV-A (320-400 nm) dan UV-B (280-320 nm). Proses *blocking* sinar UV ini dapat melindungi kulit dan mencegah terjadinya kanker kulit tanpa bereaksi secara langsung dengan lapisan dermis kulit sehingga tidak menimbulkan iritasi.



**Gambar 2.8.** Produk *Sunscreen* dengan bahan utama nanopartikel ZnO <sup>[27]</sup>

### 2.1.5. Kosmetik

Dengan penampakan fisiknya yaitu berupa serbuk putih yang dapat menghalangi kulit dari sinar UV, serbuk nanopartikel seng oksida dengan kadar khusus sering digunakan sebagai ramuan *make up*. Semakin besar ukuran nanopartikel, kulit yang diolesi seng oksida akan terlihat semakin putih, sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 2.9. Oleh karena itu perlu dilakukan suatu formulasi khusus agar hasil *make-up* tampak lebih natural. Tujuan dari formulasi ini adalah bagaimana menghasilkan seng oksida yang berukuran nano sehingga partikel ini tidak menutupi kulit secara berlebihan.



**Gambar 2.9.** Perbandingan penggunaan lotion berukuran nano (kiri) dengan perbandingannya terhadap lotion ukuran mikro/makro (kanan) <sup>[28]</sup>

### 2.1.6. Coating

Cat yang mengandung serbuk seng oksida sudah lama digunakan sebagai lapisan anti korosi untuk berbagai logam, khususnya besi galvanis. Namun belakangan ini sulit untuk menggunakan seng oksida sebagai campuran untuk *coating* karena reaksi dengan *coating* organik menyebabkan kegetasan dan berkurangnya daya rekatan. Di lain hal, mengecat dengan seng oksida berhasil membuat permukaan logam lebih tahan lama hingga bertahun-tahun. Oleh karena itu, pada aplikasi ini diperlukan adanya kontrol ukuran yang baik agar nanopartikel seng oksida dapat bereaksi lebih baik lagi dengan senyawa organik yang terkandung pada *coating*.

### 2.1.7. Zinc oxide nanorod sensor

Sensor seng oksida *nanorod* adalah suatu alat pendeteksi adanya perubahan arus listrik melalui oksida seng. Deteksi arus ini disebabkan adanya absorpsi selektif terhadap molekul gas pada permukaan *nanorod*. Molekul gas selanjutnya diteruskan sebagai respon terhadap sensor dan menghasilkan output berupa data. Alat sensor ini dapat mendeteksi konsentrasi hidrogen hingga 10 ppm pada suhu kamar, tanpa mendeteksi oksigen.

### 2.1.8. Piezoelektrisitas

Prinsip material piezoelektrik adalah kemampuan struktur kristal untuk meregang sehingga menghasilkan energi tertentu yang dapat dikonversi menjadi energi listrik.

Pada tahun 2008, pusat karakterisasi nanostruktur di *Georgia Institute of Technology* telah menghasilkan suatu alat pembangkit listrik arus bolak-balik yang disebut *flexible charge pump generator*.<sup>[29]</sup> Alat ini dapat menghasilkan arus bolak-balik dengan cara meregangkan struktur kristal *nanowire* seng oksida. Pembangkit listrik mini ini dapat memproduksi tegangan sampai dengan 45 milivolt, mengubah hampir tujuh persen dari energi mekanik menjadi energi listrik. Efisiensi dari piezoelektrik tersebut masih perlu dioptimalkan untuk dapat diaplikasikan baik pada industri maupun kegiatan rumah tangga. Oleh karena itu para peneliti kini sedang mencari ukuran dan metode sintesis *nanowire* yang tepat untuk menghasilkan efisiensi piezoelektrik yang optimal.

### 2.1.9 Biosensor

ZnO mempunyai biokompatibilitas tinggi dan kinetika transfer elektron yang cepat karena karakteristik energi celah pita langsung (*direct band gap*) yang dimilikinya. Fitur ini mendukung pemakaian bahan ini sebagai suatu selaput *biomimic* untuk melumpuhkan dan memodifikasi molekul pada mikro organisme. Ilustrasi dari biosensor nanopartikel Zn dapat dilihat pada Gambar 2.10.



**Gambar 2.10.** Biosensor nanopartikel ZnO <sup>[20]</sup>

Dari aplikasi-aplikasi yang telah disebutkan di atas, terlihat jelas bahwa adanya efek ukuran dan permukaan sangat diperlukan untuk menghasilkan nanostruktur seng oksida dengan fungsionalitas yang optimal.

## 2.2. Teknik-teknik Sintesis Nanostruktur ZnO

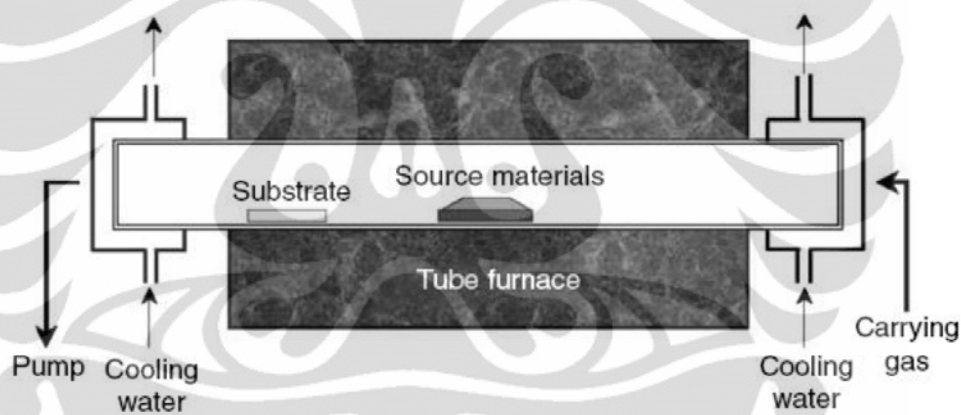
Sejak satu dekade terakhir, penelitian ZnO berukuran nano menarik banyak perhatian dalam bidang semikonduktor <sup>[30]</sup>, optoelektronik <sup>[10]</sup> hingga industri tekstil <sup>[31]</sup> dan kosmetik <sup>[32]</sup> sehubungan dengan sifat fisik dan elektronik yang dimilikinya. Metode sintesis ZnO nanopartikel yang telah dilakukan juga cukup beragam. Banyak peneliti yang telah membuktikan analisis penampakan struktur ZnO *nanopowder* hasil dari metode presipitasi, sebagai fungsi dari konsentrasi dan jenis material reaktan yang digunakan, *precipitants* dan kondisi pH.

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* <sup>[33]</sup>. 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 nanostruktur 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 seng oksida, yaitu *thermal evaporation*, *laser ablation*, *arc discharge*, PVD, dan sol-gel.

### 2.2.1. Thermal Evaporation

Evaporasi termal (*thermal evaporation*) adalah salah satu cara fabrikasi material nanostruktur yang paling populer dan berhasil dalam fabrikasi dengan berbagai karakteristik. Basis dari proses ini adalah mensublimasi material sumber berbentuk bubuk pada temperatur tinggi dan deposisi bubuk tersebut pada substrat untuk menghasilkan bentuk nanostruktur yang diinginkan. Proses ini seperti ditunjukkan pada Gambar 2.11.

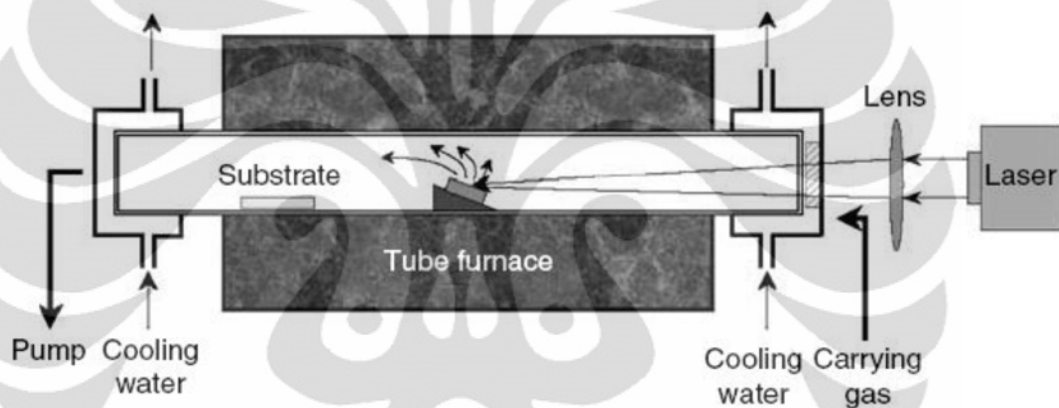


Gambar 2.11. Skema proses Evaporasi Termal <sup>[34]</sup>

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. <sup>[34]</sup>

### 2.2.2. Laser Ablation – Assisted CVD

Metode ini merupakan salah satu metode yang cukup efektif dalam menciptakan struktur nano dalam satu dimensi (1D) <sup>[34]</sup>, 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 2.12. Material sumber (*source material*) dilekatkan ke alumina krusibel dengan sudut 45<sup>0</sup> terhadap sinar laser.



Gambar 2.12. Skema proses Laser ablation – assisted CVD <sup>[34]</sup>

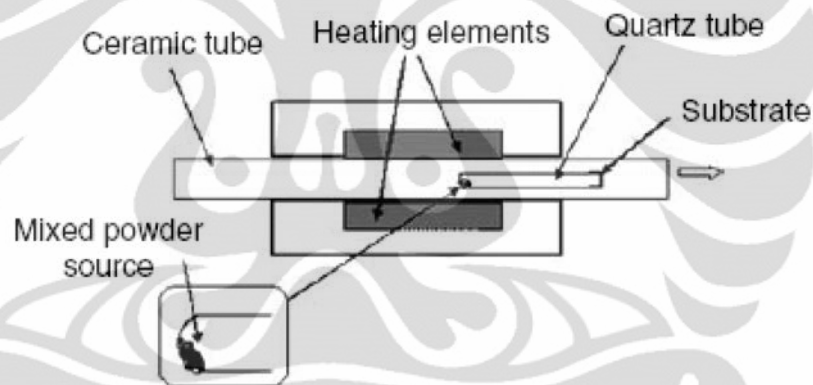
Proses ini serupa dengan proses *thermal evaporation*. Temperatur dapur yang digunakan pada proses ini berkisar antara 500 sampai 800<sup>0</sup>C. Ketika suhu dan temperatur yang digunakan tercapai, sinar laser ditembakkan ke arah target (*source material*) sampai menguap. Uap tersebut akan dideposisikan 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 nukleasi homogen dan pertumbuhan 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 kontrol pertumbuhan yang optimum.

### 2.2.3. 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 2.13.



Gambar 2.13. Skema proses PVD <sup>[35]</sup>

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 <sup>[35]</sup>.

#### 2.2.4. Metode Kimiawi Basah

Perkembangan teknologi metode kimiawi basah 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. Metode kimiawi basah, baik metode sol-gel maupun presipitasi adalah jawaban yang ditawarkan terhadap masalah tersebut.<sup>[36]</sup> Pada bidang nanoteknologi, presipitasi merupakan salah satu metode yang dapat digunakan karena semua produk hasil reaksinya akan mengandung nanopartikel atau nanokomposit dan memiliki ukuran kristalit yang lebih kecil daripada hasil proses sol-gel. Keistimewaan utama dari teknologi presipitasi 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 presipitasi 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.<sup>[37]</sup> Metode presipitasi 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.<sup>[13]</sup>

Penelitian ini terfokus kepada preparasi metode presipitasi dari partikel ZnO menggunakan NaOH sebagai sumber alkalin. Partikel ZnO *spherical* akan dihasilkan dengan metode presipitasi. ZnO merupakan salah satu dari berbagai oksida yang menunjukkan adanya efek *quantum confinement* pada rentang ukuran yang dapat dicapai pada eksperimen. *Size-dependent optical absorption* merupakan hal yang penting untuk mempelajari sintesis dan pertumbuhan ZnO. Metode preparasi oleh Spanhel dan Anderson<sup>[38]</sup> menunjukkan alur sederhana untuk pembentukan *quantum size* partikel ZnO. Nanopartikel ZnO disintesis dengan menambahkan larutan NaOH dan Zn-asetat dalam pelarut ethanol.



Skema proses sintesis dengan metode kimiawi basah umumnya dapat dibagi berdasarkan prekursor yang digunakan, yaitu : larutan garam logam, logam alkoksida dan campuran prekursor organik dan anorganik. Namun, prekursor metal alkoksida sangat sensitif terhadap kelembaban atmosfer sehingga proses pembuatan keramik ini sangat sulit untuk dikendalikan.<sup>[39]</sup> Di lain hal, garam logam mudah untuk diubah menjadi oksidanya melalui dekomposisi termal dan dengan mudah dapat terlarut pada pelarut organik. Beberapa material yang digolongkan sebagai garam logam antara lain, klorit, asetat, nitrit, dan sulfid.

Untuk penggunaan prekursor seng asetat, senyawa ini sangat mudah larut dengan alkohol, khususnya isopropanol dan ethanol. Sementara itu, seng nitrat perlu dilarutkan dengan *ethylene glycol monomethyl ether*. Pada penelitian sebelumnya ditunjukkan bahwa penggunaan prekursor seng nitrat menghasilkan kristalisasi yang cepat dan acak, berbeda dengan seng asetat yang dapat menghasilkan topografi yang lebih baik dan juga kristalinitas yang lebih stabil dan seragam. Dari penelitian tersebut ditunjukkan bahwa penggunaan prekursor seng asetat lebih stabil dan memerlukan pelarut yang mudah didapatkan.

*Zinc acetate dihydrate* pada fase ethanol telah diteliti sebelumnya sebagai *dispersing agent* sekaligus pelarut yang baik dan stabil.<sup>[32]</sup> Pada proses pelarutan Zn-acetate dihydrate dan NaOH akan didapatkan larutan transparan yang menunjukkan telah terjadi reaksi antara larutan seng dengan larutan hidroksida dalam skala nano. Setelah proses *mixing*, larutan dipindahkan ke sebuah teflon yang dilindungi oleh *autoclave* yang terbuat dari *stainless steel*, biasa disebut dengan perlakuan pra-hidrotermal. Setelah adanya proses pra-hidrotermal akan dihasilkan larutan yang lebih keruh yang menunjukkan hasil reaksi yang terjadi sudah cukup stabil membentuk  $Zn(OH)_2$ . Dengan proses pengeringan dapat dihasilkan serbuk putih yang mengandung kristalit ZnO berukuran nano.<sup>[30]</sup>

Penelitian yang dilakukan oleh Hsieh Cheng Hsien<sup>[33]</sup> dengan larutan Zn-acetat dan NaOH dengan variasi rasio  $H_2O$  terhadap ethanol menunjukkan adanya pengaruh besar kristalit yang dihasilkan. Hasil yang mereka peroleh menunjukkan bahwa semakin besar fraksi volume  $H_2O$ , maka ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin besar dan proses pertumbuhan partikel menjadi tidak stabil.

Shah dan Al-Shahry<sup>[40]</sup> melakukan eksperimen dengan pembuatan nanopartikel ZnO dari prekursor Zn-asetat yang dilarutkan dengan ethanol. Alkohol digunakan sebagai pelarut untuk menunjukkan ikatan C-O siap diuraikan oleh permukaan logam menghasilkan senyawa hidrokarbon dan oksida pada permukaan. Selanjutnya Shah dan Al-Shahry melakukan fabrikasi *nanorod* ZnO dengan mencampurkan larutan prekursor dengan *ethylenediamine* pada 200°C. Pengaruh *holding time* saat 200°C menunjukkan diameter yang lebih besar seiring dengan semakin lama dilakukan dalam suhu tinggi. Rasio molekul Zn/O dihitung oleh EDX secara kuantitatif. XRD dari ZnO terbentuk hexagonal *wurtzite* dengan  $a = 0,3249$  nm  $c = 0,5206$  nm.

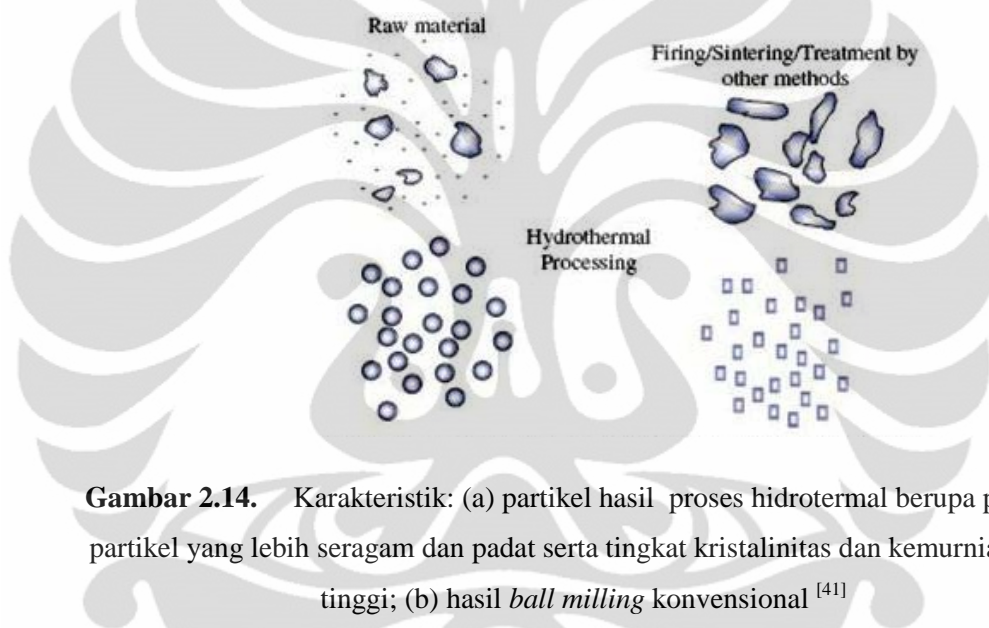
Aneesh, *et al*<sup>[30]</sup> juga melakukan sintesis kimiawi basah Zn-asetat dan NaOH yang dilarutkan dengan methanol. Selanjutnya larutan hasil *stirring* dimasukkan ke dalam *autoclave* untuk dilakukan proses hidrotermal larutan dengan variasi suhu 100, 150 dan 200°C. Setelah didinginkan pada temperatur ruang, larutan berwarna putih tersebut dibilas dengan methanol dan dikeringkan pada suhu 60°C. Eksperimen ini memberikan hasil yang menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur yang diberikan akan meningkatkan ukuran partikel ZnO yang ditunjukkan oleh grafik XRD.

### 2.3. Teknik Hidrotermal

Istilah hidrotermal pertama kali digunakan oleh ahli geologi berkebangsaan Inggris Sir Roderick Murchison (1792–1871) untuk menggambarkan reaksi dari air pada temperatur dan tekanan yang tinggi, yang membawa perubahan pada kulit bumi sehingga menghasilkan pembentukkan berbagai batuan dan mineral.<sup>[41]</sup> Konsep hidrotermal ini selanjutnya diaplikasikan pada teknologi material untuk menghasilkan senyawa logam, oksida maupun senyawa kompleks dengan pemberian temperatur dan tekanan yang tinggi.

Proses hidrotermal dapat didefinisikan sebagai reaksi berbagai keseragaman dari nanopartikel atau ketidakseragaman dari material ruah (*bulk material*) yang terjadi dengan adanya pelarut yang encer di bawah kondisi temperatur dan tekanan yang tinggi agar terjadi reaksi dan rekristalisasi material yang tidak larut

pada kondisi yang biasa. Metode ini memiliki beberapa keuntungan dibandingkan dengan proses konvensional lainnya seperti penghematan energi, kesederhanaan proses, efisiensi biaya, kontrol nukleasi yang lebih baik, bebas polusi (karena reaksi dilakukan pada sistem tertutup), dispersi yang lebih tinggi, tingkat reaksi yang tinggi, lebih mudah untuk mengontrol bentuk, dan temperatur operasi yang lebih rendah dengan menggunakan pelarut yang tepat.<sup>[41]</sup> Gambar 2.14 di bawah ini menggambarkan hasil proses hidrotermal yang mampu memberikan partikel yang lebih seragam dan padat serta tingkat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi (a) dan perbandingannya dengan hasil *ball milling* konvensional (b).



**Gambar 2.14.** Karakteristik: (a) partikel hasil proses hidrotermal berupa partikel-partikel yang lebih seragam dan padat serta tingkat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi; (b) hasil *ball milling* konvensional<sup>[41]</sup>

Byrappa and Yoshimura<sup>[42]</sup> menjelaskan hidrotermal sebagai keseragaman atau ketidakseragaman reaksi kimia sebagai akibat dari adanya bahan pelarut di atas temperatur dan tekanan yang sangat tinggi di atas 1 atmosfer (atm) pada sistem tertutup.

Hal yang perlu diperhatikan dalam melakukan proses hidrotermal adalah lingkungan kimia yang harus disesuaikan dengan material yang akan diproses. Meskipun proses ini memiliki waktu reaksi yang lebih lama jika dibandingkan dengan proses pendeposisian pada fasa uap, atau *milling*, proses ini mampu menghasilkan partikel dengan tingkat kristalinitas yang tinggi dengan pengontrolan yang lebih baik dari segi ukuran dan bentuk. Dewasa ini, proses

hidrotermal telah membuka babak baru pada pemrosesan material termasuk pada skala nanometer. Pada teknik hidrotermal telah diketahui bahwa temperatur, tekanan, dan potensial kimia adalah variabel-variabel utama untuk memberikan hasil yang diinginkan.

Yuwono, *et al* <sup>[34,43,44]</sup> menunjukkan bahwa proses hidrothermal yang dilakukan pada material logam oksida TiO<sub>2</sub> pada rangkaian proses sol-gel dapat menghasilkan tingkat kristalinitas yang tinggi, dengan tetap mempertahankan ukurannya pada skala di bawah 10 nm tanpa terjadi agregasi. Dalam penelitian tersebut dilaporkan dengan perlakuan pasca-hidrotermal, nanokristalin TiO<sub>2</sub> berukuran 10-15 nm dapat dicapai dengan melalui mekanisme pembelahan/pemotongan (*cleavage*) jaringan Ti-O-Ti yang kaku sebagai penyebab tingkat amorfus yang tinggi pada nanopartikel hasil sol-gel, untuk selanjutnya hasil pemotongan tersebut kemudian melakukan penyusunan ulang (*rearrangement*) dan memadat membentuk nanokristalin TiO<sub>2</sub>.

Mekanisme pembelahan pada proses pasca hidrotermal yang dilakukan oleh Yuwono *et al* memberikan informasi bagaimana pengaruh pemberian tekanan uap tinggi terhadap kristalit ZnO dari serbuk yang dihasilkan. Pada penelitian ini akan dilakukan pemberian tekanan uap tinggi pada fasa larutan, dimana pada larutan hasil proses *mixing* diduga telah didapatkan inti-inti pembentukan nanopartikel ZnO yang masih sangat kecil sehingga tidak dapat dilihat secara kasat mata.

Hipotesis yang ingin dibuktikan dalam penelitian ini adalah proses perlakuan pra-hidrotermal prekursor zinc-acetate dan reaktan sodium hidroksida di dalam *autoclave* bertekanan untuk meningkatkan kristalinitas nanopartikel ZnO yang dihasilkan, namun tetap berukuran pada skala nanometer dan terdispersi merata dalam keterkaitannya dengan efek permukaan (*surface to volume ratio effect*) dari partikel ZnO.

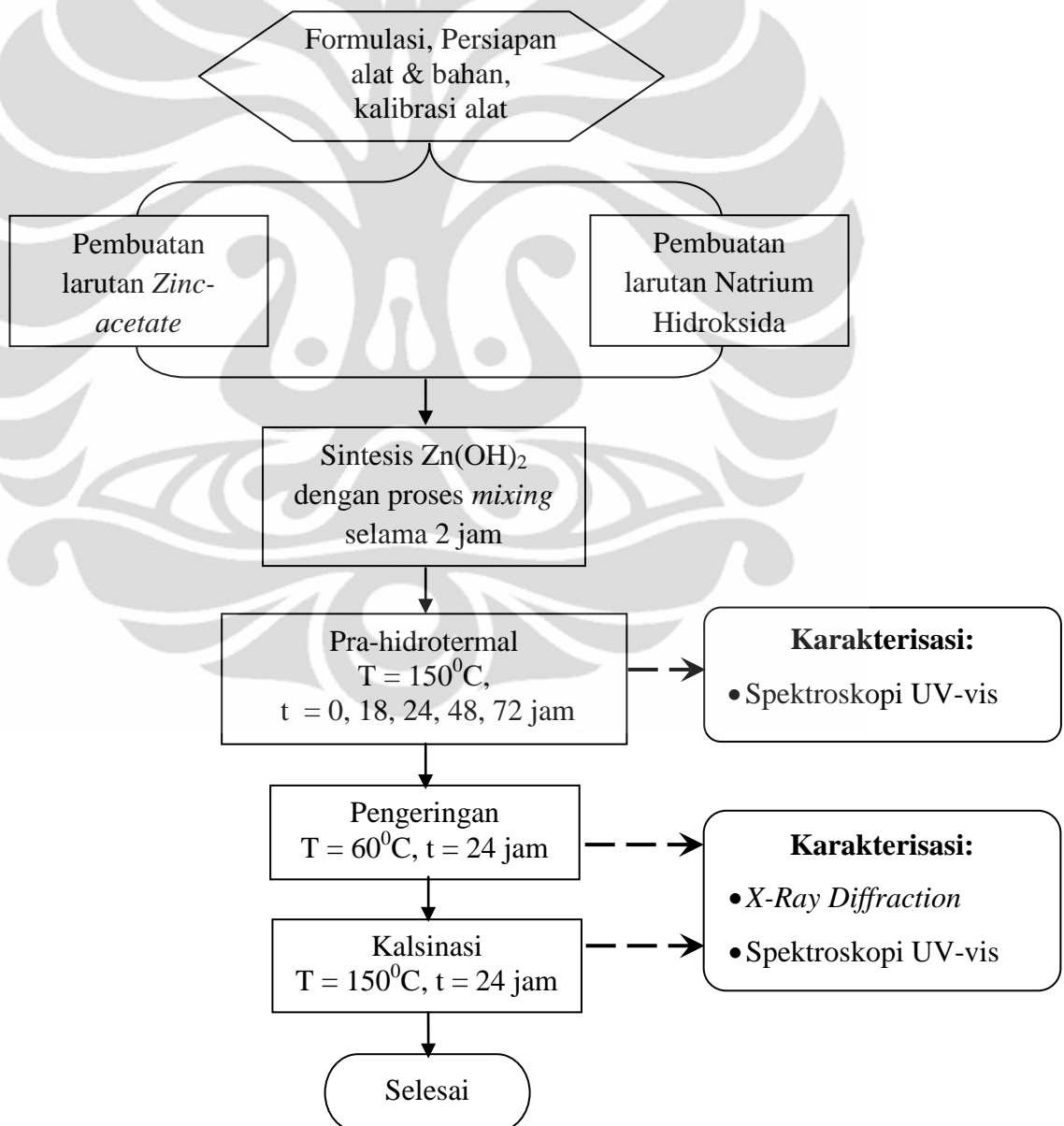
Hipotesis di atas dapat dibuktikan terutama setelah proses lanjutan yaitu pengeringan (*drying*) dan kalsinasi. Dengan variasi waktu proses pra-hidrotermal yang akan dilakukan, diharapkan diperoleh variasi kristalinitas dan ukuran kristalit partikel ZnO.

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Diagram Alir Eksperimen

Rangkaian penelitian ini dibagi atas beberapa tahapan sesuai dengan Gambar 3.1, yaitu : (i) Proses Formulasi, (ii) Sintesis  $\text{Zn(OH)}_2$  dengan Proses Mixing, (iii) Pra-hidrotermal, (iv) Karakterisasi Larutan, (v) Pembuatan Serbuk Nanopartikel  $\text{ZnO}$  dan (vi) Karakterisasi Nanopartikel  $\text{ZnO}$ .



Gambar 3.1. Diagram alir eksperimen

### 3.2. Alat dan Bahan

#### Pembuatan larutan Zn(OH)<sub>2</sub>

##### Bahan :

- 1,11 gr Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O  
*Sigma-Aldrich* (Gambar 3.2.a)
- 0,40 gr NaOH *Merck*  
(Gambar 3.2.b)
- 100 mL ethanol 95% *Merck*  
(Gambar 3.2.c)
- Aquades

##### Alat :

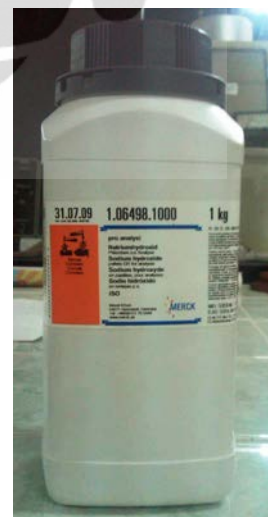
- Timbangan digital
- Magnetic stirrer*
- Magnetic bar*
- Spatula
- Labu Erlenmeyer 100 ml
- Gelas Ukur 50 ml
- Cawan petri
- Pipet tetes
- Oven *Nabertherm*
- Kertas pH indikator / pH meter
- Hydrothermal container*
- Hair dryer*
- Aluminum foil*
- Parafilm



(a)



(b)



(c)

**Gambar 3.2.** Zat yang digunakan dalam sintesis ZnO metode kimiawi basah:

(a) Seng asetat; (b) Ethanol; (c) Natrium hidroksida

### 3.3 Prosedur Penelitian

#### 3.3.1 Proses Formulasi

Dibandingkan metode kimiawi basah yang umum digunakan, metode presipitasi pada sintesis nanopartikel membutuhkan formulasi yang khusus. Diharapkan pada proses pencampuran metode presipitasi ini tidak terbentuk adanya endapan sehingga larutan yang dibentuk harus dijaga agar tetap transparan. Oleh karena itu, perlu adanya formulasi sehingga larutan yang dihasilkan mencapai kondisi tepat jenuh. Proses formulasi ini didasarkan pada eksperimen dengan penambahan NaOH dengan jumlah volume yang berbeda dari molaritas yang sama. Sebagai hasilnya, pada proses presipitasi ini hanya dibutuhkan lebih sedikit dibandingkan dengan proses sol-gel yang konvensional.

Pada proses pencarian formulasi yang optimal ini dipersiapkan 0.55 gram senyawa  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  yang ditimbang pada labu erlenmeyer 1 dan kemudian dilarutkan dengan larutan ethanol sebanyak 50 mL. Sementara itu, pada erlenmeyer 2 dilakukan penimbangan NaOH sebanyak 0.20 gram dan kemudian dilarutkan dengan larutan ethanol sebanyak 50 mL. Kedua proses pencampuran ini dilakukan pada alat *magnetic stirrer* dengan *magnetic bar* yang diputar dengan skala stir 6, temperatur ruang sekitar  $\pm 2$  jam.

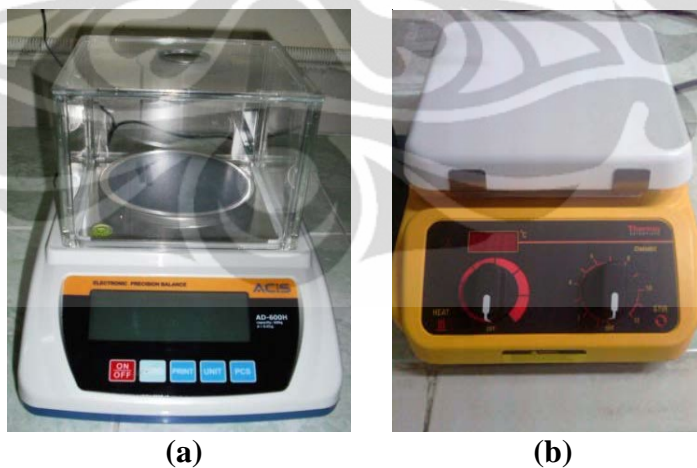
Setelah proses *stirring* dari larutan NaOH-ethanol dan  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ -ethanol selesai dilakukan pada dua erlenmeyer yang berbeda, dilanjutkan dengan proses pencampuran dari larutan erlenmeyer B yang dicampurkan secara *dropwise* pada *magnetic stirring* dengan kondisi temperatur ruang dan skala *stirring*  $\pm 4$ . Proses ini adalah proses kunci dalam menjaga larutan tetap bening dan tidak terjadi pengendapan. Oleh karena itu, dilakukan penetesan NaOH dengan variabel volume yang berbeda-beda dari konsentrasi yang sama. Adapun variabel volume yang dilakukan yaitu : 3, 6, 9, 12 , 20 dan 25 ml.

### 3.3.2 Sintesis Zn(OH)<sub>2</sub> dengan Proses Mixing

Setelah didapatkan kondisi yang tepat jenuh dari proses 3.3.1, dilanjutkan proses sintesis Zn(OH)<sub>2</sub> dengan metode yang sama:

- Penimbangan Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O sebanyak 0.55 gram pada erlenmeyer dicampurkan dengan 20 mL ethanol dan dilanjutkan dengan *dropwise* ethanol tambahan sebanyak 30 mL pada erlenmeyer 1
- Penimbangan NaOH sebanyak 0.2 gram pada erlenmeyer dicampurkan dengan 50 mL ethanol pada erlenmeyer 2

Proses penimbangan dan *stirring* kedua poin diatas dilakukan pada timbangan digital dan *magnetic stirrer* (Gambar 3.3 a dan b) . *Stirring* dilakukan dengan skala  $\pm 4$ , temperatur ruang dan metode tetes-per-tetes (*dropwise*) hingga larutan NaOH mencapai volume optimum dari hasil formulasi yang dicapai pada tahap 3.3.1. Selanjutnya dilanjutkan hingga total waktu selama 2 jam agar pencampuran terjadi secara merata dan tetap berupa larutan transparan. Untuk menjaga variabel keasaman yang tidak terlalu tinggi maupun rendah, perlu dilakukan pengukuran pH.



**Gambar 3.3.** (a) Timbangan digital ACIS D-600 H ; (b) *Magnetic stirrer* NSH



### 3.3.3 Perlakuan Pra-hidrotermal

Setelah proses *stirring* dengan memperhatikan laju penetes, lama dan suhu pengadukan akan dihasilkan larutan transparan. Sebanyak 45 mL larutan hasil *stirring* dipindahkan ke dalam *hydrothermal container* berukuran 45 mL. Penuangan larutan ini harus dilakukan dengan hati-hati mengingat keterbatasan larutan yang dihasilkan serta alat yang rentan dan agak kompleks. *Hydrothermal container* selanjutnya ditempatkan pada oven atau Dapur *Naberthem* dengan suhu  $150^{\circ}\text{C}$  dan variasi waktu 18, 24, 48 dan 72 jam. Gambar autoclave yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. *Hydrothermal Autoclave*

### 3.3.4 Karakterisasi Larutan

Proses hidrotermal menghasilkan larutan dengan penampakan opaque. Hal ini menunjukkan partikel nano yang lebih stabil dari sebelumnya. Larutan hasil perlakuan pra-hidrotermal digunakan untuk dua proses lanjutan, yaitu karakterisasi larutan serta lanjutan dari proses sintesis nanopartikel ZnO, sebagaimana dijelaskan pada diagram alir Gambar 3.1. Proses karakterisasi larutan ini adalah berupa pengukuran tingkat absorbansi larutan dengan spektrometer UV-Vis.

Pada karakterisasi larutan ini digunakan 5 sampel dengan variasi waktu tahan pada perlakuan pra-hidrotermal, dengan kode sampel ditunjukkan oleh Tabel 3.1.

**Tabel 3.1.** Kode untuk karakterisasi sampel larutan dengan variabel waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal

Kode Sampel	Waktu Tahan Pra-Hidrotermal (jam)
O	0
A	18
B	24
C	48
D	72

### Spektroskopi UV-Vis

Alat ini menggunakan spektrofotometri untuk mengukur intensitas cahaya tampak dan sinar UV yang berhasil terdeteksi setelah berkas cahaya melewati larutan pada wadah yang transparan. Dengan adanya perbandingan intensitas sebelum dan sesudah melewati sampel pada rentang panjang gelombang yang berbeda-beda, akan diukur kemampuan absorpsi larutan pada panjang gelombang dan besar energi tertentu yang selanjutnya dilakukan analisa lebih lanjut mengenai pengaruh perbedaan waktu tahan proses pra-hidrotermal terhadap energi absorpsi setiap sampel. Prinsip pengukuran UV-Vis lebih lanjut dibahas pada bagian 3.3.5.3.

Adapun prosedur pengukuran komposisi larutan dengan *UV-VIS Spectrophotometer* yaitu :

- a. Bersihkan *cuvette* yang akan digunakan hingga bersih tanpa ada lemak yang menempel
- b. Tuang larutan sebanyak 5 mL ke dalam *cuvette*
- c. Masukkan *cuvette* ke dalam alat spektrofotometer
- d. Operasikan alat untuk memindai dan mengukur kandungan zat yang diinginkan.

### 3.3.5. Pembuatan Serbuk Nanopartikel ZnO

Sebagian larutan hasil proses hidrothermal selanjutnya dikeringkan pada suhu ruang dengan menggunakan wadah steril seperti cawan petri. Proses ini bertujuan untuk menghasilkan partikel-partikel nano dari ZnO yang berupa padatan. Serbuk yang terbentuk setelah pengeringan tentunya belum tentu bersih dari pengotor-pengotor yang mungkin terkandung selama proses. Diperlukan proses lanjutan yaitu kalsinasi dan post-hydrothermal untuk meningkatkan kemurnian nanopartikel ZnO.

Pada proses kalsinasi, serbuk yang terbentuk dimasukkan ke dalam oven dengan variasi temperatur selama 24 jam dengan suhu 150<sup>0</sup>C.

### 3.3.6. Karakterisasi Nanopartikel ZnO

Untuk karakterisasi serbuk hasil metode presipitasi dan perlakuan pra-hidrotermal ini hanya digunakan empat sampel dengan variasi waktu tahan pra-hidrotermal. Sampel O adalah kode huruf untuk serbuk tanpa perlakuan pra-hidrotermal, sampel B untuk serbuk hasil perlakuan pra-hidrotermal selama 24 jam, sampel C untuk serbuk hasil perlakuan pra-hidrotermal selama 48 jam dan sampel D untuk serbuk hasil perlakuan pra-hidrotermal selama 72 jam. Selanjutnya diberi kode angka 1 untuk keempat sampel hasil pengeringan dan 2 untuk empat sampel lain dengan perlakuan sama seperti sampel 1 dan dilanjutkan dengan kalsinasi.

Secara singkat, daftar kode sampel serbuk hasil pengeringan dan kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 3.2.

**Tabel 3.2.** Kode untuk karakterisasi sampel serbuk dengan variabel waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal

Kode Sampel	Hasil Perlakuan	Waktu Tahan Pra-Hidrotermal (jam)
O1	Pengeringan	0
O2	Pengeringan dan Kalsinasi	
B1	Pengeringan	24
B2	Pengeringan dan Kalsinasi	
C1	Pengeringan	48
C2	Pengeringan dan Kalsinasi	
D1	Pengeringan	72
D2	Pengeringan dan Kalsinasi	

### 3.3.6.1 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 3.5 di bawah ini:



**Gambar 3. 5.** X-Ray Diffractometer (XRD) Phillips

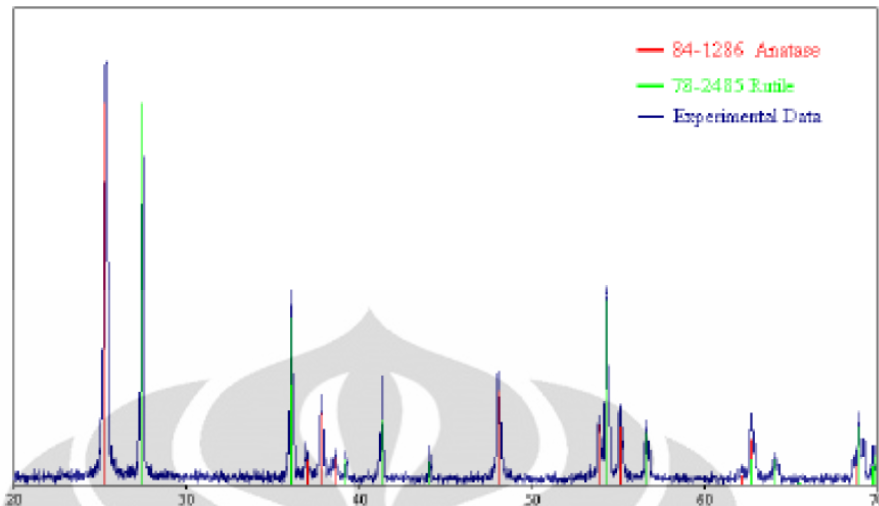
Pengujian menggunakan XRD Phillips ini memiliki dua tujuan utama, yaitu untuk mengkonfirmasi jenis fasa serta ukuran rata-rata kristalit yang dihasilkan. Dari posisi puncak-puncak yang dihasilkan dari data eksperimental XRD (besar sudut  $2\theta$ ) dan membandingkannya dengan database yang diperoleh dari ICDD (*International Center for Diffraction Data*) ataupun COD (*Crystallography Open Database*) bisa didapatkan fasa yang sesuai dengan sampel nanopartikel ZnO hasil eksperimen.

Ukuran kristalit nanopartikel dapat diketahui dengan persamaan Scherrer :

$$D = k\lambda / \beta \cos \theta \quad (3.1)$$

dimana  $D$  adalah ukuran diameter kristalit;  $k$  adalah konstanta proporsionalitas ( $=0.9$ );  $\lambda$  adalah panjang gelombang dari difraksi X-Ray yang digunakan ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ );  $\beta$  adalah lebar keseluruhan dari puncak difraksi maksimum (*full width at half maximum*, FWHM) ; dan  $\theta$  adalah sudut Bragg yang terbaca oleh mesin XRD.

Selanjutnya data yang diperoleh dari pengujian XRD akan digunakan untuk mengestimasi ukuran kristalit ZnO melalui analisis nilai *broadening* atau pelebaran dari tiap sampel kristal. Dari *peak* tertinggi yang dihasilkan dari tiap sampel- ilustrasi ditunjukkan dari Gambar 3.6, didapatkan nilai FWHM. Nilai FWHM tersebut kemudian dimasukkan ke dalam persamaan Scherrer untuk mendapatkan nilai pelebarannya. Pada Gambar 3.6, 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.



Gambar 3. 6. Contoh Grafik Hasil Uji XRD

### 3.3.6.2 Pengujian Spektroskopi UV-Vis

Setelah memperoleh hasil dari XRD, akan diuji perbedaan sisi absorpsi (*absorption edge*) serbuk nanopartikel melalui spektroskopi ultra violet (UV). Sebelumnya telah diketahui bahwa pada material semikonduktor oksida inorganik, perbedaan ukuran dalam skala nanometer memberikan perbedaan yang sangat signifikan terhadap sisi absorpsi dan puncak maksimum kurva absorpsi hasil spektroskopi UV tersebut (*size-dependent optical absorption*). Dengan memanfaatkan persamaan Tauc<sup>[37]</sup> dan Brus<sup>[45]</sup> di bawah ini maka dapat diperoleh korelasi antara energi celah pita ( $E_g$ ) dan ukuran kristalit dari nanopartikel ZnO. Persamaan Tauc:

$$(\alpha_o h\nu)^n = A(h\nu - E_g) \quad (3.2)$$

dimana  $\alpha_o$  adalah koefisien absorpsi linear;  $h\nu$  adalah energi foton dari cahaya;  $A$  adalah parameter lebar sisi absorpsi; dan  $E_g$  adalah energi celah pita optis, masing-masing. Koefisien absorpsi pada sisi absorpsi dengan energi tinggi (UV-range) dapat digunakan untuk mem-fit persamaan di atas untuk mendapatkan nilai  $E_g$  dengan mengekstrapolasi plot  $(\alpha_o h\nu)^n$  sebagai suatu garis lurus terhadap perpotongannya dengan sumbu  $h\nu$  [ $(\alpha_o h\nu)^n = 0$ ]. Nilai dari  $n$  dapat diasumsikan dengan mempertimbangkan karakteristik inheren transisi elektronik yang bertanggung jawab terhadap mekanisme serapan cahaya, dimana nilai  $n$  adalah

setara dengan  $\frac{1}{2}$  dan 2 untuk material semikonduktor *indirect and direct band gaps* masing-masing.

Selanjutnya informasi dari estimasi nilai energi celah pita ini digunakan untuk memprediksi besarnya ukuran nanopartikel ZnO. Hal ini didasarkan atas fenomena bahwa bila ukuran kristalit material semikonduktor berada di bawah radius Bohr dari pasangan electron dan lubang (*electron-hole pair*) maka sisi absorpsi material akan menunjukkan pergeseran ke panjang gelombang yang lebih pendek (*blue shifted*) sebagai perbandingan terhadap nilai material ruahnya. Brus<sup>[37]</sup> menunjukkan:

$$E_{(r)} = E_g + \frac{\hbar^2 \pi^2}{2R^2} \left( \frac{1}{m_e} + \frac{1}{m_h} \right) - \frac{1.8e^2}{\epsilon R} \quad (3.3)$$

dimana  $E_g$  adalah energi celah pita untuk material ruah;  $R$  adalah jari-jari partikel;  $\epsilon$  adalah dielectric constant;  $m_e$  dan  $m_h$  adalah massa efektif dari elektron dan hole masing-masing;  $\hbar$  adalah konstanta Planck's; dan  $e$  adalah muatan elektron. Gugus kedua dari persamaan di atas mewakili energi lokalisasi quantum dan memiliki ketergantungan pada  $1/R^2$ , sementara gugus ketiga dari persamaan itu memberikan energi Coulomb yang juga bergantung pada  $1/R$ .

## **BAB IV**

### **PEMBAHASAN**

Dalam bab ini akan dibahas hasil-hasil yang diperoleh selama pelaksanaan penelitian, yang meliputi tahapan preparasi larutan prekursor, sintesis nanopartikel ZnO dan karakterisasinya terkait dengan ukuran, kristalinitas, dan energi celah pita dari nanopartikel tersebut. Secara umum pembahasan ini didasarkan atas tahapan yang dialami oleh nanopartikel tersebut, yaitu fasa larutan (proses formulasi dan pra-hidrotermal) dan padatan serbuk (pengeringan dan kalsinasi).

#### **4.1. Larutan Prekursor *Zinc-acetate* dan Na-OH**

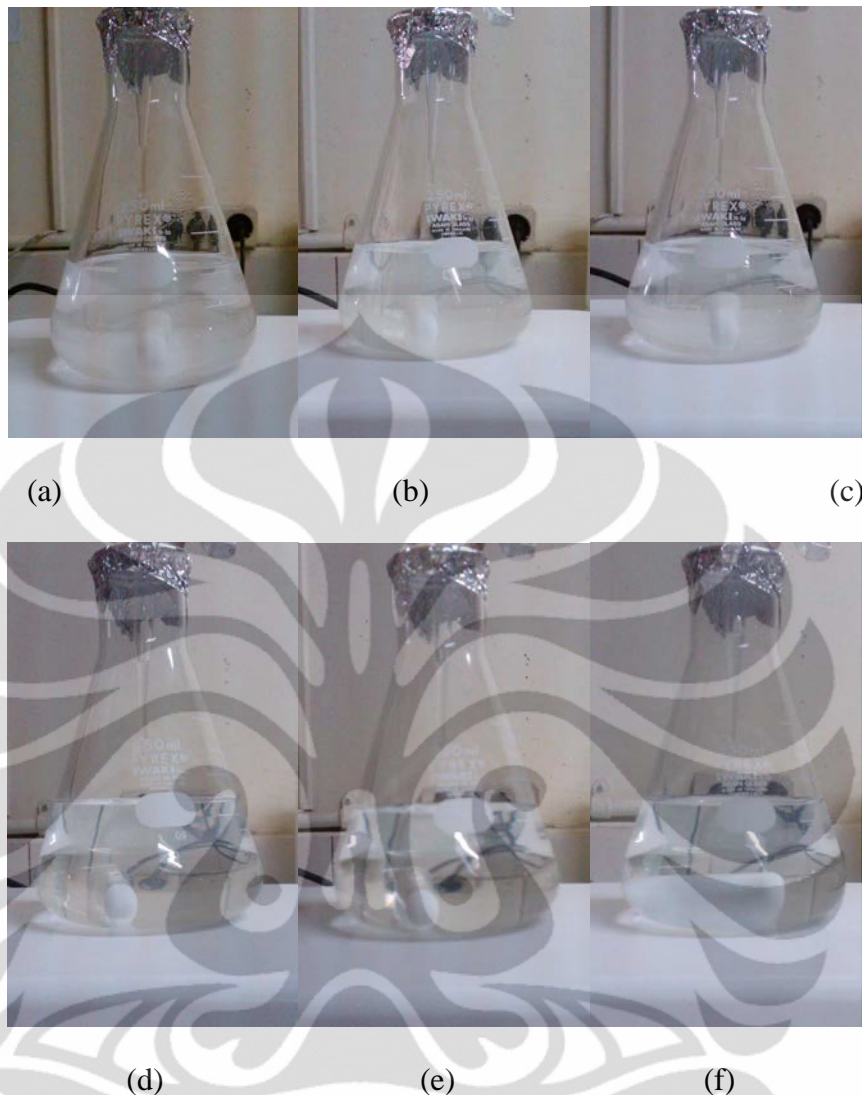
##### **4.1.1. Formulasi larutan dengan variasi konsentrasi Na-OH**

Teknik preparasi dari nanopartikel ZnO dengan metode kimiawi basah ini diperkenalkan oleh Spanhel dan Anderson <sup>[38]</sup> dimana pembuatan larutan prekursor memegang peranan penting dalam proses kimia pada fabrikasi nanopartikel ZnO. Berkaitan dengan hal tersebut, formulasi terhadap jumlah mol NaOH yang ditambahkan ke dalam larutan seng asetat diharapkan akan memberikan optimasi dalam fabrikasi nanopartikel ZnO menggunakan metode presipitasi dilanjutkan dengan perlakuan pra-hidrotermal.

Berbagai penelitian menunjukkan bahwa saat penambahan larutan NaOH ke dalam larutan seng asetat yang semula berwarna putih keruh, akan terbentuk larutan yang transparan pada jumlah penambahan NaOH tertentu hingga akhirnya akan terbentuk larutan yang kembali keruh.<sup>[30,32,40]</sup> Terbentuknya larutan transparan ini menunjukkan telah terjadi reaksi antara larutan seng dan larutan hidroksida pada kondisi optimal, sehingga belum terlihat adanya presipitat secara kasat mata.

Dari hasil formulasi ini terdapat perbedaan tampilan visual larutan zinc-acetate dengan variasi penambahan volume NaOH 0.1 M yang berbeda seperti terlihat pada Gambar 4.1. Variasi larutan NaOH tersebut adalah sebanyak: (a) 0; (b) 3 ; (c) 6 ; (d) 12; (e) 20; dan (f) 25 ml.





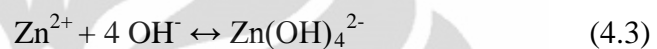
**Gambar 4.1.** Tampilan visual larutan *zinc-acetate* dengan penambahan NaOH 0.1 M sebanyak: (a) 0; (b) 3 ; (c) 6 ; (d) 12; (e) 20; dan (f) 25 ml.

Pada Gambar 4.1. dapat dilihat pengaruh penambahan NaOH 0.1 M pada 50 ml larutan Zn-asetat 0.05 M. Kondisi awal larutan seng asetat tanpa penambahan NaOH (a) menunjukkan larutan yang keruh. Setelah penambahan NaOH 0.1 M dimulai dari 3 ml (b) hingga 20 ml (e), penampakan visual dari larutan semakin jernih. Hal ini menunjukkan adanya interaksi antara seng asetat dan natrium hidroksida hingga mencapai kondisi tepat jenuh pada penambahan 20 ml. Melewati 20 ml, sebagaimana terlihat pada Gambar 4.1 (f), kondisi larutan kembali mulai keruh yang menandakan larutan melewati batas jenuh, hingga akhirnya terbentuk endapan seng hidroksida akibat konsentrasi yang melebihi

hasil kali kelarutan. Reaksi secara umum yang terjadi pada proses pencampuran kedua larutan tersebut dapat dilihat pada Persamaan 4.1.



dimana presipitat seng hidroksida  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  dan  $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$  terbentuk sesuai dengan rasio stokiometri dari  $\text{Zn}^{2+}$  dan  $\text{OH}^-$  yang digunakan, yaitu ion seng berasal dari larutan seng asetat, sedangkan ion hidroksida berasal dari larutan natrium hidroksida, sesuai reaksi kimia pada Persamaan 4.2 dan 4.3. <sup>[30]</sup>



Berdasarkan analisis formulasi NaOH yang digunakan, maka dalam penelitian ini digunakan NaOH 20 ml untuk direaksikan dengan 50 ml Zn-asetate 0.05 M, dimana kondisi ini adalah kondisi optimum terjadinya reaksi antara ion seng dan hidroksida dalam kondisi yang masih berupa ion-ion terlarutnya. Ion-ion tersebut selanjutnya dapat menjadi presipitat sebagai cikal bakal terbentuknya nanopartikel ZnO pada saat diberi perlakuan hidrotermal. Berkaitan dengan optimasi tersebut, dengan adanya formulasi larutan prekursor tepat jenuh ini diharapkan reaksi yang terjadi saat perlakuan pra-hidrotermal juga dapat berjalan optimal dan ukuran nanopartikel yang dihasilkan setelah proses lanjutan berupa pengeringan dan kalsinasi berada dalam skala nanometer.

#### 4.1.2. Perlakuan Pra-hidrotermal

Setelah proses mixing, percobaan dilanjutkan dengan perlakuan pra-hidrotermal dengan variasi waktu tahan larutan dalam oven 150°C, yaitu selama 0, 18, 24, 48 dan 72 jam. Sampel dengan perbedaan waktu tahan pra-hidrotermal ini selanjutnya masing-masing dinamakan sampel O untuk 0 jam, A untuk 18 jam, B untuk 24 jam, C untuk 48 jam dan D untuk 72 jam waktu tahan pra-hidrotermal.

Pada perlakuan pra-hidrotemal, pemberian tekanan uap dalam wadah tertutup berupa *autoclave stainless steel* ini akan melarutkan kembali senyawa hidroksida yang telah terbentuk, kembali menjadi ion  $\text{Zn}^{2+}$  dan  $\text{OH}^-$  (reaksi bergeser ke kiri

dari Persamaan 4.2. Ketika jumlah ion  $Zn^{2+}$  dan  $OH^-$  yang terbentuk telah melewati nilai kritis yang dibutuhkan untuk membentuk kristal ZnO, maka kristal ZnO tersebut akan menjadi presipitat dari larutan yang ada, berkaitan pula dengan kelarutan ZnO yang jauh lebih kecil daripada kelarutan  $Zn(OH)_2$  pada kondisi hidrotermal.<sup>[30]</sup> Dengan kata lain, presipitat  $Zn(OH)_2$  sangat mudah bereaksi dan membentuk kristal ZnO selama proses pra-hidrotermal, sesuai dengan reaksi kimia pada Persamaan 4.4.



Ketika konsentrasi  $Zn^{2+}$  dan  $OH^-$  mencapai tingkat super jenuh dari ZnO, akan terbentuk inti-inti dari ZnO dan pertumbuhan kristal dimulai. Pada tahap awal proses, konsentrasi  $Zn^{2+}$  dan  $OH^-$  akan lebih tinggi sehingga dapat terjadi pertumbuhan kristal pada arah yang berbeda-beda.

Untuk membuktikan mekanisme yang terjadi pada proses hidrotermal ini, diperlukan suatu karakterisasi sebagai konfirmasi dari adanya pembentukan nanopartikel ZnO. Proses karakterisasi larutan ini dilakukan dengan alat uji *UV-Vis Spectrophotometer - 2450* dengan tujuan untuk mengetahui tingkat absorbansi dari suspensi yang dihasilkan setelah perlakuan pra-hidrotermal.

Pada proses karakterisasi larutan ini digunakan mode absorbansi untuk mengetahui perbedaan energi celah pita (*band gap energy,  $E_g$* ) larutan dengan pengaruh perbedaan waktu tahan pada perlakuan pra-hidrotermal yaitu selama 0, 18, 24, 48 dan 72 jam. Data yang didapatkan adalah grafik spektrum intensitas absorbansi sebagai fungsi panjang gelombang. Selanjutnya dilakukan pengolahan data untuk mengetahui nilai pendekatan dari *energi celah pita* yang dimiliki oleh tiap larutan. Tahapan pertama adalah dengan mencari pendekatan persamaan linear dari titik-titik tertentu dari data awal. Dengan program Microsoft Excel dapat diperoleh persamaan linear  $y = mx + c$  yang dapat menunjukkan titik potong dengan sumbu X atau sumbu panjang gelombang (nm). Data dari pola linear kelima sampel larutan dapat dilihat pada Tabel 4.1

**Tabel 4.1.** Panjang gelombang terukur dari grafik absorbansi sampel larutan hasil perlakuan pra-hidrotermal dengan waktu tahan yang bervariasi

$Y = mx + c$	Larutan O	Larutan A	Larutan B	Larutan C	Larutan D
$m =$	-0.032	-0.020	-0.203	-0.172	-0.195
$c =$	12.55	7.86	79.51	67.31	76.71
$\lambda$ (nm) =	388.54	388.99	391.69	392.23	393.97

Tahap kedua adalah melakukan konversi nilai panjang gelombang (nm) yang menjadi titik potong tersebut menjadi energi (eV) dengan Persamaan 4.5.

$$E = hv = hc/k\lambda \quad (4.5)$$

dimana  $h$  adalah konstanta Planck ( $6.626 \times 10^{-34}$ );  $c$  adalah cepat rambat cahaya di udara ( $3 \times 10^8$  m/s); dan  $k$  adalah konversi satuan energi ( $1.6 \times 10^{-19}$  eV). Nilai energi dalam satuan elektron volt (eV) inilah yang menunjukkan energi celah pita dari sampel, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2. Pengolahan data selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 1.

**Tabel 4.2.** Perbandingan nilai energi celah pita larutan hasil uji spektroskopi UV-Vis dengan perbedaan waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal

	Larutan O	Larutan A	Larutan B	Larutan C	Larutan D
Panjang gelombang (nm)	388.54	388.99	391.69	392.23	393.97
Energi celah pita (eV)	3.198	3.194	3.172	3.168	3.154

Dari hasil pengolahan data pada Tabel 4.1 dan 4.2 didapat bahwa larutan dengan perlakuan hidrotermal yang lebih lama akan memiliki nilai energi celah pita ( $E_g$ ) yang lebih rendah. Pada penelitian sebelumnya<sup>[46]</sup>, penurunan energi celah pita ini menjadi indikasi adanya peningkatan kristalinitas yang disebabkan berkumpulnya nuklei-nuklei ZnO membentuk sebuah *cluster* dan akhirnya menjadi suatu butir kristalit yang padat dan teratur dengan ukuran yang lebih

besar. Faktor ukuran ini menghasilkan terbentuknya konsentrasi nanopartikel ZnO yang lebih tinggi ketika waktu tahan dalam perlakuan pra-hidrotermal ditingkatkan. Untuk membuktikan pengaruh perlakuan pra-hidrotermal terhadap nilai energi celah pita lebih jauh lagi, diperlukan proses pengeringan dan kalsinasi yang dilanjutkan dengan karakterisasi spektroskopi UV-Vis.

#### 4.2. Serbuk Nanopartikel ZnO

Setelah diberikan perlakuan pra-hidrotermal, secara visual telah terlihat endapan halus putih ketika larutan dipindahkan dari *autoclave* ke cawan petri. Hal ini mengindikasikan telah terbentuk partikel ZnO dalam skala nano atau mikro yang perlu dikonfirmasi kembali melalui proses karakterisasi setelah adanya perlakuan larutan, yaitu pengeringan dan kalsinasi. Proses karakterisasi yang dapat dilakukan untuk mengetahui kristalinitas, ukuran dan energi celah pita dari partikel ZnO yang dihasilkan dapat dilakukan dengan uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dan spektrofotometri UV-Vis.

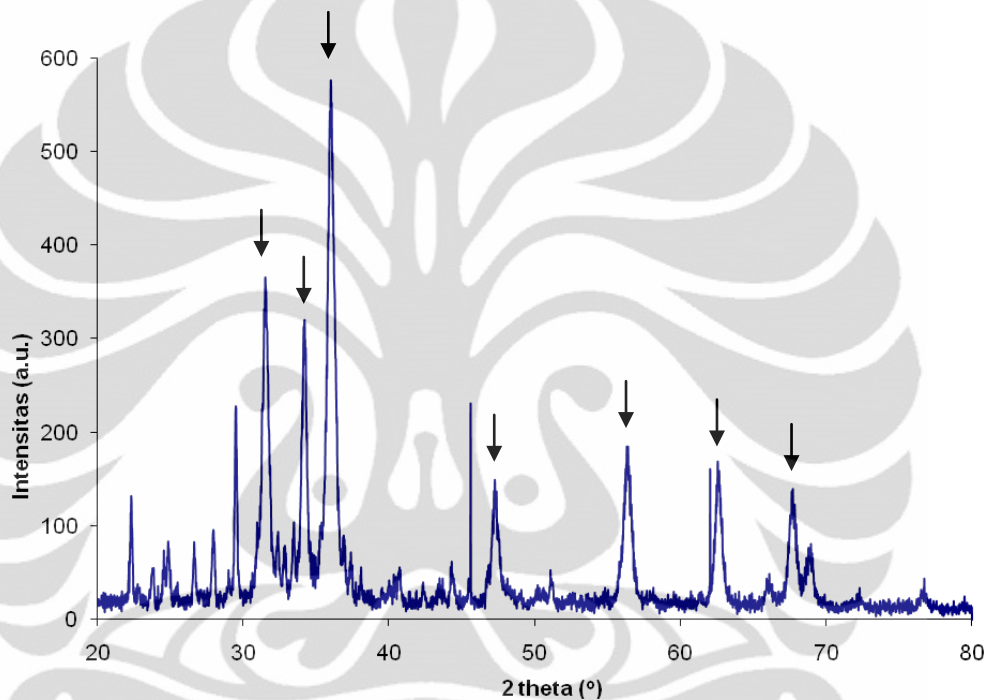
Pada proses pengeringan, larutan seng hidroksida yang belum bereaksi di dalam *autoclave* mengalami reaksi dehidrasi, yaitu pelepasan molekul hidrat (air, H<sub>2</sub>O). Molekul hidrat yang dilepaskan ke lingkungan berupa uap air, sebagaimana digambarkan pada Persamaan 4.6. Proses pengeringan ini juga dibantu dengan penggunaan pelarut alkohol yang mudah menguap pada suhu kamar, namun tidak bereaksi secara langsung.



Dengan adanya mekanisme pengeringan ini diharapkan adanya suatu pembuktian mengenai pengaruh ketersediaan inti atau bakal ZnO di dalam fasa larutan terhadap ukuran kristalit nanopartikel ZnO yang dihasilkan setelah proses pengeringan, melalui karakterisasi *X-Ray Diffraction*. Selain itu, mekanisme pengeringan ini juga dapat mengkonfirmasi kembali mekanisme pertumbuhan butir saat perlakuan pra-hidrotermal yang dapat mempengaruhi nilai energi celah pita nanopartikel ZnO.

#### 4.2.1. Karakterisasi XRD

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui dua tipe data, yaitu kualitatif dan kuantitatif. Dengan mengetahui posisi  $2\theta$  pada tiap puncak yang terdeteksi oleh XRD, maka dapat diketahui senyawa apa yang terbentuk dari hasil sintesis yang dilakukan. Pada Gambar 4.2 berikut diperlihatkan contoh puncak-puncak difraksi yang ditunjukkan oleh serbuk nanopartikel ZnO hasil pengeringan setelah perlakuan pra-hidrotermal selama 72 jam pada suhu  $150^{\circ}\text{C}$ .



**Gambar 4.2.** Puncak grafik hasil XRD yang mengkonfirmasi fasa *wurtzite* (↓) dengan berbagai arah kristal

Dengan menggunakan program Match! yang menggunakan *Crystallography Open Database* (COD) sebagai referensi *database* kisi kristal berbagai senyawa, maka diperoleh nilai  $2\theta$  yang sesuai untuk kristal ZnO. Dengan menggunakan panjang gelombang yang disesuaikan dengan alat XRD Philips PW 1710 yaitu sebesar 1.5406 Angstrom, puncak pertama berada pada sudut  $2\theta$  sebesar  $31.73^{\circ}$  menunjukkan adanya intensitas kristalit nanopartikel ZnO dengan arah (100). Pada puncak kedua didapatkan orientasi kristal (002) pada sudut  $34.42^{\circ}$ . Orientasi kristal dengan intensitas terbesar untuk keseluruhan data adalah (101) pada sudut  $36.22^{\circ}$ . Puncak lain yang mengindikasikan terbentuknya nanopartikel ZnO

berdasarkan program Match! adalah (102), (110), (103), (200), (112), (201) dan (004) pada sudut  $47.51^\circ$ ,  $56.53^\circ$ ,  $62.83^\circ$ ,  $66.3^\circ$ ,  $67.89^\circ$ ,  $69.07^\circ$  dan  $72.56^\circ$ . Nilai dari sudut terdeteksi dengan arah kisi kristal nanopartikel ZnO ini dapat dilihat pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3.** Nilai  $2\theta$  kristal *wurtzite* (ZnO) dengan orientasi kisi kristal yang berbeda-beda hasil deteksi oleh program Match!

$2\theta$ ( $^\circ$ )	Arah
31.73	(100)
34.42	(002)
36.22	(101)
47.51	(102)
56.53	(110)
62.83	(103)
66.3	(200)
67.89	(112)
69.07	(201)
72.56	(004)

Untuk mengetahui besar kristalit hasil perlakuan pra-hidrotermal yang dilanjutkan dengan pengeringan, 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). Disebabkan oleh adanya variabel instrumen dalam penentuan nilai broadening suatu kristal maka perlu dilakukan usaha untuk mengeliminasi atau meminimalisasi variabel tersebut, yang dirumuskan dengan Persamaan 4.7.

$$B_r = B_{total} - B_{instrumen} \quad (4.7)$$

dimana  $B_{total}$  merupakan FWHM yang terbaca oleh program Peakfit dan  $B_{instrumen}$  merupakan ketidaktekelitian alat XRD Philips PW 1710 yang digunakan, yaitu sebesar  $0.205^\circ$ .

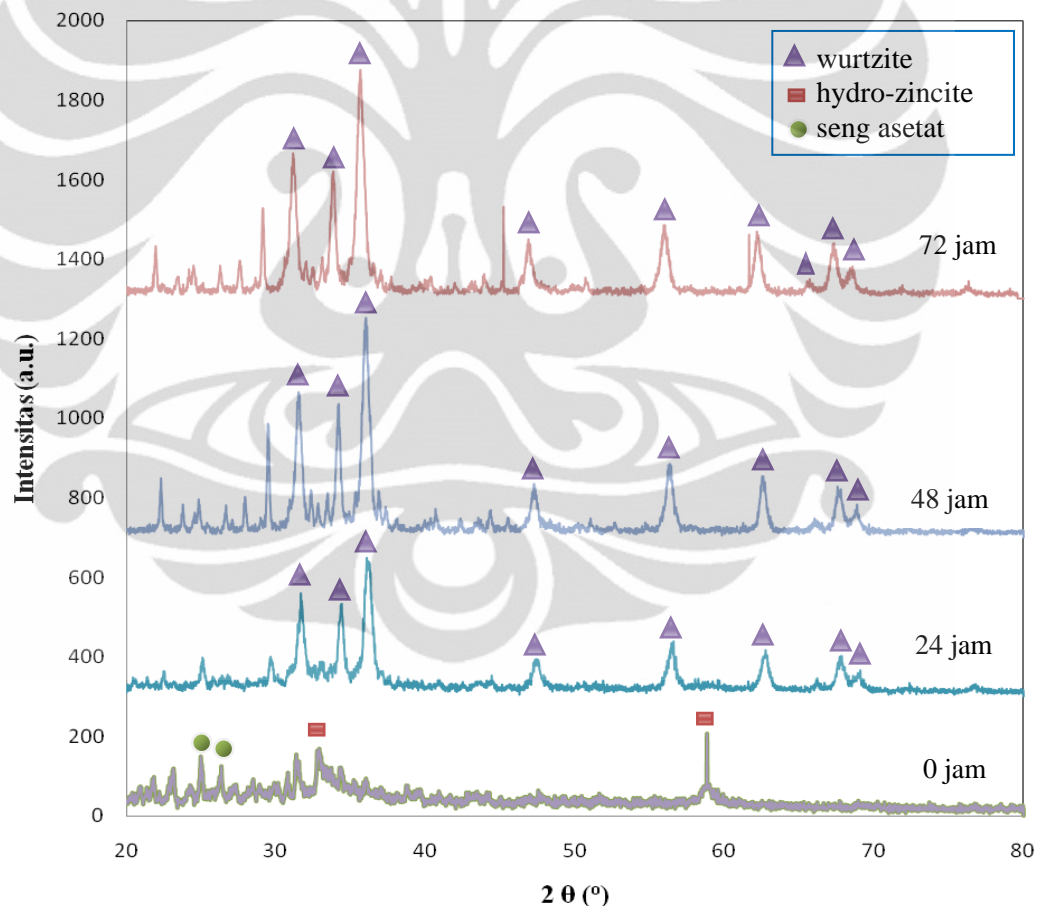
Setelah mengetahui nilai *broadening* dari semua *peak*, maka akan didapat konstanta persamaan garis, hasil ekstrapolasi semua titik tersebut. Nilai konstanta tersebut akan digunakan untuk menghitung besar kristalit menggunakan turunan dari Persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 4.8.

$$t = k\lambda / c \quad (4.8)$$

dimana  $k$  adalah ketetapan Scherrer 0.89.  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X, yaitu 0.154056 nm, dan  $c$  adalah nilai konstanta hasil grafik pelebaran puncak difraksi.

#### 4.2.1.1. Hasil Pengeringan

Data XRD dari serbuk O1, B1, C1 dan D1 dapat dilihat pada Gambar 4.3.

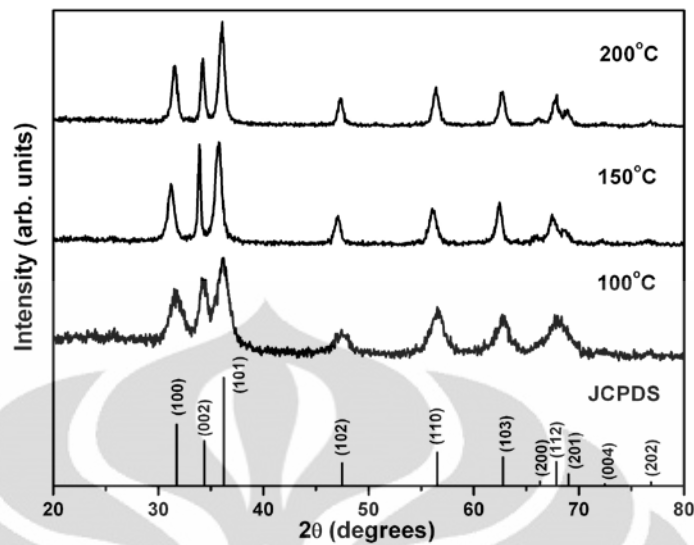


**Gambar 4.3.** Difraktogram XRD serbuk ZnO (▲) hasil pengeringan dari campuran larutan seng asetat dan NaOH yang diberi perlakuan pra-hidrotermal selama : (a) 0; (b) 24; (c) 48; dan (d) 72 jam. Masih nampak adanya puncak difraksi hydro-zincite (■) dan seng asetat (●)



Pengujian XRD ini bertujuan untuk mengetahui kecenderungan yang terjadi pada kristalinitas dengan pengaruh perbedaan waktu tahan pada perlakuan pra-hidrotermal yang cukup besar. Hasil XRD untuk sampel B1, C1 dan D1 memiliki puncak pada nilai sudut ( $2\theta$ ) yang hampir sama. Setelah dikonfirmasi dengan program Match!, ketiga sampel tersebut telah menunjukkan adanya struktur kristal ZnO *wurtzite*. Sementara itu, pada sampel O1 tidak ditemukan indikasi bahwa puncak yang muncul menandakan adanya struktur kristal ZnO, melainkan seng hidroksida pada sudut ( $2\theta$ ) sebesar 32.91 dan 58.7 yang masih amorf (acak) sehingga hampir tidak ada puncak yang benar-benar tajam.

Dari data awal XRD pada Gambar 4.2 didapatkan informasi awal yang sangat penting untuk menunjukkan efek perlakuan pra-hidrotermal dan membuktikan mekanisme yang terjadi saat perlakuan pra-hidrotermal tersebut. Kondisi larutan setelah proses pencampuran (*mixing*) yang masih bening tanpa perlakuan pra-hidrotermal yang kemudian dikeringkan ternyata tidak menghasilkan nanopartikel ZnO yang kristalin, sangat jauh berbeda dengan sampel B1, C1 dan D1 yang memiliki puncak-puncak yang sangat signifikan menunjukkan adanya kristalit nanopartikel ZnO. Perbandingan intensitas puncak-puncak yang dihasilkan oleh grafik tersebut menunjukkan adanya peningkatan kristalinitas nanopartikel ZnO seiring dengan waktu tahan yang diberikan saat perlakuan pra-hidrotermal. Hal ini bersesuaian dengan percobaan yang dilakukan oleh Aneesh *et al*<sup>[30]</sup> dalam sintesis nanopartikel ZnO dengan variasi temperatur saat perlakuan pra-hidrotermal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4.



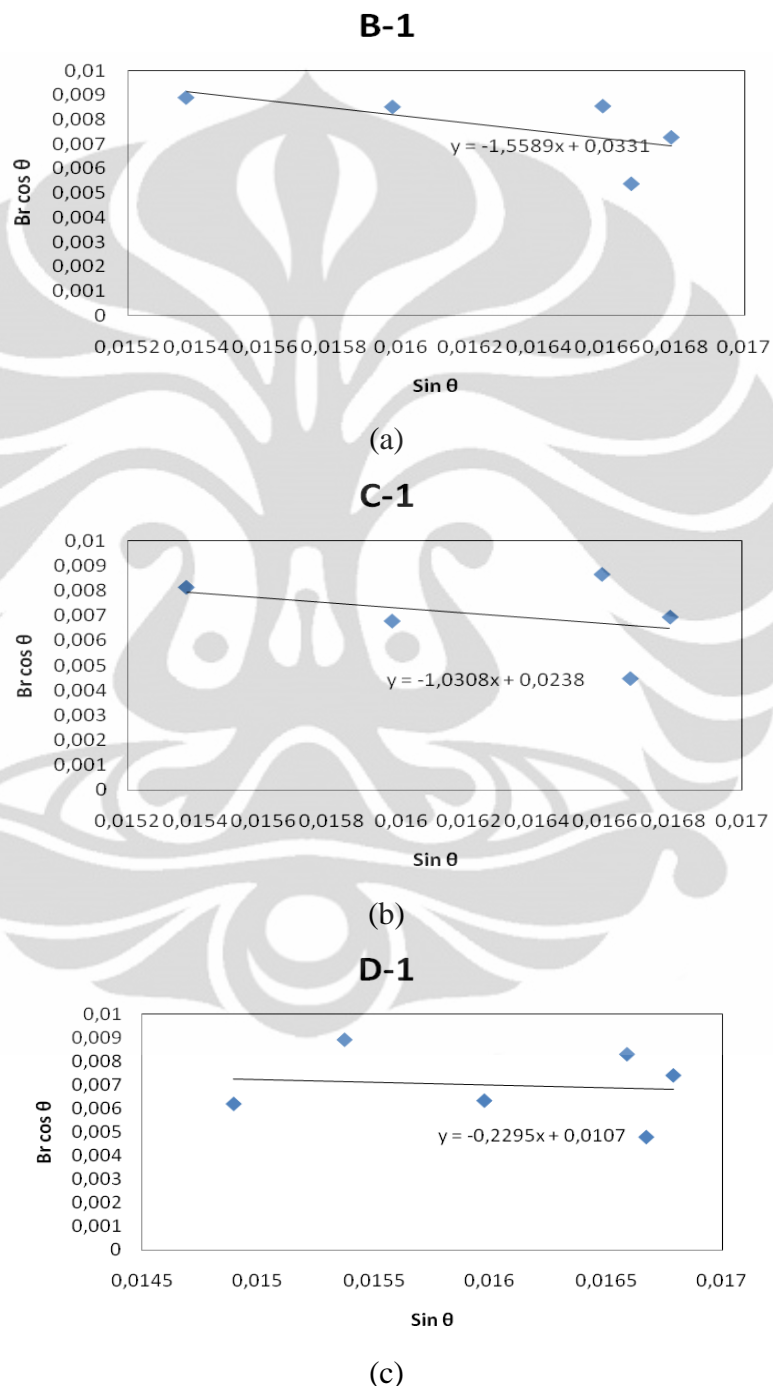
**Gambar 4.4.** Hasil difraksi nanopartikel ZnO hasil sintesis dengan 0.3 M NaOH dan 0.1 M NaOH pada variasi temperatur saat perlakuan pra-hidrotermal dilanjutkan dengan pengeringan pada oven bersuhu 60°C [30]

Pada penelitian ini juga ditemukan bahwa peningkatan besar kristalit akan diikuti dengan peningkatan nilai kristalinitas yang diindikasikan dengan menurunnya nilai FWHM pada sampel setelah dilakukan proses *fitting* menggunakan program Peakfit atas data hasil difraksi XRD. Penurunan nilai FWHM yang terbaca oleh Peakfit menunjukkan jumlah fasa kristal ZnO semakin bertambah dan kristalinitas juga meningkat seiring dengan meningkatnya waktu tahan pada perlakuan pra-hidrotermal. Data FWHM yang berhasil dideteksi dari pola difraksi XRD sampel B1 C1 dan D1 ditunjukkan pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4.** Perbandingan nilai FWHM pada enam puncak utama difraksi XRD pada sampel dengan variasi waktu tahan pra-hidrotermal

Bidang Kristal	FWHM (°)		
	B1	C1	D1
<b>100</b>	0.480	0.461	0.456
<b>002</b>	0.382	0.358	0.335
<b>101</b>	0.569	0.560	0.541
<b>102</b>	0.572	0.471	0.447
<b>110</b>	0.616	0.567	0.526
<b>103</b>	0.462	0.462	0.462
<b>Rata-rata</b>	<b>0.514</b>	<b>0.480</b>	<b>0.461</b>

Selanjutnya dilakukan pengolahan data untuk mengukur besar kristalit yang dihasilkan oleh serbuk ZnO hasil metode presipitasi dengan perlakuan pra-hidrotermal. Hasil plot data linear berupa grafik  $Br \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  dari sampel B1, C1 dan D1 dapat dilihat pada Gambar 4.5.



**Gambar 4.5.** Grafik persamaan linear hasil pengukuran lebar difraktogram XRD sampel nanopartikel ZnO hasil pra-hidrotermal selama (a) 24 jam; (b) 48 jam; dan (c) 72 jam

Dari grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.5 didapatkan persamaan linear berupa gradien dan konstanta dari persamaan tersebut. Selanjutnya, dengan mensubstitusi nilai konstanta persamaan garis yang didapat dari pelebaran puncak difraksi XRD masing-masing sampel ke dalam Persamaan 4.8, didapatkan ukuran kristalit dari sampel dengan variasi perbedaan waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal. Hasil pengolahan data tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5.** Perbandingan ukuran kristalit nanopartikel ZnO dengan variasi waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal hasil pendekatan persamaan linear

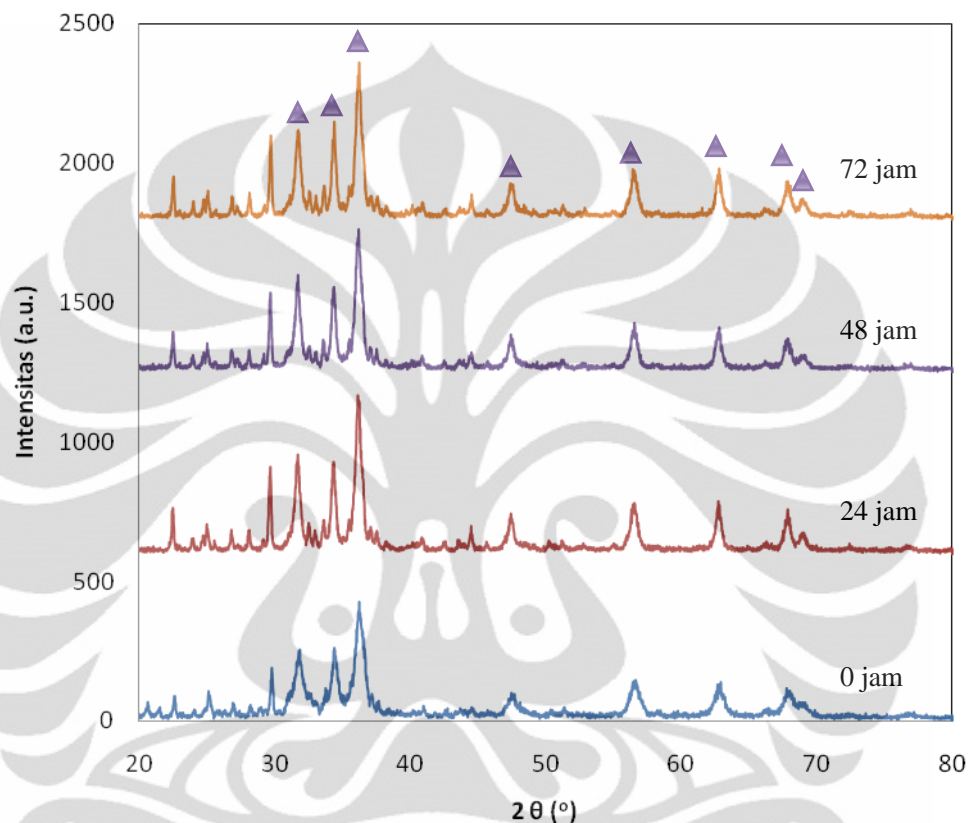
	C	k	$\Lambda$	Ukuran kristalit $t = k \lambda / c$ (nm)
<b>B1</b>	0.0331	0.89	$1.5406 \times 10^{-10}$	4.14
<b>C1</b>	0.0238	0.89	$1.5406 \times 10^{-10}$	5.76
<b>D1</b>	0.0107	0.89	$1.5406 \times 10^{-10}$	12.81

Pada analisa ini tidak didapatkan ukuran kristalit dari sampel O1 karena lebar puncak ZnO milik sampel O1 yang diukur melalui Program Peakfit memiliki sudut yang sangat kecil, bahkan kurang dari nilai sudut dari  $B_{\text{instrumen}}$ . Hal ini juga ditunjukkan pada Gambar 4.3, dimana tidak terdapat puncak difraksi yang secara signifikan menunjukkan adanya kristalit dengan fasa zincite maupun *wurtzite*.

Berdasarkan hasil pengolahan data untuk pengukuran besar kristalit, didapatkan peningkatan ukuran kristalit seiring dengan peningkatan waktu tahan pra-hidrotermal. Untuk sampel B1 dengan perlakuan pra-hidrotermal selama 24 jam menghasilkan ukuran butir kristalit sebesar 4.14 nanometer. Sampel C1 dengan perlakuan pra-hidrotermal selama 48 jam menghasilkan kristalit berukuran 5.76 nanometer. Sementara sampel D1 dengan perlakuan pra-hidrotermal 72 jam menghasilkan peningkatan ukuran kristalit yang lebih signifikan, yaitu sebesar 12.81 nanometer. Peningkatan ukuran kristalit ini membuktikan mekanisme pada saat perlakuan pra-hidrotermal dimana tekanan dan temperatur tinggi dapat memicu terjadinya reaksi antara ion seng dan ion hidroksida membentuk inti nanopartikel ZnO dan semakin lama waktu tahan pra-hidrotermal akan menghasilkan inti yang lebih banyak dan pertumbuhan yang lebih intens, sebagaimana dijelaskan oleh Aneesh *et al* [30].

#### 4.2.1.2. Hasil Kalsinasi

Data hasil difraksi sinar X dari sampel dengan variasi perlakuan pra-hidrotermal yang dilanjutkan dengan pengeringan dan kalsinasi, yaitu sampel O2, B2, C2 dan D2 dapat dilihat pada Gambar 4.6.

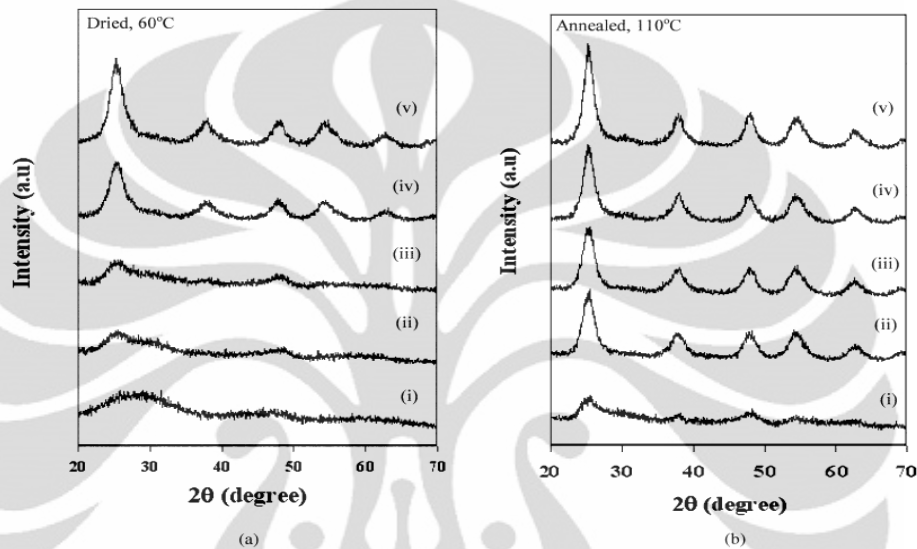


**Gambar 4.6.** Difraktogram XRD serbuk ZnO (▲) hasil pengeringan dilanjutkan kalsinasi dari campuran larutan seng asetat dan NaOH hasil perlakuan pra-hidrotermal selama : (a) 0; (b) 24; (c) 48; dan (d) 72 jam.

Berdasarkan perbandingan hasil difraksi sinar X sampel O2, B2, C2 dan D2 yang ditunjukkan pada Gambar 4.6, tidak terlihat adanya puncak difraksi yang menunjukkan adanya senyawa selain seng oksida. Dengan kata lain, tidak ditemukan adanya *impurity* (senyawa pengotor) dan hal ini mengindikasikan tingginya kemurnian dari nanopartikel ZnO hasil sintesis. Puncak difraksi juga terlihat semakin tajam dengan peningkatan waktu tahan pra-hidrotermal.

Keempat sampel yang difabrikasi melalui metode kimiawi basah ini menunjukkan puncak-puncak nanopartikel ZnO dengan fasa *wurtzite* pada titik-titik puncak yang sama dengan sampel hasil pengeringan. Namun pada empat sampel hasil

kalsinasi ini dapat dilihat kristalinitas yang lebih baik dibandingkan sampel hasil pengeringan tanpa kalsinasi. Perbedaan kristalinitas yang dihasilkan oleh sampel hasil pengeringan dan kalsinasi ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Yuwono, *et al* <sup>[47]</sup> dalam meneliti efek perlakuan pra-hidrotermal pada sintesis TiO<sub>2</sub>, dimana proses pemanasan di atas 100<sup>0</sup>C setelah proses pengeringan sampel dapat memunculkan pola difraksi yang lebih tajam, seperti pada Gambar 4.7.



**Gambar 4.7.** Perbandingan hasil difraksi fasa anatase TiO<sub>2</sub> hasil perlakuan pra-hidrotermal dengan variasi waktu tahan (i) 0; (ii) 2; (iii) 10; (iv) 15, (v) 24 jam yang selanjutnya (a) dikeringkan pada suhu 60<sup>0</sup>C; (b) dikeringkan dan dipanaskan kembali pada suhu 110<sup>0</sup>C <sup>[47]</sup>

Mekanisme yang terjadi pada proses kalsinasi adalah pemanasan serbuk seng oksida hasil sintesis pada suhu 150<sup>0</sup>C selama 24 jam untuk menghilangkan senyawa-senyawa selain seng oksida, seperti natrium asetat, natrium hidroksida maupun seng asetat dengan adanya proses penguapan dari senyawa pengotor tersebut. Sebagai hasil dari proses kalsinasi, serbuk seng oksida akan memiliki struktur kristal yang lebih padat dan seragam dibandingkan setelah proses pengeringan biasa.

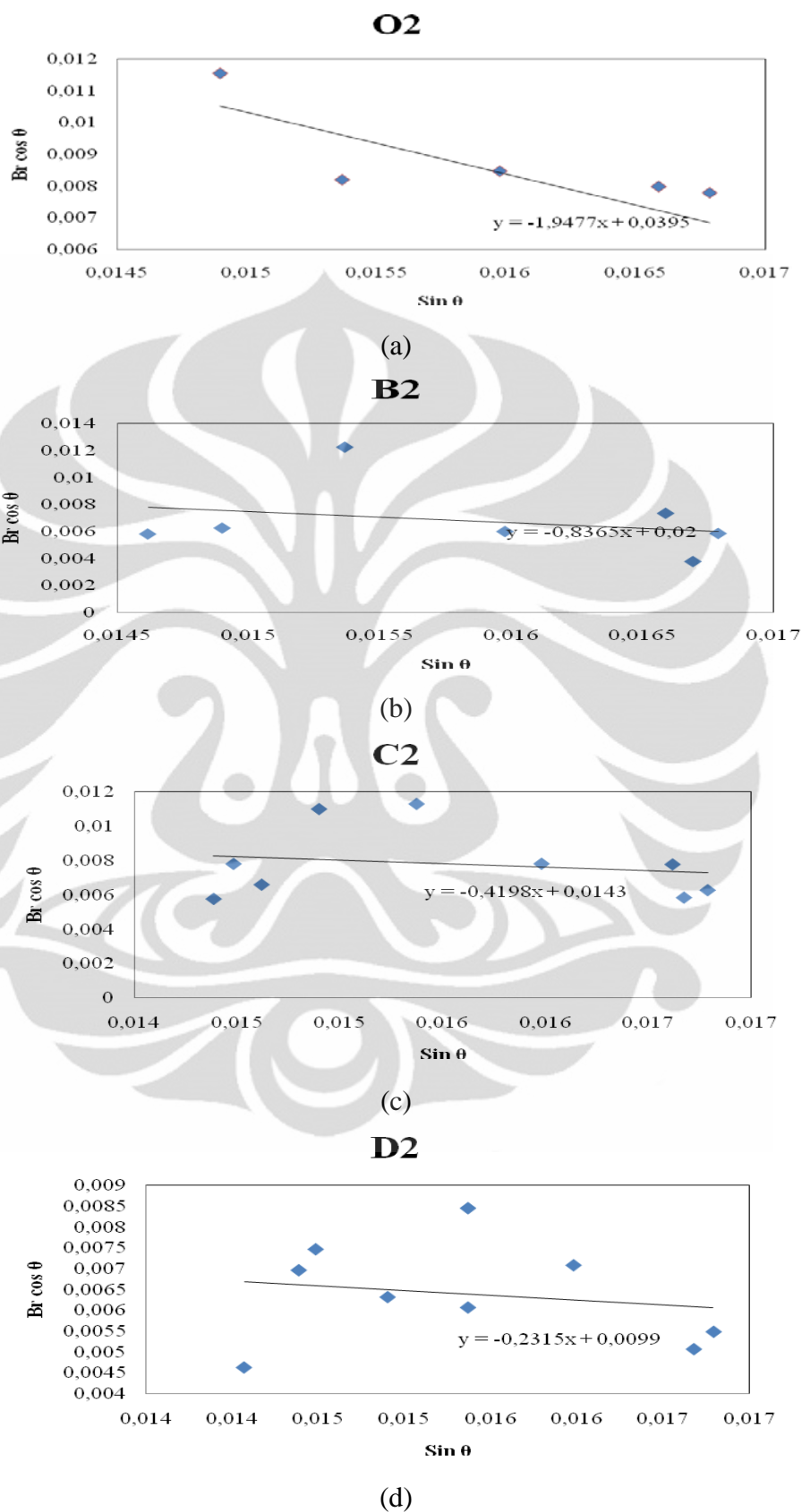
Pada Tabel 4.6 juga diperlihatkan adanya penurunan nilai FWHM yang dimiliki oleh setiap puncak pada sampel B2, C2 dan D2. Semakin lama waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal maka semakin tajam puncak difraksi yang menunjukkan adanya peningkatan kristalinitas dari serbuk yang diperoleh.

**Tabel 4.6.** Perbandingan nilai FWHM antara sampel hasil kalsinasi dengan perlakuan pra-hidrotermal yang berbeda

<b>Bidang Kristal</b>	<b>FWHM (°)</b>			
	O2	B2	C2	D2
<b>100</b>	0.507	0.425	0.407	0.386
<b>002</b>	0.388	0.436	0.406	0.361
<b>101</b>	0.683	0.489	0.511	0.460
<b>102</b>	0.568	0.528	0.530	0.445
<b>110</b>	0.818	0.823	0.764	0.588
<b><i>Rata-rata</i></b>	<b><i>0.593</i></b>	<b><i>0.540</i></b>	<b><i>0.524</i></b>	<b><i>0.448</i></b>

Berbeda dengan ketiga sampel lainnya, sampel tanpa perlakuan hidrotermal (O2) memiliki nilai FWHM yang cukup besar dikarenakan perbedaan mekanisme pembentukan nanopartikel ZnO yang dialami. Berdasarkan hasil XRD pada Gambar 4.3, sampel O2 mulai membentuk nanopartikel ZnO yang masih amorf saat proses pengeringan, walau sebagian besar masih dalam bentuk seng hidroksida. Serbuk ini kemudian dipanaskan melebihi temperatur ruang untuk menghilangkan kembali pengotor yang tersisa sehingga mulai muncul puncak-puncak XRD yang mengindikasikan telah terbentuknya nanopartikel ZnO yang kristalin.

Untuk mengukur besar kristalit terhadap pengaruh waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal dilakukan pengolahan data yang sama seperti pada sampel B1, C1 dan D1. Dengan program Microsoft Excel, dilakukan pendekatan persamaan linear yang diperlihatkan dengan grafik  $Br \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  pada Gambar 4.8.



**Gambar 4.8.** Hasil interpolasi pengolahan data XRD dari sampel hasil kalsinasi dengan waktu tahan pra-hidrotermal selama (a) 0 jam; (b) 24 jam; (c) 48 jam; dan (d) 72 jam



Konstanta yang terdapat pada persamaan linear selanjutnya digunakan untuk mengukur pendekatan terhadap besar kristalit yang dihasilkan, sesuai dengan Persamaan 4.8. Hasil pengukuran besar kristalit rata-rata dari setiap sampel ditunjukkan pada Tabel 4.7.

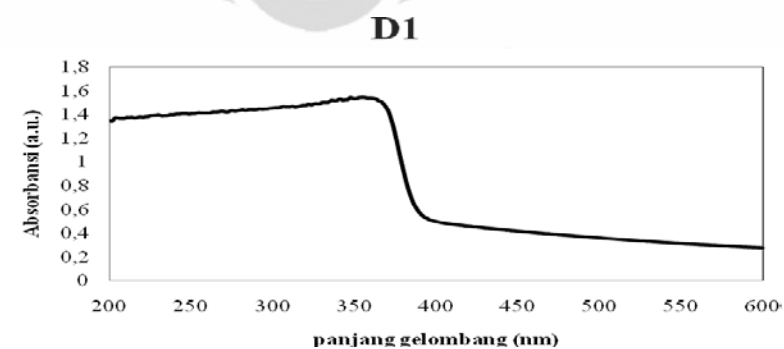
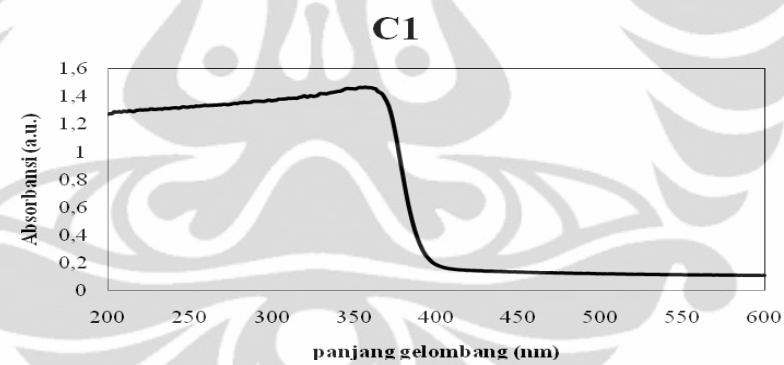
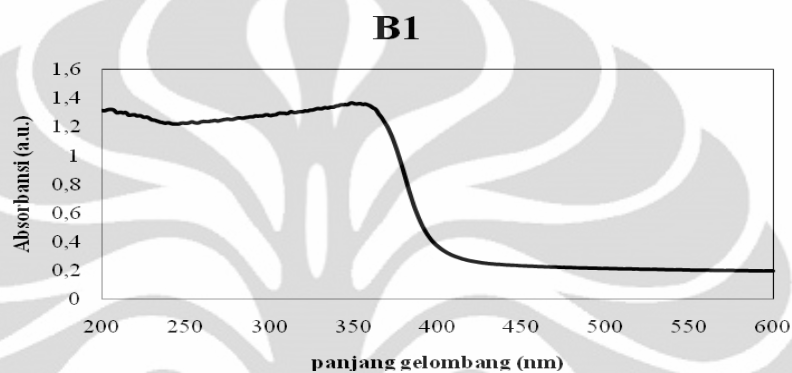
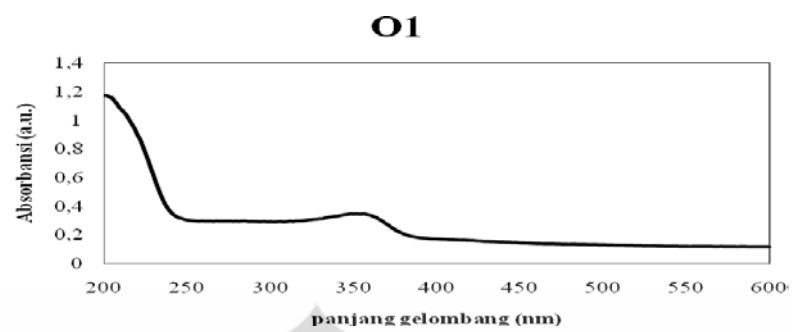
**Tabel 4.7.** Hasil perhitungan besar ukuran kristalit rata-rata dari keempat sampel serbuk ZnO hasil kalsinasi

Sampel	c	k	$\lambda$	Ukuran kristalit $t = k \lambda / c$ (nm)
O2	0.0395	0.89	$1.54 \times 10^{-10}$	3.47
B2	0.02	0.89	$1.54 \times 10^{-10}$	6.86
C2	0.0143	0.89	$1.54 \times 10^{-10}$	9.59
D2	0.099	0.89	$1.54 \times 10^{-10}$	13.85

Perbandingan ukuran rata-rata kristalit sampel B2, C2 dan D2 hasil kalsinasi yang ditunjukkan oleh Tabel 4.7 menunjukkan pola yang sama dengan sampel hasil pengeringan biasa pada Tabel 4.4. Semakin lama waktu tahan saat perlakuan pra-hidrotermal memberi kesempatan lebih banyak untuk reaksi pertumbuhan nanopartikel seng oksida, sehingga ukuran kristalit semakin besar dan semakin stabil. Hasil pengukuran besar kristalit pada sampel O2 (hasil kalsinasi tanpa perlakuan pra-hidrotermal) menunjukkan pertumbuhan yang cukup besar dari nanopartikel ZnO melalui mekanisme pengeringan dan kalsinasi. Hal ini membuktikan bahwa proses pembentukan nanopartikel ZnO dengan metode kimiawi basah tanpa pemberian perlakuan pra-hidrotermal dapat memicu terjadinya pertumbuhan nanopartikel yang masih amorf dan tidak stabil dibandingkan dengan metode pra-hidrotermal.

#### 4.2.2. Karakterisasi Spektroskopi UV-Vis

Sebagaimana yang telah dijelaskan pada subbab 4.1.2, spektrum absorbansi yang merata pada daerah yang ditembakkan sinar UV-Vis digunakan untuk mengestimasi nilai *band-gap* dari nanopartikel yang disintesis. Gambar 4.9 menunjukkan pola dari intensitas energi cahaya yang diserap sebagai fungsi dari energi celah pita (eV) hasil sintesis nanopartikel ZnO dengan perlakuan pra-hidrotermal 150°C selama waktu tahan yang bervariasi.



**Gambar 4.9.** Perbandingan spektrum absorbansi dari sampel hasil pengeringan dengan variasi waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal (a) 0 jam; (b) 24 jam; (c) 48 jam; dan (d) 72 jam

Secara umum, pada sampel pada sampel O1 tidak nampak perbedaan intensitas absorbansi yang besar, melainkan hanya pada beberapa titik yang kemudian menurun dan meningkat kembali. Data ini memberi konfirmasi kembali seperti pada data hasil XRD, dimana pada sampel O1 belum diperlihatkan adanya nanopartikel ZnO yang kristalin sehingga absorpsi energi belum terlalu signifikan. Pada grafik spektrum absorbansi sampel O1 tersebut juga ditunjukkan adanya sisi absorbansi lain yang lebih tajam pada panjang gelombang yang lebih kecil. Hal ini mengindikasikan sampel hasil pengeringan tanpa adanya perlakuan pra-hidrotermal masih didominasi oleh adanya senyawa pengotor yang memiliki nilai energi absorbansi yang lebih besar, sebagaimana ditunjukkan pula pada hasil difraksi Sinar X.

Pada hasil spektrum sampel B1, C1 dan D1 sudah terlihat adanya perubahan intensitas absorbansi yang cukup signifikan pada range yang cukup luas. Blue-shift yang terdeteksi ini merupakan efek dari *quantum size confinement*. Hal ini menandakan telah terbentuk partikel ZnO yang memiliki energi celah pita untuk bahan semikonduktor. Untuk memastikan kembali energi celah pita tiap sampel, diperlukan suatu pengolahan data dengan pendekatan persamaan linear pada rentang panjang gelombang tertentu. Hasil pengukuran panjang gelombang dari keempat sampel ini diperlihatkan pada Tabel 4.8 di bawah ini.

**Tabel 4.8.** Pengolahan data linear untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil pengeringan

$Y = mx + c$	O1	B1	C1	D1
$m =$	-0.009	-0.041	-0.028	-0.04
$c =$	3.605	16.32	11.34	16.29
$\lambda$ (nm) =	400.5	401.9	402.1	402.3
$E$ (eV) =	<b>3.101</b>	<b>3.092</b>	<b>3.090</b>	<b>3.078</b>

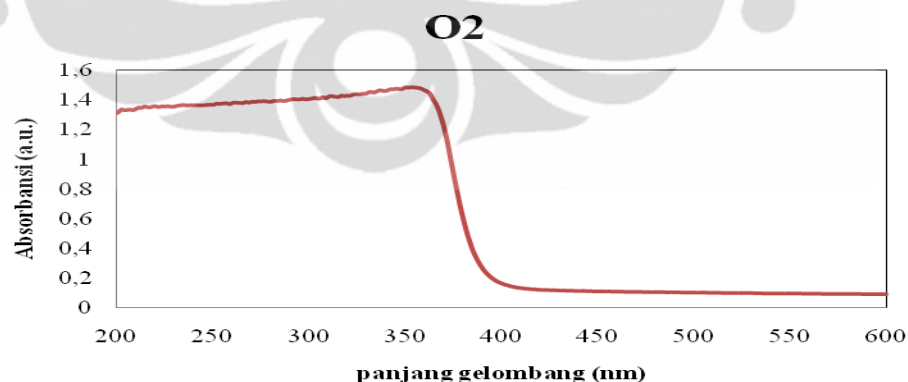
Dari keempat sampel yang ada, seluruhnya menghasilkan energi celah pita yang sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan material ruah ZnO. Hal ini sesuai dengan prinsip material nano, bahwa material dengan ukuran nano akan memiliki energi

celah pita yang lebih besar daripada energi milik material ruahnya, dimana energi celah pita dari ZnO ruah adalah sebesar 3.07 eV. Berdasarkan analisis, besarnya nilai energi celah pita ini diakibatkan oleh besarnya persentase kandungan pengotor yang masih dimiliki oleh sampel hasil pengeringan, karena itu diperlukan proses lanjutan untuk menghilangkan senyawa pengotor tersebut, yaitu kalsinasi.

Berkaitan dengan pengaruh perlakuan pra-hidrotermal, semakin tinggi waktu tahan pra-hidrotermal menunjukkan energi celah pita yang lebih rendah. Data ini menunjukkan bahwa semakin tinggi ukuran nanopartikel ZnO hasil perlakuan pra-hidrotermal yang lebih lama memberi pengaruh pada penurunan energi celah pita, yang diakibatkan oleh *quantum size confinement*. Pengujian UV-Vis ini mendukung hipotesis bahwa semakin lama waktu tahan pada perlakuan pra-hidrotermal, maka pertumbuhan dan tingkat kristalinitas nanopartikel ZnO akan meningkat sehingga energi celah pita yang dimiliki akan menurun.

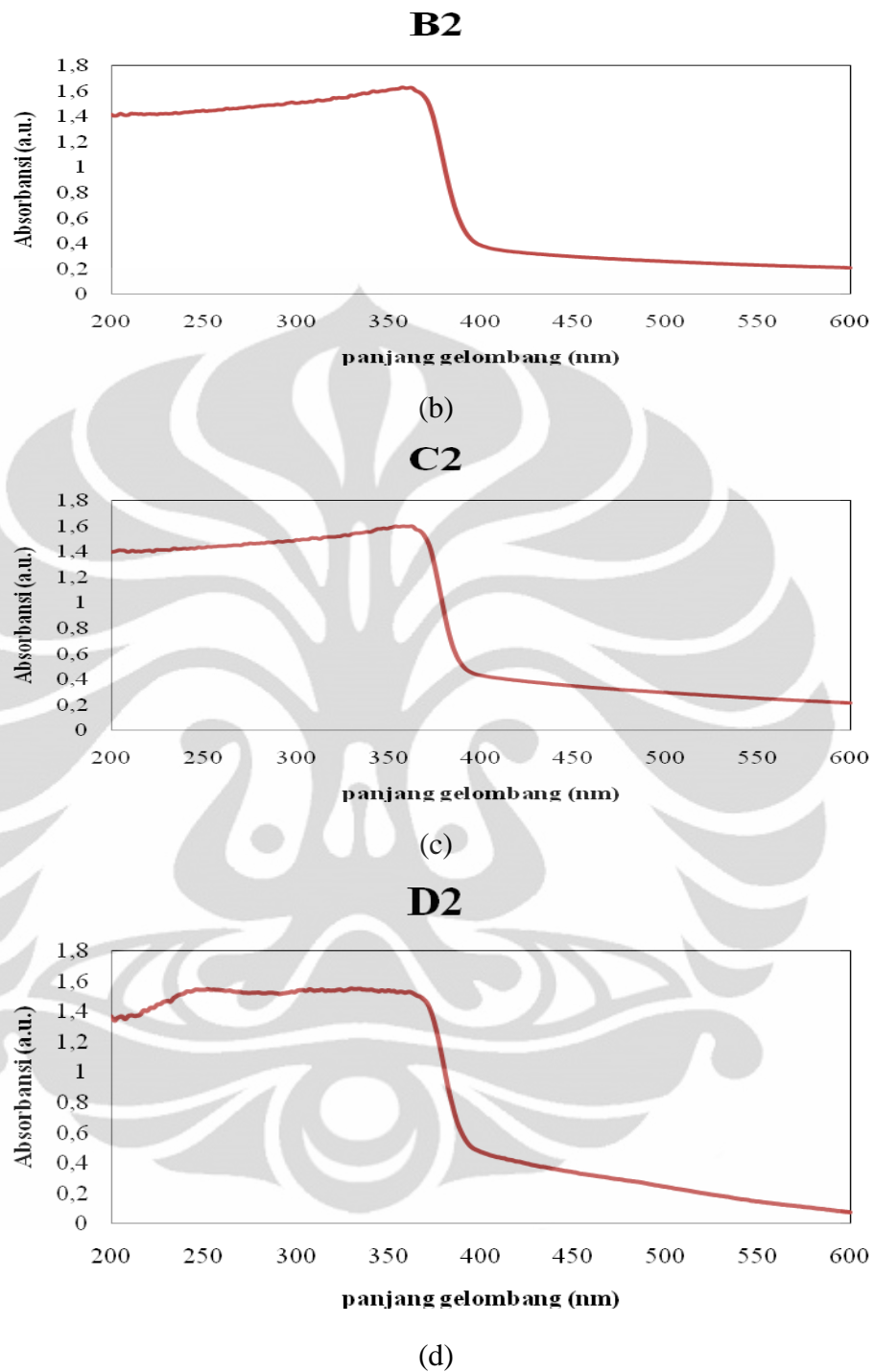
#### 4.2.2.1. Hasil Kalsinasi

Grafik spektrum absorbansi dari sampel serbuk hasil kalsinasi nanopartikel ZnO dengan variasi waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal dapat dilihat pada Gambar 4.10.



(a)

**Gambar 4.10.** Perbandingan spektrum absorbansi dari sampel hasil kalsinasi dengan variasi waktu tahan pra-hidrotermal (a) 0 jam; (b) 24 jam; (c) 48 jam; dan (d) 72 jam



**Gambar 4.10.** (lanjutan) Perbandingan spektrum absorbansi dari sampel hasil kalsinasi dengan variasi waktu tahan pra-hidrotermal (a) 0 jam; (b) 24 jam; (c) 48 jam; dan (d) 72 jam

Dibandingkan dengan hasil spektrum absorbansi sampel O1, sampel O2 telah menunjukkan adanya lonjakan intensitas absorbansi yang signifikan pada rentang panjang gelombang tertentu. Hal ini menunjukkan bahwa pada proses kalsinasi,

sampel akan mendapatkan energi termal yang mendorong terbentuknya nukleasi dan pertumbuhan dari presipitat partikel ZnO yang semula masih amorf dan mengandung banyak pengotor. Analisa ini didukung oleh pola difraksi yang dihasilkan sampel O1 pada Gambar 4.3 (a) dan 4.6 (a), dimana pola difraksi O1 hanya menunjukkan adanya puncak seng asetat dan seng hidroksida, sementara pola difraksi sampel O2 mulai menunjukkan adanya puncak ZnO yang kristalin.

Pada keempat sampel, yaitu O2, B2, C2 dan D2 dapat terlihat secara jelas adanya lonjakan intensitas pada rentang panjang gelombang tertentu. Hal ini menunjukkan adanya peningkatan kemurnian dari nanopartikel ZnO hasil sintesis dengan metode presipitasi. Terbentuknya nanopartikel ZnO yang kristalin telah berhasil dideteksi dengan menggunakan pengujian XRD dan spektrofotometri UV-Vis. Selanjutnya diperlukan konfirmasi kembali mengenai pengaruh waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal terhadap energi celah pita pada sampel yang telah mengalami kalsinasi. Hasil pengolahan data panjang gelombang dan konversi terhadap energi celah pita dari keempat sampel diperlihatkan pada Tabel 4.9 di bawah ini.

**Tabel 4.9.** Pengolahan data linear untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil kalsinasi

$Y = mx + c$	O2	B2	C2	D2
<b>m =</b>	-0.025	-0.043	-0.035	-0.040
<b>c =</b>	9.90	17.40	14.32	16.28
<b><math>\lambda</math> (nm) =</b>	400.89	401.83	403.29	403.93
<b>E (eV) =</b>	<b>3.099</b>	<b>3.090</b>	<b>3.081</b>	<b>3.076</b>

Dengan membandingkan nilai energi celah pita antara keempat sampel yang mengalami perlakuan pra-hidrotermal, maka dapat dilihat bahwa semakin lama waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal mengakibatkan penurunan energi celah pita. Hal ini mendukung keseluruhan data sebelumnya bahwa semakin lama waktu tahan pada perlakuan pra-hidrotermal, maka pertumbuhan dan tingkat kristalinitas nanopartikel ZnO akan meningkat sehingga energi celah pita yang dimiliki akan menurun. Hal ini bersesuaian dengan metode presipitasi yang

ditemukan oleh Spanhel dan Anderson <sup>[38]</sup>, bahwa dengan metode kimiawi basah ini bisa didapatkan efek dari *quantum size confinement*.

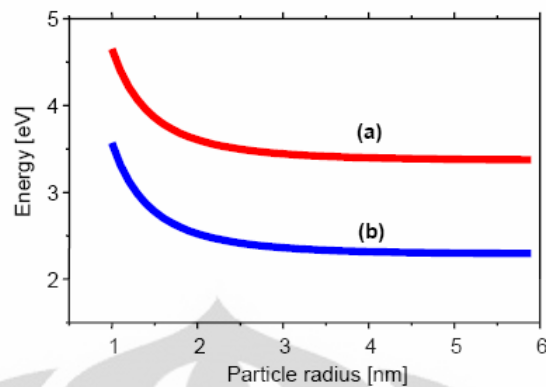
#### 4.2.3. Perbandingan Ukuran Kristalit dan Energi Celah Pita Nanopartikel ZnO Hasil Pengeringan dan Kalsinasi

Pada bagian ini akan dibahas pengaruh *quantum size confinement* dari sampel serbuk ZnO yang dihasilkan melalui metode fabrikasi kimiawi basah dan perlakuan pra-hidrotermal. Hasil data ukuran partikel dan nilai energi celah pita yang telah didapat dari pembahasan pada subbab 4.2.1 dan 4.2.2 dapat dilihat pada Tabel 4.10.

**Tabel 4.10.** Ukuran dan nilai energi celah pita dari sampel serbuk ZnO hasil perlakuan pra-hidrotermal dengan variasi waktu tahan

Sampel	t (nm)	E <sub>g</sub> (eV)
B1	4.14	3.092
C1	5.76	3.090
D1	12.81	3.078
O2	3.47	3.099
B2	6.86	3.090
C2	9.59	3.081
D2	13.85	3.076

Dari Tabel 4.10, sampel O2 dan B1 yang memiliki ukuran kristalit kurang dari 6 nanometer mencapai nilai energi celah pita yang cukup tinggi dibandingkan material ruahnya yang memiliki energi celah pita sebesar 3.07 eV. Sementara itu, sampel D1 dan D2 yang berukuran lebih dari 10 nanometer memiliki nilai energi celah pita yang tidak terlalu jauh dibandingkan dengan yang dimiliki oleh ZnO ruah. Data yang didapat dalam penelitian ini sesuai dengan yang dikemukakan oleh Mikrajuddin Abdullah <sup>[49]</sup> mengenai kebergantungan lebar celah pita energi partikel ZnO terhadap jari-jari kristalit, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.11.



**Gambar 4.11.** Kebergantungan lebar celah pita energi (a) dan energi emisi luminisens (b) partikel semikonduktor oksida terhadap jari-jari partikel.

Pada Gambar 4.11 tampak bahwa, ketika jari-jari lebih besar dari 3 nm, atau diameter lebih besar dari 6 nm, hampir tidak terjadi perubahan nilai celah pita energi (kurva mendekati garis datar), yang menginformasikan bahwa lebar celah pita energi untuk partikel dengan diameter lebih dari 6 nm hampir sama dengan lebar celah pita energi ZnO *bulk*. Ini berarti, variasi lebar celah pita energi hanya efektif diamati pada partikel dengan diameter kurang dari 6 nm.

Hal ini berkesinambungan dengan hasil penelitian yang dilakukan, dimana energi celah pita yang lebih besar dari nilai 3.090 eV berhasil dicapai oleh sampel O1 dan B2 yang memiliki diameter kristalit 3.47 dan 4.14 nanometer. Keterkaitan antara energi celah pita dengan ukuran kristalit juga dijelaskan oleh Persamaan Bruss pada Persamaan 3.3 (Bab 3), yaitu energi celah pita untuk material nano  $E_{(r)}$  berbanding terbalik dengan nilai kuadrat dari jari-jari partikel (R).

Mengenai perbandingan hasil ukuran kristalit antara sebelum dan sesudah kalsinasi, dapat ditelusuri bagaimana mekanisme yang terjadi saat proses tersebut dengan variasi sampel yang telah diberikan perlakuan pra-hidrotermal dengan waktu tahan yang berbeda. Persentase pertumbuhan butir kristalit tertera pada Tabel 4.11 di bawah ini.



**Tabel 4.11.** Persentase kenaikan ukuran kristalit sebelum dan sesudah proses kalsinasi

Sampel	Kondisi		Persentase Pertumbuhan (%)
	Pengeringan (1)	Kalsinasi (2)	
<b>B</b>	4,14	6,86	65,7
<b>C</b>	5,76	9,59	66,5
<b>D</b>	12,81	13,85	8,1

Berdasarkan persentase pertumbuhan kristalit setelah proses kalsinasi, didapat bahwa peningkatan waktu tahan pra-hidrotermal dapat meningkatkan pula persentase pertumbuhan saat proses kalsinasi. Pertumbuhan saat proses kalsinasi ini dapat terjadi karena adanya energi termal yang diterima oleh partikel untuk berkumpul dan membentuk partikel yang lebih besar. Namun berbeda pada sampel D hasil perlakuan pra-hidrotermal dalam waktu 72 jam, sampel ini hanya mengalami pertumbuhan sebesar 8 %. Hal ini terjadi karena pada perlakuan pra-hidrotermal sebelumnya yang terlalu lama, yaitu 72 jam, telah terjadi mekanisme pengintian yang banyak dan pertumbuhan yang cukup besar, sehingga cukup banyak konsentrasi ZnO yang telah terbentuk. Ketika dilanjutkan dengan proses kalsinasi, partikel ZnO ini telah mencapai ukuran yang cukup optimal sehingga pertumbuhan yang dapat terjadi cukup terbatas.

## BAB V

### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dalam sintesis nanopartikel ZnO menggunakan metode presipitasi dengan efek variasi waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal terhadap karakteristik ZnO yang dihasilkan, maka dapat ditarik kesimpulan bahwa :

1. Sintesis nanopartikel ZnO telah berhasil dilakukan dengan metode kimiawi basah presipitasi pada suhu yang relatif rendah dan menggunakan peralatan yang tersedia di Laboratorium Nanomaterial Departemen Metalurgi dan Material - Fakultas Teknik - Universitas Indonesia.
2. Semakin lama waktu tahan perlakuan pra-hidrotermal akan meningkatkan nilai kristalinitas dan ukuran kristalit nanopartikel ZnO yang dihasilkan, yaitu 6.86, 9.59 dan 13.85 nm untuk sampel hasil perlakuan pra-hidrotermal masing-masing selama 24, 48 dan 72 jam, sementara sampel tanpa perlakuan pra-hidrotermal hanya menghasilkan nanopartikel ZnO yang masih amorf dengan ukuran kristalit 3.47 nm. Perbedaan ukuran ini memberikan efek terhadap energi celah pita yang dihasilkan terkait dengan *quantum size confinement*, dimana energi celah pita terbesar, yaitu 3.099 eV didapatkan dari sampel dengan ukuran kristalit terkecil (3.47 nm) dan energi celah pita terkecil yaitu 3.076 eV didapatkan dari sampel dengan ukuran kristalit terbesar (13.85 nm).
3. Mekanisme yang terjadi pada perlakuan pra-hidrotermal menghasilkan nanopartikel ZnO dengan laju nukleasi dan pertumbuhan yang terkontrol yang ditandai dengan turunnya nilai lebar setengah puncak (*full width at half maximum*, FWHM) pada data XRD. Perlakuan pra-hidrotermal memiliki karakteristik yang berbeda dari pasca-hidrotermal, dimana fungsi utama dalam perlakuan pra-hidrotermal ini adalah pembentukan inti nanopartikel yang kecil dilanjutkan dengan pertumbuhan yang stabil dan terkontrol sehingga dicapai tingkat kristalinitas yang tinggi.

## DAFTAR REFERENSI

- 1) Lieber, C.M. Solid State Commun. 66 (1998) 5309.
- 2) M.Huang, S.Mao, H.Feick, HQ. Yan, Y.Y. Wu, H.Kind, E.Weber, R.Russo and P.D. Yang, Science, 292, 1897 (2001).
- 3) Y.R. Ryu, T.. Lee, J.A. Lugauban, H.W. White, B.J. Kim, Y.S. Park and C.J. Youn, Appl. Phys. Lett. 88, 241108 (2006).
- 4) S.H. Park, S.H. Kim and S.W. Han, Nanotechnology, 18, 055608 (2007).
- 5) Z.P. Wei, Y.M. Lu, *et al*, Appl. Phys. Lett. 90, 042113 (2007).
- 6) F.Demangeot, V.Paillard and P.M. Chassaing, Appl. Phys. Lett. 88, 071921 (2006).
- 7) Y.H. Choo, J.Y. Kim and H.S. Kwack, Appl. Phys. Lett. 89, 201903 (2006).
- 8) Yuzhen L, Lin G, *et al*, J. Appl. Phys, 99, 114302, 2006.
- 9) Hachigo, A, Nakahata H, Higaki K, Fujii S and ShikataS-I, Appl. Phys. Lett, 65, 2556, 1994.
- 10) Pillai S.C., Kelly John M, McCormack Declan E, and Ramesh R, J. Mater Chem. , 14, 1572 (2004).
- 11) Gonzales-Valls. Irene., Lira-Cantu. Monica. "Vertically-aligned nanostructures of ZnO for excitonic solar cells: A review". November 2008.
- 12) Akhmad Herman Yuwono, Badrul Munir, Alfian Ferdiansyah, Arif Rahman, Wulandari Handini,"*Dye Sensitized Solar Cell with Conventionally Annealed and Post-Hydrothermally Treated Nanocrystalline Semiconductor Oxide TiO<sub>2</sub> Derive from Sol-Gel Process*", Jurnal Makara Seri Teknologi, under review.
- 13) Dušan NOHAVICA and Petar GLADKOV. 12. - 14. 10. 2010, Olomouc, Czech Republic, EU
- 14) [http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc\\_oxide](http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide) diakses pada 22 Mei 2010, 15.07 WIB
- 15) ^ a b c Özgür, Ü.; Alivov, Ya. I.; Liu, C.; Teke, A.; Reshchikov, M. A.; Doğan, S.; Avrutin, V.; Cho, S.-J. *et al.* (2005). "A comprehensive review of ZnO materials and devices". Journal of Applied Physics 98: 041301. doi:10.1063/1.1992666.
- 16) Banerjee, D, *et al.* Large Hexagonal Arrays of Aligned ZnO Nanorods. Material Science and Processing: Boston College. Oktober 2004.

- 17) Hongxia, Zhang, *et al.* "Preparation of ZnO Nanorods Through Wet Chemical Method". Elsevier: Harbin Engineering University. April 2007.
- 18) Phattalung, Sutassana, Na., Smith, Michael, F., & Limpijumnong, Sukit, "First Principles Study of Native Defects in Anatase TiO<sub>2</sub>." Suranaree University of Technology (SUT), 2006.
- 19) Gregg, B. A. (2003) "*Excitonic Solar Cell*", J. Phys. Chem. B. 107:4688-4698
- 20) [http://nanoall.blogspot.com/2008\\_09\\_28\\_archive.html](http://nanoall.blogspot.com/2008_09_28_archive.html)
- 21) Pradhan, Debabrata, dkk. Mater. Express, Vol. 1, No. 1, 2011
- 22) Phattalung, Sutassana, Na., Smith, Michael, F., & Limpijumnong, Sukit, "First Principles Study of Native Defects in Anatase TiO<sub>2</sub>." Suranaree University of Technology (SUT), 2006.
- 23) <http://www.sigmaaldrich.com/sigma-aldrich/technical-documents/articles/material-matters/quantum-dots-an-emerging.html> diakses pada 13 April pukul 14:49 WIB
- 24) <http://www.fibre2fashion.com/industry-article/12/1177/> diakses pada 1 Juni 2011 pukul 02.03 WIB
- 25) Jacobi, B.G. Semiconductor Materials. An Introduction to Basic Prinsiple. Kluwer Academic Publishers: University of Toronto. 2003.
- 26) <http://www.nanofabricstechnology.com/manufacturing.html> diakses pada 13 April pukul 13:42 WIB
- 27) <http://www.vivawoman.net/2008/04/22/is-zinc-oxide-the-best-sunscreen-ingredient/> diakses pada 13 April pukul 14:29 WIB
- 28) Phattalung, Sutassana, Na., Smith, Michael, F., & Limpijumnong, Sukit, "First Principles Study of Native Defects in Anatase TiO<sub>2</sub>." Suranaree University of Technology (SUT), 2006.
- 29) <http://www.nano.gatech.edu/news/release.php?id=2275> diakses pada 1 Juni 2011 pukul 02.03 WIB
- 30) Aneesh P.M., Vanaja, K.A., Jayaraj, M.K., "Synthesis of ZnO Nanoparticles by Hydrothermal Method". 2007
- 31) Rajendran r., balakumar, C. Hasabo A.M.A, Jayakumar, S., Vaideki, K., and Rajesh E.M., "Use of Zinc Oxide Nanoparticles for Production of Antimicrobial Textiles". 2010
- 32) Kathirvelu S., D'Souza Louis, Dhurai Bhaarathi. "UV Protection Finishing of Textiles using ZnO nanoparticles". 2009.

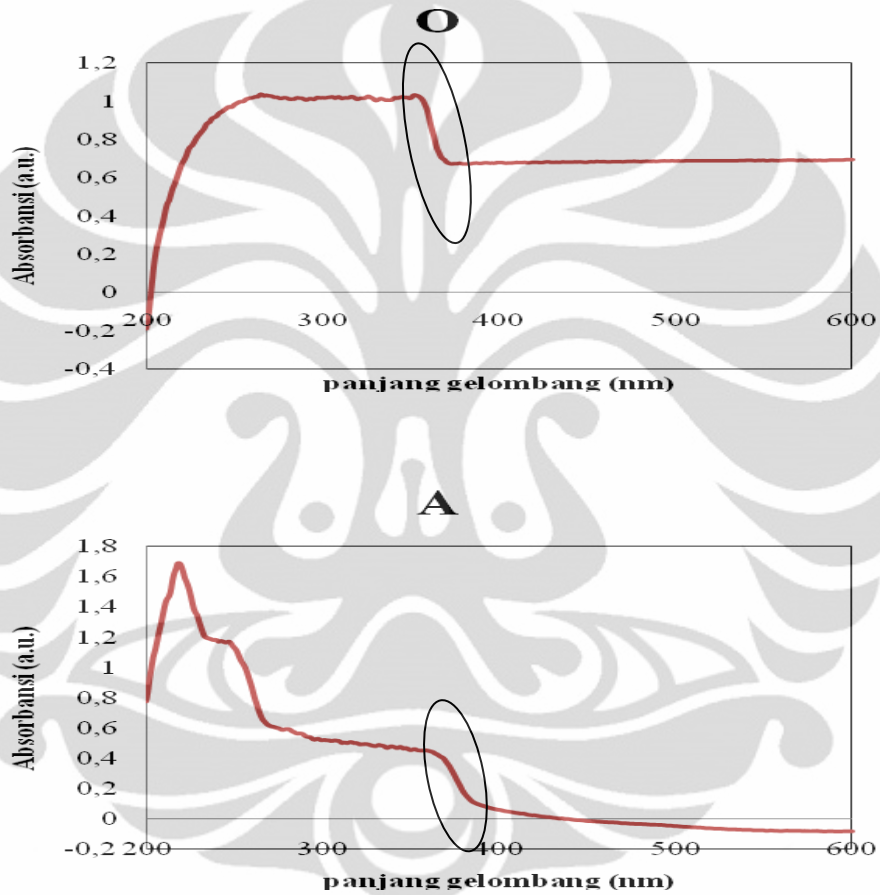
- 33) Hsieh, Cheng-Hsien. 2007. Jurnal : Spherical Zinc Oxide Nano Particles from Zinc Acetate in the Precipitation Method
- 34) Akhmad Herman Yuwono, Yu Zhang , John Wang, Xin Hai Zhang, Haiming Fan and Wei Ji, *Chemistry of Materials*, 18: 5876–5889 (2006).
- 35) Klug H.P. and Alexander L.E. *X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*, 1st Ed, Chapter 9, Wiley, New York, 1954.
- 36) Dimitiruev Y., Y., Ivanova, dan R. Iordanova. *History of Sol Gel Science and Technology*. University of Chemical Technology and Metallurgy. 2008.
- 37) J. Tauc, R. Grigorovich and A. Vancu, *Phys. Status Solidi* 15, 627 (1966).
- 38) Spanhel, L.; Anderson, M. A. *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, 113, 2826.
- 39) Sumio, Sakka. *Sol-Gel Science and Technology*. 2003. Hal 29.
- 40) Shah, M.A & M. Al-Shahry. 2009. Zinc Oxide Nanoparticles Prepared by the Reaction of Zinc Metal with Ethanol
- 41) Yoshimura, M dan K. Byrappa, “*Hydrothermal processing of materials: past, present and future.*” <http://www.springerlink.com/content/r367n732203j6231/fulltext.pdf>. Diakses pada 16 Maret 2009.
- 42) Byrappa , B dan Masahiro Yoshimura. “*Handbook of Hydrothermal Technology : A Technology for Crystal Growth and Materials Processing.*”
- 43) Akhmad Herman Yuwono, *et al*, Controlling the crystallinity and nonlinear optical properties of transparent TiO<sub>2</sub>–PMMA nanohybrids, *Journal of Materials Chemistry*, 14:2978–2987 (2004).
- 44) Akhmad Herman Yuwono, Junmin Xue, John Wang, Hendry Izaac Elim, Wei Ji, “Transparent TiO<sub>2</sub>–PMMA nanohybrids of high nanocrystallinity and enhanced nonlinear optical properties”, *Journal of Nonlinear Optical Physics and Materials*, 14(2): 281–297 (2005).
- 45) L.E. Brus, *J. Phys. Chem.* 90, 2555 (1986).
- 46) Yuwono, *et al.* 2003. Transparent nanohybrids of nanocrystalline TiO<sub>2</sub> in PMMA with unique nonlinear optical behavior
- 47) Yuwono, *et al.* 2006. *J Electroceram* (2006) 16:431–439
- 48) Abdullah, Mikrajuddin. *INTEGRAL*, Vol. 9 No. 2, Juli 2004.

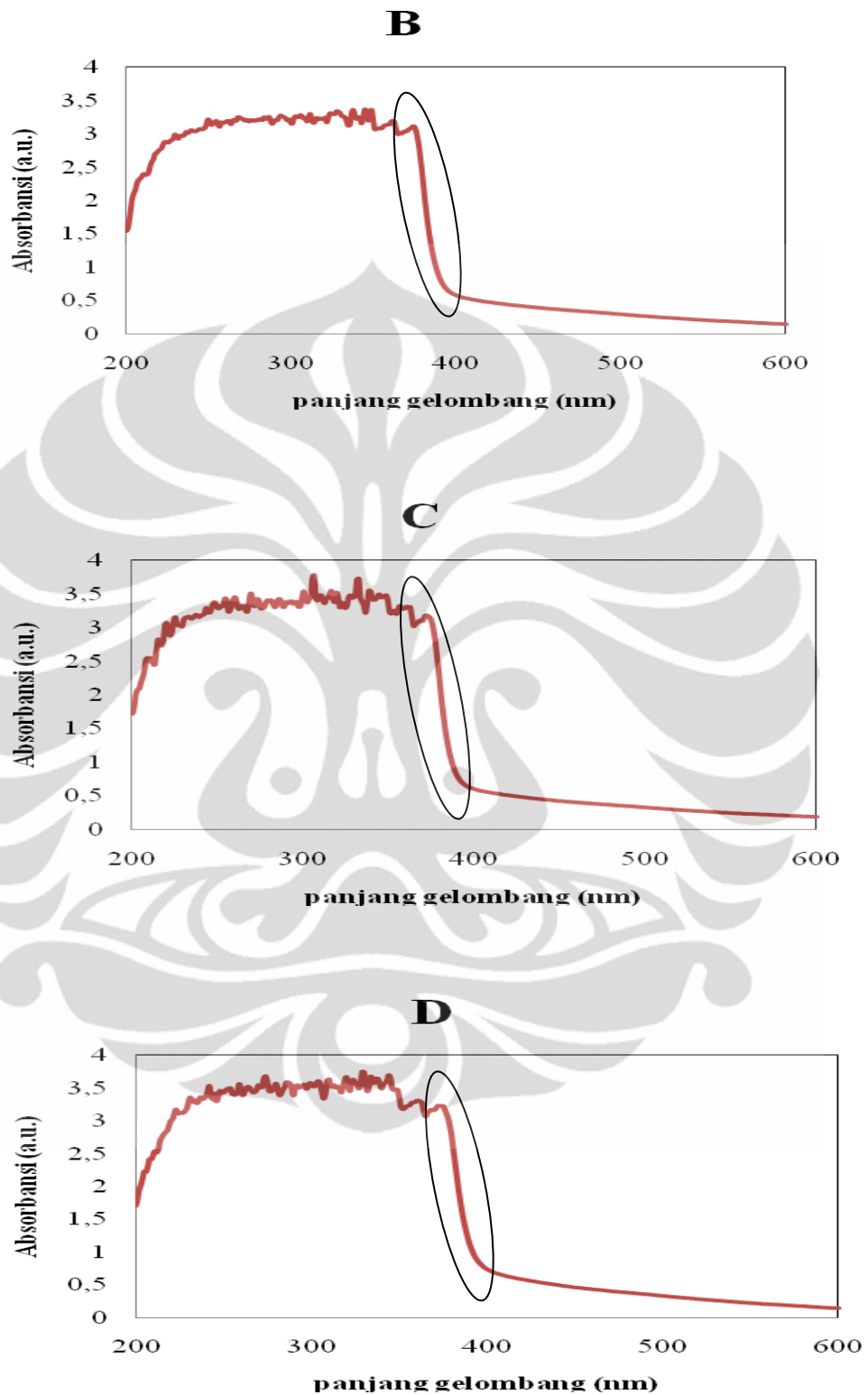
## Lampiran 1

### Pengolahan Data UV-Vis

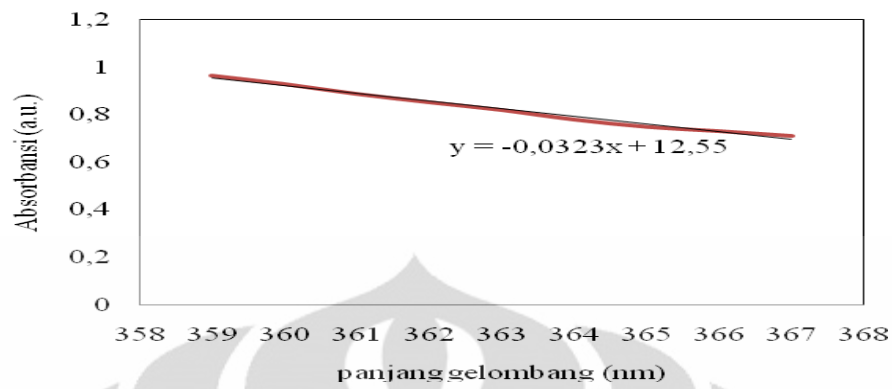
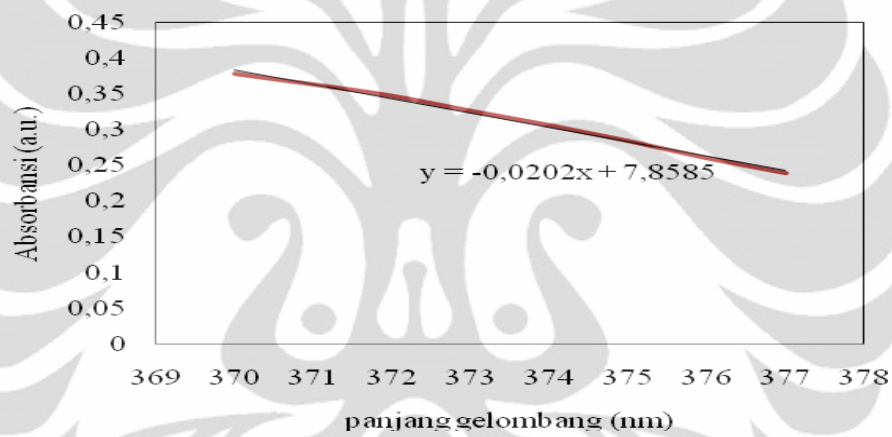
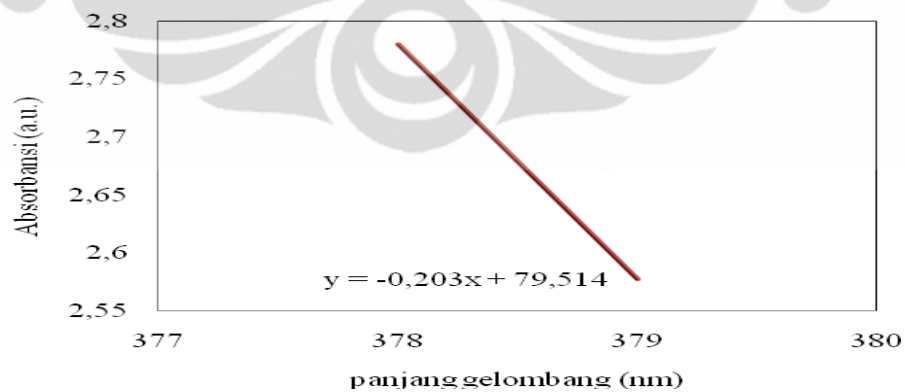
#### OLAH DATA UV-VIS LARUTAN

➤ Data Awal Spektrum Absorbansi

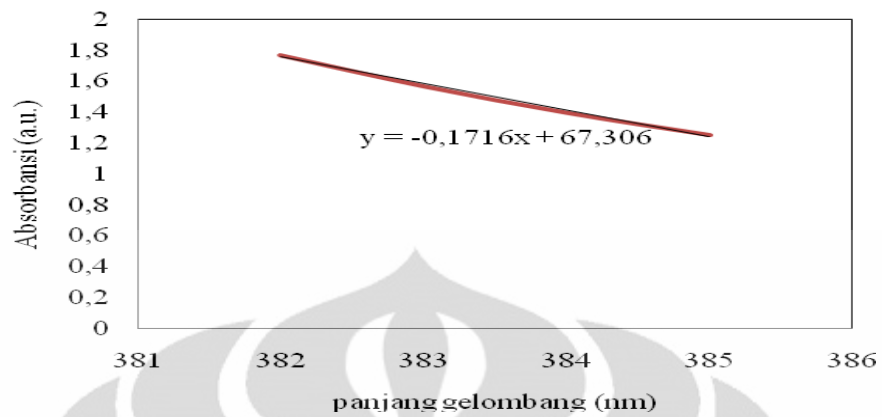
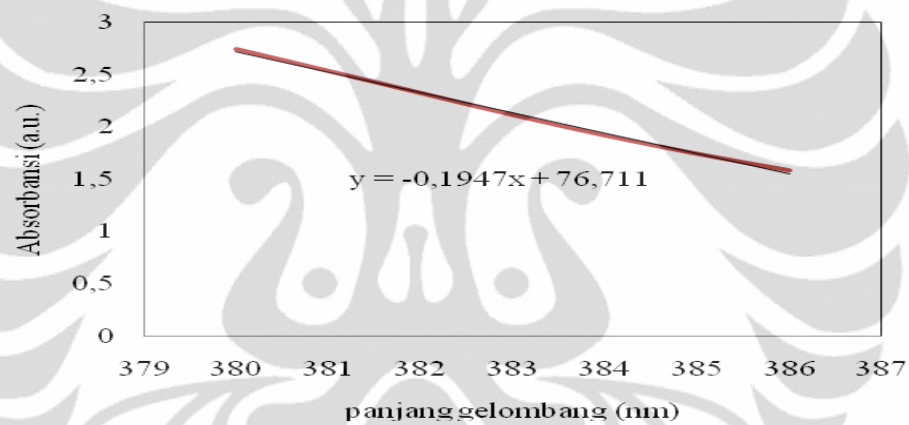




- Pengolahan Pendekatan Linear Grafik Absorbansi

**Linear O****Linear A****Linear B**



**Linear C****Linear D**

➤ Hasil Pengukuran Titik Potong terhadap Panjang Gelombang

$Y = mx + c$	Larutan O	Larutan A	Larutan B	Larutan C	Larutan D
<b>m =</b>	-0.032	-0.020	-0.203	-0.172	-0.195
<b>c =</b>	12.55	7.86	79.51	67.31	76.71
<b><math>\lambda</math> (nm) =</b>	388.54	388.99	391.69	392.23	393.97

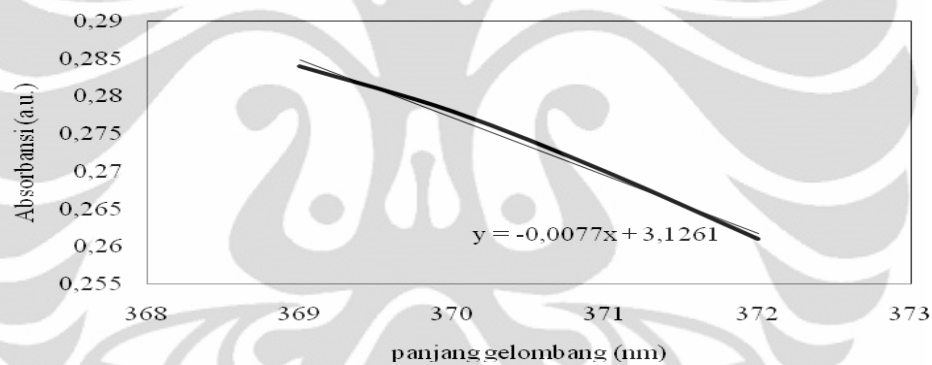
➤ Hasil Konversi Panjang Gelombang Terhadap Energi Celah Pita

	Larutan O	Larutan A	Larutan B	Larutan C	Larutan D
Panjang gelombang (nm)	388.54	388.99	391.69	392.23	393.97
Energi celah pita (eV)	3.198	3.194	3.172	3.168	3.154

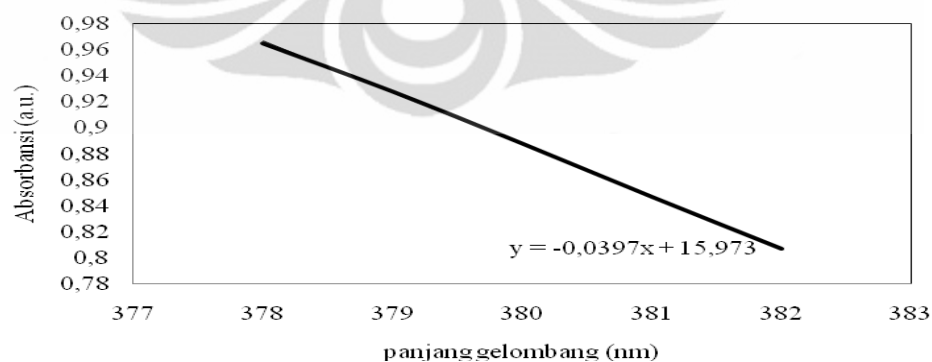
OLAH DATA UV-VIS SERBUK (PADATAN)

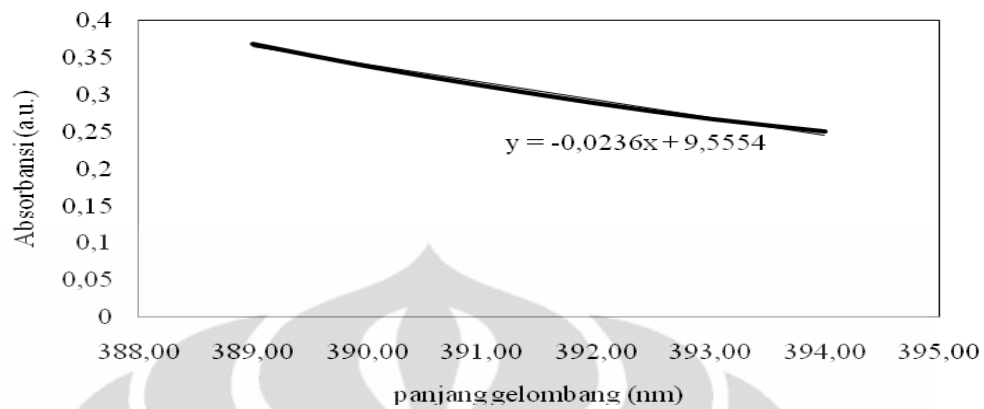
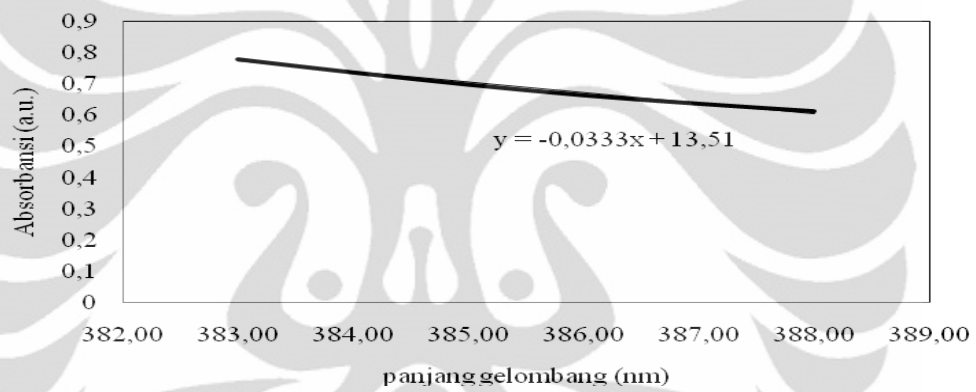
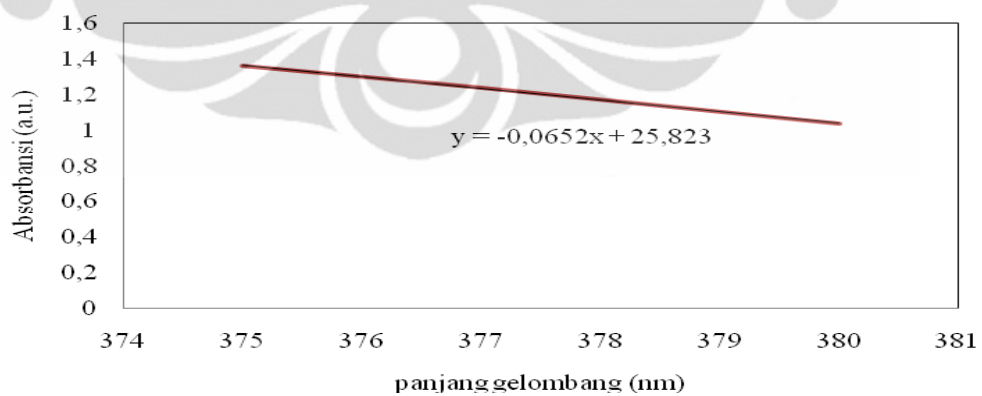
➤ Grafik Pendekatan Linear

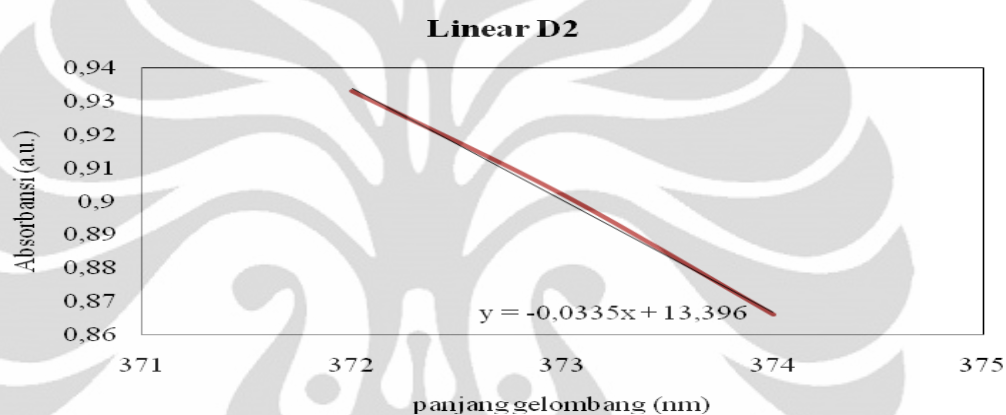
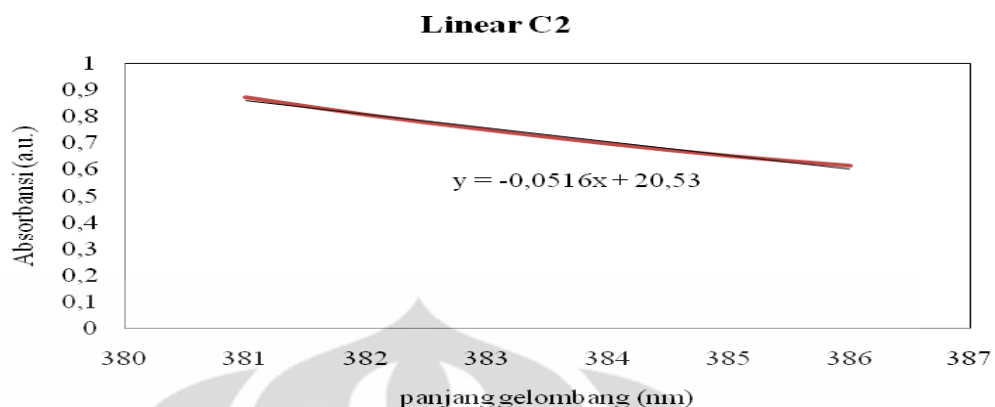
**Linear O1**



**Linear B1**



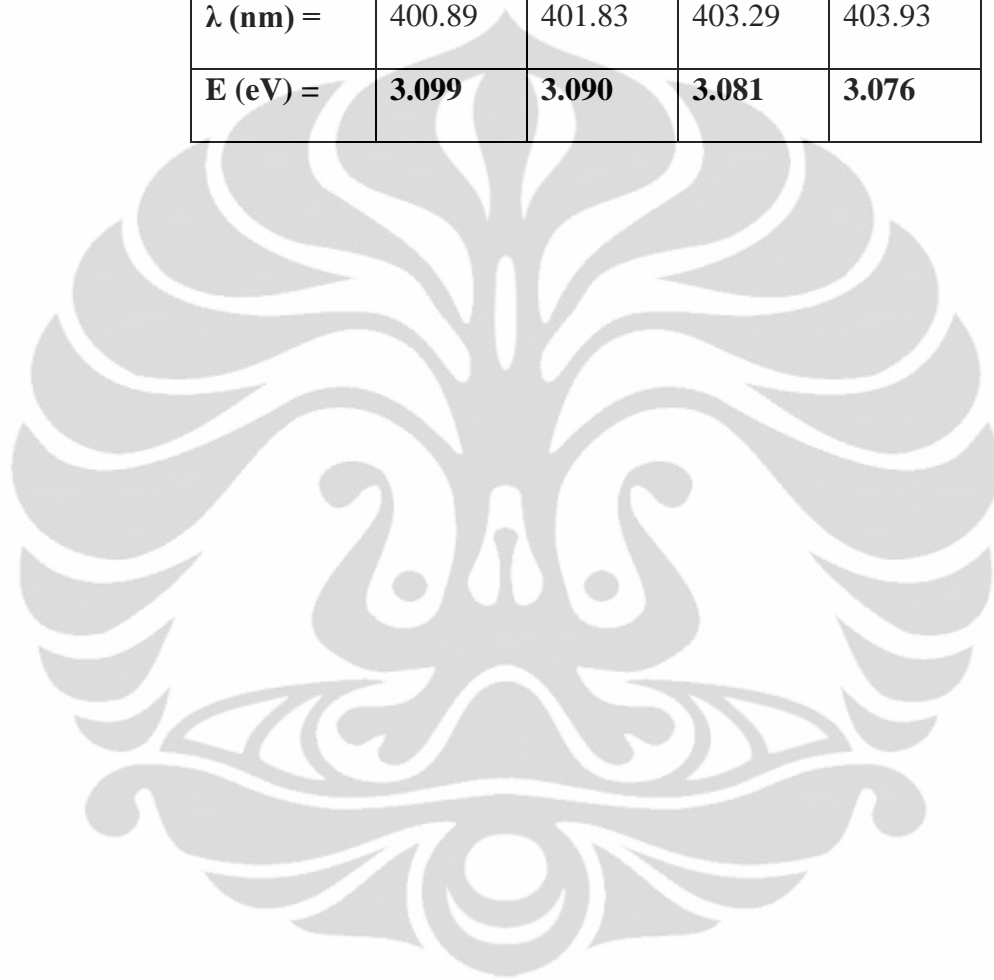
**Linear C1****Linear D1****Linear B2**



- Pengolahan Titik Potong Grafik Linear terhadap Panjang Gelombang dan Konversi terhadap Energi Celah Pita dengan Persamaan Max-Planck

$\mathbf{Y = mx + c}$	O1	B1	C1	D1
$\mathbf{m =}$	-0.009	-0.041	-0.028	-0.04
$\mathbf{c =}$	3.605	16.32	11.34	16.29
$\mathbf{\lambda (nm) =}$	400.5	401.9	402.1	402.3
$\mathbf{E (eV) =}$	<b>3.101</b>	<b>3.092</b>	<b>3.090</b>	<b>3.078</b>

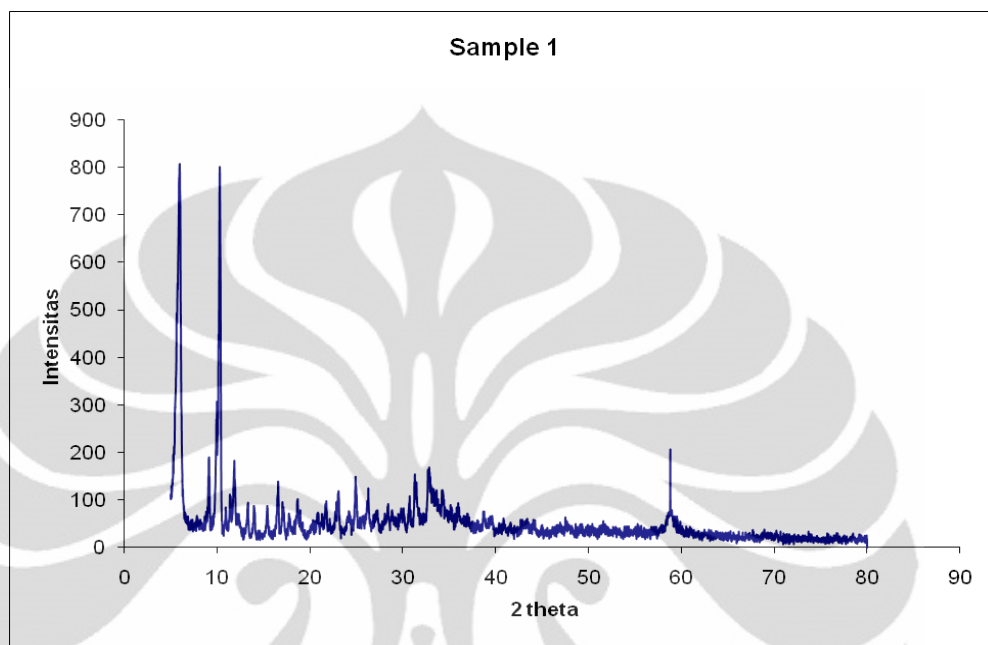
$\mathbf{Y = mx + c}$	O2	B2	C2	D2
$\mathbf{m =}$	-0.025	-0.043	-0.035	-0.040
$\mathbf{c =}$	9.90	17.40	14.32	16.28
$\lambda \text{ (nm) =}$	400.89	401.83	403.29	403.93
$\mathbf{E (eV) =}$	<b>3.099</b>	<b>3.090</b>	<b>3.081</b>	<b>3.076</b>



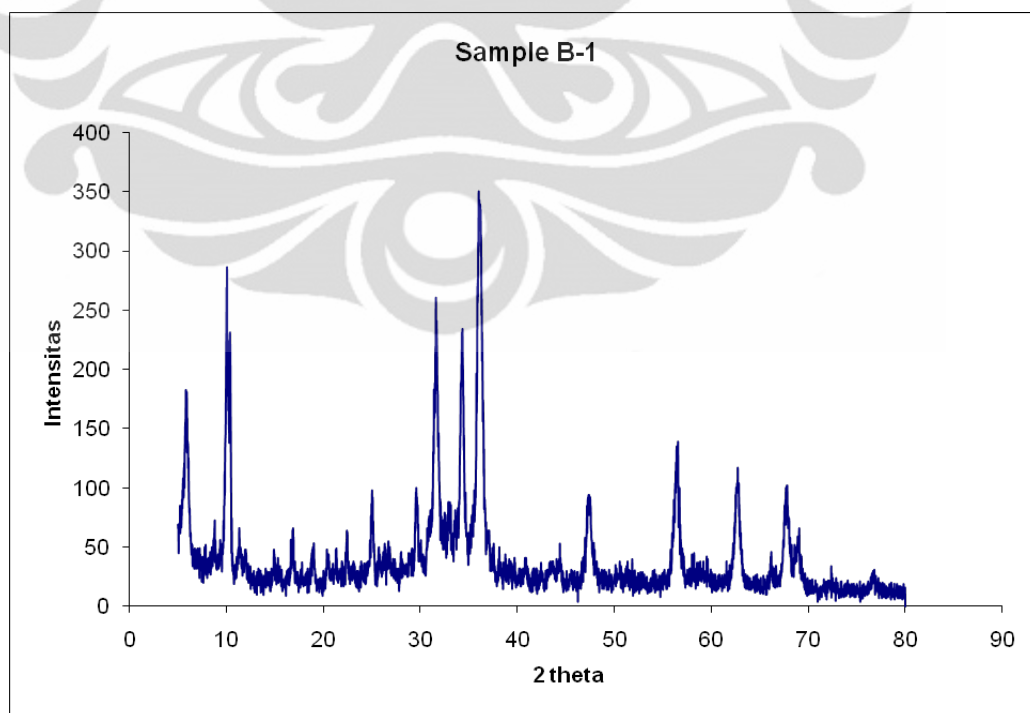
## Lampiran 2

### Hasil XRD untuk Masing-masing Sampel

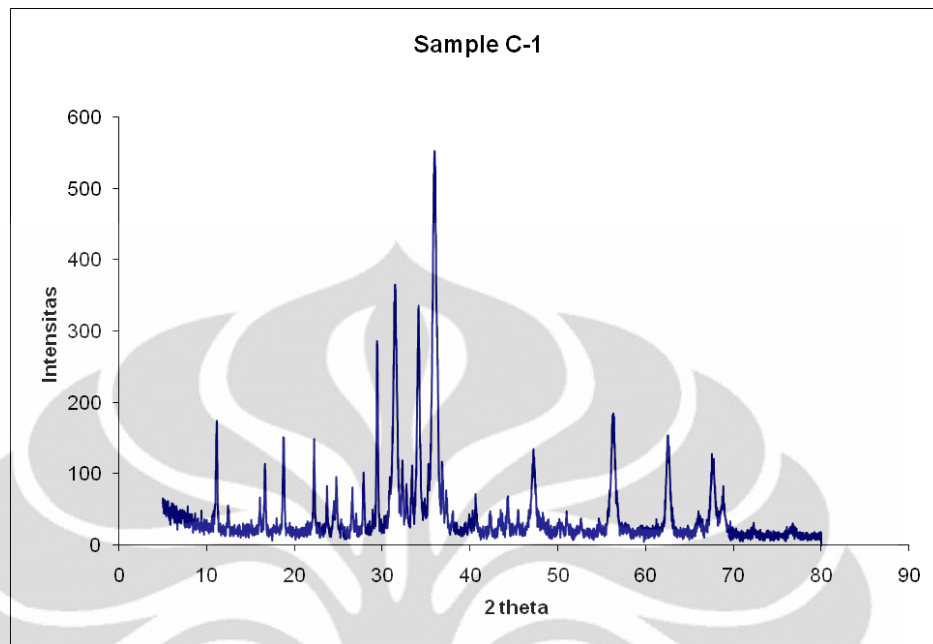
#### ➤ Sampel O1



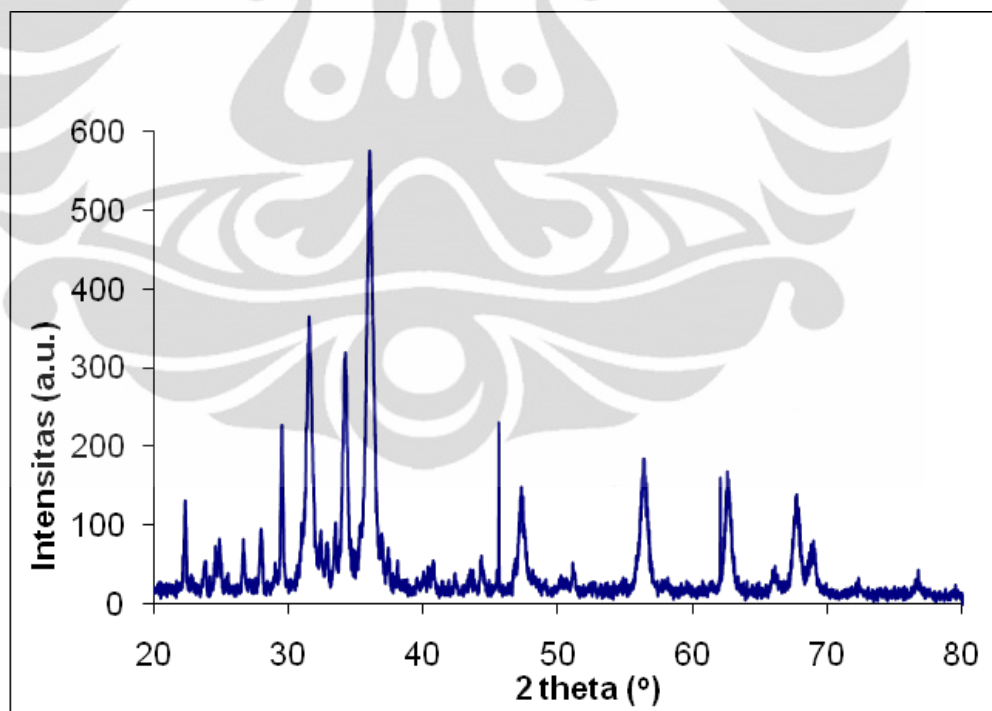
#### ➤ Sampel B1

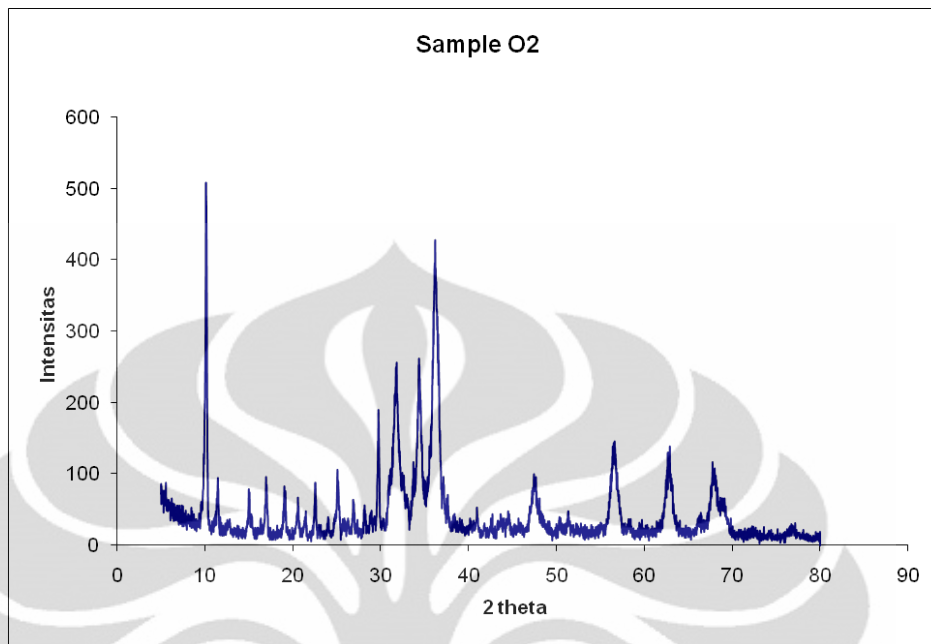
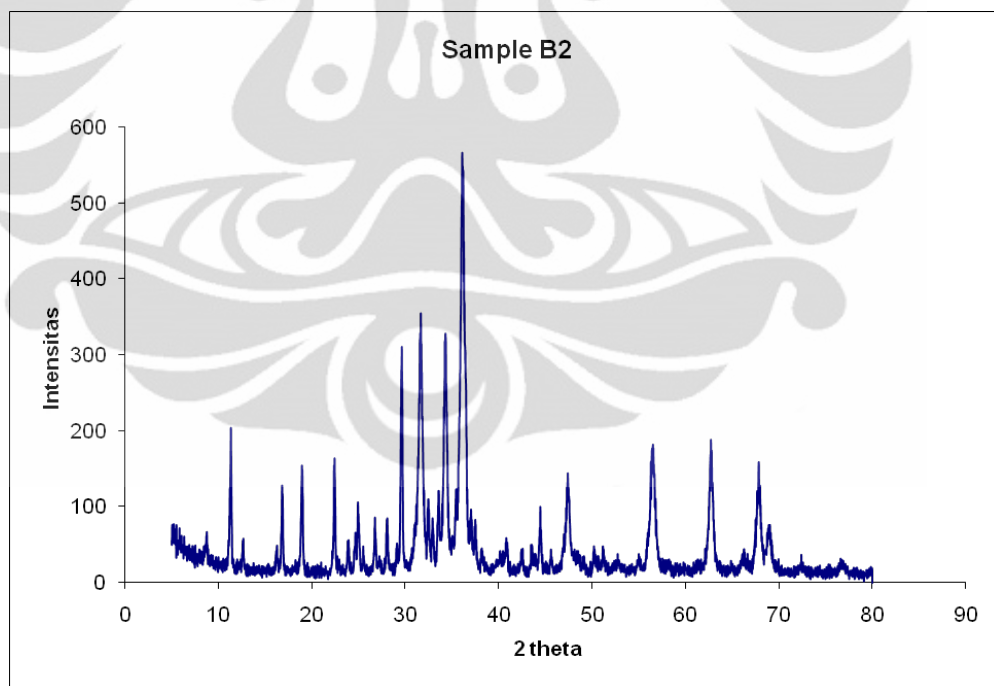


➤ **Sampel C1**

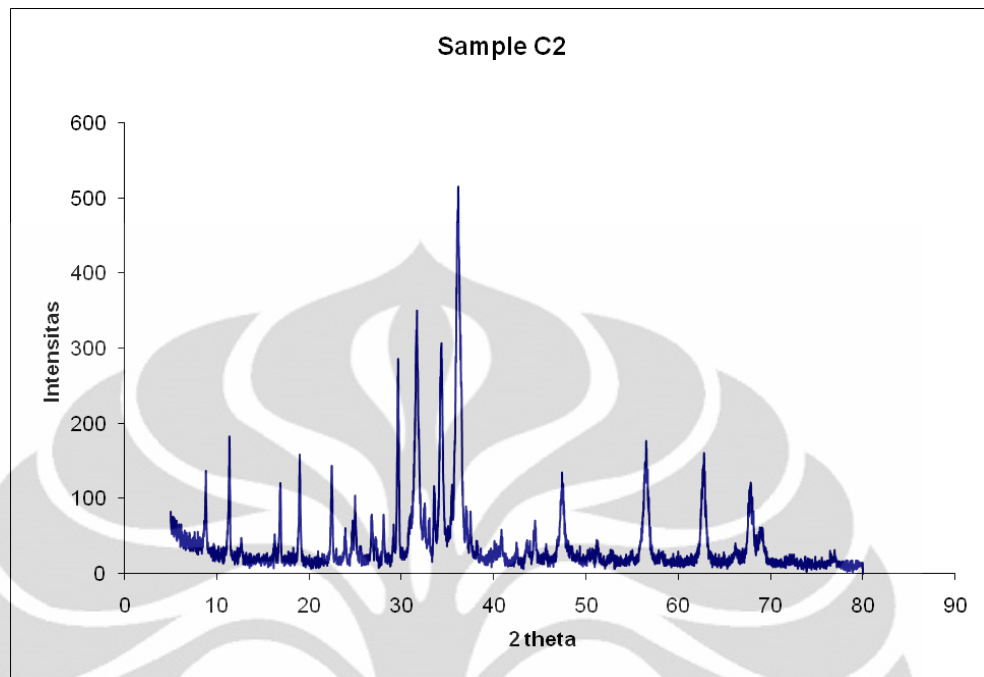
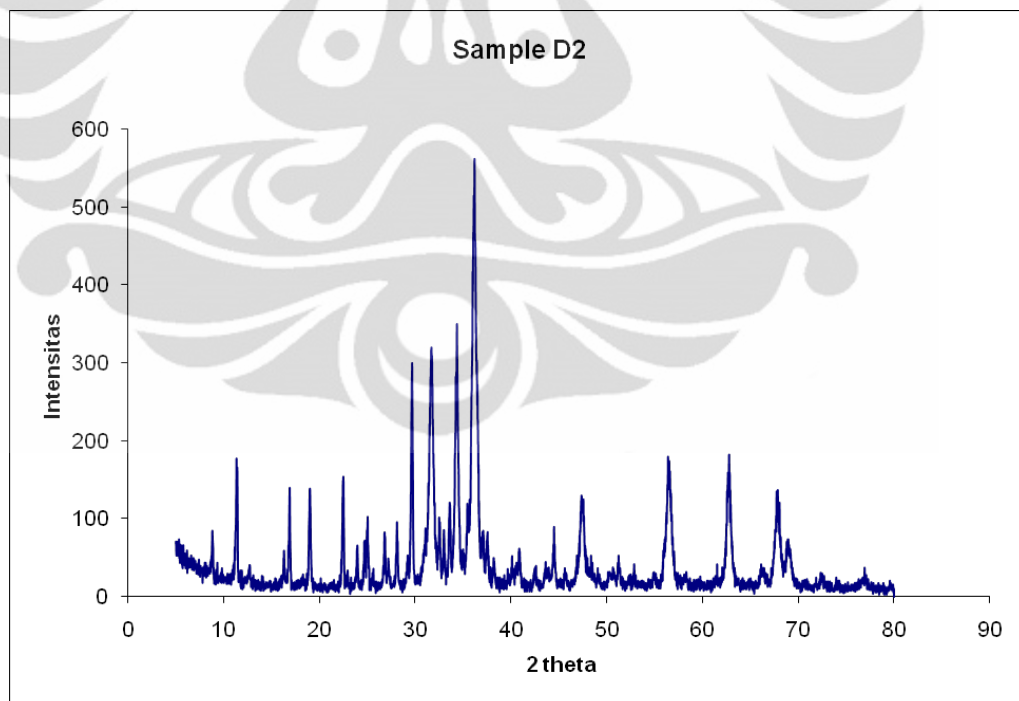


➤ **Sampel D1**



➤ **Sampel O2**➤ **Sampel B2**



➤ **Sampel C2**➤ **Sampel D2**

### Lampiran 3

#### Pengolahan Data Estimasi Besar Kristalit

Hasil pengolahan data dengan menggunakan program *Peakfit* kemudian akan diolah kembali dengan menggunakan excel dengan memasukkan nilai sudut  $\theta$  dan juga nilai FWHM sebagai  $B(\theta)$  seperti yang ditunjukkan pada Gambar dibawah ini. Nilai FWHM akan dimasukkan kedalam persamaan *Scherrer* untuk mendapatkan nilai pelebarannya ( $B_r$ ). 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,  $\lambda$  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  $\theta$  adalah posisi puncak difraksi.

Berikut hasil pengolahan data dengan Program Microsoft Excel.

	MATCH!	Kisi	B	B (rad)	B ins (rad)	Br (rad)	theta	cos theta	sin theta	Br cos theta	Br cos theta
	31,60201	100	0,474838	0,008287	0,003578	0,007475345	15,80101	0,962213	0,016793	0,007192876	0,007192876
	34,2987002		0,404221	0,007055	0,003578	0,006080398	17,14935	0,955539	0,016677	0,00581006	0,00581006
	36,11932	101	0,590909	0,010313	0,003578	0,009672787	18,05966	0,950734	0,016593	0,009196249	0,009196249
	47,51	102	0,572426	0,009991	0,003578	0,009328068	23,755	0,915276	0,015974	0,00853776	0,00853776
	56,4306	110	0,616883	0,010767	0,003578	0,010154754	28,2153	0,881177	0,015379	0,008948138	0,008948138
	62,32	103	0,447123	0,007804	0,003578	0,00693521	31,16	0,855726	0,014935	0,005934638	0,005934638
	67,74568	200	0,597403	0,010427	0,003578	0,009793535	33,87284	0,830277	0,014491	0,008131343	0,008131343
<b>B-1</b>	<b>67,89</b>	<b>112</b>	<b>0,608866</b>	<b>0,010627</b>	<b>0,003578</b>	<b>0,010006269</b>	<b>33,945</b>	<b>0,829574</b>	<b>0,014478</b>	<b>0,00830094</b>	<b>0,00830094</b>

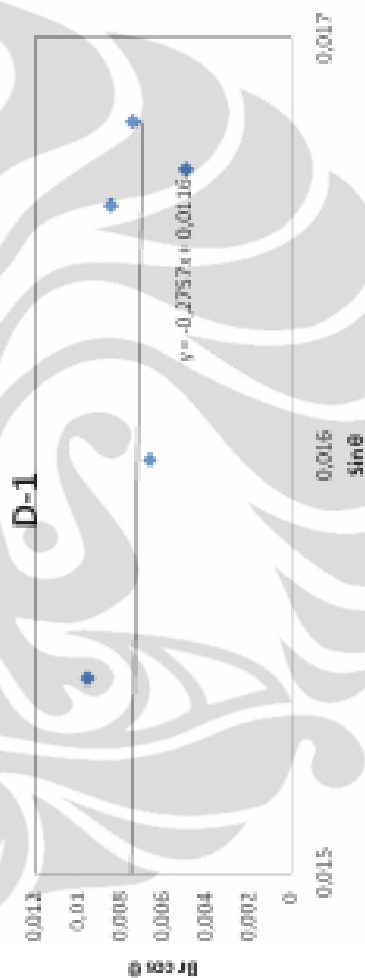


	MATCHI	Kosi	B	B (rad)	B lns (rad)	B <sub>r</sub> (rad)	theta	cos theta	sin theta	Br cos theta
	31,45916	100	0,452565	0,007899	0,003578	0,007041923	15,73458	0,962528	0,016798	0,00677805
	34,12 002		0,328182	0,005728	0,003578	0,004472891	17,06	0,955998	0,016685	0,004276075
	35,96	101	0,537792	0,009386	0,003578	0,00857756	17,98	0,951164	0,0166	0,008253785
	47,2224	102	0,448052	0,00782	0,003578	0,006953457	23,6112	0,916284	0,015991	0,006371345
	56,29643	110	0,551948	0,009633	0,003578	0,008944223	28,14821	0,88173	0,015388	0,007886392
	67,43433	103	0,516234	0,00901	0,003578	0,00836911	33,71717	0,831788	0,014517	0,006878145
	68,81169	200	0,431429	0,00753	0,003578	0,006625487	34,40584	0,825056	0,014399	0,005466397
C-1	67,89	201	0,442792	0,007728	0,003578	0,006850057	33,945	0,829574	0,014478	0,005682629

C-1

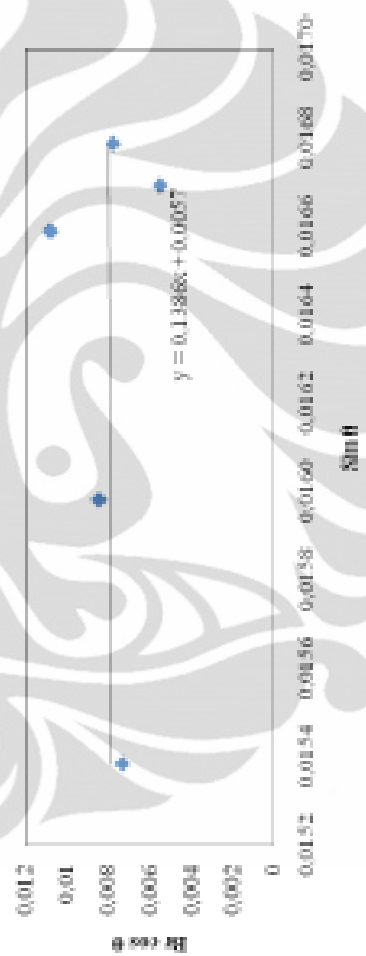


	MATCHI	Kod	B	B (rad)	B ins (rad)	Br (rad)	theta	cos theta	sin theta	Br cos theta
	31.5	100	0,486201	0,008486	0,003578	0,00769464	15,75	0,962455	0,016797	0,007405747
	34,15869	2	0,35821	0,006252	0,003578	0,006126915	17,07934	0,955899	0,016683	0,0049000813
	36,00974	101	0,54789	0,009562	0,003578	0,006867887	18,00487	0,95103	0,016598	0,008433629
	47,2711	102	0,461039	0,008047	0,003578	0,007207426	23,63555	0,916114	0,015989	0,006602825
	55,2	110	0,649309	0,011333	0,003578	0,010752938	27,6	0,886204	0,015467	0,009529292
	62,60227	108	0,463068	0,008082	0,003578	0,007246945	31,30114	0,854449	0,014912	0,006192142
	66,42583	200	0,147078	0,002567	0,003578	#N/A	33,21295	0,836641	0,014602	
	67,68344	112	0,584885	0,009861	0,003578	0,009188835	33,84172	0,830579	0,014496	0,007632055
	68,85369	201	0,527811	0,009212	0,003578	0,008488823	34,42685	0,824849	0,014396	0,007001995
D-1	72,28409	004	0,393857	0,006857	0,003578	0,005849112	36,14205	0,807557	0,014094	0,004723493



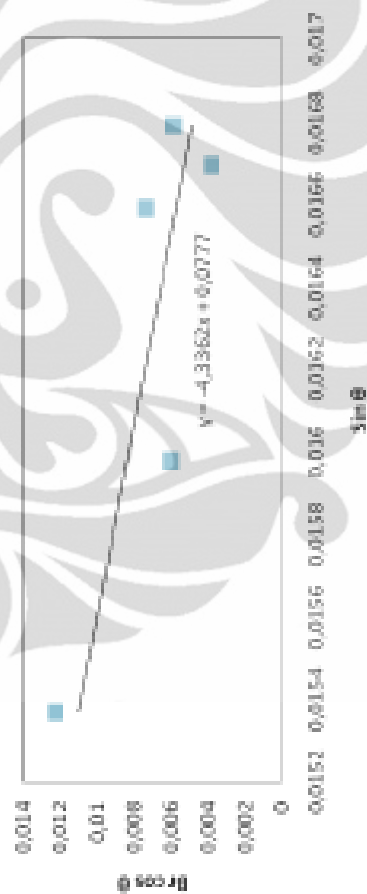
MATCHI	Ksd	B	B (rad)	B/lns (rad)	Br (rad)	theta	cos theta	sin theta	Br cos theta
31,75	100	0,506947	0,008848	0,008578	0,008092198	15,88	0,961837	0,016786	0,007783375
33,95	002	0,387915	0,006577	0,006578	0,00574775	16,98	0,956407	0,016692	0,005497187
36,22548	101	0,582741	0,011916	0,008578	0,01196623	18,11274	0,950447	0,016588	0,010802995
47,42045	102	0,568182	0,009917	0,008578	0,00924869	23,71023	0,915591	0,015979	0,008468016
56,37232	110	0,517857	0,009088	0,008578	0,00829972	28,18616	0,881418	0,015383	0,007315742
62,83528	103	0,75487	0,013175	0,008578	0,012679837	31,41761	0,853391	0,014894	0,010820854
67,93214	200	0,566071	0,009888	0,008578	0,009209186	33,95607	0,829369	0,014475	0,007637809
67,93889	201	0,569643	0,009942	0,008578	0,009276027	33,96992	0,829388	0,014474	0,007692962
69,01441	004	0,497159	0,008577	0,008578	0,007905054	34,5072	0,824955	0,014382	0,006514199

O2

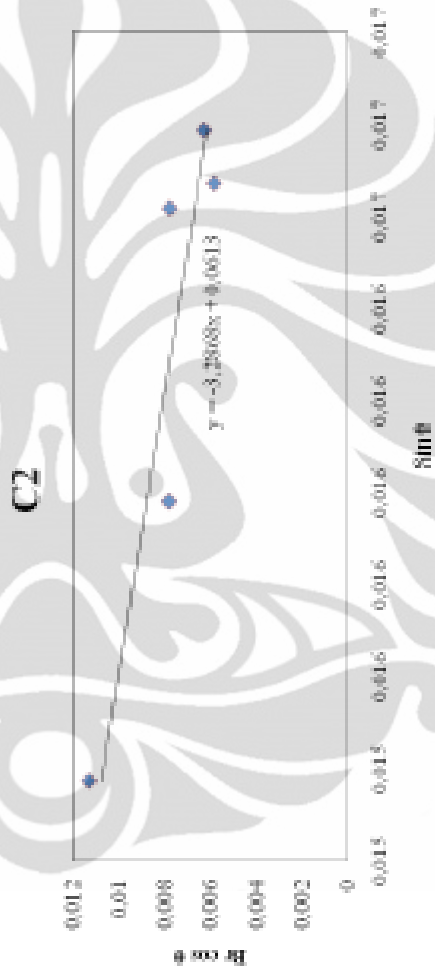


	MATCHI	Kisi	B	B (rad)	B inci (rad)	B <sub>r</sub> (rad)	theta	cos theta	sin theta	B <sub>r</sub> cos theta	B <sub>r</sub> sin theta
	31,68506	100	0,405195	0,007072	0,003578	0,0061001115	15,84253	0,962016	0,01679	0,005868406	0,001679
	33,92	2	0,305967	0,00534	0,003578	0,003964739	16,96	0,955509	0,016693	0,003792307	0,0016693
	36,18	101	0,488658	0,008529	0,003578	0,007742097	18,09	0,95057	0,01659	0,007359404	0,001659
	47,44464	102	0,428571	0,00748	0,003578	0,006568759	23,72232	0,915506	0,015978	0,006013738	0,0015978
	56,57468	110	0,329103	0,014366	0,003578	0,01913162	28,28734	0,880582	0,015368	0,012251681	0,0015368
	62,74	103	0,467836	0,008166	0,003578	0,007340607	31,37	0,853823	0,014901	0,006367582	0,0014901
	66,22679	200	0,448214	0,007823	0,003578	0,006966644	33,11339	0,837591	0,014618	0,005826822	0,0014618
	67,82	112	0,468756	0,008182	0,003578	0,007357692	33,91	0,829915	0,014484	0,006106258	0,0014484
B=2	68,99148	201	0,494318	0,008627	0,003578	0,007850596	34,49574	0,824168	0,014384	0,006470213	0,0014384

B2



	MATCH1	Kisi	B	B (rad)	B inci (rad)	Theta	cos theta	sin theta	Br cos theta	Br sin theta
	31,7224	100	0,476601	0,007446	0,003578	15,8612	0,961927	0,016788	0,006528097	0,00628097
	34,39107	002	0,406157	0,007089	0,003578	17,19554	0,955301	0,016672	0,005846046	0,005846046
	35,6	101	0,51129	0,008924	0,003578	17,8	0,952129	0,016617	0,007783661	0,007783661
	47,42	102	0,530584	0,00926	0,003578	23,71	0,915592	0,015979	0,007820376	0,007820376
	56,53612	110	0,763678	0,013329	0,003578	28,26806	0,880742	0,015371	0,011308279	0,011308279
	62,80276	103	0,767045	0,013387	0,003578	31,40138	0,853588	0,014897	0,011011066	0,011011066
	66,23839	200	0,496038	0,008657	0,003578	33,1192	0,837536	0,014617	0,006602767	0,006602767
	67,86567	201	0,57711	0,010072	0,003578	33,93283	0,829698	0,01448	0,00781204	0,00781204
C-2	68,96472	004	0,460487	0,007862	0,003578	34,49796	0,824152	0,014384	0,005770071	0,005770071





	MATCHI	Kisi	B	B (rad)	B <sub>inc</sub> (rad)	B <sub>r</sub> (rad)	theta	cos theta	sin theta	B <sub>r</sub> cos theta
	31,56786	100	0,385714	0,006732	0,003578	0,005702461	15,83393	0,962057	0,01679	0,005486091
	34,31412	2	0,360714	0,006296	0,003578	0,005180116	17,15706	0,9555	0,016676	0,0049496
	36,17573	101	0,560065	0,009775	0,003578	0,009096628	23,7067	0,915595	0,015979	0,008328822
	47,4194	102	0,445053	0,007768	0,003578	0,006894746	28,25	0,880891	0,015374	0,006073518
	56,5	110	0,587662	0,010257	0,003578	0,009612345	28,25	0,880891	0,015374	0,008467426
	62	103	0,471123	0,008223	0,003578	0,007403402	31	0,857167	0,01496	0,006345954
	66,26299	200	0,454545	0,007933	0,003578	0,007080674	33,13149	0,837418	0,014615	0,005929486
	67,80966	112	0,555195	0,00969	0,003578	0,009005227	33,90488	0,829965	0,014485	0,007474026
	68,97443	201	0,525974	0,00918	0,003578	0,00845402	34,48722	0,824253	0,014385	0,006968248
D-2	72,56	004	0,387435	0,006762	0,003578	0,005797875	36,28	0,806135	0,014069	0,004625501

D2

