



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS NANORODS SENG OKSIDA (ZnO)
MENGUNAKAN PUTIH TELUR SEBAGAI BIOTEMPLATE**

SKRIPSI

ANFIYUS HENDRY SIRENDEN

0906605366

FAKULTAS TEKNIK

DEPARTEMEN METALURGI DAN MATERIAL

DEPOK

JUNI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS NANORODS SENG OKSIDA (ZnO)
MENGUNAKAN PUTIH TELUR SEBAGAI BIOTEMPLATE**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

ANFIYUS HENDRY SIRENDEN

0906605366

FAKULTAS TEKNIK

DEPARTEMEN METALURGI DAN MATERIAL

DEPOK

JUNI 2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Anfiyus Hendry Sirenden

NPM : 0906605366

Tanda Tangan : 

Tanggal : 27 Juni 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Anfiyus Hendry Sirenden
NPM : 0906605366
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi : Sintesis Nanorods Seng Oksida (ZnO)
Menggunakan Putih Telur sebagai Biotemplate

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 Sofyan, Phd. ()

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

Ditetapkan: Depok, Juni 2012

KATA PENGANTAR

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

1. Dr. Ir. A. Herman Yuwono, M. Phil. Eng. selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, pikiran, dan dana untuk mengarahkan Saya dalam penyusunan skripsi ini;
2. Dwi Marta Nurjaya S.T, M.T, selaku Pembimbing Akademis Departemen Teknik Metalurgi dan Material FTUI;
3. Orang tua dan kakak yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral;
4. Seluruh sahabat ekstensi Metalurgi dan Material angkatan 2009 (Alfin,Arfiandi, Bayu, Budi,Cica, Dedi, John, Johny, Singgih, Shandy) serta;
5. Seluruh pihak yang telah membantu saya dalam menyelesaikan skripsi ini.

Akhir kata, Saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas kebaikan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Depok, Juni 2012

Penulis

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

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

Nama : Anfiyus Hendry Sirenden
NPM : 0906605366
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Departemen : Metalurgi dan Material
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

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

**SINTESIS NANORODS SENG OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN
PUTIH TELUR SEBAGAI BIOTEMPLATE**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneklusif ini, Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia atau formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis atau pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada Tanggal : 27 Juni 2012

Yang menyatakan



(Anfiyus Hendry Sirenden)

ABSTRAK

Nama : Anfiyus Hendry Sirenden
NPM : 0906605366
Program Studi : Program S1 Ekstensi Teknik Metalurgi dan Material
Judul : **Sintesis Nanorods Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Putih Telur sebagai Biotemplate**

ZnO *nanorods* adalah material semikonduktor yang menjanjikan untuk aplikasi dalam sel surya dan tersensitasi zat pewarna tengah gencar dikembangkan dewasa ini. Salah satu metode sintesis ZnO nanorods adalah metode kimia basah menggunakan template. Putih telur merupakan salah satu bahan yang ramah lingkungan yang berpotensi untuk dijadikan template ZnO nanorods. Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam sintesis ini antara lain, seng asetat [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$], putih telur dan air destilat. Pengaruh temperatur kalsinasi dari prekursor seng asetat serta putih telur diinvestigasi dalam penelitian ini. Penelitian ini juga mempelajari pembentukan ZnO nanorods dan tingkat kristalinitasnya. Struktur kristal ZnO wurtzite mulai dihasilkan pada temperatur kalsinasi 500°C dengan bentuk nanopartikel yang memiliki ukuran diameter rata-rata sebesar 399.13 nm. Temperatur kalsinasi pada temperatur 700 dan 850°C mempengaruhi laju pertumbuhan ZnO nanorods beserta tingkat kristalinitasnya. ZnO nanorods yang dihasilkan pada temperatur 700°C mempunyai ukuran rata-rata diameter 191.67 nm dan panjang rata-rata 1494.54 nm dan ZnO nanorods yang dihasilkan pada temperatur kalsinasi 850°C memiliki diameter rata-rata 277.4 nm dan panjang rata-rata 741.86 nm.

Kata kunci: ZnO *nanorods*, putih telur, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$, kalsinasi.

ABSTRACT

Name : Anfiyus Hendry Sirenden
NPM : 0906605366
Major : Program S1 Ekstensi Teknik Metalurgi dan Material
Title : **Synthesis of ZnO Nanorods Using Egg White as Biotemplate**

ZnO nanorods as a promising semiconductor material for applications in solar cells and dye sensitized has been intensively developed now days. One method for synthesizing ZnO nanorods is a wet chemical method using a template. Egg white is one of the environmentally friendly materials that could be potentially used as a template for ZnO nanorods. Materials used in this synthesis were zinc acetate [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$], egg white and distilled water. Effect of calcination temperature of the precursor of zinc acetate and egg white were investigated in this study. This research also studied the formation of ZnO nanorods and crystallinity level. Wurtzite ZnO crystal structure were resulted from the calcination temperature of 500°C forming nanoparticles which having an average diameter of 399.13 nm. Temperature calcination at 700 and 850°C affect the rate of growth of ZnO nanorods along the crystallinity. ZnO nanorods produced at a temperature of 700°C have an average diameter size of 191.67 nm and the average length of 1494.54 nm and the ZnO nanorods produced at the calcination temperature of 850°C have an average diameter of 277.4 nm and the average length of 741.86 nm.

Key words: ZnO nanorods, egg white, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$, calcination.

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL..	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR SINGKATAN	xiii
DAFTAR RUMUS	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Batasan Masalah	3
1.5. Sistematika Penulisan	4
BAB 2 DASAR TEORI.....	5
2.1. Nano Teknologi	5
2.1.1. Aplikasi Nanoteknologi.....	7
2.1.2. Masa Depan Nanoteknologi	8
2.2. Semikonduktor	9
2.3. Korelasi Energi Celah Pita dengan Nanopartikel Semikonduktor.....	10
2.4. ZnO Nanorods	12
2.5. Metode Sintesis ZnO Nanorods	14
2.5.1. <i>Thermal Evaporation</i>	14
2.5.2. <i>Laser Ablation – Assisted CVD</i>	15
2.5.3. Metode <i>Physical Vapour Deposition (PVD)</i>	16
2.5.4. Metode Kimiawi Basah	17
2.5.4.1. Fungsi Template pada Pembentukan ZnO Nanorods	17
2.5.4.2. Putih Telur (Albumen) sebagai Biotemplates Pembentuk ZnO Nanorods	19

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	22
3.1. Diagram Alir Penelitian.....	22
3.2. Alat dan Bahan	23
3.3. Prosedur Penelitian.....	23
3.3.1. Sintesis ZnO Nanorods	24
3.4. Karakterisasi Material	28
3.4.1 Pengujian <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	28
3.4.2. Pengujian <i>Energy Dispersive Spectroscopy</i> (EDS)	29
3.4.3 Pengujian <i>X-Ray Diffractometer</i> (XRD).....	29
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1. Reaksi Prekursor Seng Asetat dengan Air	31
4.2. Pengaruh Putih Telur terhadap Pertumbuhan ZnO Nanorods	32
4.3. Hasil Uji XRD terhadap Tingkat Kristalinitas ZnO.....	33
4.4. Analisis EDS dan SEM.....	35
4.4.1. Analisis EDS	35
4.4.2. Analisis SEM	36
4.5. Pengaruh Temperatur pada Kristalinitas ZnO	39
BAB 5 KESIMPULAN.....	45
DAFTAR REFERENSI	46
LAMPIRAN.....	49

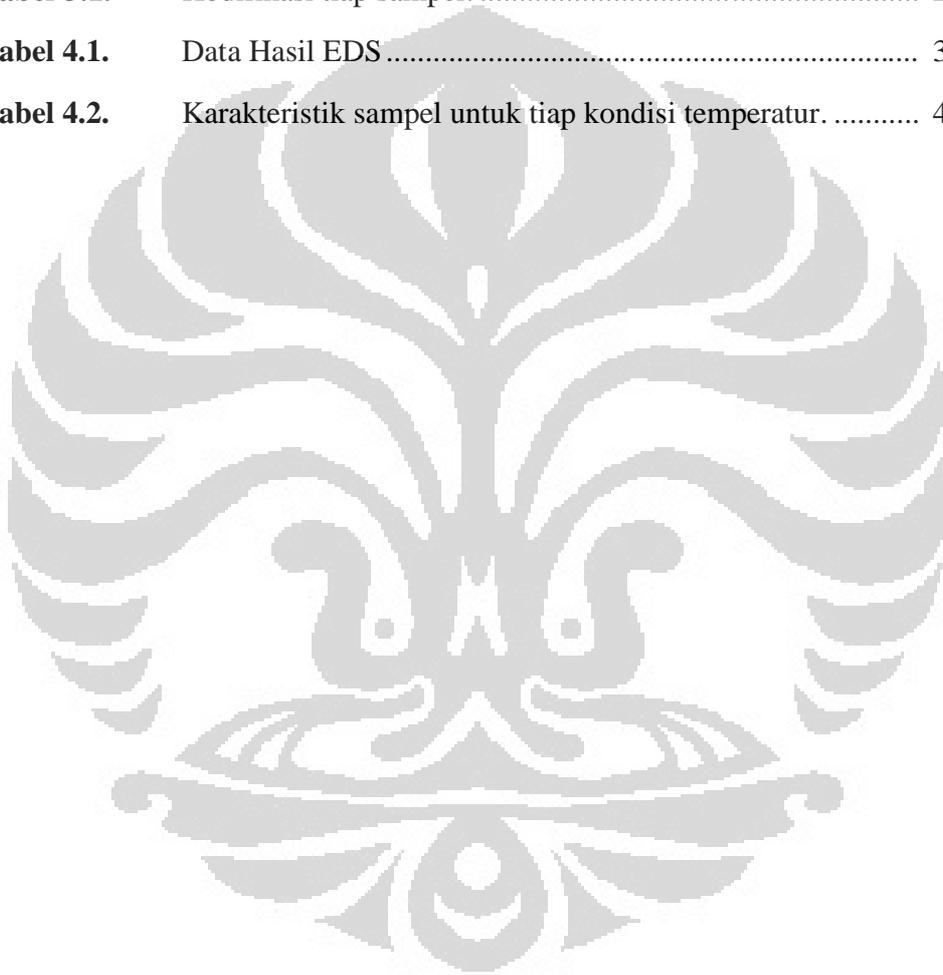
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Skema mikroskopis material semikonduktor GaAS.....	6
Gambar 2.2.	<i>Carbon Nanotube</i>	6
Gambar 2.3.	Mekanisme <i>doping</i> material semikonduktor.....	10
Gambar 2.4.	Skematis Pita Energi dalam semikonduktor	11
Gambar 2.5.	Hasil estimasi ukuran kristalit dengan persamaan Scherrer untuk sampel bubuk TiO ₂ hasil proses sol-gel dengan variasi rasio hidrolisis R_w 0,85, 2,00 dan 3,50 pada kondisi anil dan pasca-hidrotermal.....	12
Gambar.2.6.	Hasil estimasi energi celah pita (E_g) sampel serbuk nanopartikel TiO ₂ hasil proses sol-gel dengan variasi rasio hidrolisis R_w 0,85, 2,00 dan 3,50.pada kondisi pengeringan (<i>drying</i>), anil konvensional (<i>conventional annealing</i>) dan pasca-hidrotermal (<i>post-hydrothermal treatment</i>)	12
Gambar 2.7.	Skema proses <i>Thermal Evaporation</i>	14
Gambar 2.8.	Skema proses <i>Laser ablation – assisted CVD</i>	15
Gambar 2.9.	Skema proses PVD	16
Gambar 2.10.	Mekanisme pertumbuhan <i>nanorods</i> pada metode sol-gel	18
Gambar 2.11.	Tingkat kristalinitas hasil riset fatemeh,dkk.....	20
Gambar 3.1.	Diagram alir penelitian	23
Gambar 3.2.	Skema sintesis dan karakterisasi ZnO	24
Gambar 3.3.	Timbangan digital	26
Gambar 3.4.	<i>Magnetic Stirrer</i>	26
Gambar 3.5.	Proses penyaringan sampel.	27
Gambar 3.6.	Dapur kalsinasi	28
Gambar 3.7.	Mesin Scanning Electron Microscope <i>LEO 420i</i>	30
Gambar 3.8.	Contoh hasil EDS	30
Gambar 3.10.	Contoh grafik hasil uji XRD.....	31
Gambar 4.1.	Grafik hasil uji XRD dari tiap temperatur kalsinasi.	35
Gambar 4.2.	Grafik struktur wurtzite ZnO.	35

Gambar 4.3.	Grafik XRD zincite/wurtzite ZnO data <i>American Mineralogist Crystal Structure Database</i>	36
Gambar 4.4.	Foto SEM sampel A (tidak dikalsinasi)	37
Gambar 4.5.	Foto SEM sampel B (kalsinasi 300°C)	38
Gambar 4.6.	Foto SEM sampel C (kalsinasi 600°C)	38
Gambar 4.7.	Foto SEM sampel D (kalsinasi 700°C).....	39
Gambar 4.8.	Foto SEM sampel E (kalsinasi 850°C).....	40
Gambar 4.9.	Grafik hasil pengolahan data besar kristalit sampel B (kalsinasi 300°C).....	41
Gambar 4.10.	Grafik hasil pengolahan data besar kristalit sampel C (kalsinasi 500°C).....	41
Gambar 4.11.	Grafik hasil pengolahan data besar kristalit sampel D (kalsinasi 700°C).....	42
Gambar 4.12.	Grafik hasil pengolahan data besar kristalit sampel E (kalsinasi 850°C).....	43
Gambar 4.13.	Grafik estimasi besar kristalit tiap temperatur kalsinasi.....	44

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1. Kodifikasi tiap sampel.	27
Tabel 4.1. Data Hasil EDS	35
Tabel 4.2. Karakteristik sampel untuk tiap kondisi temperatur.	43



DAFTAR SINGKATAN

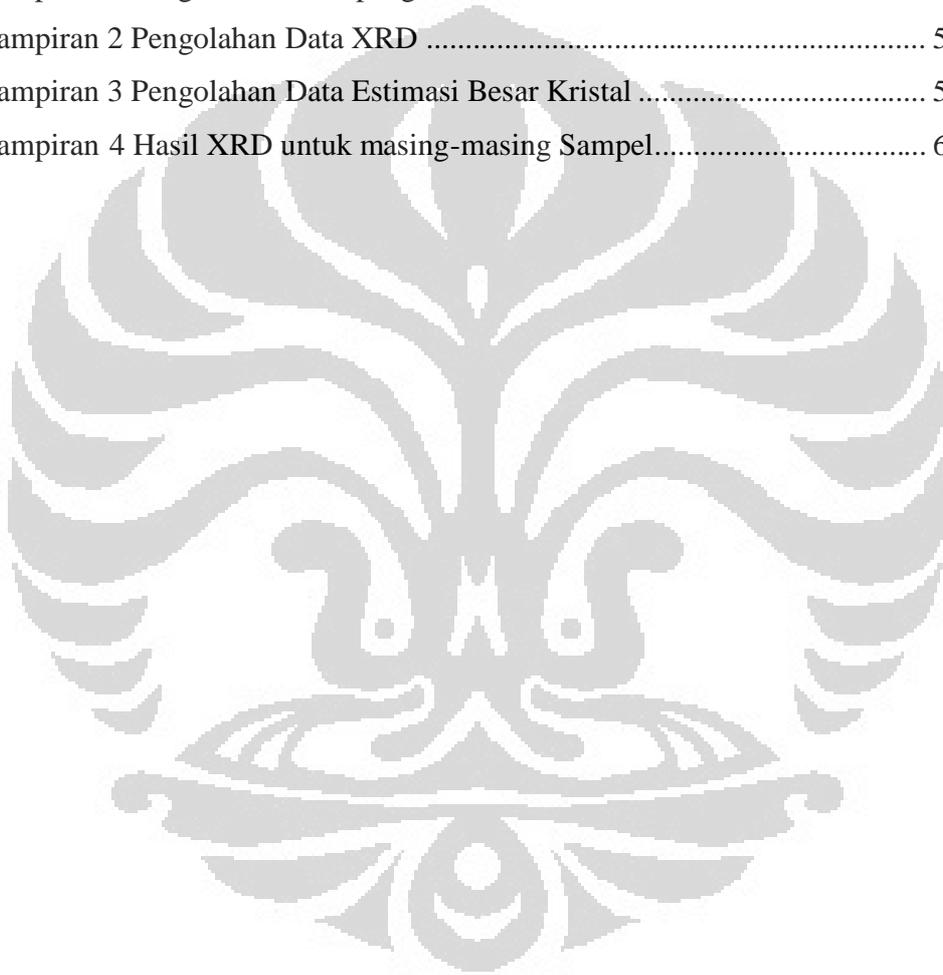
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>
UV	<i>Ultra Violet</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
PEG	<i>Polyethylene Glycol</i>
DSSC	<i>Dye Sensitized Solar Cell</i>

DAFTAR RUMUS

	Halaman
(3.1) Persamaan Scherrer	30
(4.1) Reaksi hidrolisis $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ I	31
(4.2) Reaksi hidrolisis $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ II	31
(4.3) Reaksi hidrolisis $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ III	31
(4.4) Reaksi pelarutan asam amino I	32
(4.5) Reaksi pelarutan asam amino II	32
(4.6) Reaksi ion seng dengan ion amina	32

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Pengukuran hasil pengamatan SEM.....	49
Lampiran 2 Pengolahan Data XRD	50
Lampiran 3 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal	57
Lampiran 4 Hasil XRD untuk masing-masing Sampel.....	61



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi sangat berpengaruh kepada kehidupan manusia. Perkembangan teknologi sangat dipengaruhi oleh energi sebagai pendukung kinerja perangkat teknologi. Perkembangan teknologi yang pesat, membutuhkan sumber energi yang dalam jumlah yang sangat besar. Sementara cadangan energi yang tidak dapat diperbaharui semakin berkurang akibat adanya penggunaan sumber daya energi terus menerus. Oleh karena itu, merupakan satu kebutuhan mendesak bahwa manusia harus mencari sumber daya energi baru yang prosesnya mudah diterapkan dengan biaya proses relatif murah dan efisien. Salah satu pilihan yang saat ini sedang dikembangkan energi terbarukan melalui nanoteknologi [1]. Nanoteknologi adalah ilmu yang mempelajari desain material dalam skala nanometer.

Indonesia memiliki peluang untuk mengatasi ketertinggalan dari negara lain melalui pengembangan nanoteknologi atau teknologi berskala satu per satu miliar meter. Dengan nanoteknologi, kekayaan sumber daya alam Indonesia dapat diberi nilai tambah guna memenangi persaingan global. Karena itu, negara mampu memberi nilai tambah atas kekayaan alam kita. Salah satu contohnya arang yang diekspor ke Korea dan Jepang dapat dibuat menjadi alat semikonduktor untuk membuat komputer. Pasir zirkonia, yang banyak ditemukan di Kalimantan dan diekspor, sebenarnya memiliki nilai tambah 1.000 kali lipat jika dijadikan partikel berskala nano [1].

Salah satu material logam yang dapat dimanfaatkan menjadi nanostruktur adalah unsur Zn (*Zinc*) dalam bentuk oksidanya, yaitu seng oksida. Morfologi nanomaterial ZnO sangat penting untuk penggabungan mikrosistem dan bioteknologi [2]. Saat ini para ilmuwan dan insinyur sedang melakukan riset untuk memperbaiki teknologi semikonduktor berbasis material ZnO. Material ini berpotensi untuk dikembangkan dalam aplikasi optoelektronik dan lapisan tipis *transparent conductive oxide* (TCO) seperti dalam aplikasi UV laser, UV LED

dan elektroda *solar cell* atau *photovoltaic*. Oleh karena itu material ini diprediksikan akan menggeser kejayaan material GaN dalam aplikasi optoelektronik yang sudah berkembang. Secara ekonomis, ZnO memiliki harga produksi yang lebih kecil dari GaN, sehingga menjadikan peluang ZnO semakin besar untuk menggantikan GaN [3]. ZnO pun sedang dikembangkan dalam aplikasinya sebagai pengolah limbah dalam air dengan teknik adsorpsi penyerapan sinar matahari, tetapi dapat dinyatakan saat ini, bahwa performa ZnO kurang baik dari segi penyerapan dan pendispersinya dibandingkan TiO₂.

Dalam fabrikasi nanostruktur ZnO, kontrol proses harus disiapkan dan dilaksanakan secara cermat agar morfologi kristal nanopartikel yang terbentuk menghasilkan karakteristik nanomaterial yang baik. Beberapa metode sintesis ZnO nanostruktur yang sedang dikembangkan dan diteliti adalah, teknik *spray pyrolysis*, metode *sol - gel*, metode elektrodposisi, *vapour phase transport* [3].

Salah satu pengembangan nanomaterial ZnO adalah bentuk *nanorods* yang merupakan struktur silinder yang vertikal dan berukuran sangat kecil. Struktur ZnO *nanorods* ini diyakini mampu memberikan pengaruh besar dalam kehidupan manusia dalam berbagai bidang. Selain dalam bidang kesehatan, *nanorods* juga bermanfaat dalam bidang lainnya, seperti industri, telekomunikasi [4]. Sintesis ZnO *nanorods* yang mulai diteliti adalah pembuatannya dengan menggunakan bahan-bahan alami sebagai *biotemplates*. *Biotemplates* adalah salah satu media pertumbuhan *nanorods* anorganik dengan memakai sumber dari alam seperti tulang cangkang dan putih telur. Putih telur ini telah ditemukan oleh ilmuwan-ilmuwan Cina [5] memiliki fungsi sebagai cetakan (*template*) untuk membuat *nanorods* anorganik. Penemuan *biotemplates* ini memiliki potensi yang menjanjikan dalam bidang sintesis ZnO *nanorods* karena memanfaatkan sumber daya alam yang ramah lingkungan.

1.2 Perumusan Masalah

Putih telur mempunyai potensi menjadi *template* untuk pembentukan ZnO *nanorods* karena putih telur memiliki struktur polimer yang berbentuk *globulin*. Terdapat permasalahan yang harus diperhatikan dalam pemanfaatan putih telur sebagai *biotemplates*. Pengadukan mekanis,

temperatur proses, penyaringan, pemilihan telur sebagai bahan baku, dan rangkaian formulasi bahan-bahan material pembentuk ZnO *nanorods* merupakan parameter yang harus diperhatikan dalam penelitian ini. Putih telur ini adalah bahan alam yang mudah terdegradasi atau dapat berubah oleh interaksi putih telur tersebut dengan bakteri atau temperatur sekitar sehingga perlakuan fisik dan kimiawinya juga menjadi masalah yang harus diperhatikan. Putih telur mempunyai potensi menjadi *template* untuk pembentukan ZnO *nanorods* karena putih telur memiliki struktur polimer yang berbentuk *globulin*. Mengingat pentingnya potensi di dalam nanoteknologi maka penelitian ini terfokus pada pabrikasi ZnO *nanorods* dengan menggunakan putih telur sebagai *biotemplate*.

1.3 Tujuan Penelitian

Dengan berlandaskan perumusan masalah di atas, maka penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui kelayakan penggunaan putih telur sebagai *biotemplates* untuk mensintesis ZnO *nanorods*.
2. Mengetahui pengaruh variasi temperatur kalsinasi dari 300 hingga 850°C terhadap morfologi dan ukuran nanorod ZnO.

1.4 Batasan Masalah

Permasalahan terfokus dalam mempelajari faktor-faktor yang berpengaruh terhadap pembentukan ZnO *nanorods*, baik dari segi distribusi, ukuran, maupun morfologinya. Selain itu diharapkan dengan melakukan riset ini, dapat ditemukan distribusi, ukuran, dan morfologi *nanorods* terbaik. Berikut akan dijabarkan ruang lingkup penelitian ini:

1. Proses kalsinasi

Penelitian ini lebih ditekankan pada proses kalsinasi yang dilakukan pada temperatur 300, 500, 700 dan 850°C selama 2 jam.

2. Karakterisasi ZnO *nanorods*:

- Pengamatan SEM untuk melihat morfologi dari ZnO *nanorods* dengan perbedaan temperatur kalsinasi.
- Pengujian XRD untuk mengkonfirmasi fasa dan melihat tingkat kristalinitas dari sampel.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan pada tugas akhir ini adalah:

BAB I : PENDAHULUAN

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

BAB II : TINJAUAN PUSTAKA

Menjelaskan tentang studi kelayakan putih telur sebagai *biotemplates* ZnO *nanorods*. Menjelaskan pula tentang keunikan dari material ZnO *nanorods*, sifat dan aplikasi dari material ZnO *nanorods*, reaksi kimia yang terjadi dan mekanisme pembentukan ZnO *nanorods*.

BAB III : METODE PENELITIAN

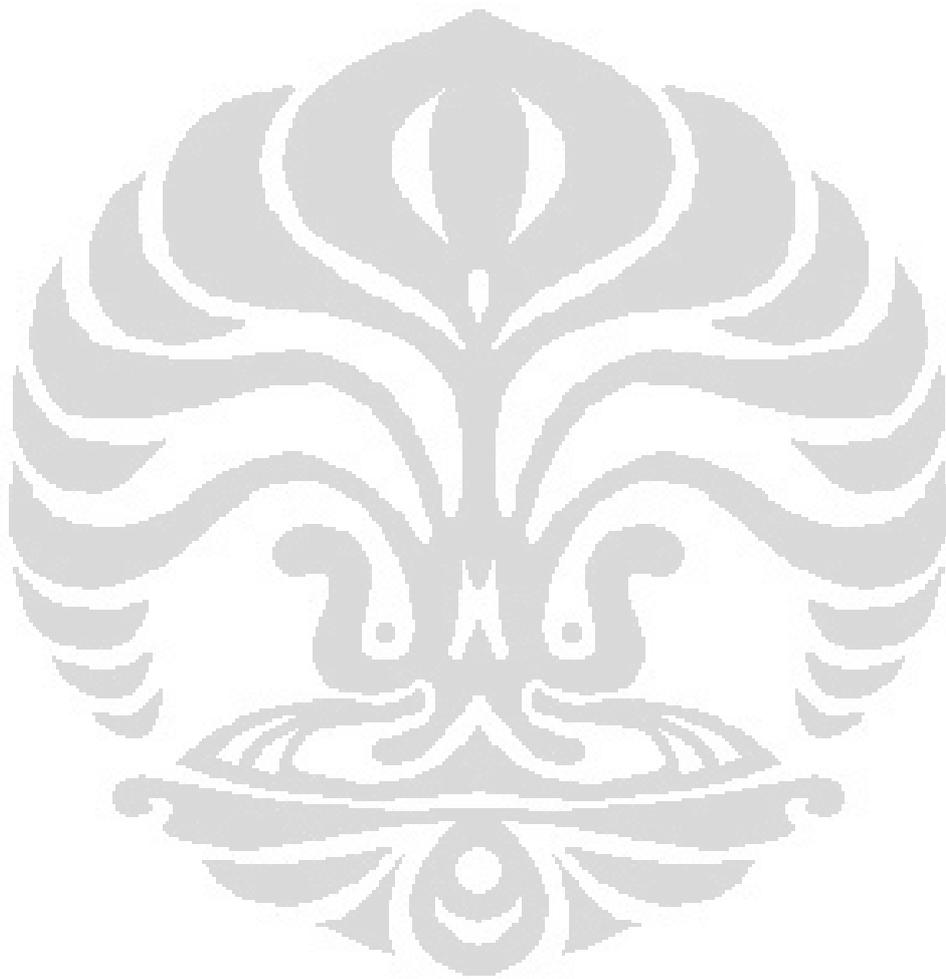
Menjelaskan tentang diagram alir penelitian, peralatan penelitian, bahan penelitian, prosedur penelitian, parameter yang divariasikan, data penelitian, dan cara pengambilan data.

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

Menjelaskan tentang hasil yang didapat selama penelitian dan menganalisisnya, terdiri dari hasil SEM dari struktur ZnO *nanorods* dengan variasi temperatur kalsinasi, serta *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui tingkat kristalinitas dari ZnO *nanorods* yang diperlakukan pada berbagai variasi temperatur kalsinasi. Kemudian dengan menggunakan rumus *Scherrer* dapat dihitung besar kristalinitasnya.

BAB V : KESIMPULAN DAN SARAN

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



BAB II DASAR TEORI

2.1 Nanoteknologi

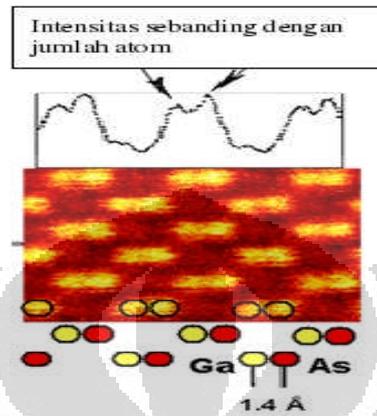
Nanoteknologi adalah ilmu yang mempelajari tentang desain, karakterisasi, produksi, dan aplikasi dari struktur, instrumen, dan sistem dengan cara mengontrol ukuran dan bentuk dalam skala nanometer yang akan menghasilkan material, instrumen, dan sistem yang mempunyai sifat yang jauh lebih baik dibandingkan material 'bulk'-nya [4]. Nanoteknologi merupakan teknologi yang dibangun dengan orde 10^{-9} m alias 0.000000009 m. Dapat dibayangkan sebuah ukuran yang sangat kecil dan hampir sama dengan ukuran diameter sebuah atom yang berkisar 0.00000000010 m atau 10^{-10} m. Jadi dalam fabrikasi dan karakterisasinya dibutuhkan alat yang juga resolusinya berskala nano. [6].

Sebagian cabang nanoteknologi juga mengadaptasi pembentukan organisme dari sel. Sel bergabung dan saling bekerjasama menjadi kumpulan sel (jaringan). Kumpulan jaringan bekerjasama menjadi organ. Kumpulan organ bekerjasama menjadi sistem organ. Kumpulan sistem organ yang bekerjasama menjadi organisme. Pada hakekatnya, kumpulan materi yang dimulai ukuran satu nano akhirnya menjadi suatu "organisme buatan" yang memiliki karakteristik tertentu.

Ukuran yang lebih kecil dari nano adalah Angstrom. 1Angstrom = 1/10 nanometer (nm). Sedangkan inti dari atom – 0.00001 nm [7]. Semua yang ada di alam semesta ini terbuat dari susunan atom. Alam telah memiliki ilmu pengetahuan yang sempurna untuk menyatukannya. Sebagai contoh, tubuh kita terdiri dari jutaan sel hidup yang tersusun secara spesifik.

Gambar 2.1 menunjukkan contoh dari gambaran mikroskopis material semikonduktor GaAs [5]. Gambar yang dihasilkan sebanding dengan jumlah atom dari Ga dan As. Terlihat dari gambar bahwa jarak sumbu pusat antara dua buah atom tersebut adalah 1.4×10^{-10} m. Dari resolusi yang dimiliki oleh *scanning* TEM/STEM sebesar 200 kV dapat dihasilkan pancaran elektron dengan panjang gelombang 0.0025 nm. Dengan demikian karakterisasi nano sekarang ini sudah

sangat maju, karena dapat terlihat struktur kristal dari material. Dengan demikian, dari alat karakterisasi tersebut diperkenalkan berbagai jenis bentuk nanostruktur, seperti : *nanotube*, *nanowire*, *nanopilar*, *nanorod*, *nanocomb*, *nanoflower* dan sebagainya.



Gambar 2.1. Skema mikroskopis material semikonduktor GaAS[5]

Gambar 2.2 menunjukkan bentuk dari material nano, yaitu *nanotube*. Disebut *nanotube* karena bentuknya seperti tabung yang dibentuk oleh rangkaian struktur kristal dalam skala nano [6].



Gambar 2.2. Carbon nanotube[5]

carbon nanotube termasuk dalam golongan nanostruktur material yang lebih dapat dikategorikan lebih spesifik sebagai *nanowire*. Karakteristik khusus dari *nanowire* adalah 1-D system, dimana elektron hanya bergerak dalam satu dimensi saja, ke depan atau belakang. Namun, konduktivitas dari *nanowire* ini biasanya rendah (lebih rendah dari material *bulk* biasa) yang disebabkan oleh adanya *edge effect* sebagai akibat adanya atom-atom yang tidak terikat secara sempurna atau bahkan tidak terikat sama sekali (*unbonded atom*) di permukaan

nanowire. Pada *carbon nanotube*, atom-atomnya terikat secara sempurna sehingga tidak ditemukan fenomena *edge effect* ini, akibatnya konduktivitas dari *carbon nanotube* tergolong tinggi beserta faktor *ballistic transport* juga tinggi [6].

Pada prinsipnya, mekanisme transport elektron di *carbon nanotube* sama seperti di *nanowire*, dan *nanorod* lainnya, yaitu melalui *channel* yang terbentuk dari kuantisasi tingkat energi elektron yang melalui *nanowire* tersebut. Hal ini disebabkan ketika terjadi *electron wavefunction confinement* pada suatu material, maka akan terjadi kuantisasi tingkat energi dari elektron, yang berakibat pada *discontinuity* pada *density of states* dari elektron. Transport elektron di *nanotube* terjadi akibat *tunneling* melalui *channel* yang terbentuk akibat perbedaan *density of states*. Dapat dinyatakan bahwa elektron tidak terlokalisasi di titik tertentu melainkan tersebar secara merata di sepanjang tabung. Umumnya, *defect* pada suatu material akan menyebabkan timbulnya lokalisasi elektron, namun pada *nanotube* hal ini tidak terjadi karena peristiwa *tunneling* di atas. Peristiwa *ballistic transport* itu sendiri terjadi ketika *wavefunction* dari elektron menjadi seragam dan setiap elektron memiliki *wavenumber* yang sama. Karena dalam *nanotube* ini terjadi *confinement wavefunction electron* maka peristiwa *ballistic transport* ini dapat terjadi sepanjang tabung [6].

2.1.1 Aplikasi Nanoteknologi

Dewasa ini, sudah banyak aplikasi nanoteknologi yang beredar dalam kehidupan manusia, pemakaiannya juga cukup luas dan aplikatif, diantaranya:

1. Tabir Surya

Kaca mata ini mengandung nanopartikel (partikel nano) dari seng oksida (ZnO) atau titanium oksida (TiO₂). Bila besar partikel dari seng oksida dalam ukuran mikron, maka akan meninggalkan bekas putih di wajah. Namun dengan ukuran pada skala nano partikel yang kecil tidak akan meninggalkan bekas keputihan.

2. *Self Cleaning Glass* (Kaca yang dapat membersihkan sendiri)

Dengan nano partikel yang memberikan efek *photocatalytic* and *hydrophilic* pada kaca tersebut maka akan diperoleh efek pembersihan

mandiri. *Photocatalytic*, yaitu ketika sinar UV menyinari kaca, sinar ini akan memberikan energi bagi nanopartikel untuk *break down* (melunturkan) molekul organik pada kaca (kotoran). *Hydrophilic*, yaitu ketika air mengenai kaca, maka nanopartikel menyebarkan air di seluruh kaca, sehingga otomatis membersihkan kaca tersebut.

3. Lapisan Antigores

Dengan penambahan nanopartikel *aluminium silicate* akan menjadikan mobil maupun kaca menjadi antigores.

4. Perban Antibakteri

Perban yang menggunakan nanopartikel dari perak. Ion perak (*Silver*) menahan pernafasan sel mikroba, yang memungkinkan luka cepat sembuh [8].

2.1.2 Masa Depan Nanoteknologi

Nanoteknologi sangat memegang peranan penting di masa depan. Ukuran yang diperkecil akan mempercepat segala reaksi dalam suatu sistem. Jika ilmu nanoteknologi terus dikembangkan, maka dunia akan memasuki era peradaban teknologi yang lebih baru dan super canggih. Salah satu contoh adalah pengembangan *nanoscopic machines*, yang disebut *assemblers*, ilmuwan dapat memprogram dan memanipulasi atom sesuai dengan yang diinginkan. Sebuah *single nanoscopic machine* membutuhkan jutaan tahun untuk merakit material yang berguna. Agar lebih cepat diperlukan jutaan *nanoscopic machine* (*assemblers*). Hal ini bisa dilakukan apabila *assemblers* bisa menduplikatkan dirinya sendiri (membentuk *duplicators*). Setelah terbentuk milyaran *assemblers*, maka dipersiapkan untuk membuat suatu obyek. Milyaran *assemblers* dan *duplicators* hanya bisa membuat obyek kurang dari 1 cm kubik, tapi dengan makin banyaknya *assemblers* dan *duplicators* dapat membentuk benda yang lebih besar dengan kemampuan yang spesial. Bahkan, kita bisa menduplikat berlian, makanan dan air [8].

Bagi kaum wanita, *nanorobots* dapat menjadi *anti aging* (pencegah penuaan). Nanorobot juga dapat membantu dalam operasi pembedahan, karena memiliki ukuran yang sangat kecil dan tajam untuk melakukan pembedahan. Bagi

ilmuwan dapat memanfaatkan *airbone nanorobots* (*nanorobots* udara) untuk mempertebal lapisan ozon. Nanorobot juga dapat menjernihkan air dan otomatis mengurangi populasi, lebih ekstrim lagi, hal ini dapat menciptakan nanopartikel yang spesifikasinya seperti minyak bumi [9].

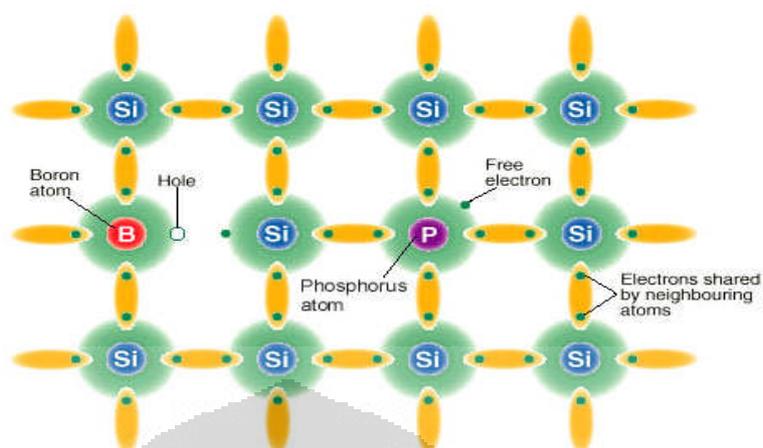
Dengan filosofi dan inovasi ini, maka ilmu nanoteknologi sangat memungkinkan akan merubah dunia serta menciptakan peradaban baru bagi manusia, baik dari segi teknologi, perekonomian, industri dan telekomunikasi.

2.2 Semikonduktor

Semikonduktor adalah sebuah bahan dengan konduktivitas listrik yang berada di antara insulator dan konduktor. Nilai konduktivitas dari sebuah semikonduktor dapat diatur dengan perubahan jumlah pengotor, temperatur dan eksitasi *optic*. Sebuah semikonduktor bersifat sebagai insulator pada temperatur yang sangat rendah, namun pada temperatur ruangan bersifat sebagai konduktor [10].

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

Salah satu alasan utama kegunaan semikonduktor adalah sifat elektroniknya dapat diatur melalui pengontrolan sifat-sifat optik dan elektronik dan mekanisnya dalam sebuah cara terkontrol dengan menambah sejumlah kecil ketidakmurnian yang disebut *doping* [8]. Ketidakmurnian ini disebut *dopant*. Mekanisme *doping* suatu material semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Mekanisme *doping* material semikonduktor [10]

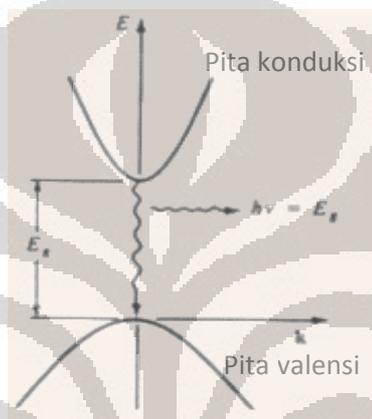
Dopant yang diberikan pada suatu semikonduktor akan mempengaruhi keelektronegatifan dari semikonduktor tersebut, apakah bersifat positif, maupun negatif. Jenis *dopant* yang dapat digunakan antara lain fosfor (P, gol VA) dan boron (B, gol. IIIA). Pada Gambar 2.3, fosfor yang mempunyai diameter atom yang hampir sama dengan silikon akan mensubsitusi atom silikon. Karena fosfor mempunyai lima tangan dan silikon hanya mempunyai empat tangan, maka untuk mencapai keseimbangan oktet, terdapat satu lubang pada atom boron. Kelebihan atom tersebut akan memunculkan sifat negatif pada ikatan tersebut.

2.3. Korelasi Energi Celah Pita dengan Nanopartikel Semikonduktor

Sebuah semikonduktor listrik dapat didefinisikan sebagai suatu material yang memiliki elektron pada dua pita energi yang terpisah oleh suatu pita tanpa keberadaan elektron. Kedua pita energi tersebut berturut-turut dari berenergi lebih rendah adalah pita valensi (pada semikonduktor terisi hampir penuh) dan pita konduksi (pada semikonduktor hampir kosong), sedangkan keadaan tanpa elektron akibat tidak ada energi yang dimungkinkan disebut celah pita. Celah pita ini besarnya berbeda-beda untuk setiap material semikonduktor, tetapi diisyaratkan tidak melebihi 3 atau 4 eV ($3 \times 1.602 \times 10^{-19}$, atau $4 \times 1.602 \times 10^{-19}$ J) yang merupakan batas bawah material disebut isolator listrik [11].

Keberadaan celah pita memberikan material semikonduktor sifat yang unik. Pada material konduktor listrik murni, konduktivitas akan menurun pada

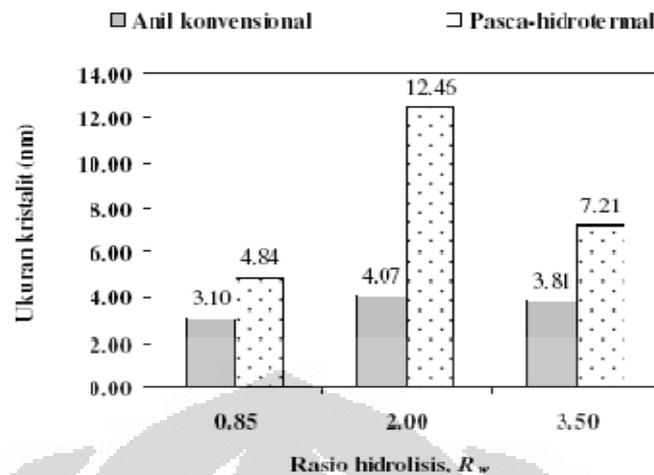
suhu yang semakin tinggi, sementara hal yang sebaliknya dijumpai pada semikonduktor-konduktivitasnya meningkat. Pada Gambar 2.4 menjelaskan bahwa elektron pada pita valensi dari suatu material dapat ‘melompat’ ke pita konduksi apabila mendapatkan energi yang menyamai atau melampaui energi celah pita (*bandgap energy*, E_g) material tersebut. Energi yang dapat ‘memindahkan’, atau lebih sering disebut mengeksitasi, elektron tersebut dapat berasal dari sumber seperti gelombang elektromagnetik lainnya. Sifat ini dimanfaatkan pada sel surya berbahan dasar semikonduktor [11].



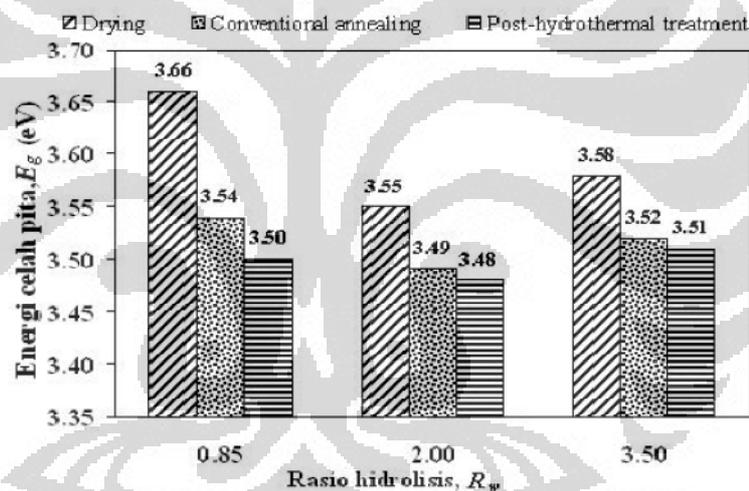
Gambar 2.4. Skematis pita energi dalam semikonduktor [11]

Saat ini telah dikembangkan sel surya generasi baru yang dikenal dengan sel surya tersensitasi zat pewarna (*Dye Sensitized Solar Cell*, DSSC). Lapisan semikonduktor oksida yang paling sering digunakan dalam struktur DSSC adalah titanium dioksida (TiO_2), karena material ini memiliki energi celah pita yang besar ($>3,00$ eV) sehingga mampu menyerap energi foton pada sebagian besar spektrum cahaya matahari. Selain itu material-material lain yang juga dapat digunakan untuk lapisan oksida DSSC antara lain ZnO , CdSe , CdS , WO_3 , Fe_2O_3 , SnO_2 , Nb_2O_5 , dan Ta_2O_5 [12].

Investigasi yang telah dilakukan oleh Yuwono, *dkk* [12] terkait dengan DSSC memperlihatkan hubungan korelasi antara besar ukuran kristalit dengan energi celah pita yang dihasilkan. Gambar 2.4 dan Gambar 2.5 memperlihatkan bahwa semakin besar ukuran kristalit, maka energi celah pita dari nanopartikel dalam hal ini TiO_2 semakin rendah.



Gambar 2.5. Hasil estimasi ukuran kristalit dengan persamaan Scherrer untuk sampel serbuk TiO₂ hasil proses sol-gel dengan variasi rasio hidrolisis R_w 0,85, 2,00 dan 3,50 pada kondisi anil dan pasca-hidrotermal [12].



Gambar 2.6. Hasil estimasi energi celah pita (E_g) sampel serbuk nanopartikel TiO₂ hasil proses sol-gel dengan variasi rasio hidrolisis R_w 0,85, 2,00 dan 3,50, pada kondisi pengeringan (*drying*), anil konvensional (*conventional annealing*) dan pasca-hidrotermal (*post-hydrothermal treatment*) [12].

2.4. ZnO Nanorods

ZnO adalah material semikonduktor yang menghasilkan *luminescence* biru sampai hijau-kuning yang cukup efisien [13]. Sifat ini menjadikan ZnO sebagai material yang sangat potensial bagi pengembangan sumber cahaya putih (*white light sources*). ZnO juga merupakan material yang sangat efisien bagi pengembangan fosfor tegangan rendah dan peraga *fluoresent* vakum serta peraga medan emisi (*field emission display*, FED) [14].

ZnO adalah salah satu material yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi mengacu pada sifat mekanisnya seperti, sifat katalitik, elektrik, optoelektronik, dan *photochemical* [15]. Berdasarkan sifat-sifat tersebut, penelitian untuk membuat alat-alat yang berbasis semikonduktor seperti pada *microwave absorber, light emitting diode, optical device, solar cell*, dan lain-lain sedang gencar dilakukan oleh para peneliti [15].

ZnO merupakan semikonduktor golongan II-VI yang memiliki nilai energi celah pita yang tinggi, yaitu, 3,37 eV dan *excitation binding* energi yang kuat, yaitu 60 meV. Nilai tersebut merupakan yang tertinggi dibandingkan dengan material nanostruktur dimensi satu (1-D) lainnya [16]. Beberapa bentuk kristal ZnO yang berhasil ditemukan antara lain, yang berdimensi satu (1-D) *rod, tube, wire*, dan *nail*, berdimensi dua (2-D) *sheet, hexagon, tower*, dan *comb*, dan berdimensi tiga (3-D) *flower* [16].

Jika partikel ZnO direduksi dibawah 6 nm, pergeseran spektrum emisi luminesens ke daerah yang memiliki panjang gelombang lebih kecil sebagai akibat “*quantum confinement*” *electron* dan *hole* dalam volume terbatas teramati. Puncak dari spektrum emisi *luminescence* tersebut terletak pada daerah berwarna biru (kurang dari 470 nm) jika diameter partikel kurang dari 3 nm. Kristal ZnO yang sangat besar (*bulk*) memancarkan spektrum luminesens dengan puncak berada pada panjang gelombang sekitar 550 nm. Partikel ZnO dengan diameter 10 nm ke atas sudah memperlihatkan sifat *luminescence* material *bulk*, yaitu puncak spektrumnya terletak pada panjang gelombang sekitar 550 nm. Dengan demikian, jika ingin mensintesis partikel ZnO dengan diameter bervariasi antara 3 nm hingga 10 nm, maka berbagai warna spektrum emisi *luminescence* dapat dihasilkan [17]. Besarnya ukuran kristalit ZnO sangat berpengaruh pada sifat *luminescence* material ZnO tersebut. Makin besar suatu ukuran kristalit dalam ZnO nanorods, maka energi eksitasi celah pita menjadi semakin kecil sehingga panjang gelombang (λ) semakin besar. Hal ini berhubungan dengan sifat absorbansi dari material ZnO *nanorods*. Oleh karena itu, pengontrolan struktur dari ZnO *nanorods* merupakan langkah awal yang penting dalam menciptakan *nanodevice* dan aplikasi lainnya.

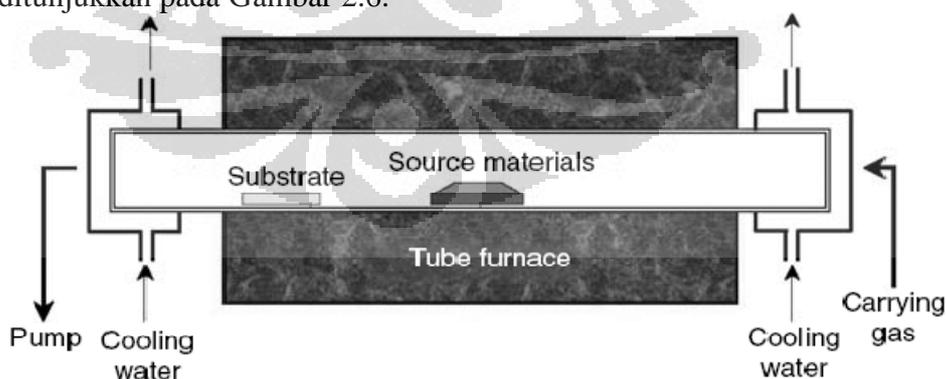
2.5. Metode Sintesis ZnO Nanorods

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

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

2.5.1. Thermal Evaporation

Thermal evaporation adalah salah satu cara fabrikasi material nanostruktur yang paling populer dan berhasil dalam fabrikasi *nanobelts*, dan *nanowire* dengan berbagai karakteristik. Basis dari proses ini adalah mensublimasi material sumber ke dalam berbentuk bubuk pada temperatur tinggi dan deposisi bubuk tersebut pada substrat untuk menghasilkan bentuk nanostruktur yang diinginkan. Proses ini seperti ditunjukkan pada Gambar 2.6.



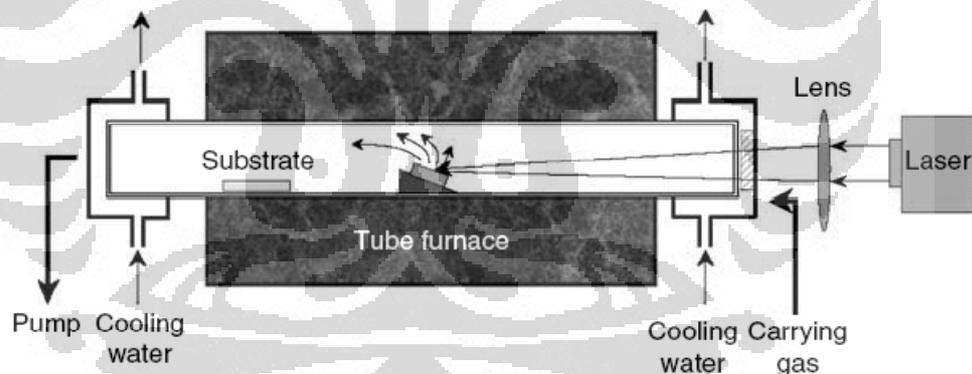
Gambar 2.7. Skema proses *Thermal Evaporation* [19]

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 [20].

2.5.2 Laser Ablation – Assisted CVD

Metode ini merupakan salah satu metode yang cukup efektif dalam menciptakan struktur nano dalam satu dimensi (1-D) [20], terutama pada semikonduktor. Pada metode *laser ablation*, deposisi terjadi secara dua dimensi, dimana target diletakkan pada bagian atas dari tube mengakibatkan sistem ini menggunakan kombinasi dari *pulse laser* dan *thermal evaporation* dengan beberapa modifikasi, seperti terlihat pada Gambar 2.7. Material sumber (*source material*) dilekatkan ke alumina krusibel dengan sudut 45° terhadap sinar laser.



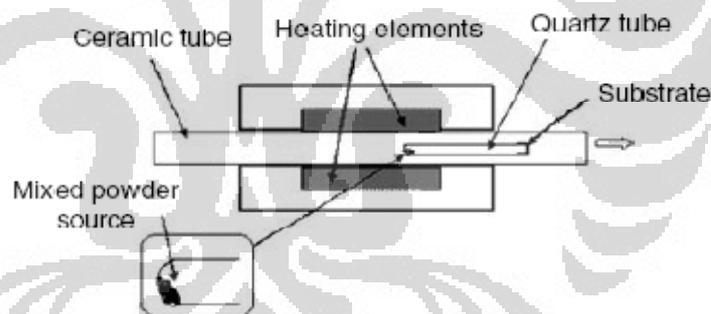
Gambar 2.8. Skema proses *Laser ablation – assisted CVD* [20]

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

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

2.5.3 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 evaporisasi pada material dasar untuk disublimkan pada material substrat di bawah pengaruh aliran gas inert. Metode ini akan menghasilkan ZnO nanostruktur melalui evaporasi bubuk Zn, atau campuran antara Zn dengan material lain, seperti Se, maupun campuran antara ZnO dengan grafit, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.9. Skema proses PVD [19]

Pada proses sintesis tersebut, uap dari material basis akan diarahkan ke substrat dengan bantuan gas argon, atau campuran antara gas argon dengan oksigen dan hidrogen. 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 *nanowire* 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 [21].

2.5.4 Metode Kimiawi Basah

Perkembangan teknologi *sol-gel* disebabkan oleh keluhan teknologi *solid state reaction* yang lebih dahulu ditemukan dalam proses produksi refraktori. Teknologi *solid state reaction* membutuhkan temperatur proses yang lebih tinggi sebagaimana proses sintesis hanya dapat berlangsung melalui mekanisme sintering dan pelelehan. Oleh karenanya dibutuhkan teknologi yang hanya menggunakan temperatur sintesis yang rendah. Teknologi *sol-gel* adalah jawaban yang ditawarkan terhadap masalah tersebut [22].

Pada bidang nanoteknologi, *sol-gel* merupakan salah satu metode yang dapat digunakan karena semua produk hasil reaksinya akan mengandung nanopartikel atau nanokomposit. Akhirnya metode ini memegang peranan penting dalam usaha pengembangan nanoteknologi modern dalam usaha menciptakan material-material baru [23].

Keistimewaan utama dari teknologi *sol-gel* adalah kemampuan untuk mengontrol mekanisme dan kinetika dari tiap-tiap tahapan reaksi kimia yang terjadi. Dengan kata lain, pengontrolan dan modifikasi setiap tahapan dalam teknologi *sol-gel* dapat mempengaruhi bentuk akhir dari material yang dihasilkan. Perubahan struktur dan fasa yang dapat terjadi merupakan hal yang terus dibahas dan dikembangkan melalui percobaan laboratorium yang terus menerus [22]. karena hingga saat ini belum ditemukan pemahaman yang menyeluruh dan konsisten tentang kontrol proses *sol-gel* tersebut [23].

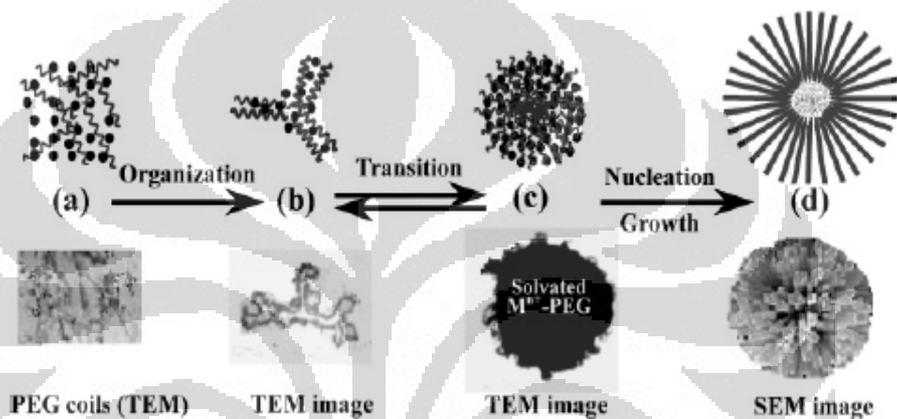
Metode *sol-gel* merupakan alternatif yang menarik dibandingkan metode lain yang telah dikembangkan sebelumnya dalam proses sintesis keramik karena banyak alasan, yaitu temperatur sintesis yang rendah, peralatan yang digunakan sederhana, proses yang sederhana, dan kemudahan dalam mengontrol setiap tahapan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

2.5.4.1 Fungsi Template pada Pembentukan ZnO nanorods

Pada penelitian sebelumnya, yang telah dilakukan oleh Dharma[4] menggunakan prekursor yaitu $(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$, NH_4OH dengan variasi penambahan PEG, berhasil mensintesis ZnO nanorods dari kadar PEG (*Poly Ethylene Glycol*) [4]. Penambahan kadar PEG ini berfungsi sebagai *templates*.

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

Secara umum, mekanisme yang terjadi pada proses *sol-gel*, dalam kasus ini antara garam logam dan PEG adalah seperti ditunjukkan pada Gambar 2.9 berikut



Gambar 2.10. Mekanisme pertumbuhan *nanorods* pada metode *sol-gel* [4]

Interaksi antara garam logam dan PEG akan membentuk rantai yang akan berubah menjadi *microglobule*, yang akan bertindak sebagai *template*, bertugas untuk mengarahkan pertumbuhan untuk membentuk organisasi struktur *nanorods* [4]. Proses *sol-gel* yang digunakan adalah metode Pechini yang merupakan salah satu metode sintesis bubuk oksida yang sangat populer dimana prekursor yang dihasilkan berasal dari reaksi antara garam logam, *ethylene glycol* atau *citric acid* dengan perlakuan panas pada suhu rendah.

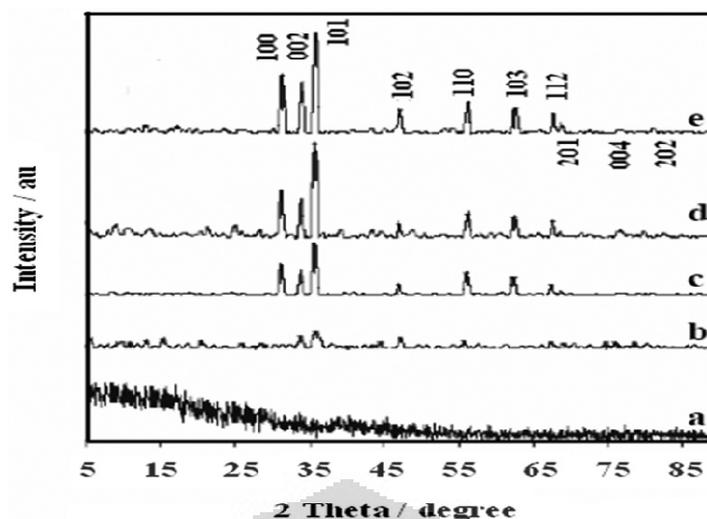
Selain PEG, terdapat pula *template* dari bahan-bahan alami. *Template* dari bahan-bahan alami tersebut dikenal dengan istilah *biotemplates*. *Biotemplates* adalah salah satu media pertumbuhan *nanorods* anorganik dengan memakai sumber dari alam seperti tulang cangkang dan putih telur. Putih telur ini telah ditemukan oleh ilmuwan-ilmuwan Cina[24] memiliki fungsi sebagai cetakan (*template*) untuk membuat *nanorods* anorganik.

2.5.4.2 Putih Telur (*albumen*) sebagai Biotemplates Pembentuk ZnO Nanorods

Penelitian tentang kemampuan putih telur sebagai *biotemplate nanorods* telah banyak diteliti. Baoyou Geng dan rekan-rekannya membuat tabung-nano magnetit (Fe_3O_4) dalam sebuah larutan putih telur [24]. Protein putih telur yang memiliki afinitas tinggi untuk ion-ion logam akan membentuk kompleks-kompleks organik-anorganik dengan Fe(III). Kompleks-kompleks ini selanjutnya berkumpul membentuk helaian-helaian nano, sebuah proses yang menghasilkan panas. Peningkatan suhu dapat merusak ikatan hidrogen dan ikatan peptida-besi sehingga besi oksida terpisah dari *template* putih telur. Helaian-helaian besi oksida kemudian menggulung membentuk tabung-tabung nano berongga [24].

Penggunaan protein dari tulang dan cangkang sebagai *template* telah banyak dikenal, tetapi kebanyakan memerlukan metode yang rumit dan memakan banyak waktu untuk membuat *template* biologis. Geng [24] menjelaskan bahwa metode baru mereka menggunakan *template* protein yang murah dan mudah didapat. [24].

Pemanfaatan putih telur sebagai *biotemplate* juga diterapkan oleh Fatemeh Naourozi dan Faezeh Farzaneh [25]. Dalam sintesis ini digunakan prekursor seng asetat. Prosesnya cukup sederhana, 15 gram putih telur ditambahkan secara perlahan lahan ke dalam larutan seng asetat (25 mmol). Kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu yaitu 400, 500, 600, 700°C selama tiga jam. Bentuk *nanorods* yang baik didapatkan pada suhu kalsinasi sebesar 700°C. Dari hasil pengamatan SEM, hasil sintesis pada riset ini menyerupai serat sikat gigi. Tingkat kristalinitas yang dihasilkan pada suhu 700°C dinilai cukup tinggi, terlihat dari Gambar 2.10 hasil pengujian memakai XRD.



Gambar 2.11. Tingkat kristalinitas hasil riset: (a). preparasi Zn(II)/ putih telur sebelum kalsinasi, dan kalsinasi pada temperatur: (b) 400, (c) 500, (d) 600 dan (e) 700 °C , dalam satu atmosfer, selama 3 jam[25]

Dari eksperimen yang dilakukan dapat diasumsikan bahwa makin tinggi temperatur kalsinasi maka makin tinggi pula tingkat kristalinitas yang terbentuk [24]. Proses kalsinasi adalah proses pemanasan suatu benda hingga temperaturnya tinggi, tetapi masih di bawah titik leburnya yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan yang dapat menguap [26]. Dilihat dari proses sintesisnya, bahan-bahan yang digunakan tidak banyak. Prekursor yang digunakan adalah seng asetat dengan putih telur sebagai *biotemplate*. Putih telur merupakan bahan yang ramah lingkungan dan juga mudah didapat. Penggunaan bahan – bahan yang ramah lingkungan seperti putih telur merupakan nilai tambah dari eksperimen ini. Hanya proses kalsinasi yang memerlukan suhu yang cukup tinggi sebesar 700°C menjadi kekurangan dalam eksperimen ini ditinjau dari segi fabrikasinya. Putih telur mengandung sebagian besar albumin. Albumin ini adalah salah satu fraksi protein yang mempunyai afinitas terhadap logam yang begitu tinggi dan akan membentuk presipitat ketika ditambahkan ke larutan yang mengandung ion logam. Putih telur dalam eksperimen ini berfungsi sebagai *biotemplate*, atau cetakan untuk membentuk ZnO *nanorods*. Tujuan kalsinasi pada eksperimen tersebut untuk menghasilkan tingkat kristalinitas yang tinggi pada ZnO *nanorods*. Riset ini ingin membuktikan bahwa makin tinggi temperatur kalsinasi yang dilakukan, maka terbentuknya *nanorods* juga semakin banyak, serta makin tinggi pula tingkat kristalinitas yang dihasilkan [25].

Protein pada putih telur merupakan suatu polipeptida dengan BM yang sangat bervariasi dari 5.000-1.000.000 karena molekul protein yang besar, protein sangat mudah mengalami perubahan fisik dan aktifitas biologisnya. Banyak reagensia yang menyebabkan perubahan sifat alamiah dari protein seperti panas, asam, basa, *solvent organik*, garam, logam berat, radiasi sinar radioaktif [26].

Protein yang terdapat dalam putih telur mudah mengalami perubahan-perubahan, antara lain:

1. Dapat terdenaturasi oleh perlakuan pemanasan.
2. Dapat terkoagulasi atau mengendap oleh perlakuan pengasaman.
3. Dapat mengalami dekomposisi atau pemecahan oleh enzim-enzim proteolitik.
4. Dapat bereaksi dengan gula reduksi, sehingga menyebabkan terjadinya warna coklat.

Denaturasi protein dapat diartikan suatu perubahan atau modifikasi terhadap struktur sekunder, tersier dan kuartener molekul protein tanpa terjadinya pemecahan ikatan-ikatan kovalen. Denaturasi dapat diartikan suatu proses terpecahnya ikatan hidrogen, interaksi hidrofobik, ikatan garam dan terbukanya lipatan atau rantai molekul protein [27].

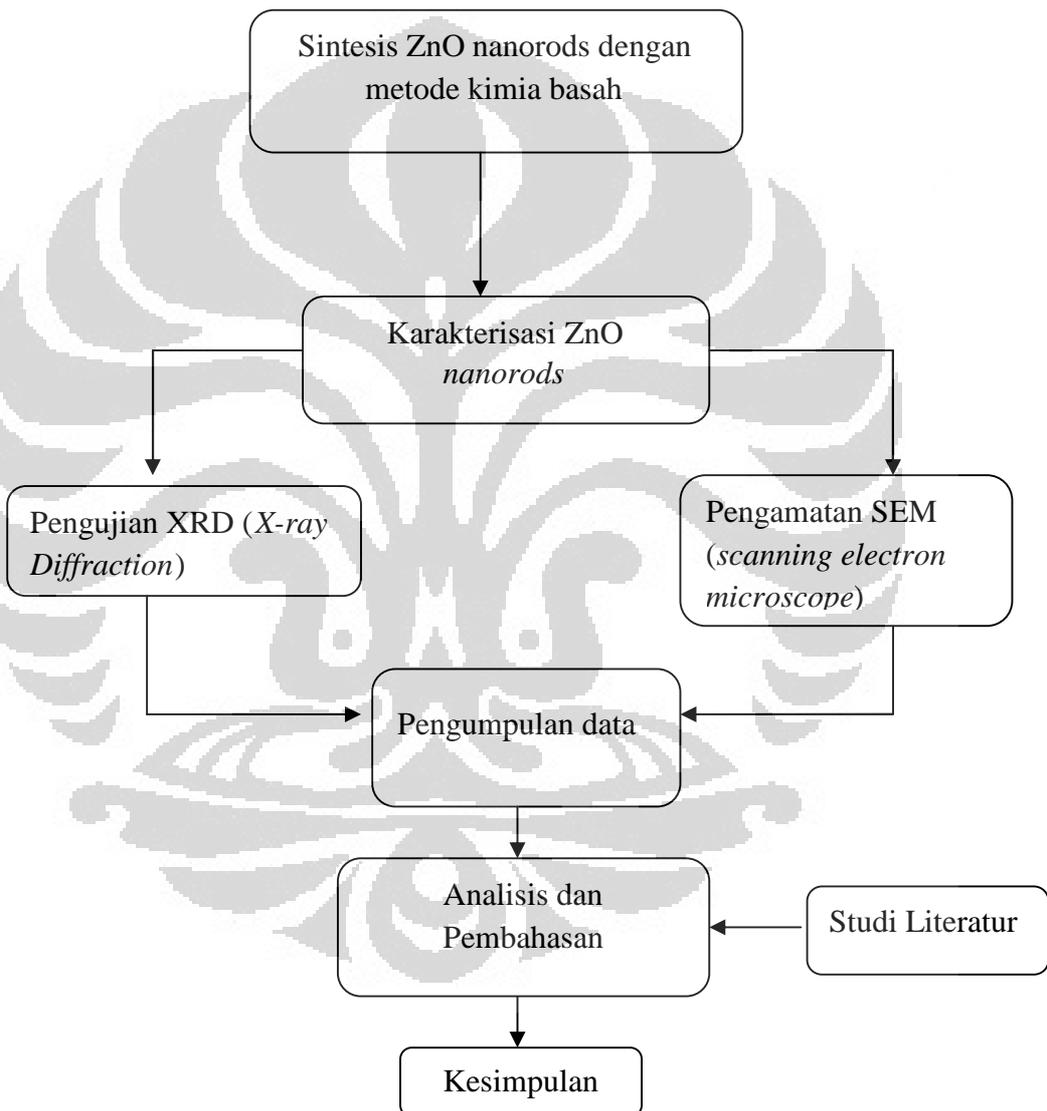
Garam logam berat dapat mendenaturasi protein seperti asam dan basa. Garam logam berat umumnya mengandung Hg^{+2} , Pb^{+2} , Ag^{+1} , TI^{+1} , Cd^{+2} dan logam lainnya dengan berat atom yang besar. Reaksi yang terjadi antara garam logam berat akan mengakibatkan terbentuknya garam protein-logam yang tidak larut [28].

Protein akan mengalami presipitasi bila bereaksi dengan ion logam. Pengendapan oleh ion positif (logam) diperlukan pH larutan diatas p_i karena protein bermuatan negatif, pengendapan oleh ion negatif diperlukan pH larutan dibawah p_i karena protein bermuatan positif. Ion-ion positif yang dapat mengendapkan protein adalah; Ag^+ , Ca^{++} , Zn^{++} , Hg^{++} , Fe^{++} , Cu^{++} dan Pb^{++} , sedangkan ion-ion negatif yang dapat mengendapkan protein adalah; ion salisilat, triklorasetat, piktrat, tanat dan sulfosalisilat [26]. Dengan fenomena inilah yang dapat dijadikan prinsip dasar bahwa putih telur dapat membentuk ZnO nanostruktur.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini menggunakan tehnik pengendapan kimia basah. Secara sistematis dapat dilihat pada Gambar 3.1 diagram alir di bawah ini.



Gambar 3.1 Skema sintesis dan karakterisasi ZnO Nanorods

3.2 Alat dan bahan

a. Alat

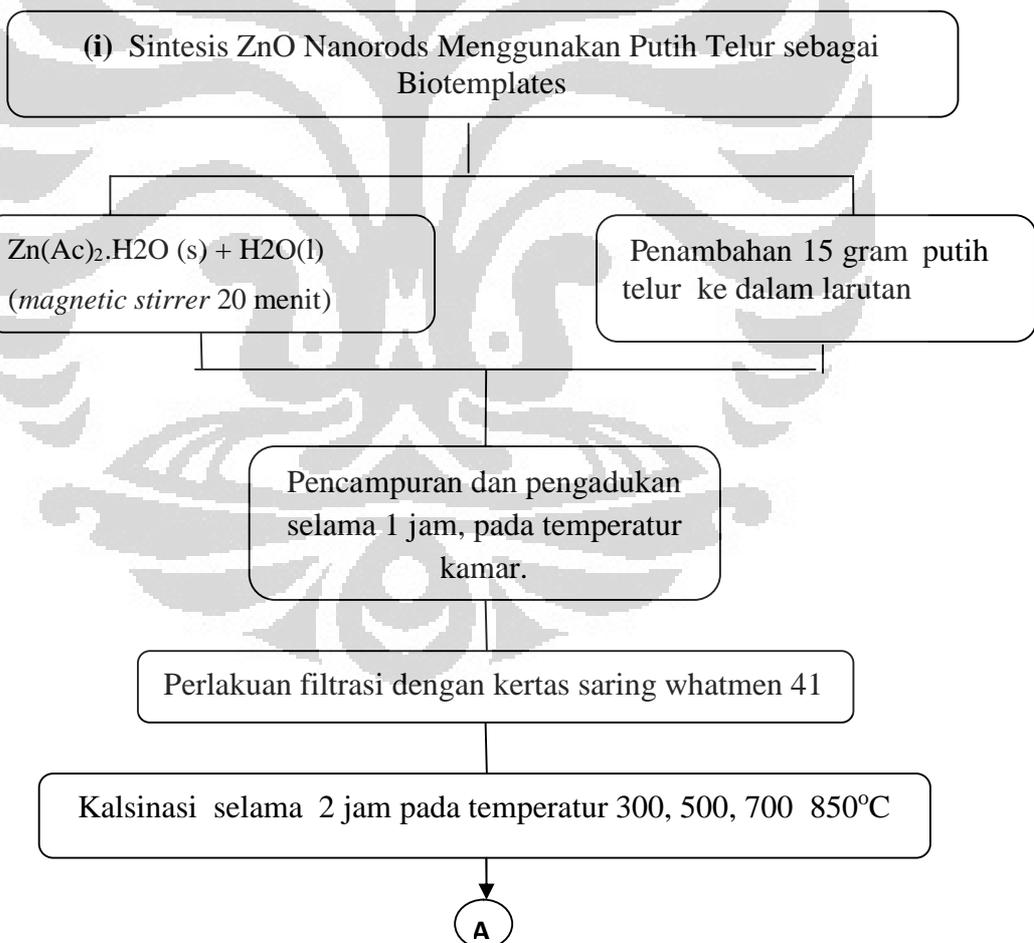
- Alat-alat yang digunakan adalah: *beaker glass*, gelas ukur, kertas timbang, spatula, kertas saring Whatmen 41, corong, cawan krusibel, tong krusibel, *furnace*, *erlenmeyer*, *magnetic stirrer*, kertas pH indikator

b. Bahan

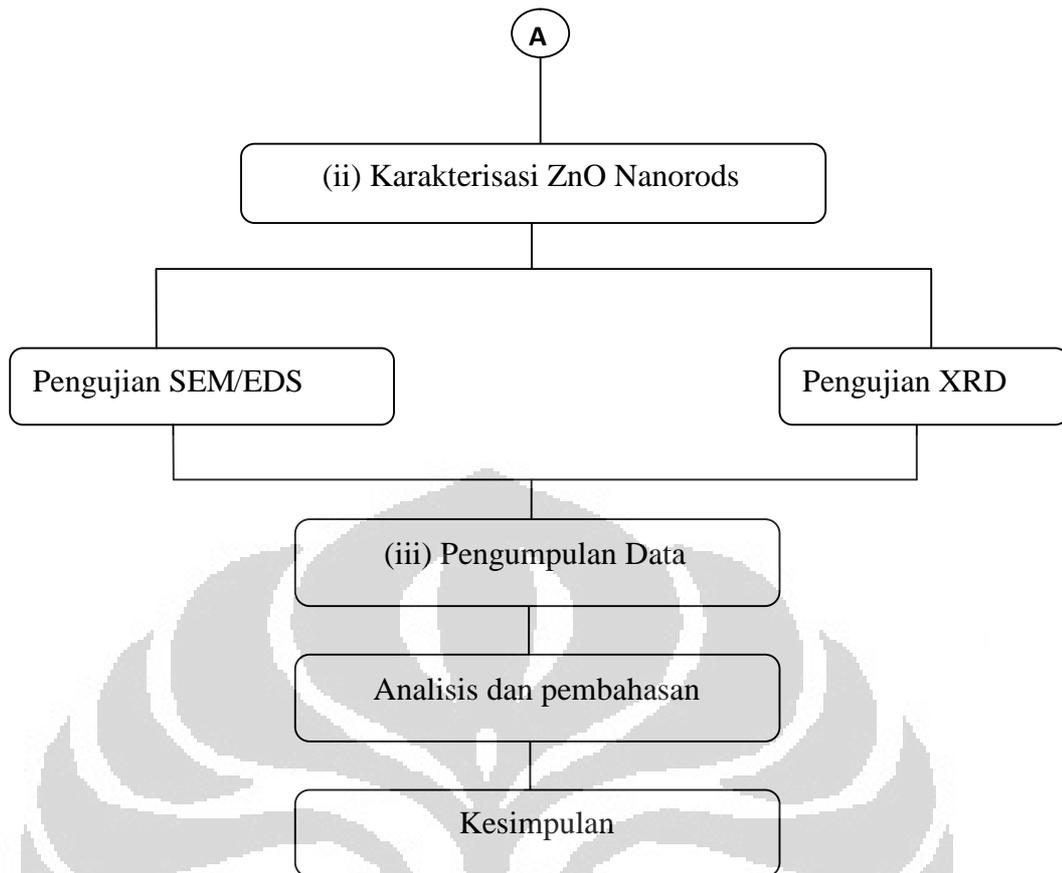
- Bahan bahan yang digunakan yaitu: putih telur ayam negeri, seng asetat [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] (*Alldrich*), air distilasi.

3.3 Prosedur Penelitian

Secara skematis prosedur penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Skema sintesis dan karakterisasi ZnO Nanorods



Gambar 3.2 Skema sintesis dan karakterisasi ZnO Nanorods (lanjutan)

3.3.1 Sintesis ZnO Nanorods

Pada penelitian sintesis ZnO nanorods ini menggunakan teknik pengendapan kimia basah. Tahapan-tahapan penelitian ini adalah:

1. Persiapan bahan albumen (putih telur) dan larutan seng asetat

- Albumen (putih telur) yang berasal dari telur ayam negeri ditimbang sebanyak 15 gram menggunakan neraca analitik. Kemudian dimasukkan ke dalam *beaker glass*. (A)
- Menimbang seng asetat $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ (Alldrich) sebesar 5.5 gram menggunakan neraca analitik, Lalu dilarutkan dalam air distilat 20ml di dalam *beaker glass*. Lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 60°C selama 10 menit (B). Temperatur diturunkan sampai temperatur kamar.



Gambar 3.3 Neraca analitik

2. Pencampuran dan pengadukan

Putih telur dalam *beaker glass* A dimasukkan secara perlahan-lahan ke dalam *beaker glass* B (yang berisi larutan seng asetat.). Proses ini dilakukan pada temperatur ruang dan waktu pengadukan selama 20 menit dengan kecepatan pengadukan dalam skala lima pada *stirrer plate* (seperti pada Gambar 3.4). setelah 20 menit, campuran tersebut dituang ke dalam corong untuk dilakukan penyaringan.

Gambar 3.4 *Stirrer Plate*

3. Perlakuan penyaringan (filtrasi)

Perlakuan filtrasi menggunakan corong dan kertas saring dalam temperatur ruang selama kurang lebih empat hari seperti terlihat pada Gambar 3.5 . Pada tahap ini dilakukan penyaringan dengan tujuan memisahkan zat padat terlarut dengan zat padat tersuspensi. zat padat terlarut merupakan zat padat yang dapat melewati kertas saring berpori dengan ukuran tertentu, sedangkan zat padat tersuspensi merupakan zat padat yang tertahan pada kertas saring tersebut. Kertas saring yang digunakan sebagai filtrasi adalah kertas saring Whatmen 41. kertas saring ini mempunyai ukuran pori berkisar $0.7 \mu\text{m}$, dan terbuat dari bahan borosilikat.

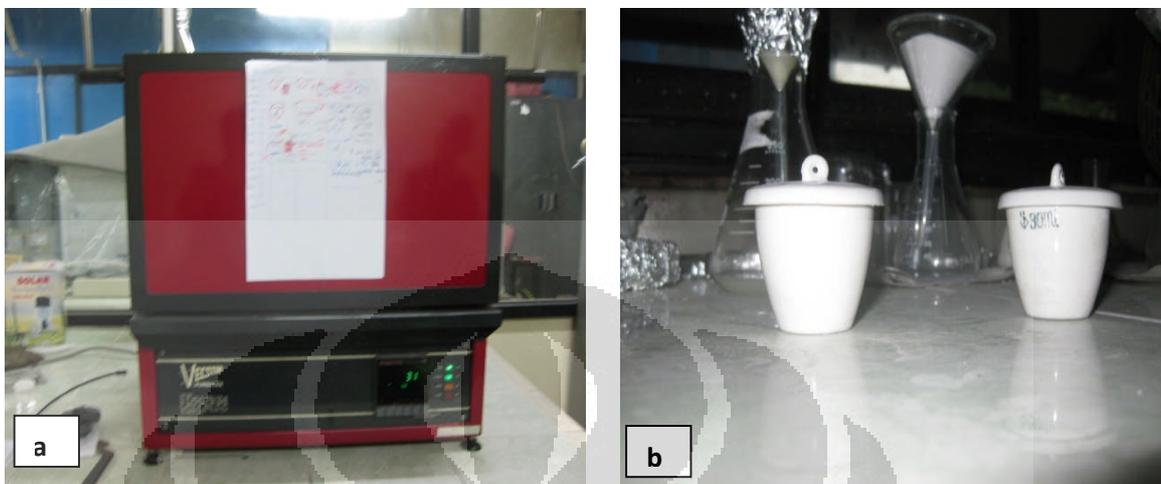
Proses penyaringan ini membutuhkan waktu selama empat hari untuk mendapatkan endapan yang secara menyeluruh terpisah dari larutannya. Selama proses penyaringan, endapan ditutup dengan aluminium foil untuk mencegah kontaminasi dari bakteri dan zat-zat pengotor dari udara luar.

Setelah larutan secara menyeluruhnya terpisah, endapan tersebut secara perlahan-lahan diambil menggunakan spatula. Teknik pengambilan endapan pun harus dengan hati-hati agar terhindar dari kontaminasi bahan kertas saring yang digunakan. Kemudian dimasukkan ke dalam cawan krusibel untuk selanjutnya dilakukan proses kalsinasi.



Gambar 3.5 Proses penyaringan sampel menggunakan corong dan kertas saring Whatmen 41

4. Proses kalsinasi



Gambar. 3.6a. Dapur kalsinasi , 3.6b. Cawan krusibel

Sampel yang berada di dalam cawan krusibel dimasukkan ke dalam dapur kalsinasi (Gambar 3.6a) dan dilakukan proses kalsinasi. Proses kalsinasi ini dilakukan pada temperatur 300, 500, 700°C selama 2 jam. Setelah 2 jam, temperatur diturunkan ke 60°C untuk dikarakterisasi.

Untuk sampel yang tidak dikalsinasi disebut dengan **sampel A**, sampel yang dikalsinasi pada suhu 300°C disebut **sampel B**, sampel yang dikalsinasi pada suhu 500°C disebut dengan **sampel C** dan sampel yang dikalsinasi pada suhu 700°C disebut dengan **sampel D** dan sampel yang dikalsinasi pada suhu 850°C disebut **sampel E** seperti ditunjukkan pada Tabel 3.1 di bawah ini.

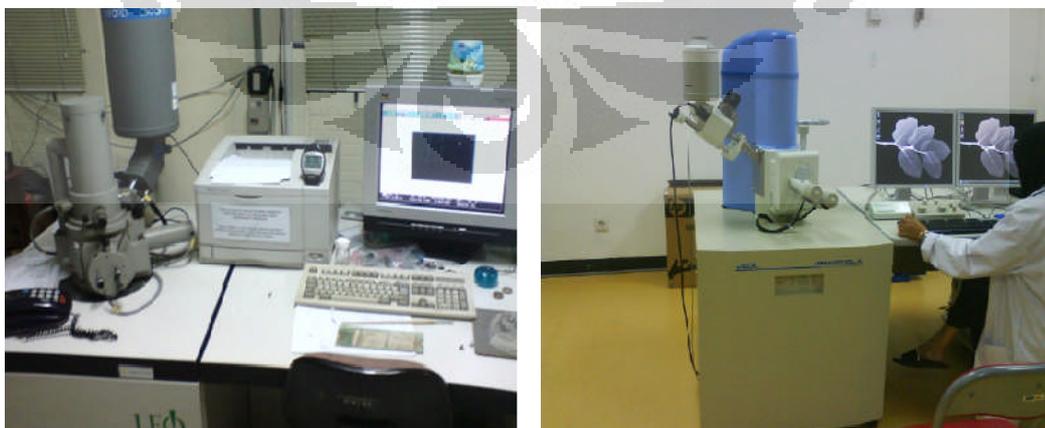
Tabel 3.1 Kodifikasi tiap sampel

Sample	Kondisi
A	Tanpa kalsinasi
B	Kalsinasi 300°C
C	Kalsinasi 500°C
D	Kalsinasi 700°C
E	Kalsinasi 850°C

3.4 Karakterisasi Mterial

3.4.1. Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM)

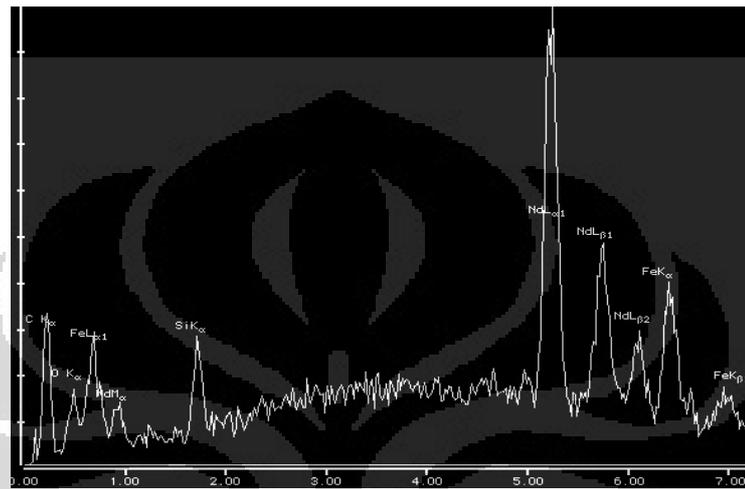
Pengujian SEM menggunakan SEM *LEO 420i* milik Departemen Metalurgi dan Material Universitas Indonesia serta menggunakan SEM-EDX tipe JED -2300 Analysis Station JEOL milik laboratorium Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) Serpong seperti yang terlihat pada Gambar 3.7. Mikroskop pemindai elektron (SEM) digunakan untuk studi lengkap morfologi permukaan sel (atau struktur jasad renik lainnya), dan obyek diamati secara tiga dimensi. Contoh foto sampel menggunakan SEM dapat dilihat pada Gambar 3.8. Pada SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut dipindai dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor CRT (*cathode ray tube*). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar bisa dilihat. Agar dapat mengamati sampel hasil proses sintesis dan kalsinasi dengan baik, diperlukan persiapan sampel dengan melakukan fiksasi, yang bertujuan untuk agar tidak mengubah struktur serbuk yang akan diamati, fiksasi dapat dilakukan dengan menggunakan senyawa perekat karbon. Setelah itu sampel baru dapat dimasukkan kedalam *chamber*. Untuk mendapatkan hasil yang bagus maka dibutuhkan pengaturan perbesaran dan kontras gambar.



Gambar 3.7 Alat Pengujian SEM

3.4.2 Pengujian EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*)

Pengujian EDS ini merupakan fitur lain dari SEM. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui unsur elemen apa saja yang ada di dalam sampel secara kualitatif maupun kuantitatif. Contoh hasil EDS dapat dilihat pada Gambar 3.8 di bawah ini.



Gambar 3.8. Hasil EDS

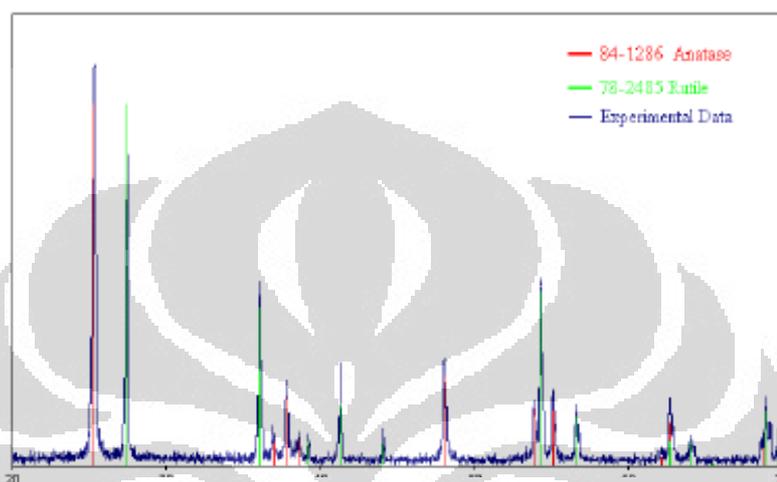
3.4.3. Pengujian XRD (*X-ray Diffractometer*)

Pengujian XRD dilakukan di Universitas Islam Nasional –Ciputat. Menggunakan mesin XRD merk Maxima-x produk Shimadzu dengan radiasi monokromatik Cu K α ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) seperti ditunjukkan Gambar 3.9 di bawah ini:



Gambar 3.9. Alat Uji XRD

Uji XRD dilakukan kepada keempat sampel dengan variasi temperatur kalsinasi. Tujuan pengujian ini untuk mengidentifikasi jenis fasa serta ukuran rata-rata hasil sintesis. Data yang terbaca oleh XRD dapat ditampilkan ke dalam suatu grafik intensitas terhadap besar sudut 2θ , sebagaimana yang diilustrasikan pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10 Contoh grafik hasil uji XRD

Dengan membandingkan grafik hasil sintesis melalui uji XRD dengan grafik bank data *American Mineralogist Crystal Structure Database* (AMCSD) revisi no 17273, 04 Juni 2011 *card no.* [96-900-4181;96-900-4182], maka dapat dipastikan jenis fasa yang dihasilkan pada reaksi pembentukan, teknik XRD juga dapat menentukan besar kristalit hasil sintesis dengan menggunakan persamaan *Scherrer*:

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

Dimana D adalah ukuran diameter kristalit; k adalah konstanta proporsionalitas (0.9); λ adalah panjang gelombang dari difraksi X-ray yang digunakan ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) β adalah lebar keseluruhan dari puncak difraksi maksimum (*full width at half maximum, FWHM*) dan θ adalah sudut *Bragg* yang terbaca oleh mesin XRD. Puncak-puncak yang dihasilkan pada pengujian XRD terhadap sampel hasil sintesis akan digunakan untuk mengestimasi ukuran kristalit ZnO melalui analisis nilai pelebaran puncak.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini akan dibahas faktor-faktor dan parameter proses yang mempengaruhi pembentukan ZnO *nanorods* yang berhubungan terhadap morfologi, tingkat kristalinitas dan ukuran *nanorods* yang dihasilkan pada tiap temperatur kalsinasi.

4.1 Reaksi Prekursor Seng Asetat dengan Air

Prekursor seng asetat yang digunakan adalah bahan prekursor yang larut dalam air, seng asetat yang digunakan merupakan garam amfoter seng oksida dan merupakan asam lemah seperti asam asetat [27]. Ketika seng asetat dilarutkan dalam air, maka sebagian akan terhidrolisis dan sisanya akan terionisasi menurut persamaan reaksi sebagai berikut:



Prekursor seng asetat yang memiliki berat molekul 275 mg/mmol ditimbang menggunakan neraca analitik sebesar 5.5 gram. Dengan demikian seng asetat memiliki jumlah mol sebesar 20 mmol. Konsentrasi seng asetat dalam air pada penelitian ini adalah 0.8 mmol/ml (0,8M) karena dilarutkan dalam 25 ml air destilat.

Adanya ion Zn^{2+} yang tidak terhidrolisis akan bereaksi dengan senyawa lain yang berfungsi sebagai *templates* sebagai inisiasi terbentuknya ZnO *nanorods*. *Template* yang digunakan adalah putih telur.

4.2. Pengaruh Putih Telur terhadap Pertumbuhan ZnO nanorods

Pada penelitian ini, putih telur yang berbentuk cair ditambahkan ke dalam larutan prekursor. Asam amino dari putih telur ketika dicampur ke dalam larutan seng asetat hasilnya adalah larut dalam air. Gugus karboksilat akan melepaskan ion H^+ , sedangkan gugus amina akan menerima ion H^+ , seperti reaksi berikut:

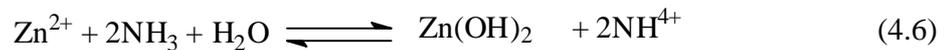


Oleh adanya kedua gugus tersebut asam amino dalam larutan dapat membentuk ion yang bermuatan positif dan juga bermuatan negatif atau disebut juga ion amfoter (*zwitter ion*) karena pH larutan berada pada kondisi netral.

Dalam suatu sistem elektroforesis yang memiliki elektroda positif dan negatif, asam amino akan bergerak menuju elektroda yang berlawanan dengan muatan asam amino yang terdapat dalam larutan. Apabila ion asam amino tidak bergerak ke arah negatif maupun positif dalam suatu sistem elektroforesis maka pH pada saat itu disebut pH isoelektrik. Pada pH tersebut terdapat keseimbangan antara bentuk-bentuk asam amino sebagai ion amfoter, anion dan kation [29].

Seperti yang dibahas pada sub-bab sebelumnya, bahwa putih telur berfungsi sebagai *templates* pembentukan ZnO nanorods. Kandungan protein yang ada di dalam putih telur memungkinkan terbentuknya inti-inti dari ZnO nanorods. Protein dalam putih telur adalah bahan organik kompleks yang terdiri dari dua atau lebih rangkaian partikel kecil asam amino. Protein mempunyai unsur C, H, O dan N. Semua asam amino mempunyai struktur dasar yang sama, yaitu karbon utama yang mempunyai empat ikatan gugus fungsi. Kumpulan-kumpulan tersebut ialah (i) kumpulan amino ($-NH_2$), (ii) kumpulan karboksil ($-COOH$), (iii) satu hidrogen dan (iv) satu kumpulan variasi yang diwakili dengan 'R'. Struktur dan karakter protein ditentukan oleh perbedaan pada kumpulan R ini [30].

Adanya ion -NH^{3+} bebas yang bersifat amfoter di dalam campuran akan berikatan dengan Zn^{2+} dari prekursor seng asetat yang tidak terhidrolisis, dan membentuk presipitasi menurut persamaan reaksi :

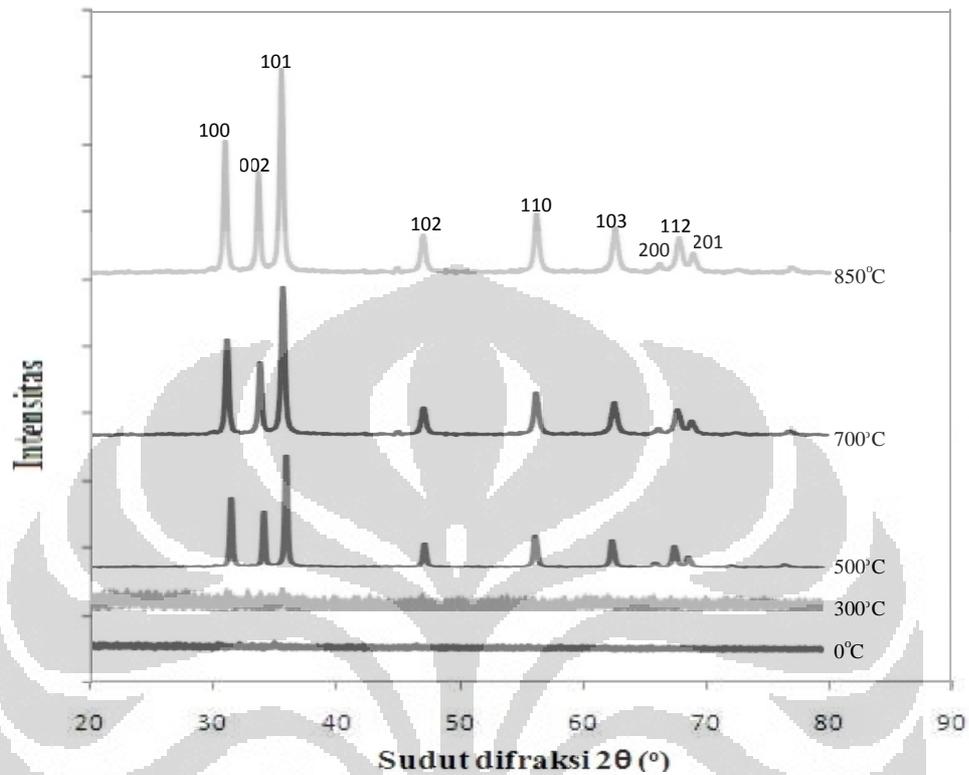


ketika sampel yang disintesis dan diukur menggunakan pH universal, kondisi pH berada pada nilai pH tujuh serta campuran berwarna putih seperti susu. Warna putih susu tersebut adalah sebuah presipitat halus yang tersuspensi dalam larutan selama pencampuran dan pengadukan. Fenomena ini menunjukkan keadaan berada pada pH isoelektris, keadaan yang memperlihatkan protein memiliki muatan negatif dan positif adalah sama. Efek pengadukan dengan *magnetic stirrer* juga mempercepat terjadinya presipitat Zn(OH)_2 yang tersuspensi dalam larutan.

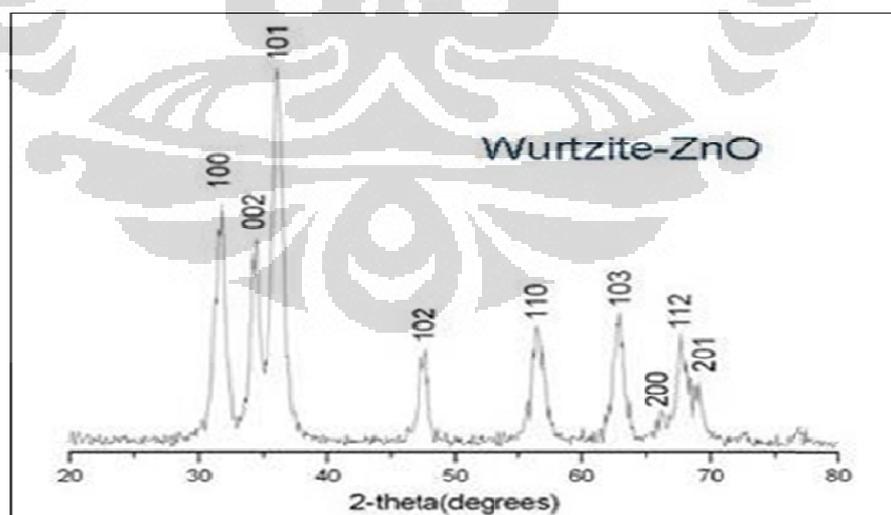
4.3. Hasil Uji XRD terhadap Tingkat Kristalinitas ZnO

Untuk Sub-bab ini digunakan empat sampel dari berbagai variasi temperatur kalsinasi untuk dilakukan uji XRD. Tujuan pengujian ini untuk mengetahui tren yang terjadi dengan tingkat temperatur kalsinasi, yaitu 300, 500, 700, 850°C. Untuk masing-masing sampel digunakan putih telur yang sama (kecuali untuk sampel E yang dikalsinasi pada suhu 850°C) dan kuantitas yang sama, yaitu 15 gram sebagai variabel konstan.

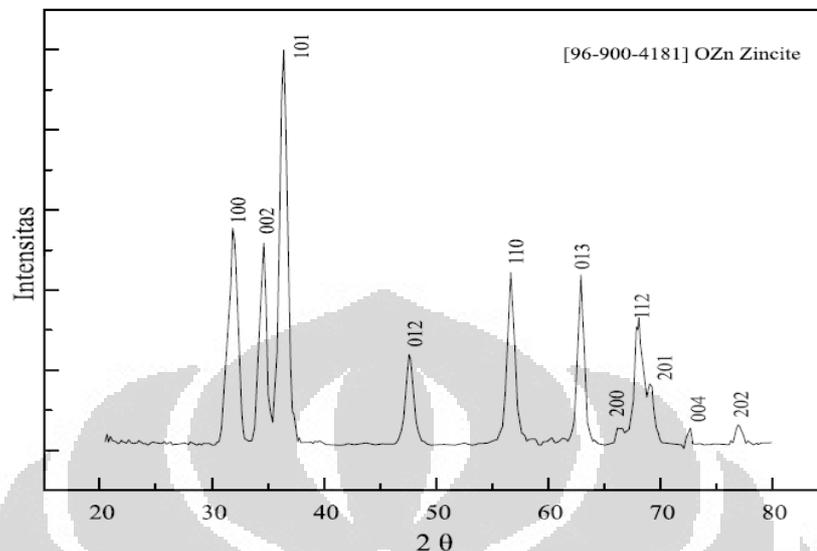
Berdasarkan Gambar 4.1, dapat dijelaskan bahwa pada temperatur kalsinasi 300°C belum memperlihatkan struktur *wurtzite*. Struktur *wurtzite* mulai terbentuk pada temperatur kalsinasi 500°C. Hal ini dapat dibuktikan dengan membandingkan indeks puncak yang identik dengan indeks puncak *wurtzite* ZnO menurut referensi (Gambar 4.2) dan dikonfirmasi dengan data *American Mineralogist Crystal Structure Database (AMCSD)* revisi no 17273, 04 Juni 2011 kartu no. [96-900-4181; 96900-4182] seperti yang terlihat pada Gambar 4.3. Dari Grafik 4.1 menunjukkan peningkatan intensitas seiring dengan peningkatan temperatur kalsinasi. Dari peningkatan intensitas ini memperlihatkan bahwa tingkat kristalinitas juga semakin meningkat sesuai dengan tingginya temperatur kalsinasi.



Gambar 4.1 Grafik hasil uji XRD dari tiap temperatur kalsinasi



Gambar 4.2 Grafik struktur wurtzite ZnO [31]



Gambar 4.3. Grafik XRD zincite / wurtzite ZnO data *American Mineralogist Crystal Structure Database* (AMCSD) revisi no 17273, 04 juni 2011 card no.[96-900-4181 [32].

4.4 Analisis EDS dan SEM

4.4.1 Analisis EDS

Hasil EDS untuk tiap sampel diambil pada tiga daerah dengan tujuan data pembandingan dari hasil pengujian XRD dan memastikan tidak adanya kandungan elemen pengotor pada sampel. Data masing-masing kandungan elemen pada sampel dapat dilihat pada Tabel 4.1 di bawah ini:

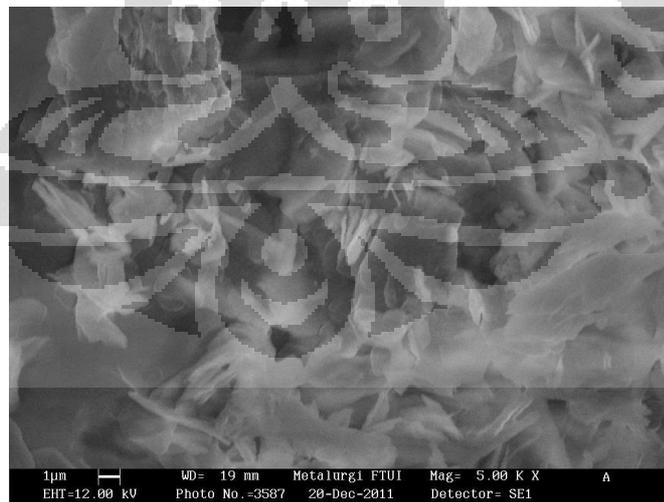
Tabel. 4.1 Data hasil EDS untuk tiap sampel

Nama sampel	Elemen	
	% Zn	% O
Sampel A (tanpa kalsinasi)	51.52	41.57
Sampel B (kalsinasi 300°C)	53.8	39.83
Sampel C (kalsinasi 500°C)	69.5	24.86
Sampel D (kalsinasi 700°C)	73.94	23.09

Dari Tabel 4.1 menunjukkan bahwa sampel yang disintesis mengandung dua unsur elemen yang dominan, yaitu Zn, O. Semakin tinggi pemanasan, maka kadar Zn semakin meningkat, sedangkan kandungan O semakin kecil, hal ini dikarenakan adanya temperatur pemanasan yang cukup tinggi menyebabkan semua kandungan O yang bukan ikatan ZnO menguap. Hasil data EDS ini belum memastikan bahwa kandungan sampel terdiri dari senyawa ZnO yang membentuk struktur kristal wurtzite.

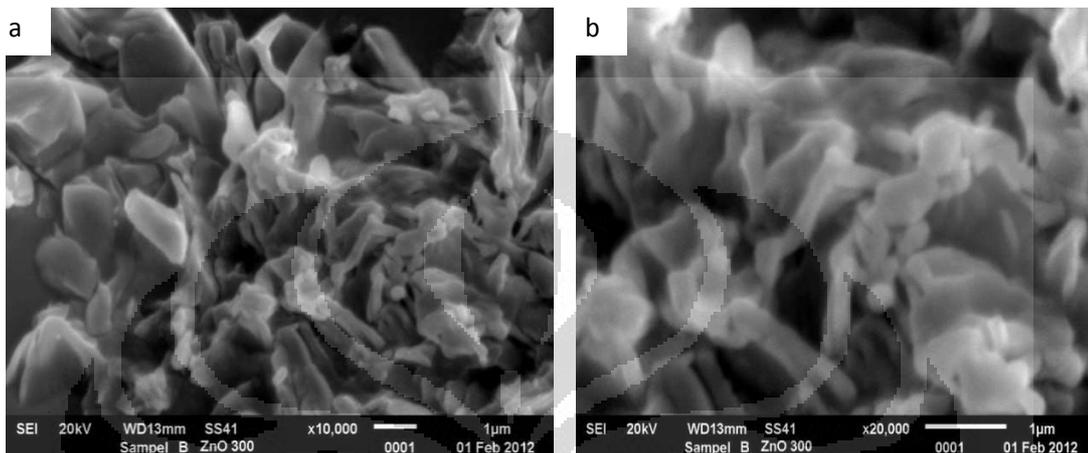
4.4.2. Analisis SEM

Pengamatan SEM dilakukan kepada ke lima sampel yang mempunyai tingkat temperatur yang berbeda-beda. Dari hasil pengamatan SEM pada sampel A yang tanpa dikalsinasi (0°C), diamati pada perbesaran 5000 kali. Terlihat pada Gambar 4.4 bahwa sampel A belum memiliki bentuk *bulk*. Endapan putih yang dihasilkan oleh sampel A adalah $\text{Zn}^{2+}/\text{hybrid}$, yaitu suatu ikatan logam Zn dengan senyawa organik yang terdapat pada putih telur. Ikatan antara logam Zn dengan senyawa organik ini merupakan ikatan sekunder yang lemah. Dengan pemanasan yang tinggi, ikatan sekunder ini akan terputus sehingga membentuk ZnO.



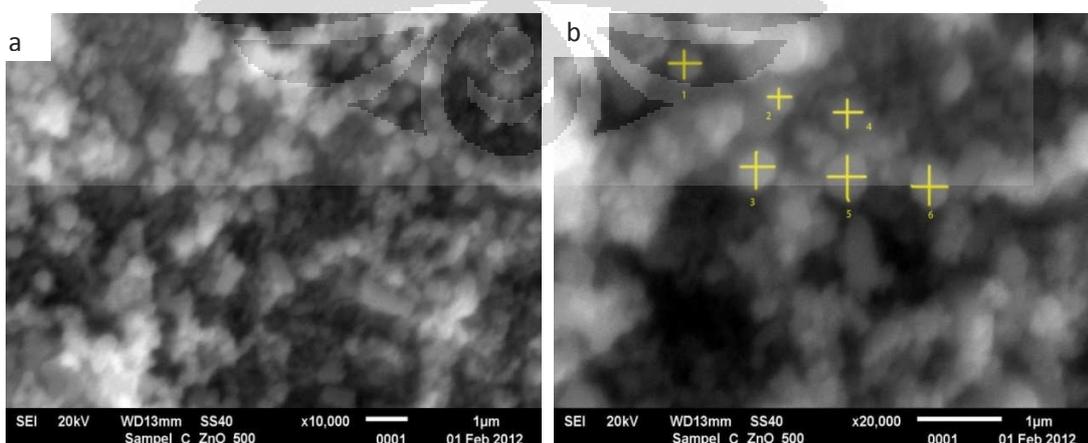
Gambar 4.4 Pengamatan SEM sampel A (tidak dikalsinasi) perbesaran 5000x

Pada sampel B (kalsinasi 300°C: Gambar 4.5) memperlihatkan bahwa sampel masih berbentuk *bulk*. *Template* belum seluruhnya menguap dan ZnO yang dihasilkan belum menampilkan struktur yang baik dan teratur. Hal ini dikarenakan temperatur kalsinasi masih rendah.



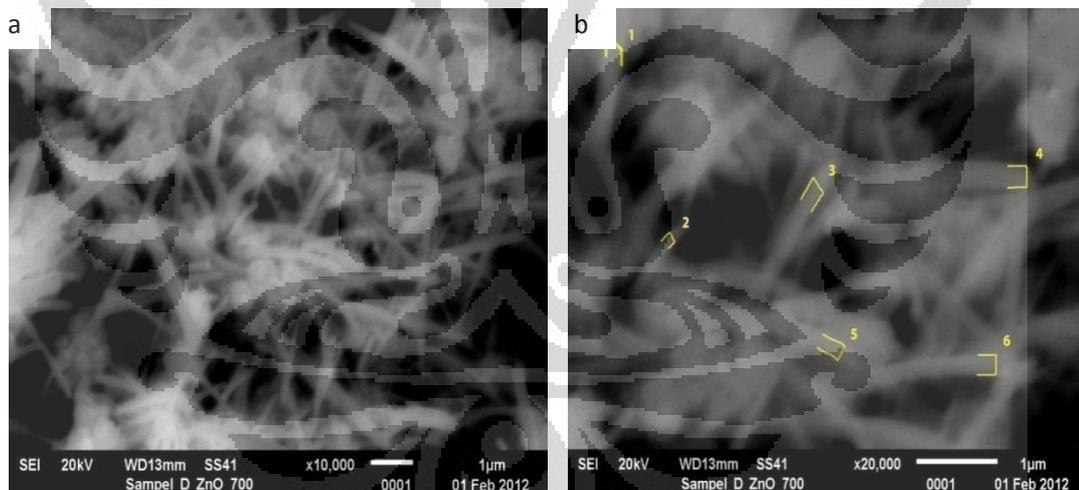
Gambar 4.5 Pengamatan SEM sampel B ZnO (kalsinasi 300°C): perbesaran 10000 (a), perbesaran 20000 (b)

Pada Sampel C (kalsinasi 500°C :Gambar 4.6), memperlihatkan sampel membentuk nanopartikel, hal ini menandakan bahwa semua *template* yang ada telah menguap dan yang tertinggal hanya ZnO nanopartikel. Partikel tersebut tidak dapat tumbuh dan membentuk ZnO *nanorods* karena suhu kalsinasi belum mencapai 700°C. Ukuran rata-rata partikel nano yang dihasilkan pada sampel ini adalah sekitar 399.13 nm diukur menggunakan *Adobe Photoshop CS 3* dengan cara perbandingan skala pada gambar SEM.



Gambar 4.6 Pengamatan SEM Sampel C ZnO (kalsinasi 500°C): perbesaran 10000 (a), perbesaran 20000 (b)

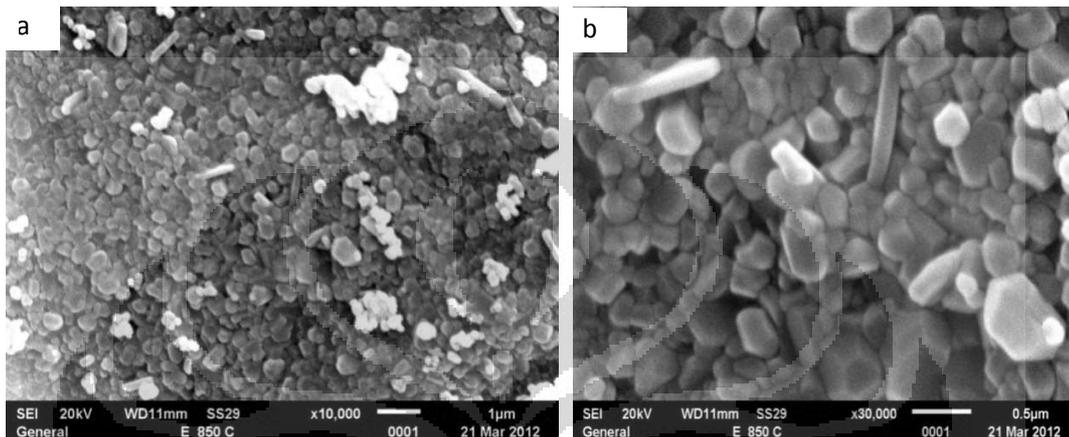
Pada sampel D (kalsinasi 700°C: Gambar 4.7), memperlihatkan sampel tumbuh menjadi ZnO *nanorods*, pemanasan yang tinggi dapat menumbuhkan ZnO dari bentuk nanopartikel menjadi bentuk *nanorods* karena adanya *template* dan didukung oleh suhu yang tinggi mengakibatkan atom-atom memiliki mobilitas yang tinggi untuk mengikuti *template* yang ada. Morfologi sampel terlihat seperti sikat (*brush like*), hal ini dikarenakan *template* yang dipakai adalah putih telur yang mengandung polimer protein alami yang diyakini dapat menjadi media pertumbuhan *nanorods* dari ZnO [28]. Tetapi bentuk ZnO *nanorods* yang dihasilkan masih cenderung acak. hal ini dikarenakan waktu kalsinasi tidak cukup lama, yaitu dua jam. Menurut Farzaneh [24] untuk membentuk suatu keteraturan *nanorods* dibutuhkan waktu berkisar antara tiga sampai empat jam. Diameter rata-rata *nanorods* yang dihasilkan adalah 191.67 nm, sedangkan panjang *nanorods* yang dihasilkan berkisar antara 1494.54 nm.



Gambar 4.7 Pengamatan SEM Sampel C ZnO (kalsinasi 700°C) : perbesaran 10000(a) , perbesaran 20000 (b)

Pada sampel E (kalsinasi 850°C: Gambar 4.8), persentase *nanorods* yang tumbuh lebih sedikit dibandingkan dengan sampel D 700°C. Analisa terbentuknya *nanorods* lebih sedikit adalah ikatan rantai protein putih telur yang dijadikan *template* pada proses pembuatan sampel ini tidak seragam dan merata, sehingga *nanorods* yang tumbuh sedikit (lebih banyak partikel). Terlihat pada Gambar 4.8 bahwa sampel

E (kalsinasi 850°C) mempunyai tekstur yang cenderung lebih fokus dibandingkan dengan sampel C (kalsinasi 500°C) dan D (kalsinasi 700°C) pada pengamatan SEM. ZnO *nanorods* yang dihasilkan pada sampel ini mempunyai diameter rata-rata 277.4 nm dan panjang rata-rata 741.86 nm.



Gambar 4.8 Pengamatan SEM Sampel E ZnO (kalsinasi 850°C) : perbesaran 10000 (a), perbesaran 20000 (b)

4.5 Pengaruh Temperatur pada Kristalinitas ZnO

Perhitungan besar kristalit dapat diketahui dari besar pelebaran atau *broadening* sampel setelah ditembakkan sinar *X-ray*. Hasil analisis yang dilakukan pada keempat sampel adalah sebagai berikut:

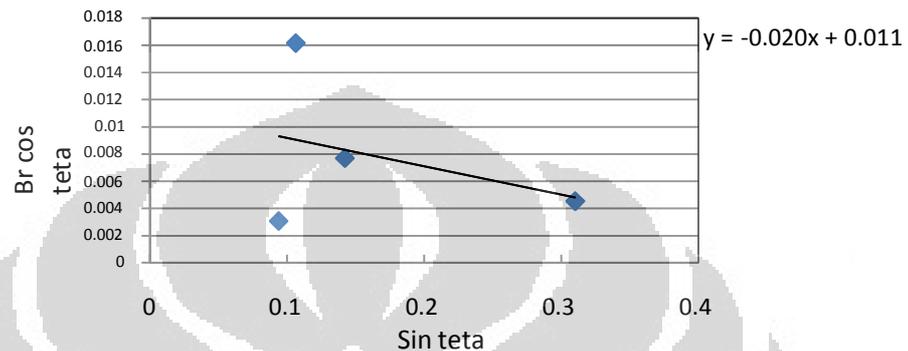
Sampel A (tanpa kalsinasi)

Pada pengujian XRD untuk sampel A, memperlihatkan hasil yang amorf. Sampel A ini adalah $Zn^{2+}/hybrid$, yaitu suatu endapan yang terdiri dari ikatan logam Zn dengan senyawa organik yang berasal dari putih telur. Endapan ini bersifat amorf dan belum membentuk ZnO yang semikristalin. Belum terbentuknya ZnO ini dikarenakan belum dilakukannya kalsinasi sampai temperatur pembentukan ZnO.

Sampel B (300°C)

Hasil pengujian XRD untuk sampel B memperlihatkan sifat ZnO cenderung amorf tetapi ada sebagian kecil pada sampel ini mengandung ZnO kristalin. Estimasi

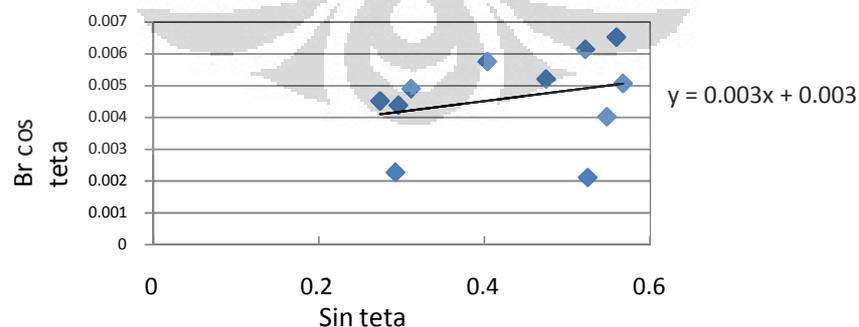
ukuran besar kristalit ditentukan dengan persamaan *scherrer*. Estimasi besar kristalit yang dihasilkan yaitu **12.46 nm**. Estimasi besar kristalit yang kecil memperlihatkan tingkat kristalinitas yang rendah. Ukuran dan tingkat kristalinitas yang rendah diakibatkan karena temperatur kalsinasi yang masih rendah.



Gambar 4.9. Grafik hasil pengolahan data estimasi besar kristalit sampel B ((kalsinasi 300°C)

Sampel C (500°C)

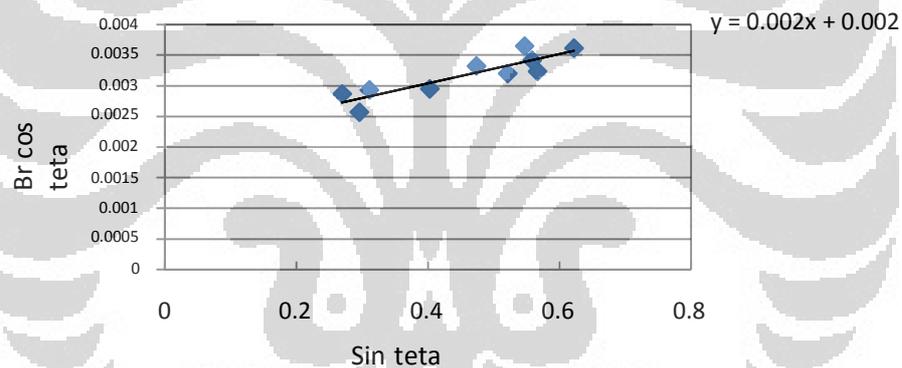
Pada pengujian XRD untuk sampel C 500°C, memperlihatkan sampel sudah memiliki struktur kristalinitas. Fase yang terbentuk merupakan ZnO dengan bentuk *zincite* (*referensi dapat dilihat pada Gambar 4.2*). Besar kristalit yang dihasilkan adalah **45.68 nm**. Pada temperatur ini, sampel ZnO sudah mulai memiliki sifat kristalinitas. Suhu yang tinggi meningkatkan mobilitas atom-atom membentuk suatu keteraturan sehingga terbentuk suatu sifat kristalinitas yang struktur kristal *wurtzite*.



Gambar 4.10 Grafik hasil pengolahan data estimasi besar kristalit sampel C (kalsinasi 500°C)

Sampel D (700°C)

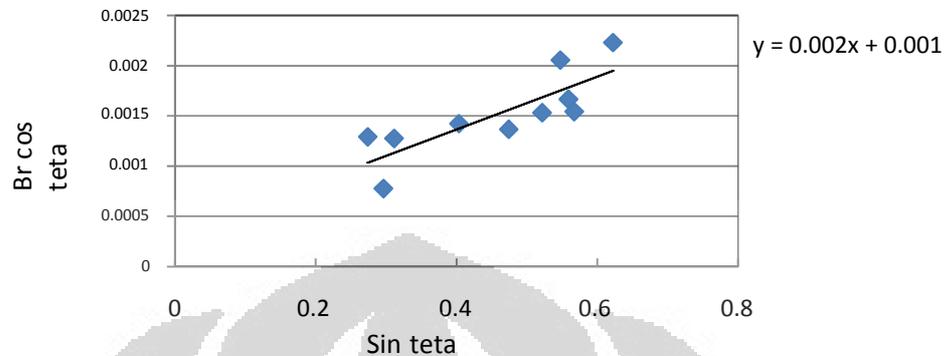
Pada pengujian XRD untuk sampel D memperlihatkan tingkat kristalinitas yang lebih tinggi dari sampel C. Tingkat kristalinitas yang lebih tinggi ini ditandai dengan penurunan nilai FWHM yang dapat dilihat pada lampiran. Ukuran rata-rata besar kristalit yang dihasilkan juga lebih besar dari sampel C, yaitu **68.53 nm**. Ukuran rata-rata kristalit yang cukup besar diakibatkan oleh temperatur kalsinasi mencapai 700°C. Pada temperatur ini ZnO sudah mulai mengatur dirinya lebih baik sehingga membentuk suatu *nanorods* yang mempunyai tingkat kristalinitas yang tinggi.



Gambar 4.11. Grafik hasil pengolahan data estimasi besar kristalit sampel D (kalsinasi 700°C)

Sampel E (850°C)

Pada pengujian sampel E, tingkat kristalinitas ZnO lebih tinggi dari sampel D, besar kristalit sampel E adalah **137.06 nm**. Semakin tinggi temperatur mengakibatkan tingkat kristalinitas semakin tinggi beserta besar kristalit yang dihasilkan juga lebih besar.

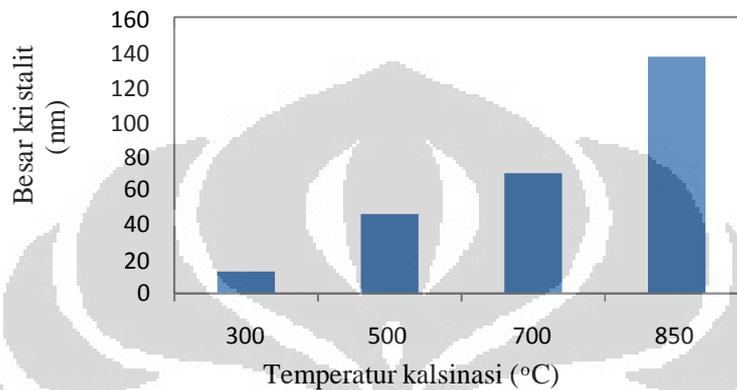


Gambar 4.12. Grafik hasil pengolahan data estimasi besar kristalinit sampel E (kalsinasi 850°C)

Dari semua proses yang telah dilakukan, dapat dinyatakan bahwa putih telur mempunyai potensi untuk dijadikan *template ZnO nanorods*. Tetapi terkait dalam pemanfaatannya sebagai *biotemplate*, putih telur ini memiliki kekurangan. Ketika sampel tidak dikalsinasi akan mengakibatkan sampel membentuk ikatan Zn/hybrid yang bersifat amorf [25]. Temperatur tinggi sangat berperan penting dalam pembentukan morfologi ZnO. Temperatur sekitar 500 dan 700°C akan mengakibatkan mobilisasi atom atom Zn dan O untuk membentuk suatu keteraturan. Temperatur tinggi juga berfungsi untuk menghilangkan *template* organik yang berasal dari putih telur. Pada temperatur 500°C hampir semua *template* organik akan hilang.

Pada kondisi sampel yang tidak dikalsinasi maka hasil morfologi akan menghasilkan bentuk *bulk*. Sedangkan pada pemanasan 300°C akan membuat lapisan *template* bagian luar akan hilang. Pada temperatur 500°C membuat sampel berbentuk ZnO nanopartikel. Pada temperatur 700°C akan membuat sampel membentuk ZnO *nanorods*. Dari fenomena ini, maka dapat dikatakan kondisi temperatur sangat mempengaruhi morfologi dan tingkat kristalinitas ZnO. Adanya mobilisasi atom yang tinggi pada temperatur tinggi, maka masing-masing rantai akan mengalami transisi ke bentuk *nanorods*. Putih telur sebagai *biotemplate* akan mengarahkan kristal ZnO ke bentuk *nanorods* [33] ketika pemanasan dilakukan pada temperatur 700°C dan 850°C.

Pada Gambar 4.13 menjabarkan korelasi antara temperatur dengan pengukuran estimasi besar kristalit yang dihasilkan. Berdasarkan grafik di bawah ini dapat dinyatakan bahwa makin tinggi temperatur kalsinasi, maka estimasi besar kristalit juga semakin besar.



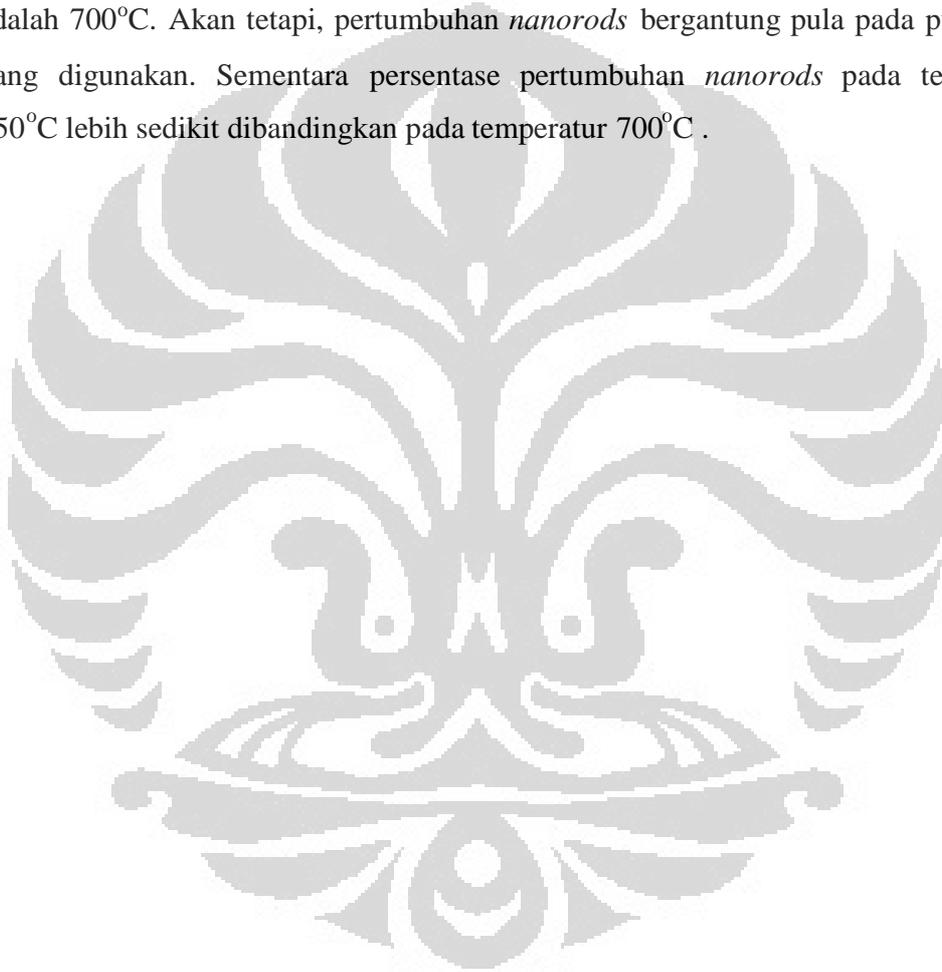
Gambar 4.13 Hasil estimasi besar kristalit untuk tiap temperatur kalsinasi

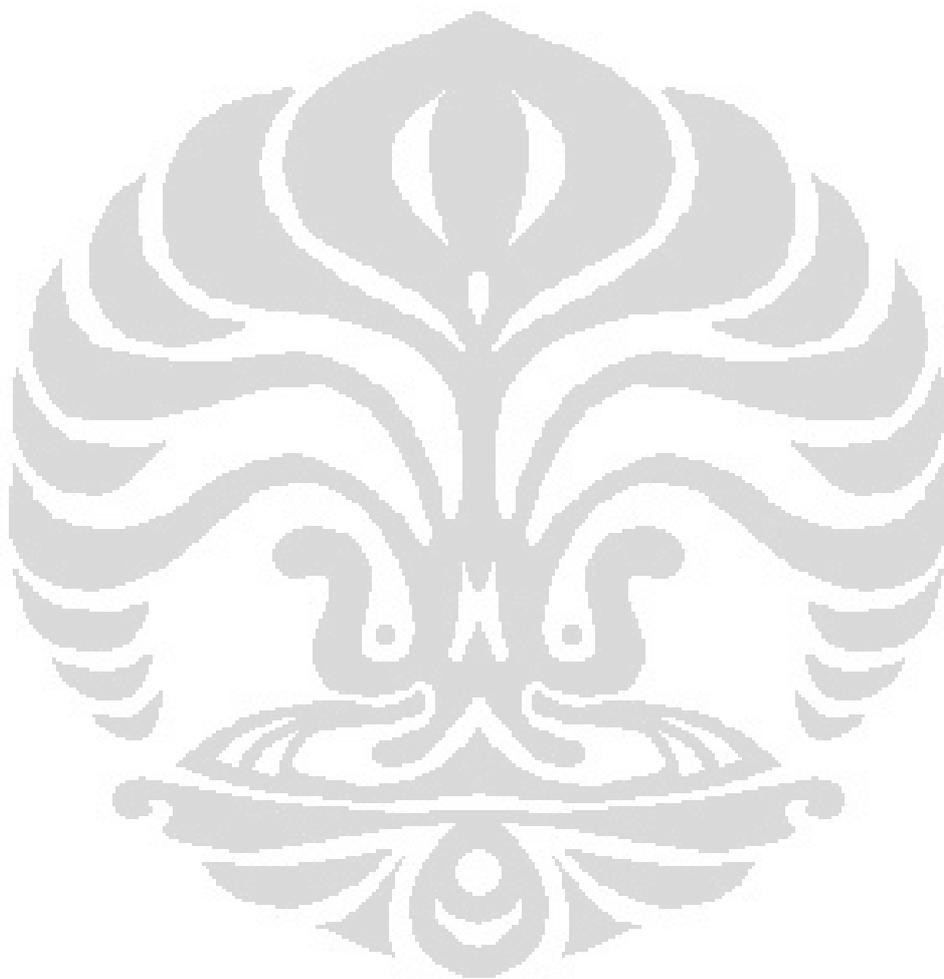
Secara garis besar, hasil yang telah diperoleh pada perbedaan perlakuan temperatur kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 4.2 sebagai berikut:

Tabel 4.2. Karakteristik sampel untuk tiap kondisi temperatur

Kondisi Temperatur kalsinasi	0°C	300°C	500°C	700°C	850°C
Besar Kristalit (nm)	0	12.46	45.68	69.53	137.06
Morfologi	<i>Bulk</i>	<i>Bulk</i>	Partikel	<i>Nanorods</i>	Gabungan
Struktur	Amorf	Amorf	Kristalin Wurtzite	Kristalin Wurtzite	Kristalin Wurtzite
Visual	Putih	Hitam	Abu-abu	Putih	Putih

Pada Tabel 4.2, ingin menjelaskan tentang ciri fisik dan struktur sampel ZnO yang dihasilkan pada temperatur kalsinasi yang berbeda-beda. Secara umum, dapat dinyatakan temperatur kalsinasi yang tinggi dapat berperan penting dalam meningkatkan tingkat kristalinitas serta menghasilkan pertumbuhan ZnO *nanorods*. Temperatur minimal untuk membentuk ZnO dengan struktur kristal wurzite adalah 500°C. Sedangkan untuk pembentukan ZnO *nanorods* dengan struktur kristal wurzite adalah 700°C. Akan tetapi, pertumbuhan *nanorods* bergantung pula pada putih telur yang digunakan. Sementara persentase pertumbuhan *nanorods* pada temperatur 850°C lebih sedikit dibandingkan pada temperatur 700°C .





BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan terhadap sintesis ZnO *nanorods* menggunakan putih telur sebagai *biotemplate*:

1. Sintesis ZnO *nanorods* telah dilakukan dengan metode *sol-gel* menggunakan bahan yang ramah lingkungan yaitu putih telur.
2. Temperatur kalsinasi mempengaruhi morfologi, tingkat kristalinitas dan besar kristalit ZnO yang telah disintesis. Pada temperatur 300°C menghasilkan bentuk *bulk* dan struktur amorf, sementara pada temperatur 500°C menghasilkan bentuk partikel dengan diameter berukuran 399.13 nm dan mulai memperlihatkan struktur wurtzite. Temperatur optimum pembentukan ZnO *nanorods* adalah 700°C dengan struktur kristal wurtzite dan intensitasnya lebih tinggi dari temperatur 500°C. Pada temperatur 850°C menghasilkan bentuk partikel dan sedikit pembentukan ZnO *nanorods* dengan tingkat kristalinitas tertinggi. Ukuran kristalit pada temperatur 300, 500, 700 dan 850°C berturut turut adalah 12.46, 45.68, 69.53 dan 137.06 nm.
3. ZnO *nanorods* pada temperatur kalsinasi 700°C mempunyai ukuran rata-rata diameter 191.67 nm dengan panjang rata-rata 1494.54 nm, sementara ZnO *nanorods* yang dihasilkan pada temperatur kalsinasi 850°C mempunyai diameter rata-rata 277.4 nm dan panjang rata-rata 741.86 nm.

REFERENSI

1. Kompas. *Nanoteknologi peluang kita, diusulkan masuk kurikulum*. Jakarta: 27-06-2007
2. Green, M. A., 2001, "Solar Cell Efficiency Tables (Version 18)", *Prog. Photovolt. Res. Appl.*, 9, 287-93
3. Iwan Sugihartono. *Perkembangan Terkini Teknologi Semikonduktor*. Singapore. 2007
4. Hasriardi Dharma. Sintesis ZnO Nanorods Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Penambahan PEG dan Waktu Tunda Kondensasi Amonia. Dept. Metalurgi dan Material Fakultas Teknik UI. 2009
5. ([http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_material/tabung-nano-dari-putih-telur\(20-10-09\)](http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_material/tabung-nano-dari-putih-telur(20-10-09)))
6. [http://hamonanganrsespanola.wordpress.com/2009/05/02/mengenal-perkembangan-nanoteknologi-berbasis-material-semikonduktor-ii-vi/\(3-7-2011\)](http://hamonanganrsespanola.wordpress.com/2009/05/02/mengenal-perkembangan-nanoteknologi-berbasis-material-semikonduktor-ii-vi/(3-7-2011))
7. <http://anungcamui.blogspot.com/2010/05/apa-sih-nano-teknologi-itu.html>
8. www.research.ncku.edu.tw. diakses pada 1/08/11.
9. www.wikipedia.com diakses pada 1/08/11
10. http://www.esru.strath.ac.uk/Courseware/Solar_energy/index.htm, diakses pada 1/8/11.
11. Arif Rahman. Pengaruh Tingkat Kekristalan TiO₂ pada Tegangan Terbuka Sel Surya Tersensitasi-Pewarna Berbasis ZnO-TiO₂. Dept. Metalurgi dan Material Fakultas Teknik UI. 2009
12. Akhmad Herman Yuwono, dkk, Sel Surya Tersensitasi Zat Pewarna Berbasis Nanopartikel TiO₂ Hasil Proses *Sol-Gel* dan Perlakuan Pasca-Hidrotermal. Dept. Metalurgi dan Material Fakultas Teknik UI. 2010.
13. M. Abdullah, I.W. Lenggoro, K. Okuyama, F.G. Shi, J. Phys. Chem. Bm 107, 1957-1961 (2003)
14. S. Shionoya, W.M. Shen, Eds. "Phospor Handbook", CRC Press: Boca Raton, FL. 2000, p.255.
15. Youngjo, Tak dan Kijung Yong. *Controlled Growth of Well-aligned ZnO nanorods using a Novel Solution Method*. American Chemical Society: Pohang University of Science and Tech. Agustus 2005.

16. Hongxia, Zhang, et al. *Preparation of ZnO Nanorods Through Wet Chemical Method*. Elsevier: Harbin Engineering University. April 2007.
17. Banerjee, D, et al. *Large Hexagonal Arrays of Aligned ZnO Nanorods*. Material Science and Processing: Boston College. Oktober 2004.
18. Mikrajudin Abdullah. "Pengontrolan Spectrum Luminesens Nanopartikel ZnO Melalui Trapping dalam Matriks SiO₂ dengan Metode Spray Dryng.
19. Youngjo, Tak dan Kijung Yong. *Controlled Growth of Well-aligned ZnO nanorods using a Novel Solution Method*. American Chemical Society: Pohang University of Science and Tech. Agustus 2005
20. Xudong, Wang dan Zhong Lin Wan. "Nanobelts and Nanowire of Functional Oxides". *Nanoengineering of Structural, Fungsional, and Smart Materials*. Ed. Mark J.Schulz dkk.Taylor and Francis: New York. Hal 99-120.
21. Banerjee, Debashish, Jingyu Lao, dan Zhifeng Ren. "Design of Nanostructured Material". *Nanoengineering of Structural, Fungsional, and Smart Materials*. Ed. Mark J.Schulz dkk.Taylor and Francis: New York. Hal 15-53.
22. Dimitiruev Y., Ivanova, dan R. Iordanova. *History of Sol Gel Science and Technology*. University of Chemical Technology and Metallurgy. 2008.
23. Sumio, Sakka. *Sol-Gel Science and Technology*. 2003. Hal 29.
24. http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_material/tabung-nano-dari-putih-telur (24-11-09)
25. Fatemeh Nouroozi and Faezeh Farzaneh. *Synthesis and Characterization of Brush-Like ZnO Nanorods using Albumen as Biotemplate*. Sociedade Brasileira de Química J. Braz. Chem. Soc., Vol. 00, No. 00, 1-5. 2010.
26. <http://www.artikata.com/arti-332647-kalsinasi.html> diakses : 6/21/2011
27. Haris Bahadur,Dkk. *Morphologies of Sol-Gel Derived Thin Films of ZnO Using Precursor Materials and their nanostructures*. (UK 2007)
28. <http://sahri.ohlog.com/konsep-hidrolisis-garam.oh81642.html> diakses 16-1-2012

29. <http://www.fsas.upm.edu.my/~fidah/BGY1002/2.%20Molekul%20biologikal.pdf> diakses 16-1-2012
30. Diktat Praktikum Evaluasi Gizi dalam Pengolahan (EGDP). Jurusan Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian. Fakultas Teknologi Pertanian. UNIVERSITAS GADJAHMADA. JOGJAKARTA.2006
31. Nano Materials Technology Pte Ltd. “Nano zinc oxide (ZnO) dispersion.”
a. http://www.nanomt.com/sc_zno.asp> cited 20 Juni 2011.
32. Microdynamic Laboratory. “*Nucleation Theory.*” *Dept. of Earth Science.*University of Maine.<<http://www.geology.um.maine.edu/geodynamics/Microdynamics/ellemodul>
a. [es/nucleation/theory.html](http://www.geology.um.maine.edu/geodynamics/Microdynamics/ellemodul/es/nucleation/theory.html)> cited Juni 2011.
33. Xingfu, Zhou, et al *Mechanistic Investigations of PEG, Directed Assembly of One-Dimensional ZnO Nanostructure.* American Chemical Society: Nanjing University. 2006



Lampiran

Lampiran 1

1. Pengukuran Hasil Pengamatan SEM

Pengukuran diameter *nanorods* dan nanopartikel menggunakan *Software adobe CS 3*. Langkah pertama yang dilakukan adalah memasukkan *file* gambar pengamatan SEM dengan memilih menu *file-open* dan memilih *file* JPEG yang ingin dimasukkan. Kemudian satuan panjang diatur ke satuan sentimeter pada *software adobe pothoshop*. Setelah dilakukan pengukuran dalam jarak sentimeter, maka hasil tersebut dapat dikonversi ke satuan nanometer. Pengukuran diameter dilakukan pada sampel C (kalsinasi 500°C), D (kalsinasi 700°C) dan E (kalsinasi 850°C).

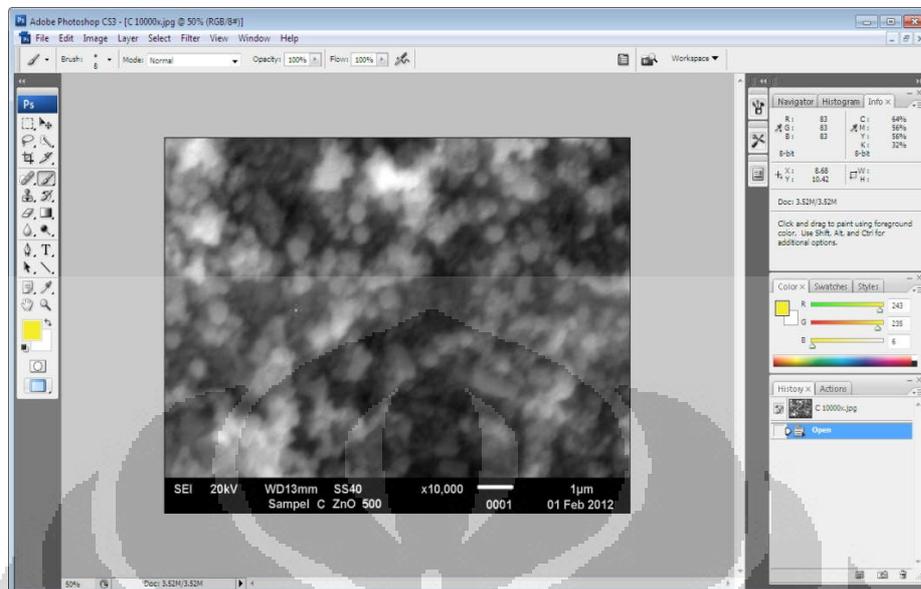
1.1 Pengukuran Diameter Nanopartikel Sampel C (kalsinasi 500°C)

Pengukuran partikel dilakukan dengan melakukan perbandingan pada pengaturan 2560x1920 *pixels*. Langkah pertama yang dilakukan adalah mengkonversi skala mikrometer (berupa garis) yang ada di gambar SEM ke satuan sentimeter. Dari hasil perhitungan tersebut, didapat skala untuk jarak 1 mikrometer pada hasil SEM = 10.7 cm pada program *adobe CS3* atau 1: 0.0107 . Skala ini digunakan untuk mendapatkan hasil diameter nanopartikel sampel C.

Tabel. 1 Pengukuran diameter nanopartikel sampel C (kalsinasi 500°C)

Titik	Diameter X	Diameter Y	Diameter terukur	Diameter nanopartikel
1	4.02	3.91	3.965	370.5 nm
2	3.8	3.5	3.65	341.12 nm
3	4.65	4.33	4.49	419.62nm
4	3.81	3.7	3.755	350.93nm
5	5.08	5.57	5.325	497.66nm
6	4.44	4.44	4.44	414.95nm

Diameter rata-rata : 399.13 nm



Gambar 1. Pengukuran diameter nanopartikel menggunakan *software adobe CS 3*

1.2 Pengukuran Diameter *Nanorods* Sampel D (kalsinasi 700°C)

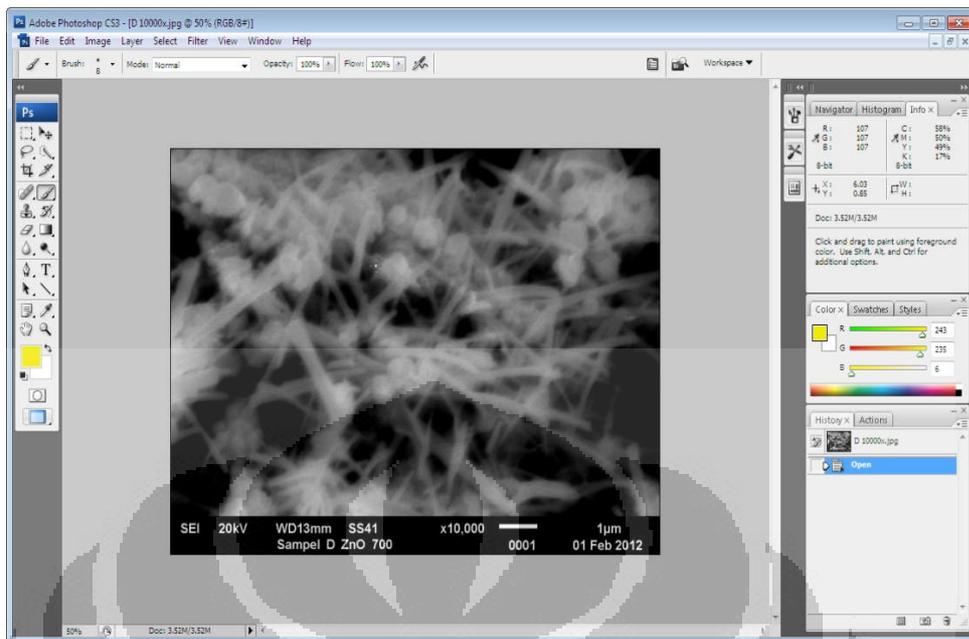
Untuk pengukuran sampel ini juga menggunakan *Software adobe CS 3*, dengan skala 1:0.0107. Pada pengukuran ini, diukur diameter dan panjang *nanorods* yang dihasilkan.

Tabel.2 Pengukuran panjang sampel D (kalsinasi 700°C)

titik	Diameter X	Diameter Y	Diameter terukur	Diameter <i>nanorods</i>	Panjang terukur	Panjang <i>nanorods</i>
1	2.33	0	2.33	217 nm	9.42	880.37 nm
2	0.83	0.85	1.18	110.28 nm	13.51	1262.6 nm
3	1.06	1.37	1.73	161.68 nm	12.17	1137.38 nm
4	2.75	0	2.75	257.01 nm	21.38	1998.13 nm
5	1.27	1.69	2.11	197.2 nm	17.99	1681.31 nm
6	0	1.59	1.59	148.59 nm	21.48	2007.47 nm

Diameter rata-rata *nanorods*: 191.67nm

Panjang rata-rata *nanorods*: 1494.54 nm



Gambar 2. Pengukuran diameter dan panjang *nanorods* menggunakan *software adobe CS 3*

1.2 Pengukuran Diameter *Nanorods* Sampel E (kalsinasi 850°C)

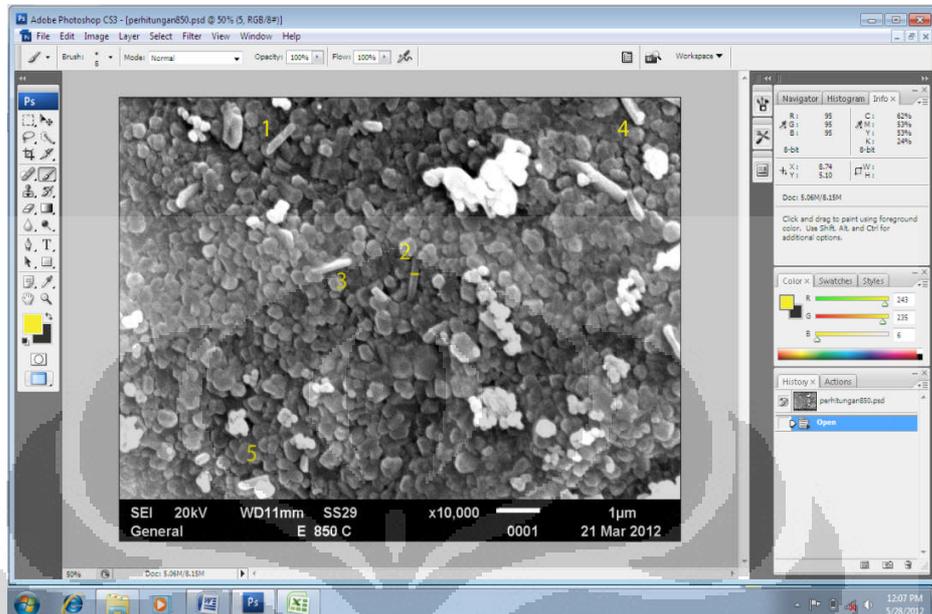
Untuk pengukuran sampel ini juga menggunakan *Software adobe CS 3*, dengan skala $1:1.2 \times 10^{-3}$. Diukur diameter dan panjang *nanorods* yang dihasilkan.

Tabel.3 Pengukuran panjang sampel D (kalsinasi 850°C)

titik	Diameter X	Diameter Y	Diameter terukur	Diameter nanorods	Panjang terukur	Panjang nanorods
1	0.3	0.28	0.41	341 nm	0.9	750 nm
2	0.26	0	0.26	260 nm	1.22	1016 nm
3	0.17	0	0.17	170 nm	0.95	792 nm
4	0.46	0.26	0.52	433 nm	0.73	608 nm
5	0	0.23	0.23	183 nm	0.652	543.3 nm

Diameter rata-rata *nanorods*: 277.4 nm

Panjang rata-rata *nanorods* : 741.86 nm



Gambar 3. Pengukuran diameter dan panjang *nanorods* menggunakan *software adobe CS*

Lampiran 2

2.1 Data Besar FWHM untuk ZnO Standar

Tabel 4. Data besar FWHM untuk ZnO Standar

peak angle (θ)	B($^\circ$)/FWHM
31.8034	0.15770
34.4583	0.15060
36.2873	0.16780
45.5811	0.15390
56.3699	0.15390
62.9034	0.15700
66.4252	0.15090

FWHM rata-rata: 0.1566

2.2 Data Besar FWHM Sampel Hasil Kalsinasi

Sampel B

Group : 21
Data : B300

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	18	36.1280	2.48420	100	0.40570	253	7544
2	2	12.2572	7.21522	63	0.81440	159	8586
3	10	25.1279	3.54113	58	0.50080	148	10690

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	10.5743	8.35944	48	0.80330	121	5086	
2	12.2572	7.21522	63	0.81440	159	8586	
3	14.2136	6.22619	14	0.21270	36	460	
4	16.3498	5.41720	54	0.35170	136	3156	
5	18.6843	4.74528	35	0.35140	88	1688	
6	19.9717	4.44220	38	0.43000	96	3972	
7	22.6000	3.93118	57	1.50800	145	10136	
8	22.9200	3.87702	27	0.00000	69	0	
9	23.7600	3.74182	20	0.00000	51	0	
10	25.1279	3.54113	58	0.50080	148	10690	
11	27.5028	3.24051	40	0.65440	102	5811	
12	28.0600	3.17741	32	0.24000	82	2692	
13	28.8000	3.09743	17	0.00000	43	0	
14	30.4383	2.93435	7	0.11670	18	211	
15	31.6161	2.82767	46	0.49770	116	3149	
16	33.3179	2.68702	46	0.43920	116	3737	
17	34.3259	2.61039	50	0.33180	126	2690	
18	36.1280	2.48420	100	0.40570	253	7544	
19	37.7022	2.38402	17	0.15560	42	1389	
20	38.4000	2.34229	6	0.04880	15	371	
21	40.2700	2.23773	28	0.22000	71	1650	
22	41.3800	2.18023	13	0.18000	34	980	
23	42.0800	2.14557	17	0.05840	44	676	
24	42.7971	2.11126	32	0.27920	82	2182	
25	44.0000	2.05629	23	0.13820	57	1053	
26	44.6057	2.02976	28	0.22350	70	1210	
27	45.7973	1.97969	24	0.46260	61	2595	
28	47.3048	1.92005	45	0.54310	115	4390	
29	48.9800	1.85823	24	1.26400	60	4091	
30	50.3682	1.81022	33	0.71360	83	3468	
31	51.5930	1.77009	30	0.35400	77	2082	
32	52.3416	1.74652	18	0.17670	45	1244	
33	53.8994	1.69966	33	0.32690	84	2584	
34	54.4700	1.68320	43	0.26350	109	1898	
35	55.5006	1.65436	33	0.25330	83	1983	
36	56.4783	1.62802	57	0.39470	143	5111	
37	58.8423	1.56812	46	0.50740	116	7107	
38	61.1600	1.51413	18	0.36000	46	3019	
39	62.6980	1.48064	48	0.26800	121	3180	
40	64.5760	1.44204	23	0.27200	58	1103	
41	66.2403	1.40978	21	0.30340	54	1667	
42	67.7131	1.38266	38	0.32230	95	2326	
43	68.9490	1.36086	29	0.48200	73	3327	
44	71.0800	1.32520	7	0.12800	18	457	
45	71.8200	1.31335	6	0.07340	16	303	
46	72.9408	1.29591	5	0.16830	13	280	
47	73.4360	1.28839	13	0.27200	32	724	
48	75.1420	1.26332	17	0.39600	44	1130	
49	77.5690	1.22974	6	0.11800	15	95	

Sampel C

```

*** Basic Data Process ***

Group   : 07-12
Data    : C

# Strongest 3 peaks
no. peak  2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
   no.    (deg)      (Å)    (deg)    (Counts)  (Counts)
  1  4    36.2718    2.47469  100   0.33480    4272    88615
  2  1    31.7794    2.81351   65   0.31150    2797    52478
  3  3    34.4410    2.60193   48   0.30610    2046    35321

# Peak Data List
peak      2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
no.      (deg)      (Å)    (deg)    (Counts)  (Counts)
  1    31.7794    2.81351   65   0.31150    2797    52478
  2    34.0000    2.63466   3    0.20760     134     3077
  3    34.4410    2.60193   48   0.30610    2046    35321
  4    36.2718    2.47469  100   0.33480    4272    88615
  5    47.5637    1.91020   19   0.39340     826    20231
  6    56.6166    1.62437   31   0.37340    1328    32084
  7    62.8782    1.47682   23   0.44130    1002    23173
  8    63.2600    1.46883   6    0.21140     247     4872
  9    66.4160    1.40648   4    0.31700     179     4055
 10    67.9804    1.37787   18   0.47770     772    22830
 11    68.6800    1.36553   4    0.00000     152         0
 12    69.1060    1.35815  10   0.38630     442    11376

```

Sampel D

```

*** Basic Data Process ***

Group   : 07-12
Data    : D

# Strongest 3 peaks
no. peak  2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
   no.    (deg)      (Å)    (deg)    (Counts)  (Counts)
  1  3    36.2283    2.47756  100   0.23610    5882    83248
  2  1    31.7421    2.81673   60   0.23160    3501    48798
  3  2    34.4054    2.60454   48   0.21970    2800    35364

# Peak Data List
peak      2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
no.      (deg)      (Å)    (deg)    (Counts)  (Counts)
  1    31.7421    2.81673   60   0.23160    3501    48798
  2    34.4054    2.60454   48   0.21970    2800    35364
  3    36.2283    2.47756  100   0.23610    5882    83248
  4    47.5123    1.91215   23   0.24210    1325    19947
  5    56.5600    1.62586   32   0.26690    1880    30826
  6    62.8266    1.47791   28   0.26580    1622    27001
  7    66.3326    1.40804   4    0.29470     236     3933
  8    67.9132    1.37907   21   0.28320    1253    21900
  9    69.0378    1.35933   10   0.27410     608    10491
 10    76.9296    1.23836   3    0.30730     181     3686

```

Sampel E

```

*** Basic Data Process ***

Group   : 21
Data    : E850

# Strongest 3 peaks
no. peak  2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
   no.    (deg)      (Å)    (deg)  (deg)    (Counts)  (Counts)
  1     3     36.2791    2.47420  100    0.17450    8089    83470
  2     2     34.4631    2.60031   60    0.16340    4856    46682
  3     1     31.7912    2.81249   55    0.17320    4475    46098

# Peak Data List
peak      2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
no.       (deg)      (Å)    (deg)  (deg)    (Counts)  (Counts)
  1     31.7912    2.81249   55    0.17320    4475    46098
  2     34.4631    2.60031   60    0.16340    4856    46682
  3     36.2791    2.47420  100    0.17450    8089    83470
  4     47.5755    1.90976   25    0.18020    1982    21727
  5     56.6200    1.62428   33    0.18010    2675    29061
  6     62.9020    1.47632   34    0.18740    2756    31402
  7     66.4059    1.40667    4    0.21060     327     4081
  8     67.9809    1.37786   24    0.19440    1958    23096
  9     69.1142    1.35801   12    0.18990     960    11230
 10     76.9917    1.23751    4    0.22680     293     4429

```

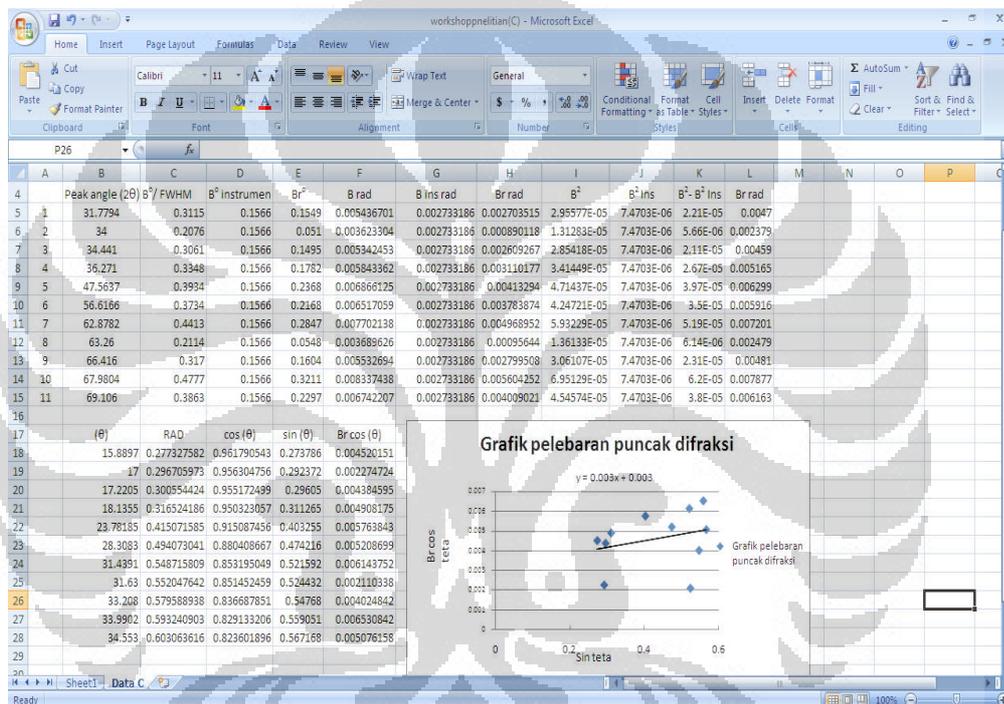
2.3 Perhitungan Besar Kristalit XRD

Hasil data XRD untuk tiap sampel yang telah diuji kemudian diolah dengan menggunakan *microsoft excel* dengan memasukkan nilai sudut θ dan juga nilai FWHM sebagai $B(\theta)$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 di bawah ini. Nilai FWHM akan dimasukkan ke dalam persamaan *Scherrer* untuk mendapatkan nilai pelebarannya (Br).

Setelah dilakukan pengolahan 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.

$$t = k\lambda / \beta \cos \theta$$

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



Gambar 4. Pengolahan data excel untuk menentukan besar kristalit

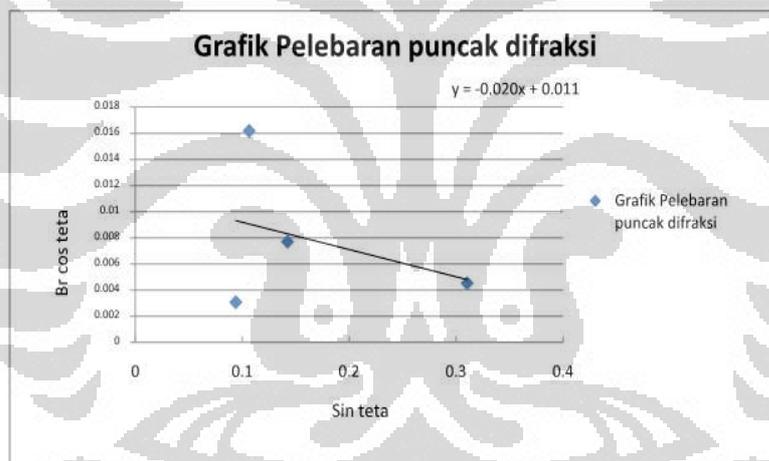
Lampiran 3

Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal

3.1 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal sampel B ZnO 300

	Peak angle (2θ)	B ⁰ /FWHM	B ⁰ instrumen	Br ⁰	B rad	B ins rad	Br rad	B ²	B ² Ins
1	10.7881	0.2362	0.1566	0.0796	0.004122468	0.002733186	0.001389282	1.69947E-05	7.4703E-06
2	12.2284	0.9446	0.1566	0.788	0.01648638	0.002733186	0.013753195	0.000271801	7.4703E-06
3	16.3652	0.4723	0.1566	0.3157	0.00824319	0.002733186	0.005510004	6.79502E-05	7.4703E-06
4	36.158	0.3149	0.1566	0.1583	0.005496042	0.002733186	0.002762856	3.02065E-05	7.4703E-06

	B ² - B ² Ins	Br rad	(θ)	RAD	cos (θ)	sin (θ)	Br cos (θ)
1	9.52444E-06	0.00308617	5.39405	0.0941	0.995571732	0.094004927	0.003072502
2	0.00026433	0.01625824	6.1142	0.1067	0.994311577	0.106510502	0.016165758
3	6.04799E-05	0.00777688	8.1826	0.1428	0.9898195	0.142328345	0.007697709
4	2.27362E-05	0.00476825	18.079	0.3155	0.950629537	0.310328027	0.004532836

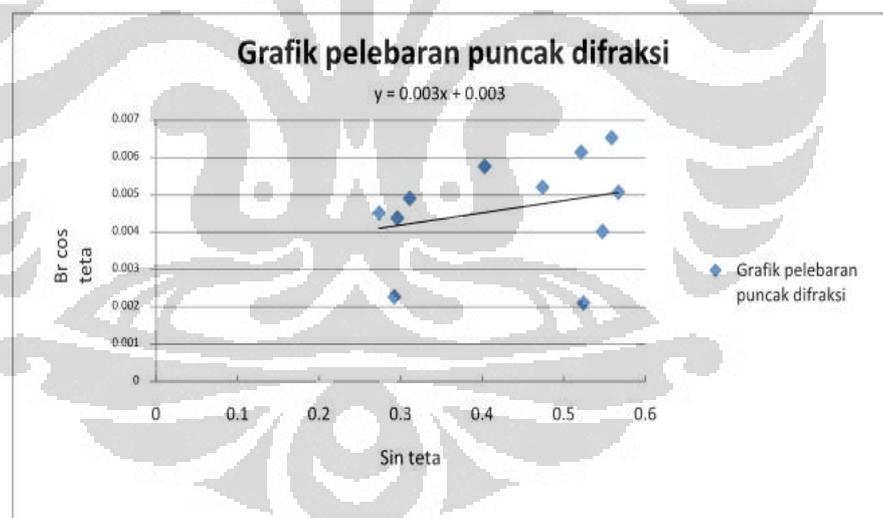


$$\text{Besarnya kristalit } t = \frac{k\lambda}{c} = \frac{0.89 \times 0.154}{0.011} = 12.46 \text{ nm}$$

3.2 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal sampel C ZnO 500

	Peak angle (2θ)	B° / FWHM	B° instrumen	Br°	B rad	B ins rad	Br rad	B ²
1	31.7794	0.3115	0.1566	0.1549	0.005436701	0.002733186	0.002703515	2.95577E-05
2	34	0.2076	0.1566	0.051	0.003623304	0.002733186	0.000890118	1.31283E-05
3	34.441	0.3061	0.1566	0.1495	0.005342453	0.002733186	0.002609267	2.85418E-05
4	36.271	0.3348	0.1566	0.1782	0.005843362	0.002733186	0.003110177	3.41449E-05
5	47.5637	0.3934	0.1566	0.2368	0.006866125	0.002733186	0.00413294	4.71437E-05
6	56.6166	0.3734	0.1566	0.2168	0.006517059	0.002733186	0.003783874	4.24721E-05
7	62.8782	0.4413	0.1566	0.2847	0.007702138	0.002733186	0.004968952	5.93229E-05
8	63.26	0.2114	0.1566	0.0548	0.003689626	0.002733186	0.00095644	1.36133E-05
9	66.416	0.317	0.1566	0.1604	0.005532694	0.002733186	0.002799508	3.06107E-05
10	67.9804	0.4777	0.1566	0.3211	0.008337438	0.002733186	0.005604252	6.95129E-05
11	69.106	0.3863	0.1566	0.2297	0.006742207	0.002733186	0.004009021	4.54574E-05

	B ² Ins	B ² - B ² Ins	Br rad	(θ)	RAD	cos (θ)	sin (θ)	Br cos (θ)
1	7.4703E-06	2.20874E-05	0.004699724	15.8897	0.277327582	0.961790543	0.273786323	0.004520151
2	7.4703E-06	5.65802E-06	0.00237866	17	0.296705973	0.956304756	0.292371705	0.002274724
3	7.4703E-06	2.10715E-05	0.00459037	17.2205	0.300554424	0.955172499	0.296049823	0.004384595
4	7.4703E-06	2.66746E-05	0.005164744	18.1355	0.316524186	0.950323057	0.311265302	0.004908175
5	7.4703E-06	3.96734E-05	0.00629868	23.78185	0.415071585	0.915087456	0.403255438	0.005763843
6	7.4703E-06	3.50018E-05	0.005916229	28.3083	0.494073041	0.880408667	0.474215752	0.005208699
7	7.4703E-06	5.18526E-05	0.007200877	31.4391	0.548715809	0.853195049	0.521591994	0.006143752
8	7.4703E-06	6.14304E-06	0.002478515	31.63	0.552047642	0.851452459	0.524431797	0.002110338
9	7.4703E-06	2.31404E-05	0.004810447	33.208	0.579588938	0.836687851	0.547680052	0.004024842
10	7.4703E-06	6.20426E-05	0.00787671	33.9902	0.593240903	0.829133206	0.559051095	0.006530842
11	7.4703E-06	3.79871E-05	0.006163364	34.553	0.603063616	0.823601896	0.567168331	0.005076158

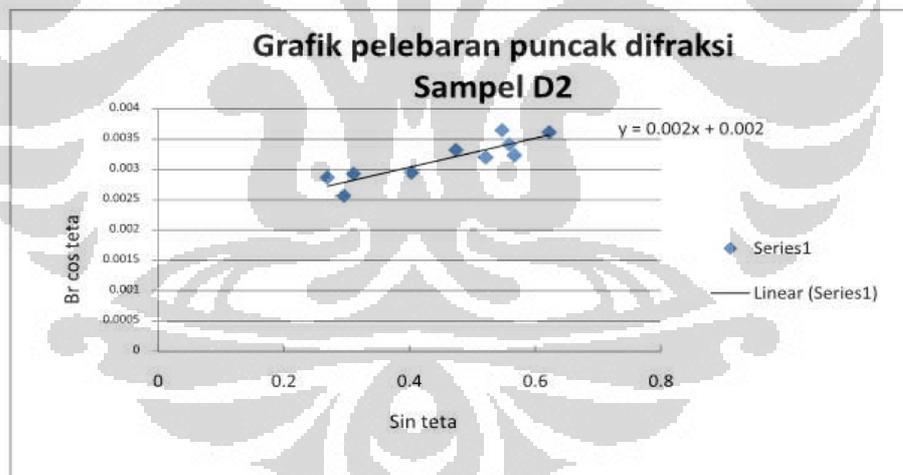


$$\text{Besarnya kristalit } t = \frac{k\lambda}{c} = \frac{0.89 \times 0.154}{0.003} = 45.68 \text{ nm}$$

3.3 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal sampel D ZnO 700

	Peak angle (2θ)	B° / FWHM	B° instrumen	B ^o	B rad	B ins rad	Br rad	B ²
1	31.2741	0.2316	0.1566	0.075	0.004042183	0.002733186	0.001308997	1.63392E-05
2	34.4054	0.2197	0.1566	0.0631	0.003834488	0.002733186	0.001101303	1.47033E-05
3	36.2283	0.2361	0.1566	0.0795	0.004120722	0.002733186	0.001387537	1.69804E-05
4	47.5123	0.2421	0.1566	0.0855	0.004225442	0.002733186	0.001492257	1.78544E-05
5	56.56	0.2669	0.1566	0.1103	0.004658284	0.002733186	0.001925098	2.16996E-05
6	62.8266	0.2658	0.1566	0.1092	0.004639085	0.002733186	0.0019059	2.15211E-05
7	66.3326	0.2947	0.1566	0.1381	0.005143485	0.002733186	0.0024103	2.64554E-05
8	67.9132	0.2832	0.1566	0.1266	0.004942772	0.002733186	0.002209587	2.4431E-05
9	69.0378	0.2741	0.1566	0.1175	0.004783947	0.002733186	0.002050762	2.28862E-05
10	76.9296	0.3073	0.1566	0.1507	0.005363397	0.002733186	0.002630211	2.8766E-05

	B ² Ins	B ² - B ² Ins	Br rad	(θ)	RAD	cos (θ)	sin (θ)	Br cos (θ)
1	7.4703E-06	8.86894E-06	0.002978076	15.63705	0.272918008	0.96298847	0.269542588	0.002867853
2	7.4703E-06	7.233E-06	0.002689423	17.2027	0.300243755	0.955264426	0.295753066	0.00256911
3	7.4703E-06	9.51005E-06	0.003083837	18.11415	0.316151559	0.950438977	0.310911163	0.002930999
4	7.4703E-06	1.03841E-05	0.00322243	23.75615	0.414623035	0.915268244	0.402844935	0.002949388
5	7.4703E-06	1.42293E-05	0.003772175	28.28	0.493579112	0.880642788	0.473780836	0.003321939
6	7.4703E-06	1.40508E-05	0.003748441	31.4133	0.548265514	0.853429833	0.521207752	0.003199031
7	7.4703E-06	1.89851E-05	0.004357194	33.1663	0.578861136	0.837086232	0.547070964	0.003647347
8	7.4703E-06	1.69607E-05	0.004118337	33.9566	0.592654473	0.829460908	0.55856477	0.003415999
9	7.4703E-06	1.54158E-05	0.003926302	34.5189	0.602468459	0.823939305	0.566678058	0.003235035
10	7.4703E-06	2.12957E-05	0.004614729	38.4648	0.671337406	0.782990455	0.622033719	0.003613289

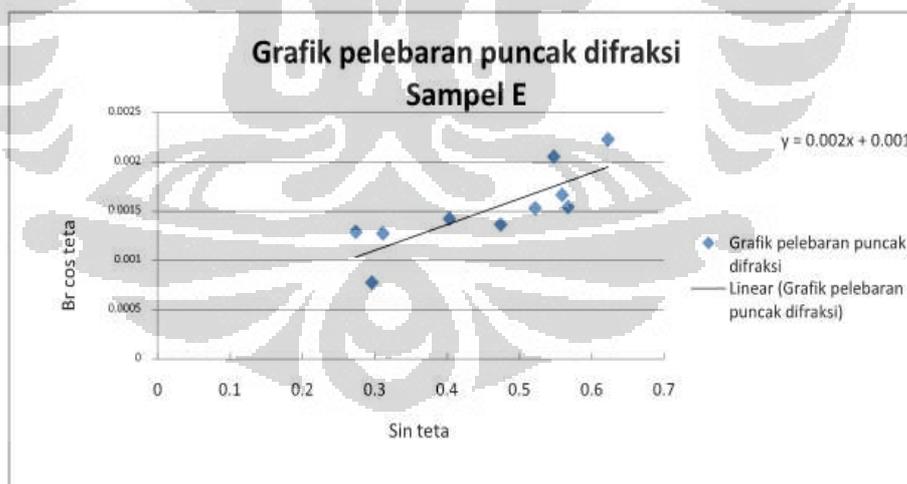


$$\text{Besar kristalit } t = \frac{k\lambda}{c} = \frac{0.89 \times 0.154}{0.002} = 68.53 \text{ nm}$$

3.3 Pengolahan Data Estimasi Besar Kristal sampel E ZnO 850

	Peak angle (2θ)	B° / FWHM	B° instrumen	Br°	B rad	B ins rad	Br rad	B ²
1	31.7912	0.1745	0.1566	0.0179	0.0030456	0.002733186	0.000312414	9.27568E-06
2	34.4631	0.1634	0.1566	0.0068	0.002851868	0.002733186	0.000118682	8.13315E-06
3	36.2791	0.1745	0.1566	0.0179	0.0030456	0.002733186	0.000312414	9.27568E-06
4	47.5755	0.1802	0.1566	0.0236	0.003145083	0.002733186	0.000411898	9.89155E-06
5	56.62	0.1801	0.1566	0.0235	0.003143338	0.002733186	0.000410152	9.88057E-06
6	62.902	0.1874	0.1566	0.0308	0.003270747	0.002733186	0.000537561	1.06978E-05
7	66.4059	0.2106	0.1566	0.054	0.003675663	0.002733186	0.000942478	1.35105E-05
8	67.9809	0.1944	0.1566	0.0378	0.00339292	0.002733186	0.000659734	1.15119E-05
9	69.1142	0.1899	0.1566	0.0333	0.00331438	0.002733186	0.000581195	1.09851E-05
10	76.9917	0.2263	0.1566	0.0697	0.00394968	0.002733186	0.001216494	1.56E-05

	B ² ins	B ² - B ² ins	Br rad	(θ)	RAD	cos (θ)	sin (θ)	Br cos (θ)
1	7.4703E-06	1.80537E-06	0.001343642	15.8956	0.277430557	0.961762345	0.273885361	0.001292264
2	7.4703E-06	6.62848E-07	0.000814154	17.23155	0.300747283	0.955115385	0.296234031	0.000777611
3	7.4703E-06	1.80537E-06	0.001343642	18.13955	0.316594872	0.950301052	0.311332475	0.001276864
4	7.4703E-06	2.42125E-06	0.001556035	23.78775	0.415174559	0.915045926	0.403349666	0.001423844
5	7.4703E-06	2.41027E-06	0.001552504	28.31	0.494102711	0.880394596	0.474241874	0.001366817
6	7.4703E-06	3.22748E-06	0.00179652	31.451	0.548923503	0.853086699	0.521769186	0.001532587
7	7.4703E-06	6.0402E-06	0.002457681	33.20295	0.579500799	0.83673612	0.547606305	0.002056431
8	7.4703E-06	4.0416E-06	0.002010374	33.99045	0.593245267	0.829130767	0.559054713	0.001666863
9	7.4703E-06	3.51481E-06	0.001874783	34.5571	0.603135175	0.823561309	0.567227266	0.001543999
10	7.4703E-06	8.12967E-06	0.002851257	38.49585	0.671879331	0.782653244	0.62245795	0.002231546

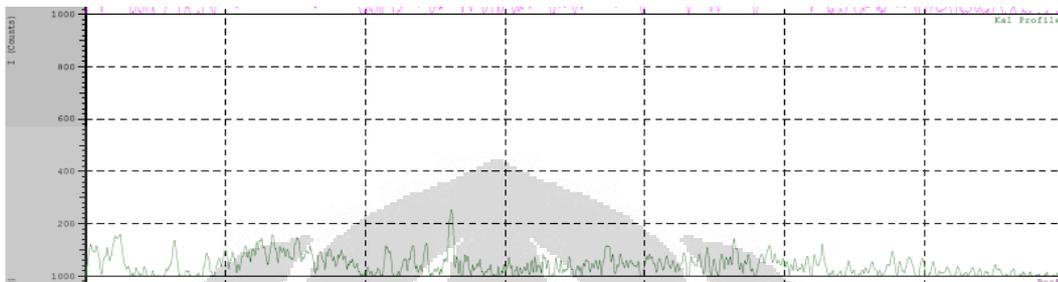


$$\text{Besarnya kristalit } t = \frac{k\lambda}{c} = \frac{0.89 \times 0.154}{0.001} = 137.06 \text{ nm}$$

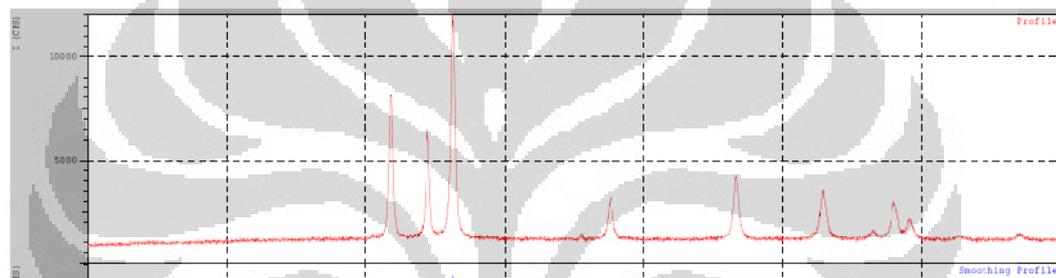
Lampiran 4

Hasil XRD

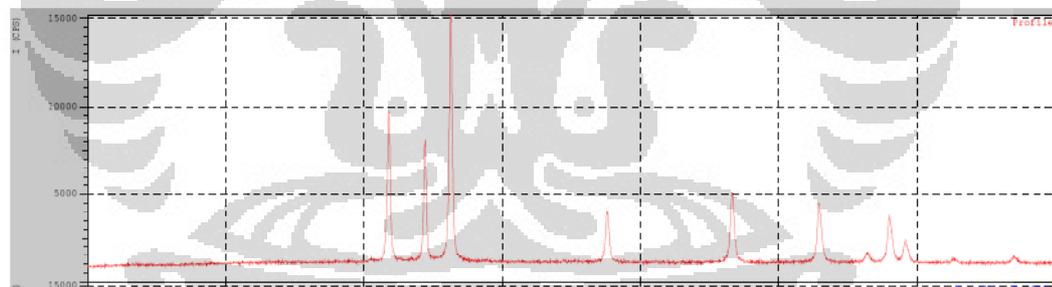
< Group: 21 Data: B300 >



< Group: 07-12 Data: C >



< Group: 07-12 Data: D >



< Group: 21 Data: B850 >

