



**PENUMBUHAN NANOPARTIKEL SENG OKSIDA (ZnO)  
YANG DISINTESIS DENGAN METODE SONOKIMIA  
DAN PEMANFAATANNYA SEBAGAI TINTA PENGAMAN**

**TUGAS AKHIR II**

**Disusun dalam rangka penyelesaian Studi Strata 1  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**Oleh**

**Kasih Widiyana  
4350406515  
Kimia S1**

**PERPUSTAKAAN  
UNNES**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG  
2011**

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Tugas Akhir II ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, Februari 2011

Pembimbing I

Pembimbing II

F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si  
NIP. 19691217 199702 2 001

Cepi Kurniawan, S.Si, M.Si  
NIP. 19810411 200501 1 001

PERPUSTAKAAN  
UNNES

## PENGESAHAN

Tugas Akhir II yang berjudul

Penumbuhan Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) yang Disintesis dengan Metode Sonokimia dan Pemanfaatannya sebagai Tinta Pengaman

disusun oleh

Nama : Kasih Widiyana

NIM : 4350406515

telah dipertahankan dihadapan Sidang panitia Ujian Tugas Akhir II Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang pada tanggal 8 Februari 2011.

Panitia:

Ketua

Sekretaris

Dr. Kasmadi Imam S, M.S

NIP. 19511115 197903 1 001

Drs. Sigit Priatmoko, M. Si

NIP. 19650429 199103 1 001

Ketua Penguji

Drs. Sigit Priatmoko, M. Si

NIP. 19650429 199103 1 001

Anggota Penguji/

Pembimbing Utama

Anggota Penguji/

Pembimbing Pendamping

F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si

NIP. 19691217 199702 2 001

Cepi Kurniawan, S.Si, M.Si

NIP. 19810411 200501 1 001

## PERNYATAAN

Penulis menyatakan bahwa yang tertulis di dalam Tugas Akhrit II ini benar-benar hasil karya penulis sendiri, bukan jiplakan dari karya tulis orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam Tugas Akhir II ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.



Semarang, Februari 2011

Penulis

Kasih Widiyana

NIM. 4350406515

## MOTTO DAN PERSEMBAHAN

### MOTTO:

- ❖ *Jangan hindari kegagalan, sebaliknya pelajarilah dengan hati-hati dan penuh imajinasi karena pasti ada hikmahnya (Michael Korda).*
- ❖ *Kejujuran seseorang diukur oleh perbuatannya, bukan profesinya (Junius).*
- ❖ *Kesuksesan tidak diukur dengan apa yang Anda raih, tapi dari keberhasilan menghadapi tantangan dan keberanian yang Anda pertahankan dalam mengatasi segala persoalan (Orison Swett Marden).*
- ❖ *Maka Maha Suci (Allah) yang ditangan-Nya kekuasaan atas segala sesuatu dan Kepada-Nya lah Kamu dikembalikan (Surat Yasin : 83).*

### PERSEMBAHAN

Dengan segala kerendahan hati dan sepenuh hati, karya ini ku persembahkan untuk:

1. Ibunda dan Ayahanda yang senantiasa mencurahkan kasih sayang, doa, dan dukungannya selama ini.
2. Mbakku dan adeku ( Mbak Endah, Mbak indah, De Yuli dan Yudha) terima kasih atas semangat, dukungan dan do'anya.
3. Teman-teman kimia 2006, teman kost, dan teman seperjuangan terimakasih atas bantuannya.
4. Semua orang yang mengenalku.

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir II dengan judul Penumbuhan Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) Yang Disintesis dengan Metode Sonokimia dan Pemanfaatannya sebagai Tinta Pengaman.

Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan Tugas Akhir II. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
4. Ibu F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan ilmu, petunjuk dan bimbingan dengan penuh kesabaran sehingga Tugas Akhir II ini dapat terselesaikan.
5. Bapak Cepi Kurniawan, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu, memberikan pengarahan, motivasi dan bantuan baik materiil maupun spiritual sehingga Tugas Akhir II ini menjadi lebih baik.
6. Bapak Drs. Sigit Priatmoko, M. Si selaku penguji utama yang telah memberikan motivasi, bimbingan dan pengarahannya dalam penyusunan Tugas Akhir II ini.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA UNNES yang memberikan bekal ilmu kepada penulis selama menjalani studi.
8. Kepada Bapak, Ibu, Mbak Endah, Mbak Indah, Yuli, Yudha tercinta dan seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan, doa tiada henti tanpa

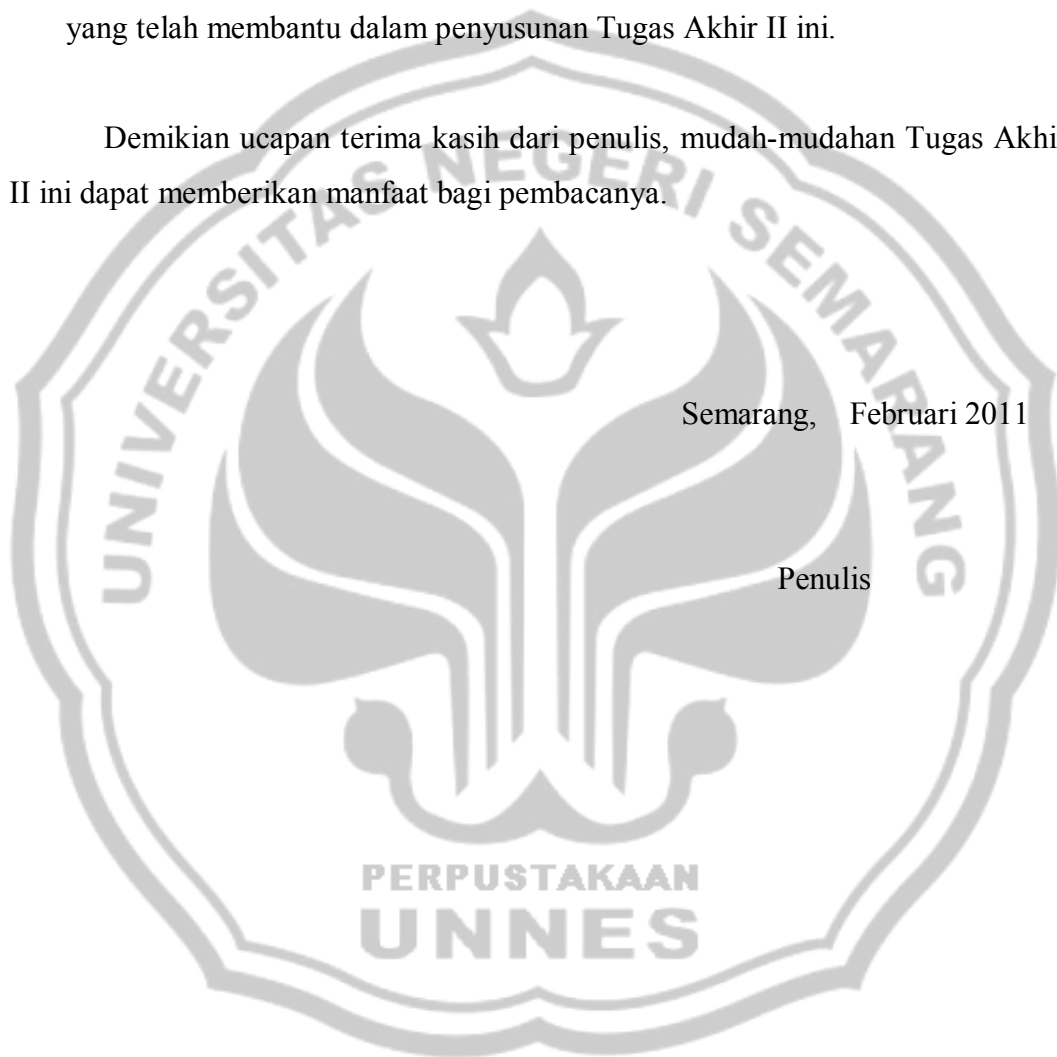
pernah mengharap balasan, terimakasih sebesar-besarnya sehingga Tugas Akhir II ini berjalan lancar.

9. Kepada teman-teman kelas, Yuniar, Fikrih, Migfar, Witarno, Ayu, Rizka, Rivand, semua teman-teman satu angkatan 2006 dan teman kost yang telah memotivasi dalam penyelesaian Tugas Akhir II ini.
10. Semua pihak yang terkait yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang telah membantu dalam penyusunan Tugas Akhir II ini.

Demikian ucapan terima kasih dari penulis, mudah-mudahan Tugas Akhir II ini dapat memberikan manfaat bagi pembacanya.

Semarang, Februari 2011

Penulis



## ABSTRAK

Widiyana, Kasih. 2011. *Penumbuhan Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) yang Disintesis dengan Metode Sonokimia dan Pemanfaatannya sebagai Tinta Pengaman*. Tugas Akhir II, Jurusan Kimia, Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing I : F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si., Pembimbing II : Cepi Kurniawan, S.Si, M.Si.

Kata Kunci : Nanopartikel dan ZnO.

Penelitian tentang penumbuhan nanopartikel seng oksida (ZnO) yang disintesis dengan metode sonokimia dan pemanfaatannya sebagai tinta pengaman telah dilakukan. Material semikonduktor berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar dan dapat disintesis sebagai nanopartikel, banyak percobaan telah dilakukan untuk mensintesis material semikonduktor berskala nano salah satunya adalah ZnO. Pada penelitian ini digunakan variasi konsentrasi, waktu sonikasi dan penambahan agen penghidrolisis (LiCl dan NH<sub>4</sub>OH) dengan tujuan untuk melihat perubahan ukuran, pertumbuhan kristal ZnO dan luminesens yang dihasilkan, sehingga dapat diaplikasikan sebagai tinta pengaman. Nanopartikel ZnO dengan berbagai ukuran dan orientasi kristal telah disintesis menggunakan metode sonokimia dengan variasi konsentrasi, waktu sonikasi dan penambahan agen penghidrolisis (LiCl dan NH<sub>4</sub>OH). Hasil karakterisasi menggunakan XRD dan SEM menunjukkan bahwa naiknya konsentrasi, lamanya waktu sonikasi dan penambahan LiCl dan NH<sub>4</sub>OH menyebabkan perbedaan ukuran dan orientasi pertumbuhan nanopartikel ZnO, tetapi pada penambahan LiCl dihasilkan ukuran nanopartikel ZnO yang seragam, untuk orientasi pertumbuhan kristal menunjukkan kearah sumbu-*c* dan sumbu-*a*. Koloid ZnO pada konsentrasi 0,08 M, waktu sonikasi 3 jam dan penambahan agen penghidrolisis (LiCl dan NH<sub>4</sub>OH) dapat memancarkan luminesens hijau kekuningan pada penyinaran sinar UV (254 nm), tetapi untuk aplikasi koloid ZnO yang dioleskan pada kertas HVS pada penyinaran sinar UV (254 nm) belum memiliki potensi yang bagus. Hal ini dapat disimpulkan dengan adanya perbedaan ukuran, orientasi pertumbuhan dan perbedaan ketajaman luminesens kristal ZnO, menunjukkan bahwa konsentrasi, waktu sonikasi dan penambahan agen penghidrolisis (LiCl dan NH<sub>4</sub>OH) dapat mempengaruhi ukuran, orientasi pertumbuhan dan ketajaman luminesens kristal ZnO.



## ABSTRACT

Widiyana, K., 2011. *Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles Growth (ZnO) by Sonochemical Method and its Utilization as security Ink. Final Project 2, Chemistry Major, Chemistry Department. Faculty of Mathematics and Sciences, Semarang State University. Supervisor I: F. Widhi Mahatmanti, S. Si, M. Si, Supervisor II: Cepi Kurniawan, S.Si., M.Si.*

*Research on the growth of zinc oxide nanoparticles (ZnO) and its utilization as a security ink has been done was done. Nanometer-sized semiconductor materials have a number of chemical and physical properties that are superior to large-sized material and can be synthesized as nanoparticles, numerous attempts have been made to synthesize nano-scale semiconductor materials one of which is ZnO. This research used the variation of concentration, sonication time and the addition of hydrolizing agent (LiCl and NH<sub>4</sub>OH) in order to observe the changes in size, the growth of ZnO crystals and luminescence generated. The results of characterization using XRD and SEM showed that the increase in concentration, sonication time and the addition of LiCl and NH<sub>4</sub>OH cause differences in the size and growth orientation of ZnO nanoparticles. However, the addition of LiCl produced a uniform size of ZnO nanoparticles, to indicate the direction of crystal growth orientation a-axis and c-axis. Colloidal ZnO at concentration of 0.08 M, sonication time of 3 hours and the addition of hydrolizing agent (LiCl and NH<sub>4</sub>OH) emit luminescence radiation of yellowish green in UV light (254 nm), but for the application of colloidal ZnO smeared on white paper on UV radiation (254 nm) does not have a good potential. It can be inferred by the difference in size, orientation and difference in acuity luminesens growth of ZnO crystal, indicating that the concentration, sonication time and the addition of hydrolizing agent (LiCl and NH<sub>4</sub>OH) can affect the size, orientation and sharpness luminescence growth of ZnO crystal.*

*Keywords: Nanoparticles and ZnO.*

## DAFTAR SINGKATAN, LAMBANG DAN ISTILAH

SINGKATAN	Nama	Pemakaian pertamakali pada halaman
ZnO	<i>Zinc Oxide</i> .....	1
MOCVD	<i>Metal Organic Chemical Vapor Deposition</i> (difusi oksida dari fasa uap) .....	2
UV	<i>Ultra Violet</i> .....	3
TCO	<i>Transparent Counductive Oxide</i> (Oksida Konduktif Transparan).....	6
ITO	<i>Indium Tin Oxide</i> .....	9
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i> (Difraksi Sinar-X) .....	18
PDF	<i>Powder Diffraction File</i> .....	19
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i> .....	19
UV-Vis	<i>Ultra Violet Visibel</i> .....	20
DRUV	<i>Diffuse Reflectance Ultra Violet</i> .....	20
 <b>LAMBANG</b>		
eV	Elektron Volt, satuan energi.....	1
nm	Nanometer, satuan panjang .....	1
kHz	Kilo Hertz, satuan frekwensi.....	6
K	Kelvin, satuan temperatur .....	7
atm	atmosfer, satuan tekanan .....	7
d	Jarak antar kisi.....	18
$\theta$	sudut sinar datang pada difraksi sinar-X.....	18
D	Ukuran kristalit dari persamaan Debye-Scherrer .....	18
M	Molar, satuan konsentrasi.....	21

## ISTILAH

Luminesens	Fenomena emisi cahaya oleh suatu zat.....	1
Fotonik	Fotonik adalah bidang yang mengkaji interaksi cahaya dengan materi.....	6
Eksiton	Pasangan elektron-hole terikat netral .....	6
Piezoelektrik	suatu kemampuan yang dimiliki sebagian kristal maupun bahan-bahan tertentu lainnya yang dapat menghasilkan suatu arus listrik jika mendapatkan perlakuan tekanan.....	6
Transduser	Perangkat yang mengubah satu bentuk daya menjadi bentuk daya lain. Biasanya mengubah energi akustik menjadi sinyal atau energi listrik.....	7
Fraunhofer	Wilayah jauh = $r > r_0$ , dimana $r$ adalah jarak dan $r_0$ adalah jari-jari sumber .....	7
Kavitasi	Pembentukan gelembung akibat dari gelombang ultrasonik.....	7
Kluster-kluster	Kumpulan satuan (atom atau molekul reaktif) hingga sekitar 50 satuan. Senyawa kluster adalah lingkungan yang dikelilingi oleh suatu ligan .....	10
Hole	Keadaan kosong di pita valensi akibat dari loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi, karena elektron mendapat energi yang cukup .....	11
Quantum dot	Partikel yang menunjukkan efek kuantisasi ukuran pada dimensi terendah.....	12
Blue shifted	pergeseran spektrum ke arah daerah biru .....	12
Band gap	Celah pita energi yang terletak di antara pita valensi yang berisi elektron penuh dengan pita konduksi yang kosong .....	11
Irradiationless transition	Transisi tanpa radiasi .....	14
Irradiative transition	Transisi disertai radiatif.....	14

Deep level	Suatu posisi elektron di 1 eV di atas pita valensi, Terjadi pada proses terpecahnya eksiton. ....	16
Teranihilasi	Musnah .....	17



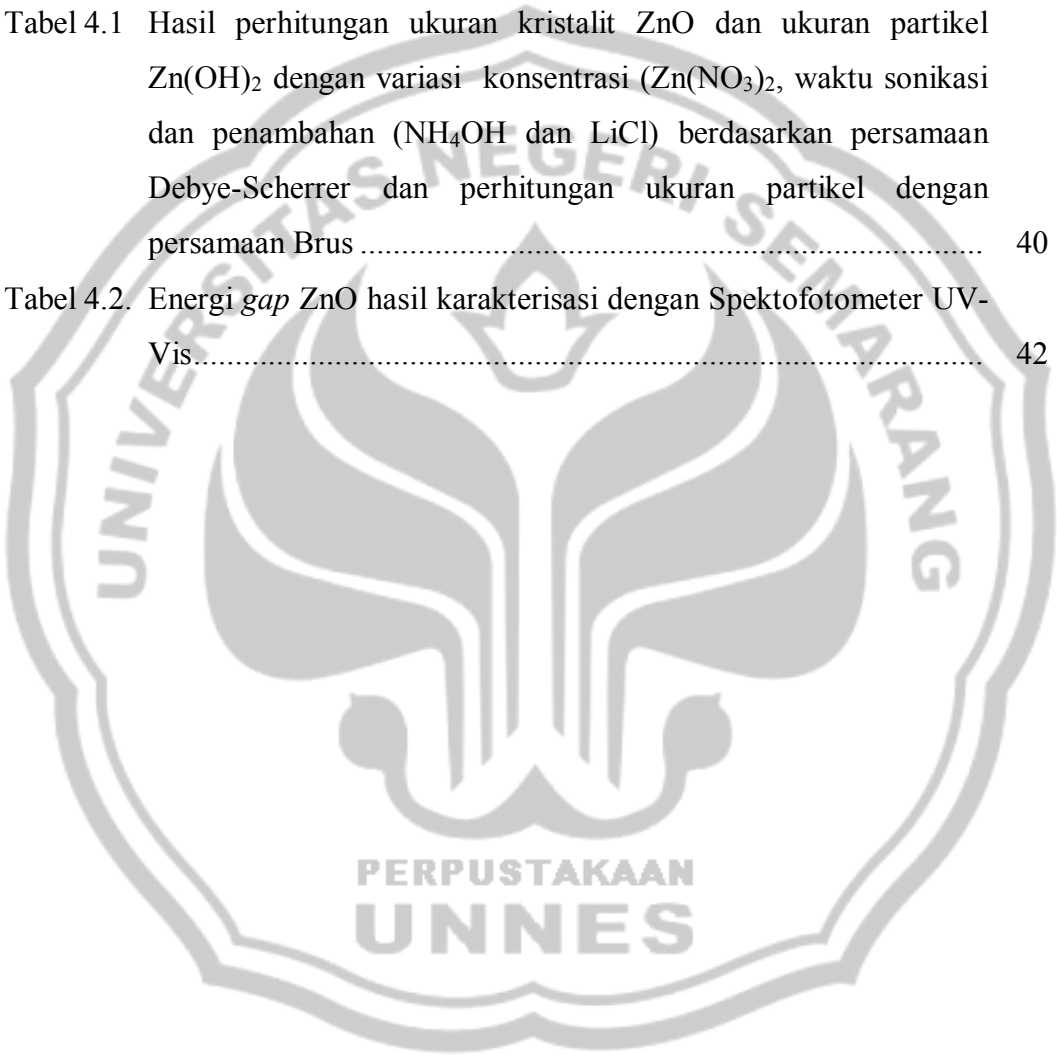
## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING .....	ii
PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN .....	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN .....	v
KATA PENGANTAR .....	vi
ABSTRAK .....	viii
ABSTRACT .....	ix
DAFTAR SINGKATAN, LAMBANG DAN ISTILAH .....	x
DAFTAR ISI .....	xiii
DAFTAR TABEL .....	xv
DAFTAR GAMBAR .....	xvi
<b>BAB 1. PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Perumusan Masalah .....	3
1.3. Tujuan Penelitian .....	4
1.4. Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB 2. TINJUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
2.1. Seng Oksida (ZnO) .....	5
2.2. Sonokimia .....	6
2.3. Penumbuhan Kristal ZnO .....	9
2.4. Efek Ukuran Nanopartikel terhadap Celah Pita Energi ( <i>Bnd Gap</i> ).....	11
2.5. Pemanfaatan ZnO Nanopartikel sebagai Tinta Pengaman .....	15
2.6. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	18
2.7. <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	20

2.8. <i>Spektrofotometer UV-Vis</i> .....	21
2.9. <i>Diffuse Reflectance Ultra Violet (DR-UV)</i> .....	23
	Halaman
<b>BAB 3. METODE PENELITIAN</b> .....	<b>27</b>
3.1. Lokasi Penelitian .....	27
3.2. Populasi dan Sampel.....	27
3.3. Variabel Penelitian .....	27
3.4. Alat dan Bahan .....	28
3.5. Prosedur Penelitian .....	29
3.5.1. Sintesis Seng Oksida (ZnO) .....	29
3.5.2. Karakterisasi .....	31
3.5.3. Aplikasi Seng Oksida (ZnO) Nanopartikel sebagai Tinta Pengaman .....	31
<b>BAB 4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>32</b>
4.1. Sintesis Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) .....	32
4.2. Karakterisasi Nanopartikel ZnO .....	34
4.2.1. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	34
4.2.2. <i>Spektrofotometer UV-Vis</i> .....	41
4.2.3. <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i> .....	43
4.3. Aplikasi Seng Oksida (ZnO) Nanopartikel sebagai Tinta Pengaman .....	46
<b>BAB 5. PENUTUP</b> .....	<b>52</b>
5.1. Simpulan .....	52
5.2. Saran .....	52
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>53</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>56</b>

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1.1. Beberapa topik penelitian tentang sintesis nanopartikel dan karakterisasinya .....	2
Tabel 4.1 Hasil perhitungan ukuran kristalit ZnO dan ukuran partikel Zn(OH) <sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi (Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , waktu sonikasi dan penambahan (NH <sub>4</sub> OH dan LiCl) berdasarkan persamaan Debye-Scherrer dan perhitungan ukuran partikel dengan persamaan Brus .....	40
Tabel 4.2. Energi <i>gap</i> ZnO hasil karakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis.....	42

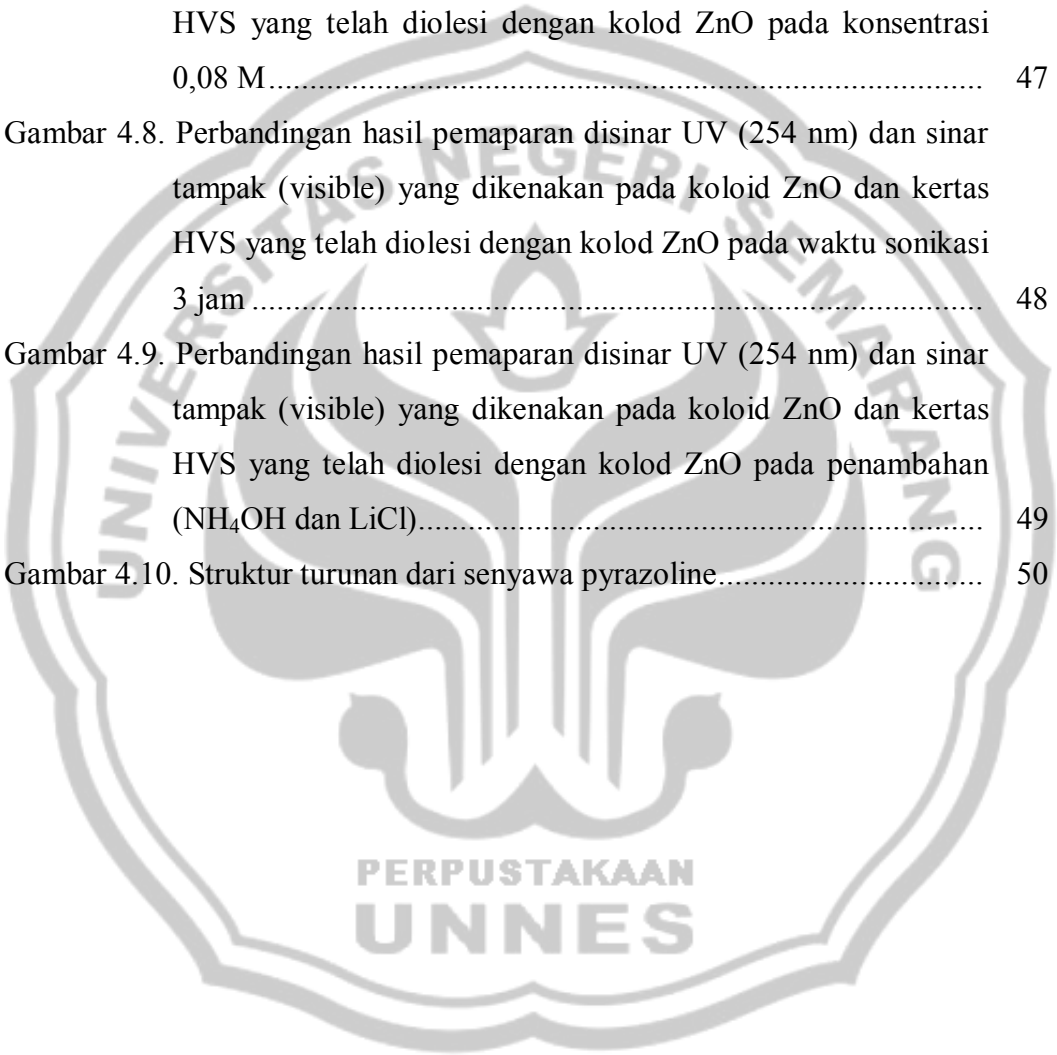


## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur-struktur kristal ZnO: (a) <i>wurtzite</i> , (b) Kubik.....	5
Gambar 2.2. Bagan rangkaian pemancar pembangkit gelombang ultrasonik .....	7
Gambar 2.3. Efek kavitasi pada irradiasi ultrasonik. Gelombang ultrasonik menyebabkan terbentuknya tekanan akustik di sekitar cairan medium.....	8
Gambar 2.4. Ilustrasi penumbuhan kristal ZnO pada substrat.....	11
Gambar 2.5. Kebergantungan warna yang dihasilkan pada proses deeksitasi pada nanopartikel.....	12
Gambar 2.6. Tingkat energi pada konduktor, semikonduktor dan isolator.....	14
Gambar 2.7. Proses eksitasi dan deeksitasi elektron.....	15
Gambar 2.8. Proses eksitasi dan luminesens dalam partikel ZnO seperti yang diusulkan Abdullah <i>et al</i> .....	17
Gambar 2.9. Difraksi sinar-X pada kisi kristal. $\lambda$ adalah panjang gelombang sinar-X, $d$ adalah jarak anatar kisi kristal, $\theta$ adalah sudut datang sinar.....	19
Gambar 4.1. Ilustrasi orientasi pertumbuhan kristal ZnO <i>wurtzite</i> .....	35
Gambar 4.2. Pola difraksi ZnO pada berbagai konsentrasi yang dipreparasi dengan metode sonokimia.....	36
Gambar 4.3. Pola difraksi ZnO pada berbagai waktu sonikasi.....	37
Gambar 4.4. Pola difraksi ZnO dari hasil preparasi denga penambahan NH <sub>4</sub> OH dan LiCl.....	39
Gambar 4.5. Hasil SEM nanorod ZnO yang dipreparasi dengan metode sonokimia varisai konsentrasi 0,08M.....	43



Gambar 4.6. Foto SEM dari nanorod ZnO dengan penambahan NH <sub>4</sub> OH. dan LiCl. (a) dan (b) Nanorod ZnO dengan penambahan NH <sub>4</sub> OH, perbesaran SEM 20000 dan 35000; (c) dan (d) Nanorod ZnO dengan penambahan LiCl, perbesaran SEM 20000 dan 35000 ...	44
Gambar 4.7. Perbandingan hasil pemaparan disinar UV (254 nm) dan sinar tampak (visible) yang dikenakan pada koloid ZnO dan kertas HVS yang telah diolesi dengan kolod ZnO pada konsentrasi 0,08 M.....	47
Gambar 4.8. Perbandingan hasil pemaparan disinar UV (254 nm) dan sinar tampak (visible) yang dikenakan pada koloid ZnO dan kertas HVS yang telah diolesi dengan kolod ZnO pada waktu sonikasi 3 jam .....	48
Gambar 4.9. Perbandingan hasil pemaparan disinar UV (254 nm) dan sinar tampak (visible) yang dikenakan pada koloid ZnO dan kertas HVS yang telah diolesi dengan kolod ZnO pada penambahan (NH <sub>4</sub> OH dan LiCl).....	49
Gambar 4.10. Struktur turunan dari senyawa pyrazoline.....	50



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Pada saat ini, teknologi yang sedang berkembang adalah teknologi berbasis nano atau sering disebut nanoteknologi. Nanoteknologi adalah ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Material berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*) (Abdullah, 2008). Material ini banyak dimanfaatkan dan dapat disintesis sebagai nanopartikel, salah satu material yang disintesis sebagai nanopartikel adalah material semikonduktor. Material semikonduktor berskala nano akhir – akhir ini banyak menarik perhatian karena sifat elektronik, optik dan mekanikanya yang unik sehingga menjadikan material ini memiliki potensi yang besar dalam aplikasi divais nano. Banyak percobaan telah dilakukan untuk mensintesis material semikonduktor berskala nano salah satunya adalah ZnO.

Seng Oksida (ZnO) memancarkan cahaya hijau-kekuningan ketika disinari dengan cahaya atau berkas elektron yang memiliki energi foton lebih besar dari 3,4 eV (celah pita energi ZnO). Jika ukuran partikel ZnO lebih kecil dari 10 nm, lebar celah pita energi menjadi bergantung pada ukuran partikel yang berakibat pula pada kebergantungan panjang gelombang luminesens pada ukuran partikel (Abdullah, 2006). Beberapa metode yang digunakan dalam sintesis nanopartikel untuk menghasilkan material berukuran nano adalah metode sol-gel, hidrotermal,

spray pyrolisis, kopresipitasi, dan deposisi uap (Das, 2009). Tabel 1.1 menunjukkan beberapa hasil penelitian tentang sintesis dan karakterisasi ZnO.

**Tabel 1.1.** Beberapa topik penelitian tentang sintesis nanopartikel dan karakterisasinya

Peneliti / Tahun	Metode	Hasil	Kelemahan
Tan, 2005	Geseran Hijau pada Pita Energi Optik ZnO yang Ditumbuhkan dengan Metode <i>Metal-Organic Chemical-Vapor Deposition</i> (MOCVD).	Ukuran partikel: 8,75 nm Energi <i>Gap</i> : 3,30 eV	Membutuhkan waktu yang lama dan menggunakan reaktor yang rumit, menggunakan kontrol tekanan dan suhu.
Gumus, 2006	Kajian Struktural dan Sifat Optik Film Tipis ZnO yang Disintesis dengan Metode <i>spray pyrolysis</i> .	Ukuran partikel : 40 nm Energi <i>Gap</i> : 3,27 eV	Membutuhkan suhu yang tinggi dan serbuk ZnO tidak bisa langsung di deposisikan.
Anees, 2007	Sintesis ZnO Nanopartikel dengan Metode Hidrotermal.	Ukuran partikel : 7 nm Energi <i>Gap</i> : 3,32 eV	Membutuhkan tekanan yang tinggi.
Suwanboon, 2007	Struktur Sifat Optikal Serbuk ZnO dengan Metode Sol-Gel	Ukuran partikel : 45 nm dan Energi <i>Gap</i> : 3,237 eV	Membutuhkan suhu yang tinggi, prosesnya lama dan aging selama beberapa hari.
Muslimin, 2009	Sintesis <i>Nanosized</i> CuO/ZnO dan Pemanfaatannya Sebagai Sumber Energi Alternatif <i>Solar Cell</i> . (Metode Kopresipitasi)	Ukuran partikel : 56,64 nm Energi <i>Gap</i> : 3,25 eV	Membutuhkan proses yang lama dan terbentuk agregat besar (ukuran tidak homogen).

Kelompok penelitian di Universitas Illionis oleh Suslick pada tahun 1999 mempublikasikan tentang penggunaan metode sonokimia (Suslick, 1999). Metode sonokimia merupakan metode alternatif untuk mensintesis oksida logam yang mana dengan bantuan Irradiasi ultrasonik dapat mempersingkat waktu reaksi dalam preparasi beberapa senyawa oksida fungsional yang disintesis melalui mekanisme ini (Yu *et al*, 2004). Metode ini juga dapat mengendalikan bentuk maupun ukuran partikel yang dihasilkan (Kurniawan, 2008).

Berdasarkan pemaparan di atas, maka penelitian ini menekankan pada kajian teknik preparasi material dan penumbuhan kristal berukuran nano yakni dengan pemanfaatan irradiasi ultrasonik dari *cleaning bath* ultrasonik. Hal ini, diharapkan dapat mempengaruhi bentuk dan ukuran nanopartikel Seng Oksida (ZnO), sehingga dapat dimanfaatkan sebagai komponen tinta pengaman yang hanya dapat dibaca ketika disinari lampu UV yang digunakan untuk mengidentifikasi keaslian uang kertas dan menjaga keamanan dokumen.

## 1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah yang dipaparkan di atas maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimanakah pengaruh waktu sonikasi terhadap ukuran dan pertumbuhan kristal ZnO yang dipreparasi dengan metode sonokimia ?
2. Bagaimanakah pengaruh konsentrasi  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  dan penambahan agen penghidrolisis (LiCl dan  $\text{NH}_4\text{OH}$ ) terhadap pertumbuhan kristal ZnO ?

3. Apakah koloid ZnO yang dilapiskan pada kertas HVS, dapat memancarkan luminesens ketika disinari lampu UV, sehingga dapat diaplikasikan sebagai material tinta pengaman ?

### 1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mempelajari bagaimana pengaruh waktu sonikasi terhadap ukuran dan pertumbuhan kristal ZnO yang dipreparasi dengan metode sonokimia.
2. Mempelajari pengaruh konsentrasi  $Zn(NO_3)_2$  dan penambahan agen penghidrolisis (LiCl dan  $NH_4OH$ ) terhadap pertumbuhan kristal ZnO.
3. Mempelajari karakteristik luminesense koloid ZnO yang dilapiskan pada kertas HVS, dapat memancarkan luminesens ketika disinari lampu UV, sehingga dapat diaplikasikan sebagai material tinta pengaman.

### 1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Memberikan informasi cara mensintesis nanopartikel Seng Oksida (ZnO).
2. Memberikan informasi pengaruh gelombang ultrasonik dalam mengendalikan ukuran, morfologi dan sifat luminesens dari nanopartikel ZnO.
3. Memberikan informasi cara mengaplikasikan nanopartikel ZnO sebagai tinta pengaman.

4. Mengenalkan pada masyarakat tertentu tentang material luminesens serta diharapkan dari aktifitas luminesens nanopartikel ZnO dapat dijadikan alternatif untuk pembuatan tinta pengaman dalam pengamanan dokumen-dokumen yang bersifat rahasia.

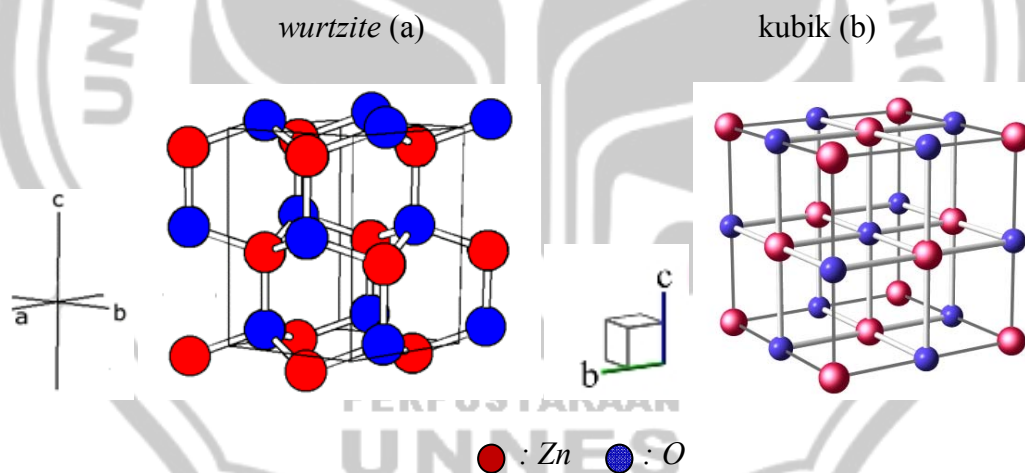


## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Seng Oksida (ZnO)

Seng oksida adalah komponen anorganik dengan rumus kimia ZnO, dan merupakan senyawa semikonduktor golongan II-VI yang mempunyai sifat elektronik dan fotonik penting karena memiliki stabilitas termal yang baik, celah energi langsung yang lebar (3,37 eV) pada suhu kamar, dan energi ikat eksiton yang besar (60 meV). Seng oksida mengkristal dalam tiga fasa yaitu heksagonal *wurtzite*, kubik dan *zink blende*. Dari ketiga fasa tersebut yang jarang teramati kubik *rocksalt*.



**Gambar 2.1.** Struktur-struktur kristal ZnO: (a) *wurtzite*, (b) Kubik (www.tyndall.ie)

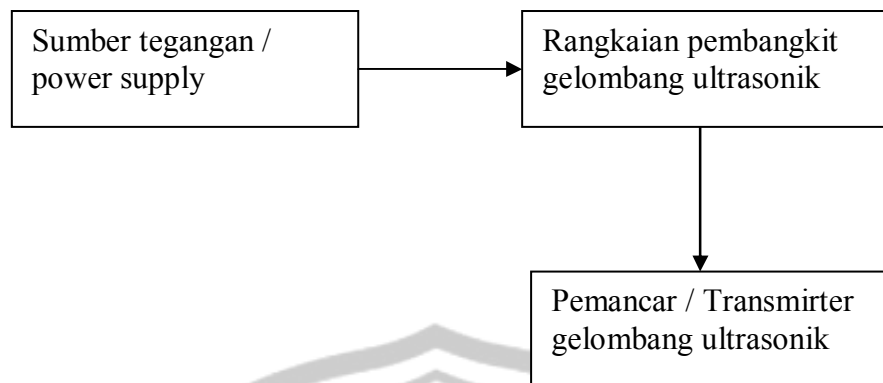
Pada kondisi ruang, fasa yang stabil secara termodinamika adalah fasa *wurtzite*. Kristal ZnO dengan struktur *zink blende* dapat menjadi stabil hanya dengan penumbuhan pada substrat-substrat struktur kubik.

ZnO merupakan suatu material yang penting karena memiliki celah pita energi yang besar, sifat-sifat optik, kelistrikan yang menarik dan murah dalam produksi serta sifat luminesensi yang baik. ZnO sendiri biasanya diaplikasikan sebagai sensor karena ZnO akan mengalami peningkatan konduktivitas permukaan bila mengadsorpsi dan sebagai oksida konduktif transparan (TCO), elektroda transparan dalam teknologi fotovoltaik, piranti elektroluminisens, fotokatalis, sel surya, nano laser, dan material untuk piranti pemancar ultraviolet (Masuda dan Kato, 2007).

## **2.2. Sonokimia**

Sonokimia adalah proses kimia dengan menggunakan teknologi sonik atau suara. Sonik atau suara dengan frekuensi sangat tinggi disebut ultrasonik, ultrasonik memiliki frekuensi diatas pendengaran manusia (di atas 16 kHz). Gelombang ultrasonik dihasilkan dari sebuah alat yang disebut pembangkit gelombang ultrasonik. Pada Gambar 2.2. dapat dilihat bahwa secara umum pembangkit gelombang ultrasonik terdiri atas beberapa bagian penting, diantaranya sumber tegangan, rangkaian pembangkit gelombang, dan pemancar. Fungsi pemancar adalah melepaskan pulsa-pulsa listrik kearah sensor kristal piezoelektrik di dalam transduser sehingga mengakibatkan transmisi paket gelombang ultrasonik di dalam pancarannya. Bagan skema rangkaian pemancar pembangkit gelombang ultrasonik disajikan pada Gambar 2.2.

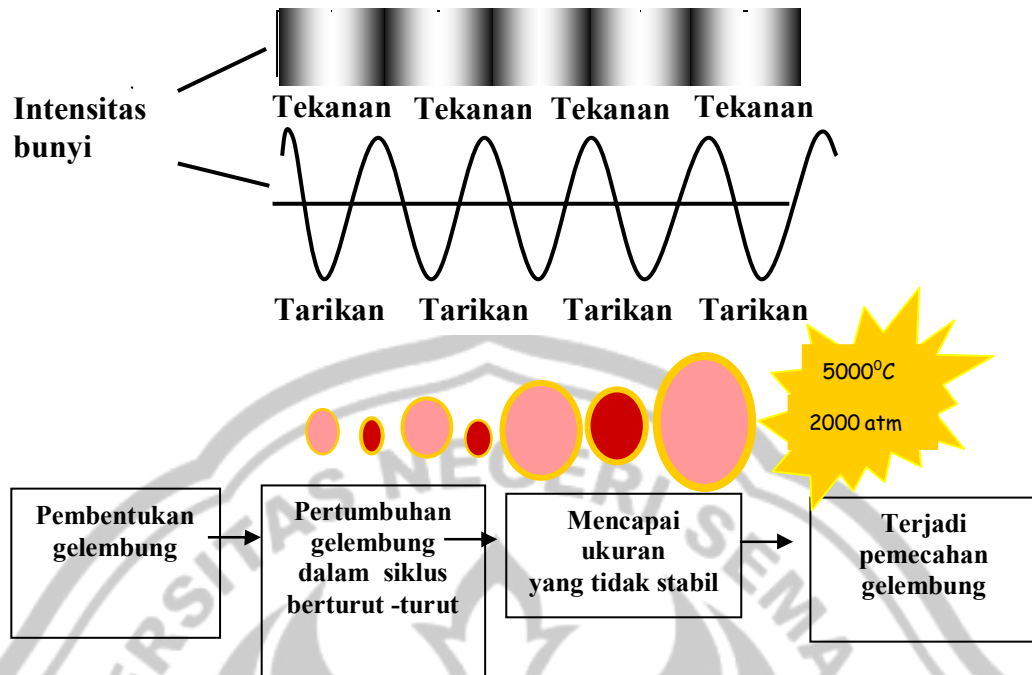




**Gambar 2.2.** Bagan rangkaian pemancar pembangkit gelombang ultrasonik

Gelombang ultrasonik yang dipancarkan oleh transduser merupakan sebaran medan akustik Fraunhofer (wilayah jauh =  $r > r_0$ ) yang medan tekanannya tampak merupakan perpanjangan linear sumbernya yaitu suatu berkas radiasi yang tegak lurus permukaan pemancar (Canselier, 2007).

Dengan adanya suara ultrasonik yang menjalar di dalam medium cair memiliki kemampuan terus menerus yang membangkitkan semacam gelembung atau rongga (kavitasi) didalam medium tersebut yang kemudian terjadi pembentukan, pertumbuhan, dan pecahnya gelembung kecil gas. Gelembung-gelembung yang pecah tadi bisa menghasilkan energi kinetik luar biasa besar yang berubah menjadi energi panas. Penciptaan dan luruhnya gelembung yang cepat memberikan efek transfer energi panas yang juga cepat. Gelembung-gelembung tadi bisa mencapai suhu 5000 Kelvin, bertekanan 1000 atm, dan memiliki kecepatan pemanasan-pendinginan  $10^{10}$  K/s (Suslick *et al*, 1998). Gelombang ultrasonik yang cukup kuat untuk menghasilkan kavitasi dapat mendorong reaksi kimia seperti oksidasi, degradasi, pembubaran dan dekomposisi (Yadav, 2008). Secara garis besar, efek kavitasi dapat dilihat pada Gambar 2.3.



**Gambar 2.3.** Efek kavitasi pada irradiasi ultrasonik. Gelombang ultrasonik menyebabkan terbentuknya tekanan akustik di sekitar cairan medium ([www.rsc.org](http://www.rsc.org))

Untuk memahami bagaimana cara tumbukan kavitasi dapat mempengaruhi perubahan kimia, harus dipertimbangkan berbagai kemungkinan akibat dari tumbukan ini di dalam sistem yang berbeda. Di dalam kasus dari reaksi-reaksi fasa cair yang homogen, ada dua pengaruh besar. Pertama, rongga yang dibentuk tidak mungkin berupa suatu ruang hampa (dalam wujud rongga) pasti berisi uap air dari media cair atau bahan reaktan atau gas-gas mudah menguap.

Selama tumbukan, uap ini akan diperlukan dalam kondisi yang ekstrim temperatur dan tekanan yang tinggi, menyebabkan molekul-molekul untuk terpecah dan menghasilkan jenis radikal reaktif. Bagian radikal ini kemudian bereaksi di manapun di dalam gelembung yang pecah atau setelah migrasi ke

dalam cairan ruahnya. Kedua, tumbukan yang mendadak dari gelembung juga mengakibatkan satu aliran masuk tiba-tiba dari cairan itu untuk mengisi kekosongan menghasilkan gaya geser di dalam melingkupi cairan ruah yang dapat memecahkan ikatan kimia dalam segala material, yang kemudian larut dalam cairan atau mengganggu lapisan batas (*boundary layer*) yang menjembatani pengangkutan.

Metode sonokimia dapat menghasilkan material dengan sifat-sifat yang tidak biasa, yaitu menyebabkan pembentukan permukaan partikel yang lebih besar, ukuran partikel yang lebih kecil. Hal ini terjadi karena adanya tumbukan pada permukaan, terutama sekali dari material serbuk, menghasilkan energi yang cukup untuk menyebabkan pemecahan menjadi kepingan kecil (bahkan untuk penghalusan logam). Dengan demikian, di dalam situasi ini, ultrasonik dapat meningkatkan luas permukaan.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Yadav *et al.* Telah berhasil mengendalikan bentuk maupun ukuran partikel ZnO, dengan ukuran partikel dari 4,60-7,76 nm dan celah energi 3,50-3,301 eV dengan waktu sonikasi yaitu dari 15-360 menit.

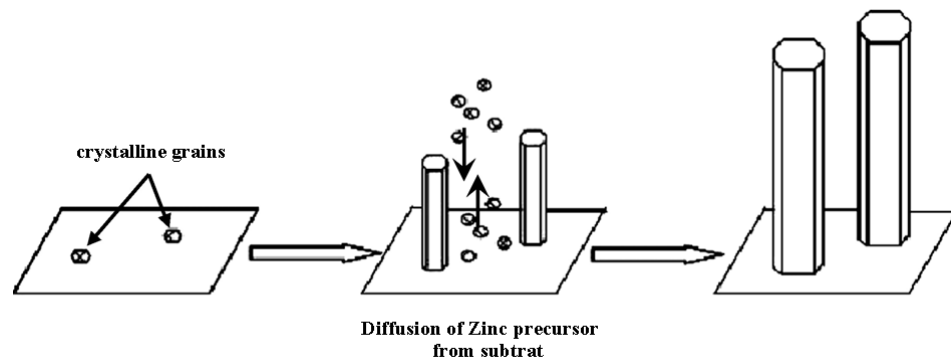
### **2.3. Penumbuhan Kristal ZnO**

Penumbuhan kristal ZnO pada substrat seperti gelas ITO (*Indium Thin Oxide*) yang merupakan lempengan oksida tipis yang *didoped* indium, safir dan intan di antaranya yaitu metode sol-gel, hidrotermal, pyrolisis, kopresipitasi, vapor deposisi dan sonokimia. Metode Sonokimia telah terbukti menjadi metode

yang dapat mengontrol pertumbuhan kristal ZnO, yaitu berhasil mengendalikan bentuk maupun ukuran partikel yang dihasilkan (Yadav, 2007).

Dengan adanya gelombang ultrasonik dalam pelarut air dan pelarut organik dapat memicu pemutusan ikatan dan pembentukan spesi-spesi reaktif yang mengarahkan reaksi pembentukan senyawa baru. Mekanisme pembentukan nanopartikel ZnO mempertimbangkan spesies ion yang dihasilkan dari molekul air oleh penyerapan energi ultrasonik, pertumbuhan nanopartikel ZnO dikendalikan baik oleh difusi ion  $Zn^{2+}$  dan tingkat reaksi berlangsung di permukaan.

Pertumbuhan nanokristal pada dasarnya dikendalikan oleh dua proses, salah satunya adalah proses difusi reaktan ke permukaan kristal tumbuh, sedangkan kedua adalah reaksi pada permukaan kristal untuk menggabungkan reaktan sebagai bagian dari proses pertumbuhan (Yadav, 2007). Proses penumbuhan kristal ZnO di atas substrat ITO dilakukan menggunakan metode deposisi dalam larutan prekursor dimana pada metode ini terdapat dua tahap pembentukan kristal yaitu pembentukan inti dan pertumbuhan yang didasarkan pada pembentukan fase padat dari larutan. Pada proses pembentukan inti, kluster-kluster molekul yang terbentuk dengan cepat terdekomposisi dan partikel-partikel bergabung untuk tumbuh membentuk lapisan film tertentu pada substrat gelas ITO (Maryanti, 2008). Ilustrasi diagram penumbuhan kristal pada substrat dapat dilihat pada Gambar 2.4.



**Gambar 2.4.** Ilustrasi penumbuhan kristal ZnO pada subtrat (Li *et al*, 2007)

#### 2.4. Efek Ukuran Nanopartikel terhadap Celah Pita Energi (*Band Gap*)

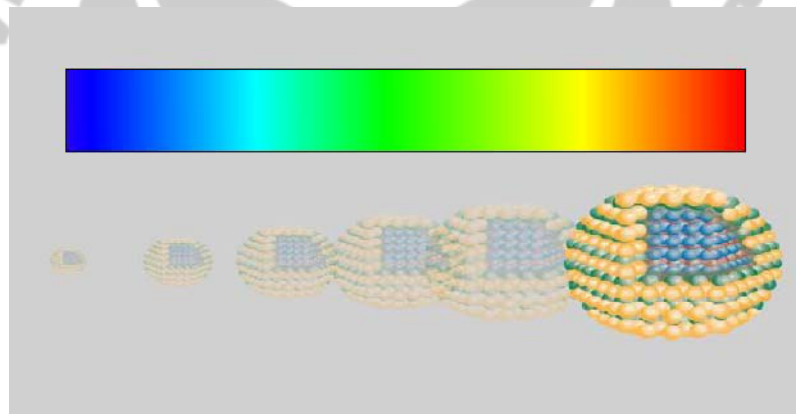
Lebar celah pita energi pada bahan semikonduktor bergantung pada ukuran partikelnya, jika ukuran partikel hanya beberapa nanometer. Sebagai contoh, partikel HgSe dengan diameter 50 nm memiliki lebar celah pita energi 0,3 eV. Bila diameter tersebut direduksi menjadi 3 nm, lebar celah pita energinya naik menjadi sekitar 3,2 eV (Astuti,2007).

Lebar celah pita energi nanopartikel semikonduktor terhadap ukuran partikel diturunkan pertamakali oleh Brus dengan menggunakan pendekatan massa efektif. Brus mendapatkan persamaan:

$$E_g(R) = E_g(\infty) + \frac{\pi^2 \hbar^2}{2R^2} \left( \frac{1}{m_e^*} + \frac{1}{m_h^*} \right) - \frac{1.8e^2}{4\pi\epsilon_0 kR} \quad (1)$$

Dengan  $E_g(R)$  adalah lebar celah pita energy nanopartikel yang berjari-jari  $R$ ,  $E_g(\infty)$  adalah lebar celah pita energy material dalam ukuran besar (*bulk*),  $R$  adalah jari-jari partikel,  $e$  adalah muatan elektron,  $k$  konstanta dielektrok material,  $m_e^*$  adalah massa efektif electron dan  $m_h^*$  adalah massa efektif *hole*. Persamaan di atas cukup sesuai dengan hasil eksperimen jika ukuran partikel lebih besar dari 3 nm, tetapi agak menyimpang jika ukuran partikel kurang dari 3 nm. Hal ini

disebabkan karena massa efektif tidak terlalu tepat digunakan jika ukuran partikel sangat kecil dimana partikel hanya mengandung ratusan atom. Karena ruang gerak elektron yang terbatas, maka jarak elektron dan hole tidak bisa jauh, akibatnya tarikan antar keduanya selalu ada yang berimbas pada pengurangan energi yang dimiliki elektron setelah mengalami eksitasi. Jika ukuran partikel sangat besar (bulk) maka elektron dan hole dapat terpisah sangat jauh sehingga tarikan antar keduanya dapat dianggap nol. Akibatnya tidak ada pengurangan energi yang dimiliki elektron setelah meloncat ke pita valensi. Efek ukuran partikel terhadap warna emisi yang dipancarkan oleh nanopartikel berbeda-beda sesuai dengan frekuensi cahaya yang dipancarkan (Astuti, 2007).



**Gambar 2.5.** Kebergantungan warna yang dihasilkan pada proses deeksitasi pada nanopartikel (Astuti, 2007)

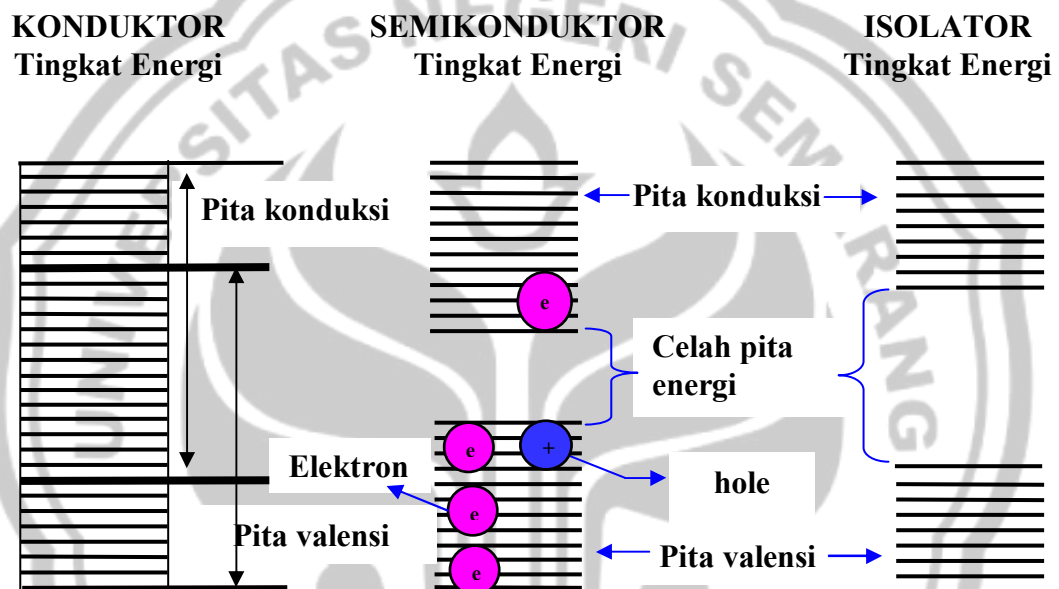
Berdasarkan Gambar 2.5. semakin kecil diameter dari *quantum dot* maka energi elektron tersebut akan semakin besar, hal ini berarti bahwa ketika elektron tersebut jatuh dari tingkat energi yang lebih tinggi ke tingkat energi yang lebih rendah dan memancarkan *photon*, maka energi *photon* tersebut juga semakin besar, atau panjang gelombangnya semakin pendek (*blue shifted*) (Astuti, 2007).

Dalam zat padat kristal, seperti logam atau nonlogam, atom tersusun berdekatan satu sama lain, lebih banyak elektron yang ada, dan lebih banyak tingkat energi yang diperkenankan tersedia karena ada gaya interaksi antar atom-atom yang berdekatan. Untuk berpindah dari satu lintasan ke lintasan lain yang lebih tinggi, diperlukan energi, seperti energi panas, cahaya, radiasi dan lainnya. Situasi dimana sebuah elektron berada pada level energi yang lebih tinggi dikenal dengan istilah elektron yang tereksitasi. Sebaliknya, ketika elektron berpindah dari lintasan yang tinggi ke lintasan yang lebih rendah, ia akan melepaskan energi. Pada kondisi sebenarnya, atom-atom tersebut akan saling mengikat dalam jumlah yang banyak. Sehingga, level energi setiap atom akan saling berdekatan. Level-level energi yang saling berdekatan ini akan membentuk suatu pita, dikenal dengan pita energi (*Energy Band*) (Halliday, 2002).

Secara umum, pita energi ini akan terbagi menjadi dua daerah, yaitu daerah pita valensi (*Valence Band*) dan pita konduksi (*Conduction Band*). Setiap material memiliki jarak tertentu antara pita valensi dengan pita konduksi, dikenal dengan istilah *Energi gap*, sehingga sifat-sifat material dapat dibedakan. Material logam memiliki *energi gap* yang saling tumpang tindih (*overlap*), atom-atom dapat dengan sangat mudah bergerak ke daerah pita konduksi. Material ini memiliki sifat yang sangat konduktif dan dikenal dengan bahan konduktor. Untuk material non-logam memiliki *energi gap* yang berjauhan, sehingga atom-atom sulit untuk bergerak ke daerah pita konduksi yang dikenal dengan istilah isolator.

Semikonduktor memiliki *energi gap* yang berdekatan, oleh karena itu pada kondisi normal atom-atom menempati tingkat energi pada pita valensi. Jika

mendapat energi yang cukup, maka elektron yang berada pada pita valensi dapat meloncat ke pita konduksi. Loncatan tersebut akan meninggalkan keadaan kosong di pita valensi yang dikenal dengan *hole*. Dalam bulk material semikonduktor, tingkat energi sangat berdekatan satu dengan yang lainnya, sehingga tingkat energinya digambarkan kontinue yang berarti pada daerah tersebut tidak ada perbedaan energi (Halliday, 2002: 377 ).

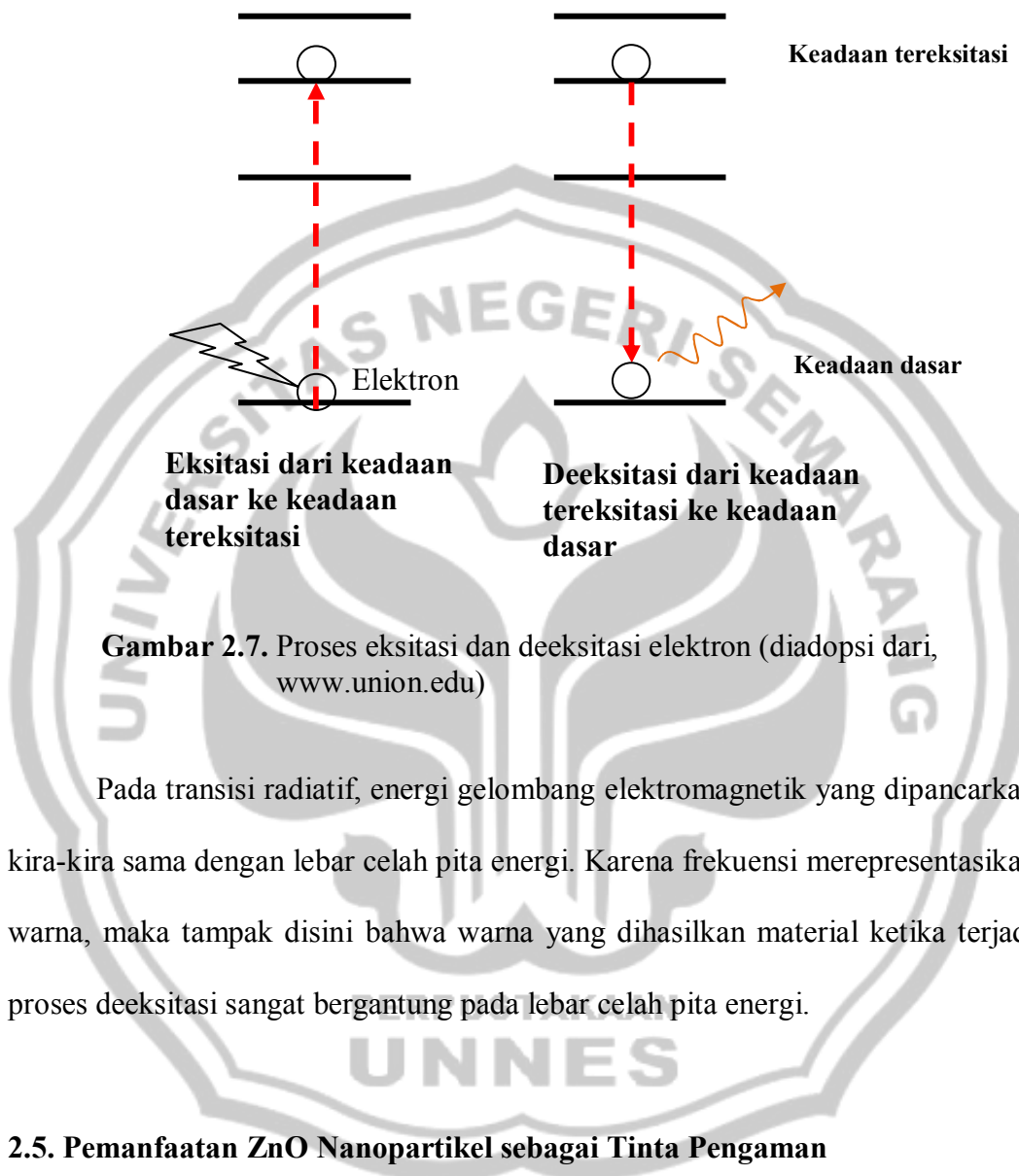


**Gambar 2.6.** Tingkat energi pada konduktor, semikonduktor dan isolator (Astuti, 2007)

Elektron dapat bertransisi pada keadaan tereksitasi bukan keadaan stabil. Elektron hanya bertahan beberapa saat pada keadaan eksitasi setelah itu kembali ke keadaan awal, proses ini disebut deeksitasi atau rekombinasi. Pada saat deeksitasi ini dilepaskan energi yang bisa berupa panas (getaran atom-atom bahan dalam bahan) atau bisa berupa pemancaran. Deeksitasi yang disertai pelepasan panas disebut *irradiationless transition* (transisi tanpa radiasi), sedangkan



deeksitasi yang disertai pemancaran gelombang elektromagnetik disebut *irradiative transition* (transisi disertai radiasi).



**Gambar 2.7.** Proses eksitasi dan deeksitasi elektron (diadopsi dari, [www.union.edu](http://www.union.edu))

Pada transisi radiatif, energi gelombang elektromagnetik yang dipancarkan kira-kira sama dengan lebar celah pita energi. Karena frekuensi merepresentasikan warna, maka tampak disini bahwa warna yang dihasilkan material ketika terjadi proses deeksitasi sangat bergantung pada lebar celah pita energi.

## 2.5. Pemanfaatan ZnO Nanopartikel sebagai Tinta Pengaman

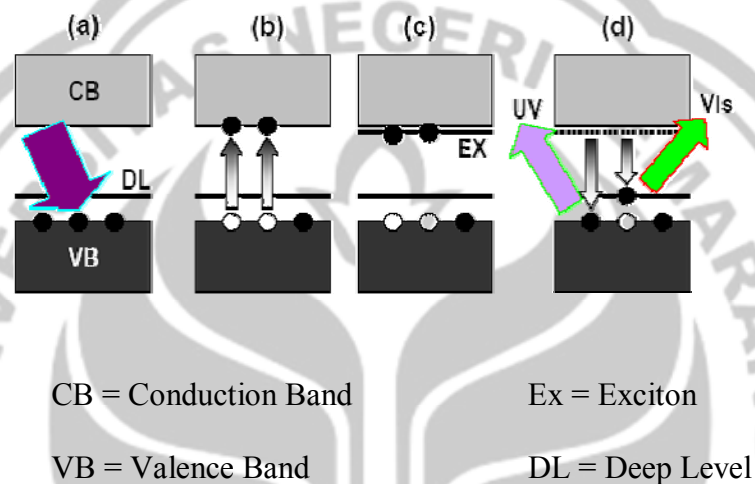
Dewasa ini telah berkembang beberapa teknologi nano, yang dimanfaatkan untuk pembuatan tinta pengaman, diantaranya adalah nanokristal  $Y_2O_3:Eu$  (Yttria) yang dapat memancarkan luminisens warna merah ketika disinari dengan

lampu UV, tinta ini digunakan untuk mencegah terjadinya pemalsuan dokumen, uang kertas, *passport*, dan lain-lain (Astuti, 2009).

Selain nanokristal  $Y_2O_3:Eu$  (Yttria) juga terdapat senyawa nano partikel yang dapat digunakan dalam pembuatan tinta pengaman yaitu ZnO dengan berbagai macam ukuran, sehingga dapat menghasilkan warna luminesens dari mendekati biru hingga mendekati kuning ketika disinari dengan cahaya atau berkas *electron* yang memiliki energi foton lebih besar dari 3,4 eV (celah pita energi ZnO).

Proses pemancaran spektrum luminesens dalam partikel ZnO telah diterangkan Abdullah *et al* (2004), seperti diilustrasikan dalam Gambar 2.8. keberadaan interstisial maupun kekosongan dalam nanokristal ZnO menyebabkan terbentuknya tingkat energi “deep level” pada posisi sekitar 1 eV di atas puncak pita valensi (Gambar. 2.8.a). Penyinaran ZnO dengan sinar ultraviolet atau berkas elektron yang energinya lebih besar dari lebar celah pita energi menyebabkan elektron meloncat ke pita konduksi membentuk elektron bebas pada pita konduksi dan hole bebas pada pita valensi (Gambar. 2.8.b). Elektron dan hole bebas tidak stabil dan seketika membentuk pasangan elektron dan hole, atau eksiton. Ini ditandai dengan munculnya tingkat energi eksiton yang letaknya sedikit di bawah tepi pita konduksi (Gambar. 2.8.c). Sebagian eksiton dapat musnah atau teranihilasi yaitu elektron dari tingkat energi eksiton meloncat balik ke pita valensi disertai dengan pemancaran energi luminesens pada daerah ultraviolet. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa puncak spektrum ini berada pada panjang gelombang 380 nm. Sebagian eksiton pecah, dan elektron meloncat ke tingkat

energi *deep level*, dan disertai dengan pemancaran spectrum luminesens tampak (hijau biru). Kedua proses tersebut diperlihatkan pada Gambar. 2.8.d. Jelas bahwa, karena posisi keadaan deep level tetap sekitar 1 eV di atas puncak pita valensi, maka makin besar lebar celah pita energi (makin kecil ukuran partikel), makin besar pula energi luminesens yang dipancarkan. Atau spektrum luminesens bergerak ke daerah biru jika ukuran partikel diperkecil.



**Gambar 2.8.** Proses eksitasi dan luminesens dalam partikel ZnO seperti yang diusulkan Abdullah *et al* (2004)

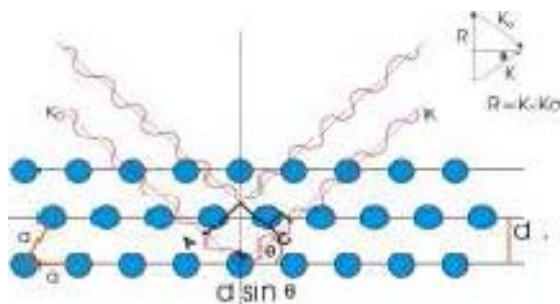
Berdasarkan Gambar 2.8. pada gambar (a) Nanopartikel ZnO mendapat energi eksitasi yang bisa berupa energi ultraviolet atau tumbukan oleh elektron. (b) Eksitasi menyebabkan elektron dari puncak pita valensi meloncat ke pita konduksi sehingga terjadi pasangan elektron dan hole bebas. (c) Pasangan elektron dan hole bebas tidak stabil, sehingga seketika membentuk pasangan elektron-hole terikat. (d) Sebagian eksiton teranihilasi (musnah) di mana elektron meloncat balik ke pita valensi yang diiringi dengan pemancaran luminesens ultraviolet. Sebagian eksiton pecah di mana elektron meloncat ke keadaan “deep

level” yang lokasinya sekitar 1 eV di atas pita valensi diiringi dengan pemancaran luminesens tampak (Abdullah, 2004).

## 2.6. X-Ray Diffraction (XRD)

*Difraksi Sinar-X* merupakan teknik yang digunakan dalam karakteristik material untuk mendapatkan informasi tentang ukuran atom dari material kristal maupun nonkristal, untuk menentukan struktur kristal, dan untuk menentukan orientasi pada padat polikristalin atau bubuk sampel.

Pendekatan paling awal pada analisis pola difraksi yang dihasilkan oleh suatu kristal, dengan menganggap bidang kisi pada kristal sebagai cermin dan kristal sebagai tumpukan bidang kisi pemantul dengan jarak  $d$ . Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg:  $n\lambda = 2.d.\sin\theta$  ;  $n = 1,2,\dots$  Dengan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan  $n$  adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi.



**Gambar 2.9.** Difraksi sinar-X pada kisi kristal.  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $d$  adalah jarak antar kisi kristal,  $\theta$  adalah sudut datang sinar (Kurniawan, 2008)

Analisis difraktogram pada analisis XRD akan digunakan untuk menghitung ukuran partikel, yang ditentukan metode *Debye Scherrer*, yaitu dengan menggunakan persamaan berikut.

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{B \cos \theta} \quad (2)$$

Dengan  $D$  = ketebalan kristal yang juga dapat dianggap sebagai ukuran kristal (nm),  $K$  = konstanta material yang nilainya kurang dari satu, nilai yang umumnya dipakai untuk  $K$  adalah (0,9),  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X yang digunakan pada waktu pengukuran (nm),  $B$  = lebar setengah puncak pada difraktogram,  $\theta$  = berasal dari data grafik  $2\theta$  pada difraktogram (Astuti *et al*, 2009).

Difraktogram yang dihasilkan kemudian dianalisis lebih lanjut dengan cara membandingkan pola difraksinya dengan pola difraksi standar yang terdapat pada data *Power Diffraction File* (PDF) (Maryanti, 2008).

## 2.7. Scanning Electron Microscopy (SEM)

*Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi dari senyawa hasil sintesis, distribusi pertumbuhan kristal, perubahan fisika yang terjadi pada kondisi preparasi. Hasil karakterisasi SEM berupa pencitraan material dengan menggunakan prinsip mikroskopi, namun menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik.

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas elektron akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Detektor didalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan kemana arah kemiringan.

Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron di-*scan* ke seluruh area pengamatan. Kita dapat membatasi lokasi pengamatan dengan melakukan *zoom-in* atau *zoom-out*. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil permukaan benda dapat dibangun menggunakan program pengolahan citra yang ada dalam komputer.

Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra permukaan yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang

memiliki sifat demikian adalah logam. Jika permukaan logam diamati di bawah SEM maka profil permukaan akan tampak dengan jelas. Jika permukaan bukan logam dapat diamati dengan jelas menggunakan SEM tetapi permukaan material tersebut harus dilapisi dengan logam. Film tipis logam dibuat pada permukaan material tersebut sehingga dapat memantulkan berkas elektron, seperti lapis tipis emas-paladium (Au: 80% dan Pd:20%). Teknik pelapisan dilakukan dengan metode evaporasi dan *sputtering* (Abdullah,2010).

### 2.8. Spektrofotometer UV-Vis

**Dalam bidang material, spektrometer UV-Vis sering digunakan untuk menentukan struktur elektronik material, yaitu menentukan tingkat-tingkat energi elektronik dalam material tersebut. Salah satu aplikasi yang cukup penting spektrometer UV-Vis adalah menentukan lebar celah energi dalam material semikonduktor. Dalam kaitan dengan penelitian material semikonduktor ukuran nanometer, penentuan lebar celah energi menjadi cukup penting karena besaran-besaran tersebut mempunyai kaitan yang erat dengan dimensi material.**

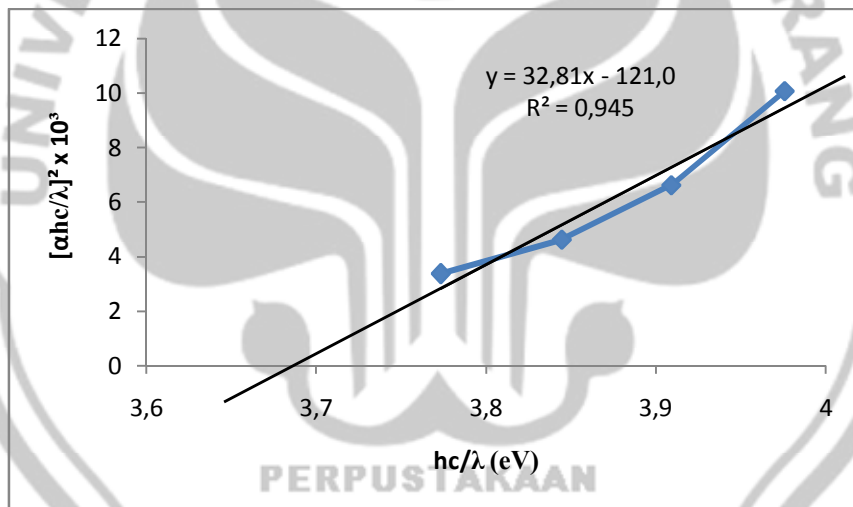
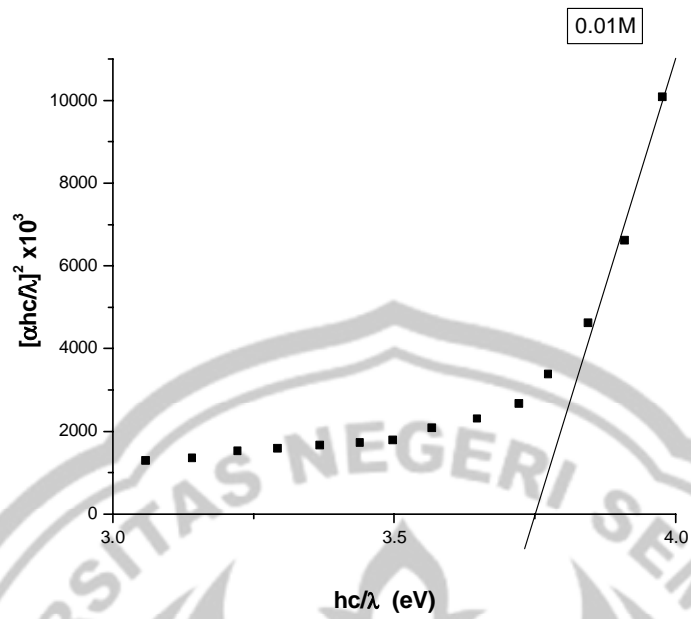
**Jika energi foton yang diberikan kurang dari lebar celah pita energi maka elektron tidak sanggup meloncat ke pita valensi.** Dalam keadaan ini dikatakan elektron tidak menyerap foton. Radiasi yang diberikan pada material diteruskan melewati material (transmisi). Elektron baru akan meloncat ke pita konduksi hanya jika energi foton yang diberikan lebih besar daripada lebar celah pita energi. Elektron menyerap energi foton tersebut. Dalam hal ini kita katakan

terjadi absorpsi gelombang oleh material. Ketika kita mengubah-ubah frekuensi gelombang elektromagnetik yang dijatuhkan ke material maka energi gelombang di mana mulai terjadi penyerapan oleh material bersesuaian dengan lebar celah pita energi material.

Lebar celah pita energi semikonduktor umumnya lebih dari 1 eV. Energi sebesar ini bersesuaian dengan panjang gelombang dari cahaya tampak ke ultraviolet. Oleh sebab itu pengamatan lebar celah pita energi semikonduktor dilakukan dengan spektroskop UV-Vis.

Perhitungan energi *gap* dilakukan dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk dimana ( $E_g$ ) diperoleh dari grafik hubungan antara  $[\alpha h.c/\lambda]^2$  terhadap  $(h.c/\lambda)$  atau energi (eV). Energi *gap* pada semikonduktor adalah  $(h.c/\lambda)$  pada saat  $[\alpha h.c/\lambda]^2 = 0$ , yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut dengan mencari titik potong sumbu x. Berikut cara mencari energi *gap* yang diambil berdasarkan konsentrasi 0,01 M :





### Perhitungan $E_g$

Persamaan Regresi linier  $y = 32,81x - 121,0$

Panjang gelombang pada  $\%R=0$ , maka  $y=0$  sehingga  $E_g = 3,69$  eV

## 2.9. Diffuse Reflectance Ultra Violet (DR-UV)

*Diffuse Reflectance Ultra Violet* (DR-UV) digunakan untuk **menentukan** besarnya energi gap semikonduktor, metode ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel padat. Radiasi yang direfleksikan oleh permukaan padatan kristal dibagi menjadi dua komponen, yaitu specular yang menghasilkan peristiwa refleksi tanpa adanya transmisi dan bagian difusi yang menyerap radiasi ke dalam materi padatan yang kemudian muncul kembali setelah terjadi scattering. Sinar yang muncul kembali ini disebut sinar difusi dan peristiwa ini disebut difusi reflektansi.

Sampel menyerap sebagian dari radiasi difusi yang berakibat intensitas difusi ( $I$ ) lebih lemah dibandingkan intensitas mula-mula ( $I_0$ ). Selanjutnya sebagian sinar difusi ( $I$ ) tersebut diterima detektor, disebut sebagai reflektansi relatif ( $R$ ), yang dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$R = \frac{I_t}{I_0} \quad (3)$$

Keterangan:

$I_t$  = intensitas radiasi setelah scattering

$I_0$  = intensitas sinar mula-mula

Reflektansi yang terukur merupakan reflektansi standar dan dinyatakan dengan persamaan:

$$R'_{\infty} = \frac{R_{\infty}(\text{sampel})}{R_{\infty}(\text{s tan dar})} \quad (4)$$

Nilai ini akan digunakan untuk mengetahui persamaan Kubelka-Munk:

$$F(R'\infty) = \frac{(1 - R'\infty)^2}{2R'\infty} \quad (5)$$

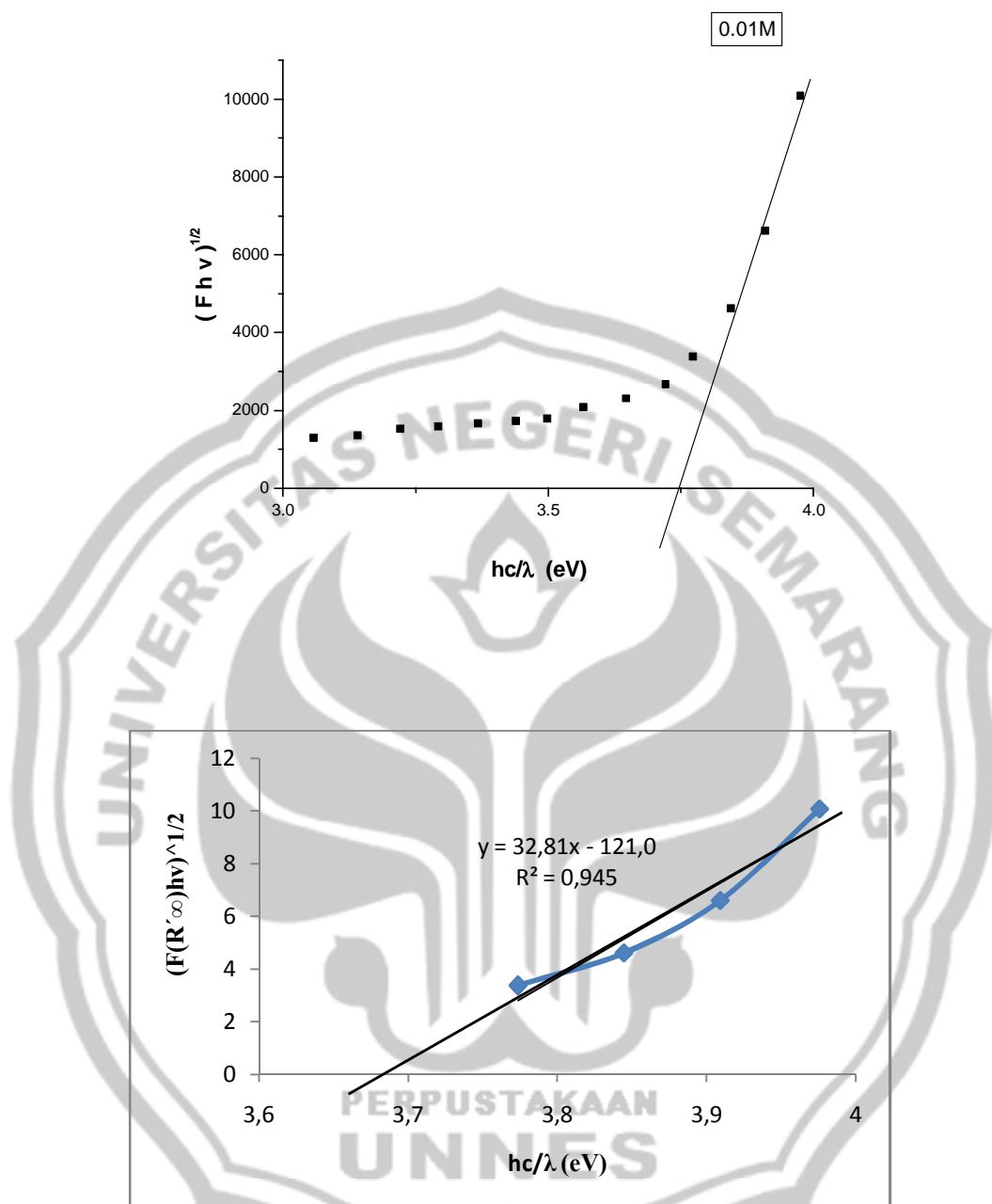
Persamaan ini memiliki hubungan dengan parameter  $k$  (koefisien absorpsi) dan  $s$  (koefisien hamburan reflektansi difusi),  $F(R'\infty) = k/s$ , sehingga persamaan 5 dapat ditulis:

$$F(R'\infty) = \frac{k}{s} = \frac{(1 - R'\infty)^2}{2R'\infty} \quad (6)$$

Spektrum UV-Vis Difusi Reflektansi berupa kurva hubungan antara  $k/s$  terhadap panjang gelombang ( $\lambda$ ) atau absorpsi ( $A$ ) terhadap panjang gelombang ( $\lambda$ ). Hubungan absorpsi ( $A$ ) dengan reflektansi adalah: (Morales, 2007).

$$\log \frac{1}{R'\infty} = A \quad (7)$$

Dengan menggunakan metode Kubelka-Munk, dapat dicari energi gapnya, dimana energi gap diperoleh dari grafik hubungan antara  $h\nu$  vs  $(F(R'\infty)h\nu)^{1/2}$  yang mana  $h\nu$  pada sumbu  $x$  dan  $(F(R'\infty)h\nu)^{1/2}$  pada sumbu  $y$ . Energi gap semikonduktor adalah  $h\nu$  pada saat  $(F(R'\infty)h\nu)^{1/2} = 0$ , yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut dengan mencari titik potong sumbu  $x$ . Berikut cara mencari energi *gap* yang diambil berdasarkan konsentrasi 0,01 M :



### Perhitungan $E_g$

Persamaan Regresi linier  $y = 32,81x - 121,0$

Panjang gelombang pada  $\%R=0$ , maka  $y=0$  sehingga  $E_g = 3,69$  eV

## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Lokasi Penelitian

Kegiatan penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Penelitian tentang karakterisasi *Spektrofotometer UV-Vis* dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA UNNES, sementara karakterisasi XRD, SEM dan *Diffuse Reflectance Ultra Violet* (DR-UV) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi, Bandung.

#### 3.2. Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah *ZnO Nanopartikel*. Sampel dalam penelitian ini adalah ZnO yang dipreparasi menggunakan sonokimia.

#### 3.3. Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian ini dibagi menjadi tiga macam yaitu :

a. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang nilainya divariasikan. Sesuai dengan tujuan penelitian yang ingin dicapai, maka variabel yang akan dipelajari dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Variasi waktu yang dibutuhkan untuk sonikasi (30 menit, 1 jam, 2 jam dan 3 jam)

- 2) Variasi konsentrasi  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (0,01 M, 0,05M, dan 0,08 M)
- 3) Agen peng-hidrolisis  $\text{LiCl}$  0,4 M dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 M

b. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang besarnya tergantung dari variabel bebas yang diberikan dan diukur untuk menentukan ada tidaknya pengaruh (kriteria dari variabel bebas). Pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Kristalinitas  $\text{ZnO}$  yang dipreparasi dengan sonokimia
- 2) Ukuran kristal
- 3) Morfologi kristal
- 4) *Energi Gap*
- 5) Warna luminesens koloid  $\text{ZnO}$  ketika disinari lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm atau 365 nm.

c. Variabel Kontrol

Variabel kontrol adalah variabel yang nilainya tergantung dari variabel bebas. Pada penelitian ini variabel kontrolnya yaitu suhu reaksi sonikasi pada suhu ruang dan variasi rasio konsentrasi agen pengkhelat (Methenamin) dengan  $\text{Zn}^{2+}$  1:1.

### 3.4. Alat dan Bahan

- a. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: seperangkat alat gelas (pirex), pipet tetes, neraca digital, *Ultrasonic Cleaning Bath* (Branson 2210), *X-Ray Diffraction (XRD)* (PW 3373

PANalytical), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (JEOL), *Spektrofotometer UV-Vis* (Shimadzu), *Diffuse Reflectance Ultra Violet* (DR-UV) (UV 1700 PHARMASPEC), dan lampu UV.

b. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

Seng (II) nitrat tetrahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) (Merck), Hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 1M, Litium clorida ( $\text{LiCl}$ ) 0,4M (Merck), Methenamin (Merck),  $\text{NH}_3$  0,1M (Merck), Aquades, Kertas Hvs dan PET:ITO.

### 3.5. Prosedur Penelitian

Dalam penelitian ini ada dua prosedur penelitian yaitu, sintesis Nanopartikel Seng Oksida ( $\text{ZnO}$ ) dan karakterisasi.

#### 3.5.1. Sintesis Seng Oksida ( $\text{ZnO}$ )

$\text{ZnO}$  nanopartikel yang disintesis dengan metode sonokimia sederhana menggunakan *Ultrasonic Cleaning Bath*, bertujuan untuk mewujudkan efektivitas gelombang ultrasonik dan peran larutan penghidrolisis dalam mengendalikan ukuran. Langkah kerja sintesis  $\text{ZnO}$  nanopartikel dengan metode sonokimia adalah sebagai berikut :

- 1) Menentukan konsentrasi optimasi, yaitu seng nitrat tetrahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dilarutkan dalam aquades dengan konsentrasi 0,01 M ditambahkan methenamin dengan rasio konsentrasi 1:1 kemudian tambahkan Hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dengan pH (6-6,5) disonikasi pada suhu kamar, selama 30 menit. Masing-masing dicek warna Luminesens yang dipancarkan

dengan lampu UV dan lamda maks dengan UV-Vis. Untuk konsentrasi 0,05 M dan 0,08 M dibuat dengan cara yang sama.

- 2) Setelah didapat konsentrasi yang optimum, kemudian menentukan waktu optimasi sonikasi, yaitu seng nitrat tetrahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dilarutkan dalam aquades dengan konsentrasi optimum yang didapat pada langkah (1), kemudian ditambahkan methenamin dengan rasio konsentrasi 1:1 lalu tambahkan Hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dengan pH (6-6,5) disonikasi selama 30 menit pada suhu kamar. Masing-masing dicek warna Luminesens yang dipancarkan dengan lampu UV dan lamda maks dengan UV-Vis. Untuk 1 jam, 2 jam dan 3 jam dibuat dengan cara yang sama.
- 3) Setelah waktu optimum sonikasi dicapai, kemudian membuat larutan dengan penambahan larutan Litium clorida 0,4M ( $\text{LiCl}$ ) dan 0,1 M ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ). Seng nitrat tetrahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dilarutkan dalam aquades dengan konsentrasi optimum yang telah didapatkan pada langkah (1), ditambahkan methenamin dengan rasio konsentrasi 1:1 kemudian tambahkan Litium clorida 0,4M ( $\text{LiCl}$ ), lalu tambahkan Hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dengan pH (6-6,5) disonikasi pada waktu sonikasi optimum yang telah didapatkan pada langkah (2) sampai melarut sempurna. Masing-masing dicek warna Luminesens yang dipancarkan dengan lampu UV dan lamda maks dengan UV-Vis. Untuk penambahan 0,1M ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) dilakukan dengan cara yang sama.
- 4) Pada proses sonikasi suhu diturunkan (Es batu dimasukkan dalam *Ultrasonic Cleaning Bath*), sehingga suhunya tetap terjaga.



5) Hasil Dari pencampuran adalah koloid ZnO yang transpar.

### 3.5.2. Karakterisasi

*Zinc Oxide (ZnO)* Nanopartikel yang telah disintesis dianalisis dengan beberapa karakterisasi diantaranya *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal senyawa hasil sintesis, pengukuran *Scanning Electron Microscopy (SEM)* untuk mengetahui pola morfologi permukaan senyawa hasil sintesis, ***Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk*** mengukur persentase radiasi yang diserap pada setiap panjang gelombang, *Diffuse Reflectance Ultra Violet (DR-UV)* digunakan untuk menentukan besarnya energi gap semikonduktor. Analisis SEM hanya dilakukan pada sampel tertentu (yang paling kristalin dari data XRD).

### 3.5.3. Aplikasi Seng Oksida (ZnO) Nanopartikel sebagai Tinta Pengaman

Dari hasil sintesis ZnO terbentuk koloid ZnO yang transparan, untuk menguji koloid ZnO memancarkan cahaya luminesens apa tidak yaitu dengan cara menyinari dengan lampu UV (Lampu UV yang digunakan untuk mengecek keaslian uang kertas). Koloid ZnO yang dihasilkan di letakkan di bawah lampu UV kemudian diamati cahaya luminesensnya (Abdullah *et al*, 2008). Dari koloid ZnO yang dihasilkan dioleskan pada kertas HVS, dikeringkan sebentar (diangin-anginkan) kemudian kertas tersebut disinari dengan lampu UV (Astuti *et al*, 2009).

## BAB 4

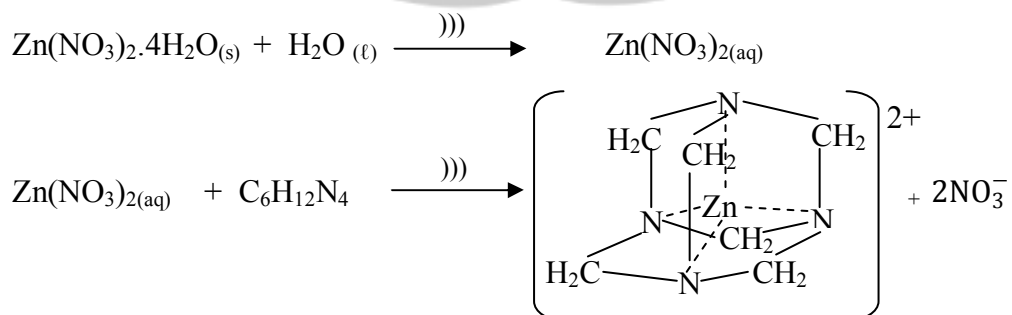
### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

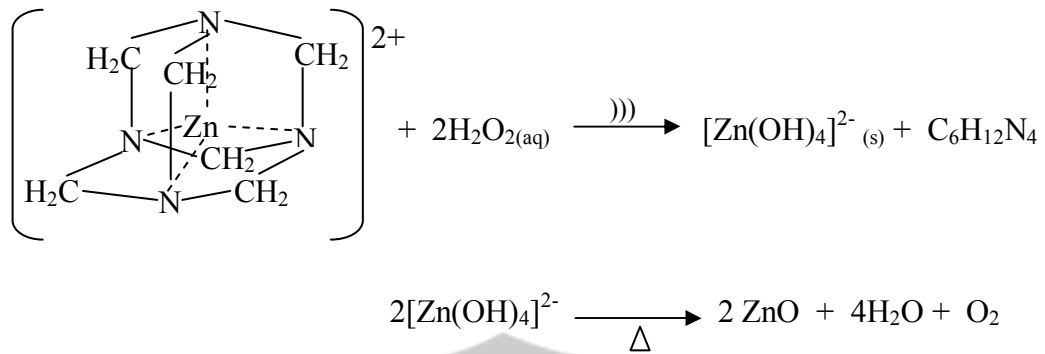
#### 4.1. Sintesis Nanopartikel Seng Oksida (ZnO)

Nanopartikel seng oksida disintesis menggunakan metode sonokimia yaitu proses pembentukan material yang menggunakan gelombang suara untuk memecahkan suatu partikel dari berukuran bulk menjadi berukuran nano serta dapat mengakibatkan terjadi suatu reaksi kimia. Pada penelitian ini bahan yang digunakan zink nitrat tetrahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), metenamin ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ ), hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ),  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$  dari masing-masing bahan kimia tersebut memiliki fungsi, yaitu sebagai berikut:

1. Seng nitrat tetrahidrat  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  sebagai sumber ion  $\text{Zn}^{2+}$
2. Hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dengan pengaturan pH (6-6,5) untuk membuat larutan menjadi lebih keruh.
3. Metenamine ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ ) sebagai agen pengkelat yang digunakan untuk memperlambat pembentukan  $\text{Zn}^{2+}$  menjadi  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  sehingga dalam proses pertumbuhan kristal dihasilkan tumbuh satu arah.
4.  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$  digunakan sebagai pengarah pertumbuhan  $\text{ZnO}$ .

Adapun reaksi yang berlangsung pada sintesis  $\text{ZnO}$  ini adalah sebagai berikut :

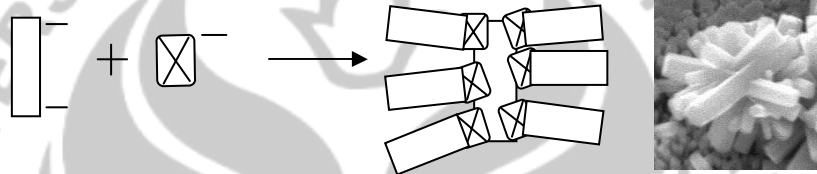




Keterangan: lambang ))) adalah radiasi gelombang ultrasonik

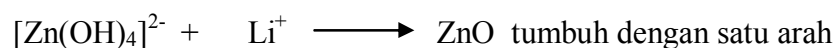
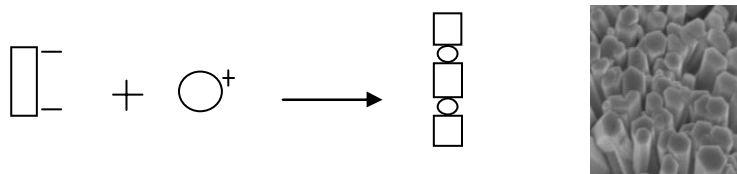
Untuk reaksi dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$  dapat diilustrasikan sebagai berikut:

a) Penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$



Ketika  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  ditambah dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  akan terbentuk  $\text{ZnO}$  dengan pertumbuhan berbagai arah. Hal ini terjadi karena  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  memiliki muatan negatif dan  $\text{OH}^-$  juga memiliki muatan negatif, sehingga  $\text{OH}^-$  tidak mungkin berikatan pada permukaan  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  yang bermuatan negatif,  $\text{OH}^-$  akan mencari diberbagai celah sehingga bisa berinteraksi. Terikatnya  $\text{OH}^-$  diberbagai arah menyebabkan pembentukan  $\text{ZnO}$  tumbuh ke berbagai arah.

b) Penambahan  $\text{LiCl}$



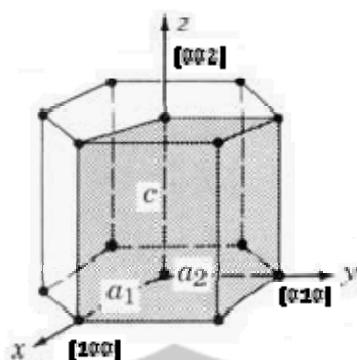
Ketika  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  ditambah dengan  $\text{LiCl}$  akan terbentuk  $\text{ZnO}$  yang tumbuh satu arah, hal ini terjadi karena  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  memiliki muatan negatif dan  $\text{Li}^+$  memiliki muatan positif, sehingga  $\text{Li}^+$  akan terikat pada ujung  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  yang bermuatan negatif. Terikatnya  $\text{Li}^+$  pada ujung  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  menyebabkan pembentukan  $\text{ZnO}$  yang tumbuh dengan satu arah.

Seng nitrat tetrahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) ditambah dengan Methenamine ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ ) kemudian disonikasi terbentuk endapan yang sedikit, setelah penambahan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dengan pengaturan pH (6-6,5) bertujuan untuk pembentukan endapan lebih banyak, karena peroksida menyebabkan hidrolisis  $\text{Zn}^{2+}$  lebih cepat untuk membantu pembentukan spesi  $\text{Zn}(\text{OH})_2$ .

## 4.2. Karakterisasi Nanopartikel ZnO

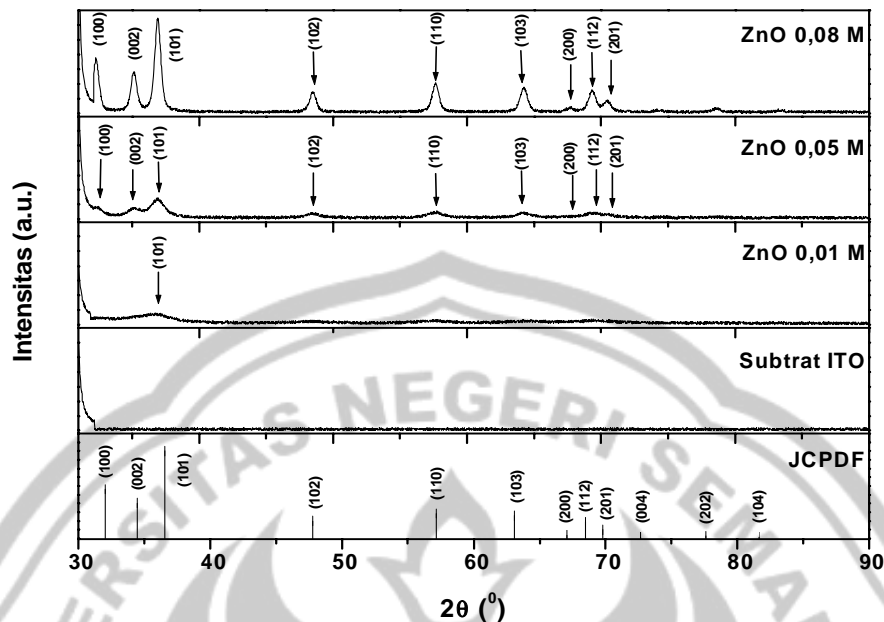
### 4.2.1. X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi Sinar-X merupakan teknik yang digunakan dalam karakteristik material untuk mendapatkan informasi tentang ukuran, struktur kristal, dan orientasi kristal. Dari difraktogram yang ditampilkan pada analisis XRD dapat diketahui bahwa nanopartikel  $\text{ZnO}$  yang berhasil disintesis sama dengan difraktogram JCPDF  $\text{ZnO}$  standar No 75-1526. Pola difraksi XRD yang dihasilkan menunjukkan bahwa senyawa yang terdeposisi pada substrat ITO merupakan  $\text{ZnO}$  yang berstruktur *wurtzite*. Untuk melihat orientasi pertumbuhan kristal dapat dilihat pada Gambar 4.1. ilustrasi orientasi pertumbuhan kristal  $\text{ZnO}$  *wurtzite*.



**Gambar 4.1.** Ilustrasi orientasi pertumbuhan kristal ZnO wurtzite (Connolly, 2007)

Dari difraktogram masing-masing nanopartikel ZnO yang disintesis menunjukkan kemurnian yang tinggi, karena tidak terlihatnya karakteristik dari pengotor dan sesuai dengan PCPDF no 75-1526. Untuk pertumbuhan ZnO dari masing-masing difraktogram yaitu, ke sumbu- $a$  dan sumbu- $c$  yang menunjukkan pertumbuhan ke berbagai arah dapat diilustrasikan pada Gambar 4.1., berdasarkan puncak pola XRD yang dihasilkan dilihat dari puncak reflektansi (100), (002) dan (101) yang tinggi. Adanya perbedaan intensitas relatif antara pola difraksi senyawa hasil sintesis dengan pola difraksi standar dari material ZnO ruah disebabkan oleh orientasi dan distribusi dari kristal-kristal ZnO pada permukaan substrat (Maryanti, 2008).

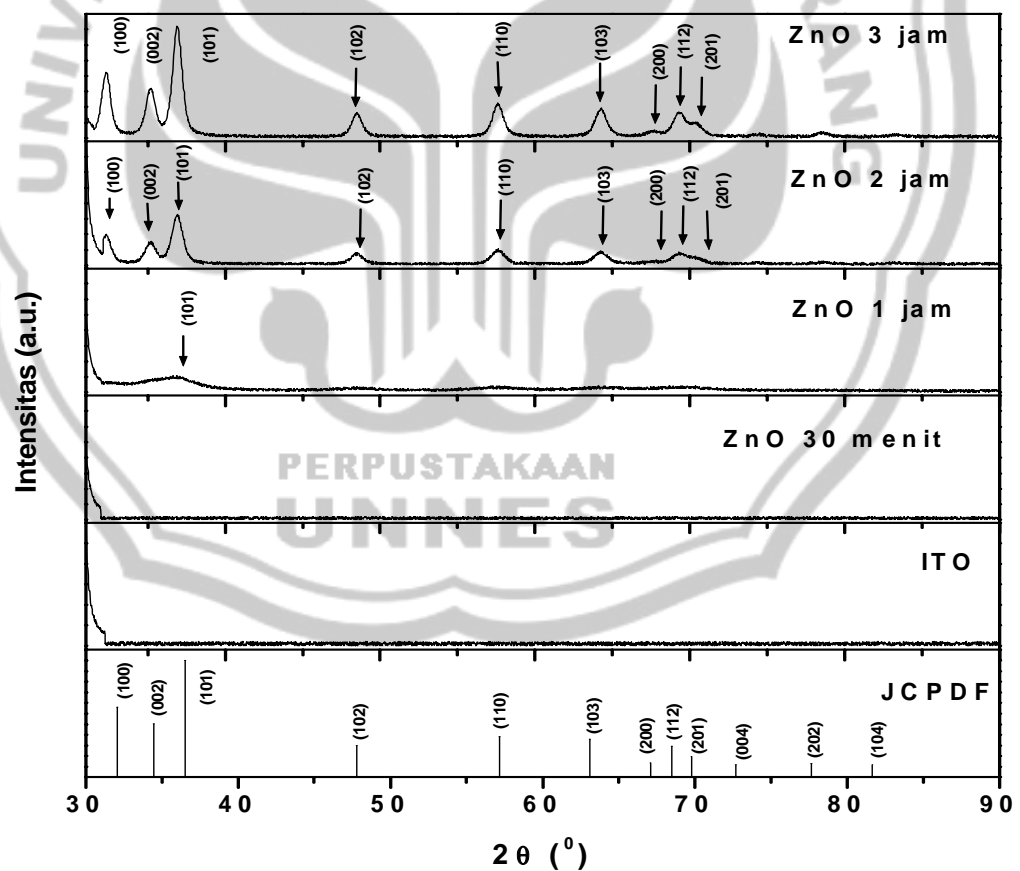


**Gambar 4.2.** Pola difraksi ZnO pada berbagai konsentrasi yang dipreparasi dengan metode sonokimia

Peningkatan konsentrasi dapat menyebabkan kristalinitas ZnO semakin naik dan orientasi yang muncul pada puncak refleksi (100),(002) dan (101). Pada konsentrasi  $\text{Zn}^{2+}$  0,01 M, hanya terlihat puncak refleksi (100) dengan intensitas yang rendah menunjukkan bahwa kristal ZnO yang dihasilkan masih bersifat amorf atau mempunyai kerapatan kristal yang rendah. Pada konsentrasi  $\text{Zn}^{2+}$  0,05M menuju konsentrasi 0,08 M mengalami peningkatan intensitas puncak kristal ZnO, hal ini menunjukkan kristalinitas semakin naik. Pertumbuhan kristal ZnO berdasarkan kenaikan konsentrasi masih dominan ke arah sumbu-*a* kristal tumbuh ke berbagai arah belum menunjukkan pertumbuhan satu arah yaitu ke sumbu-*c*, berdasarkan penelitian sebelumnya untuk pertumbuhan satu arah pada difraktogram XRD yang dihasilkan puncak reflektansi yang muncul hanya pada

sumbu-*a* (Maryanti, 2008), hal ini juga didukung dari hasil karakterisasi SEM. Kenaikan konsentrasi menjadi faktor penting dalam pertumbuhan kristal ZnO, karena dengan semakin naiknya konsentrasi  $Zn^{2+}$  mengalami hidrolisis yang sangat cepat, sehingga proses distribusi ion  $Zn^{2+}$  terhadap substrat sangat cepat, menyebabkan partikel tumbuh tidak beraturan (Yadav, 2007).

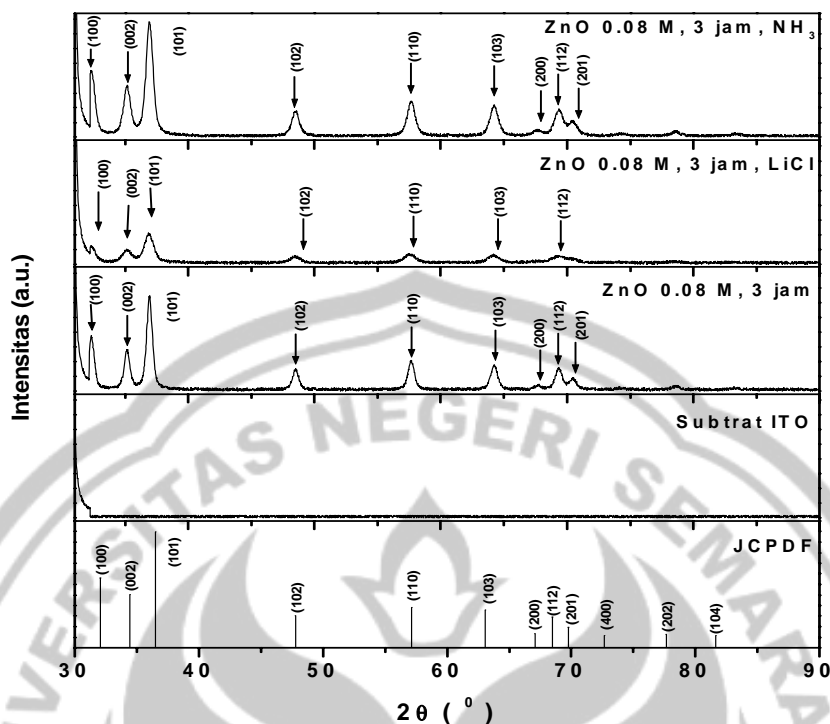
Preparasi nanopartikel ZnO juga dilakukan pada berbagai waktu sonikasi, hal ini untuk melihat pengaruh sonikasi terhadap ukuran dan pertumbuhan kristal ZnO. Dengan menggunakan hasil dari pola difraksi yang disesuaikan dengan JCPDF No 75-1526 seperti pada Gambar 4.3. berikut.



**Gambar 4.3.** Pola difraksi ZnO pada berbagai waktu sonikasi

Semakin lama sonikasi peningkatan intensitas puncak difraksi semakin meningkat. Pada sonikasi selama 30 menit tidak muncul puncak, hal ini dapat disimpulkan bahwa kristal belum terjadi pertumbuhan, sedangkan pada 1 jam sudah mulai terjadi pertumbuhan kristal ZnO dengan puncak reflektansi yang muncul (101) dengan intensitas yang rendah kristal masih bersifat amorf. Puncak mulai terlihat dan semakin tajam yaitu pada 2 jam dan 3 jam dengan puncak reflektansi (100), (002) dan (101). Hal ini dapat disimpulkan bahwa semakin lama sonikasi maka struktur kristalin ZnO semakin meningkat, tetapi untuk orientasi pertumbuhan kristal masih dominan tumbuh ke arah sumbu-*a* yaitu pada puncak reflektansi (100) dan (101). Sonokimia juga merupakan faktor penting dalam pertumbuhan kristal ZnO, semakin lama sonikasi menyebabkan getaran ultrasonik pada proses pembentukan hidrolisis  $Zn^{2+}$  menjadi spesies  $Zn(OH)_2$  lebih cepat, sehingga proses deposisi kristal ke substrat menyebabkan kristal tumbuh tidak beraturan.





**Gambar 4.4.** Pola difraksi ZnO dari hasil preparasi dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$

Selain variasi waktu dan konsentrasi penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$  juga dilakukan, hal ini untuk melihat pengaruh senyawa tersebut terhadap pertumbuhan kristal ZnO. Pada hasil pola difraksi Gambar 4.4. terlihat peningkatan intensitas puncak reflektansi (100), (002) dan (101) pada penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sedangkan pada penambahan  $\text{LiCl}$  mengalami penurunan. Hal ini dikarenakan  $\text{NH}_4\text{OH}$  bersifat basa yang mengakibatkan  $\text{Zn}^{2+}$  menjadi bersifat basa sehingga terbentuk endapan yang sangat cepat, hal ini dapat mempengaruhi pertumbuhan kristal.  $\text{LiCl}$  termasuk senyawa sebagai pengarah pertumbuhan kristal sehingga proses pengendapan terjadi sangat lambat. Hal ini dapat dilihat dari hasil karakterisasi SEM untuk  $\text{LiCl}$  terlihat pertumbuhan kristal tidak homogen, sehingga dapat mempengaruhi intensitas puncak reflektansi menjadi rendah.

Melalui data XRD dapat diketahui pula ukuran kristal hasil sintesis, Ukuran kristal dapat ditentukan dari hasil lebar puncak difragtogram X-RD dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer dan ukuran partikel dapat ditentukan dari hasil Energi *gap* dengan menggunakan persamaan Brus, Tabel 4.2.2 berikut menunjukkan hasil perhitungan ukuran kristalit menggunakan persamaan Debye-Scherrer dan ukuran partikel dengan persamaan Brus.

**Tabel 4.1.** Hasil perhitungan ukuran kristalit ZnO dan ukuran partikel Zn(OH)<sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), waktu sonikasi dan penambahan (NH<sub>4</sub>OH dan LiCl) berdasarkan persamaan Debye-Scherrer dan perhitungan ukuran partikel dengan persamaan Brus

Sampel ZnO	Debye-Scherrer D (nm)	Brus D (nm)
<b>Konsentrasi Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub></b>		
0,01M	3,00	70,35
0,05M	13,06	56,18
0,08M	26,81	53,07
<b>Waktu sonikasi</b>		
1 jam	3,41	53,65
2 jam	18,14	56,18
3 jam	20,55	49,95
<b>Penambahan NH<sub>4</sub>OH dengan LiCl</b>		
NH <sub>4</sub> OH	20,65	92,47
LiCl	16,35	71,72

Berdasarkan Tabel 4.2. dimana satu partikel Zn(OH)<sub>2</sub> (dari perhitungan Brus) mengandung sejumlah kristal-kristal kecil (kristalin). Semakin besar konsentrasi Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ukuran kristal semakin besar, untuk ukuran partikelnya semakin kecil. Konsentrasi 0,01M dalam satu partikel terdiri kurang lebih 23 kristal, pada konsentrasi 0,05M terdiri kurang lebih 4 kristal sedangkan pada konsentrasi 0,08M terdiri 2 kristal, yang berarti berdasarkan kenaikan konsentrasi endapan Zn(OH)<sub>2</sub> yang terbentuk semakin banyak sehingga distribusi kristalnya

cepat dan terbentuk kristal ZnO yang besar. Pada variasi waktu sonikasi, ukuran kristal mengalami kenaikan sedangkan ukuran partikel mengalami penurunan. Hal ini diakibatkan karena efek gelombang ultrasonik dapat memecahkan suatu partikel yang berukuran besar menjadi berukuran kecil (Kandjani, 2007). Sedangkan ukuran kristal semakin naik, karena semakin lama sonikasi Zn(OH) yang terbentuk semakin banyak sehingga distribusi kristalnya cepat dan terbentuk kristal ZnO yang besar.

Penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$ , penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  menyebabkan partikel ZnO lebih besar dari pada penambahan  $\text{LiCl}$ , sifat basa  $\text{NH}_3$  menyebabkan  $\text{Zn}^{2+}$  terhidrolisis sehingga terjadi pengendapan yang sangat cepat dan terbentuk suatu agregat sehingga ukuran kristal dan partikelnya besar, dalam satu partikel kurang lebih terdiri dari 5 kristal. Pada penambahan  $\text{LiCl}$  memiliki ukuran kristal dan partikel yang kecil, dalam satu partikel terdiri dari dua kristal karena  $\text{LiCl}$  mengalami pertumbuhan yang lambat. Hal ini dapat disimpulkan bahwa variasi konsentrasi, waktu sonikasi dan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$  dapat mempengaruhi ukuran kristal.

#### 4.2.2. *Spektrofotometer UV-Vis*

*Spektrofotometer UV-Vis* pada penelitian ini digunakan untuk menentukan energi gap yang dihasilkan oleh semikonduktor yang telah disintesis. Harga energi gap semikonduktor pada penelitian ini sangat penting karena dapat mempengaruhi kinerja dari semikonduktor dalam mengeksitasi elektron. Tingkat transisi elektronik dari bagian atas pita valensi ke bagian bawah pita konduksi

yang kemudian akan mengalami deeksitasi, bergantung pada besar kecilnya energi gap. *Energi Gap* yang terlalu kecil akan menyebabkan loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi dan sebaliknya kurang bebas, sedangkan *energi gap* yang terlalu besar akan menghambat loncatan elektron sehingga aliran elektron akan terhambat.

Perhitungan energi *gap* dilakukan dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk dimana ( $E_g$ ) diperoleh dari grafik hubungan antara  $[\alpha \cdot h.c/\lambda]^2$  terhadap  $(h.c/\lambda)$  atau energi (eV). Energi *gap* pada semikonduktor adalah  $(h.c/\lambda)$  pada saat  $[\alpha \cdot h.c/\lambda]^2 = 0$ , yang diperoleh dari perpotongan garis lurus yang ditarik memotong sumbu x pada kurva, ditunjukkan pada Lampiran 2 ( hasil karakterisasi *Spektrofotometer UV-Vis* ). Hasil energi *gap* dapat dilihat juga pada Tabel 4.1. sebagai berikut.

**Tabel 4.2.** Energi *gap* ZnO hasil karakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis

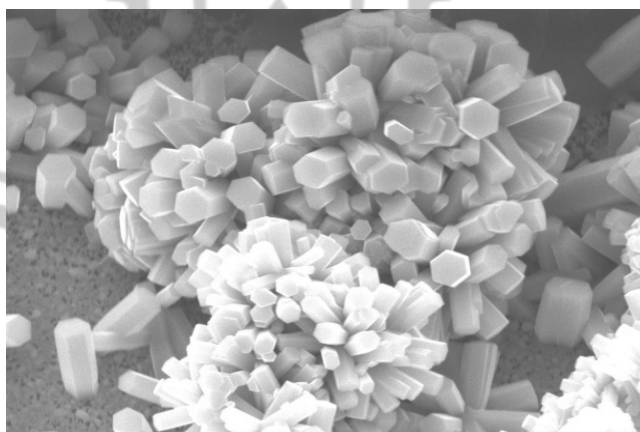
<b>Sampel Nanopartikel ZnO</b>	<b>Energi <i>gap</i> (eV)</b>
<b>Variasi Konsentrasi Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O</b>	
0,01M	3,7
0,05M	3,85
0,08M	3,9
<b>Variasi waktu sonikasi</b>	
1 jam	3,89
2 jam	3,85
3 jam	3,96
<b>Penambahan NH<sub>4</sub>OH dan LiCl</b>	
NH <sub>4</sub> OH	3,29
LiCl	3,69

Tabel 4.2. menunjukkan hasil *energi gap* nanopartikel ZnO, berdasarkan konsentrasi, waktu sonikasi dan penambahn larutan NH<sub>4</sub>OH dan LiCl.

Konsentrasi yang maksimum pada konsentrasi 0,08 M karena memiliki *energi gap* lebih besar dari konsentrasi yang lainnya, artinya bahwa pada konsentrasi 0,08 M sudah terbentuk nanopartikel ZnO. Lama waktu sonikasi juga mempengaruhi peningkatan *energi gap*, waktu yang maksimum pada 3 jam karena memiliki *energi gap* terbesar sehingga pada 3 jam sudah terbentuk ZnO. Pada penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan LiCl dihasilkan *energi gap* sebesar 3,29 eV dan 3,69 eV sehingga *energi gap* pada penambahan LiCl lebih besar dari  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Dapat disimpulkan bahwa tingkat pembentukan nanopartikel ZnO dipengaruhi oleh konsentrasi seng nitrat tetrahidrat, waktu sonikasi dan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan LiCl.

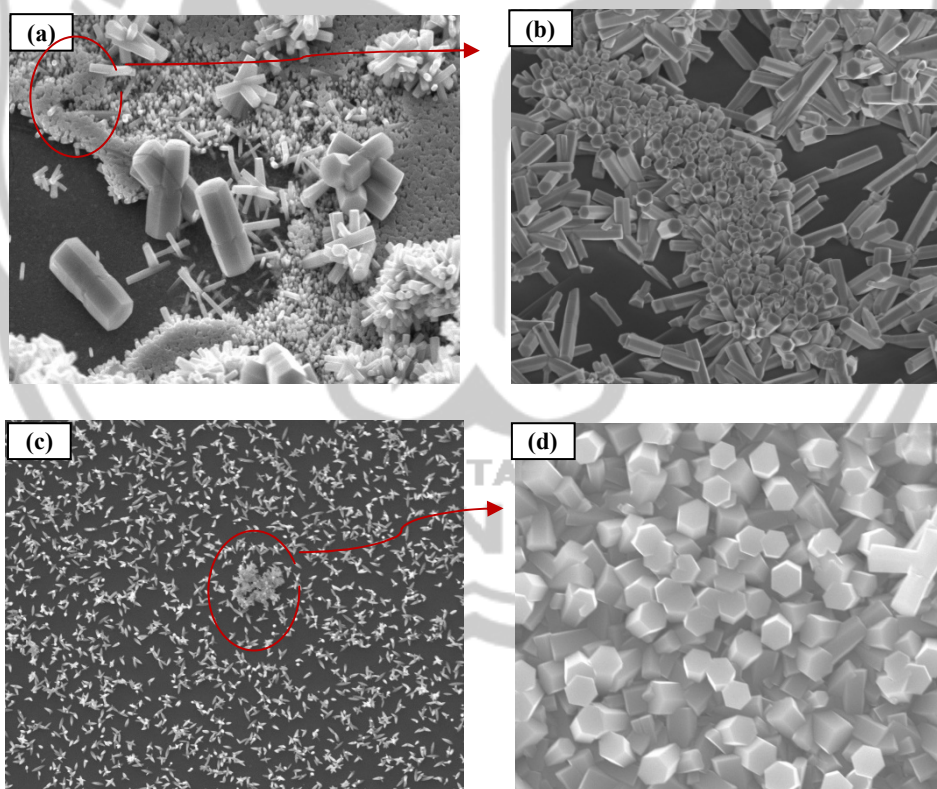
#### 4.2.3. Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi dari senyawa hasil sintesis, distribusi pertumbuhan kristal dan perubahan fisika yang terjadi pada kondisi preparasi.



**Gambar 4.5.** Hasil SEM nanorod ZnO yang dipreparasi dengan metode sonokimia varisasi konsentrasi 0,08M

Pada Gambar 4.5. foto SEM dari nanopartikel ZnO terhadap pengaruh konsentrasi  $\text{Zn}(\text{NO})_3$  0,08 M hasil SEM terlihat kristal *nanorods* ZnO yang dihasilkan berbentuk hexagonal. Untuk ukuran kristal serta orientasi pertumbuhan belum seragam, hal ini juga didukung data pola difraksi sinar-X (XRD) yang telah dibahas sebelumnya (Gambar 4.2.), arah pertumbuhan kristal belum sepenuhnya kearah sumbu-*c* masih dominan kearah sumbu-*a*. Hal ini dapat disimpulkan bahwa konsentrasi  $\text{Zn}(\text{NO})_3$  merupakan faktor penting yang dapat mempengaruhi ukuran dan pertumbuhan partikel. Diakibatkan karena semakin besar konsentrasi semakin cepat terjadinya distribusi kristal-kristal ZnO pada permukaan substrat (Maryanti, 2008).



**Gambar 4.6.** Foto SEM dari *nanorod* ZnO dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . dan  $\text{LiCl}$ . (a) dan (b) Nanorod ZnO dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$ , perbesaran SEM 20000 dan 35000; (c) dan (d) Nanorod ZnO dengan penambahan  $\text{LiCl}$ , perbesaran SEM 20000 dan 35000

Pada Gambar 4.6. hasil foto SEM *nanorod* ZnO dengan penambahan  $\text{NH}_3$  dan LiCl terhadap pertumbuhan kristal ZnO berbentuk heksagonal. Pada Gambar 4.6.a. dan Gambar 4.6.b. merupakan hasil SEM nanopartikel pada penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$ , untuk ukuran kristal serta orientasi pertumbuhan belum seragam, hal ini juga didukung data pola difraksi sinar-x (XR-D) yang telah dibahas sebelumnya (Gambar 4.4.), arah pertumbuhan lebih dominan ke sumbu-*a* dari pada sumbu-*c*. Pada Gambar 4.6.a. terjadi penumbuhan kristal yang tidak seragam, struktur kristal ada yang berbentuk saling bersilangan satu sama lain dan juga terbentuk suatu retakan melingkar ditengah batang kristal, hal ini terjadi karena sifat basa akibat  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang membuat suasana larutan menjadi basa sehingga terbentuk endapan yang sangat cepat dan mengakibatkan proses deposisi ZnO ke substrat ITO juga sangat cepat, sehingga terjadi penumpukkan kristal yang banyak dan menjadi besar. Terbentuk kristal dengan menyilang satu sama lain karena proses deposisi yang mana ketika suatu ZnO terdeposisi ke substrat kemudian terdeposisi lagi ke permukaan ZnO yang sudah menempel pada substrat.

Gambar 4.6.c. dan Gambar 4.6.d. menunjukkan hasil foto SEM nanopartikel ZnO dengan penambahan LiCl, pada Gambar 4.6.d. merupakan hasil perbesaran Gambar 4.6.c. yang ada dalam lingkaran merah, dimana terlihat bahwa *nanorode* ZnO mengalami pertumbuhan dan ukuran kristal yang seragam, kristal tumbuh tegak lurus dengan substrat ITO atau kristal tumbuh ke arah sumbu-*c*, tetapi berdasarkan hasil difraktogram XRD puncak yang muncul intensitasnya sangat rendah dan tidak tajam. Hal ini disebabkan karena LiCl merupakan suatu senyawa pengarah pertumbuhan, sehingga proses deposisi kristal ZnO pada substrat ITO

terlalu lambat mengakibatkan pertumbuhan terarah tetapi distribusi pertumbuhan sedikit dan tidak merata, posisi kristal satu dengan kristal yang lain tidak saling merapat sehingga pada difraktogram XRD tidak terlihat puncak yang tajam. Hal ini dapat disimpulkan bahwa penambahan agen penghidrolisis ( $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$ ) mempengaruhi ukuran dan pertumbuhan kristal ZnO.

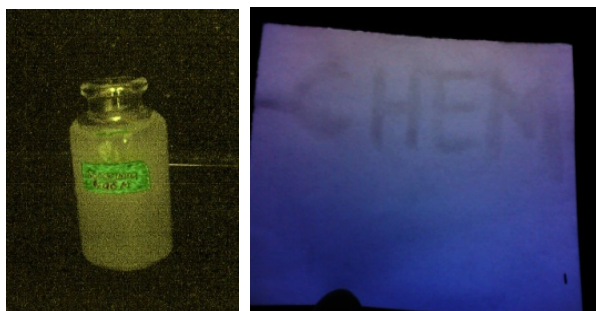
#### 4.3. Aplikasi Seng Oksida (ZnO) Nanopartikel sebagai Tinta Pengaman

Dari hasil sintesis nanopartikel ZnO, dihasilkan koloid ZnO yang transparan untuk menguji koloid ZnO memancarkan cahaya luminesens apa tidak yaitu dengan cara menyinari dengan lampu UV (Lampu UV yang digunakan untuk mengetahui keaslian uang kertas). Koloid ZnO yang dihasilkan di letakkan di bawah lampu UV kemudian diamati cahaya luminesensnya (Abdullah *et al*, 2008). Pada penelitian ini menggunakan lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm dan 365 nm untuk mengecek luminesens yang dipancarkan nanopartikel ZnO, karena perubahan warna terjadi akibat transisi elektron, untuk bisa terjadi transisi-transisi diperlukan energi yang cukup tinggi, sehingga luminesens yang dihasilkan bergantung pada lebar celah energi (Energi *gap*). Tingkat kristalinitas dari koloid ZnO juga mempengaruhi tingkat ketajaman luminesens. Tabel Energi *gap* dapat dilihat pada Tabel 4.1. sebelumnya.



pengamatan pada sinar tampak (visible) (ruang terbuka)

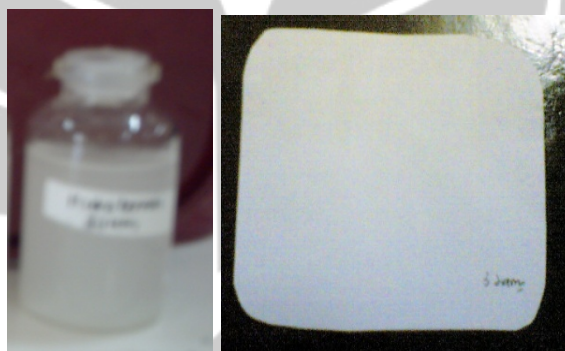




pengamatan pada sinar UV 254 nm

**Gambar 4.7.** Perbandingan hasil pemaparan disinar UV (254 nm) dan sinar tampak (visible) yang dikenakan pada koloid ZnO dan kertas HVS yang telah diolesi dengan kolod ZnO pada konsentrasi 0,08 M

Berdasarkan kenaikan konsentrasi terlihat pada konsentrasi 0,08 M yang dapat memancarkan luminesens hijau-kekuningan paling tajam pada panjang gelombang 254 nm, karena pada konsentrasi 0,08 M memiliki energi *gap* 3,9 eV dan memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi, untuk kristalinitas dapat dilihat pada pembahasan data XRD sebelumnya.



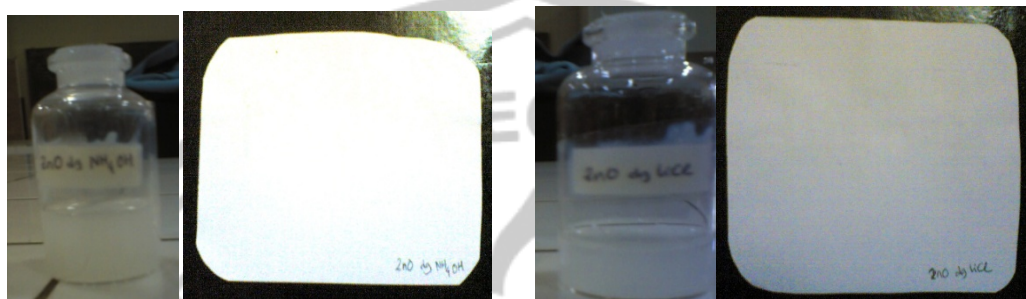
pengamatan pada sinar visibel (ruang terbuka)



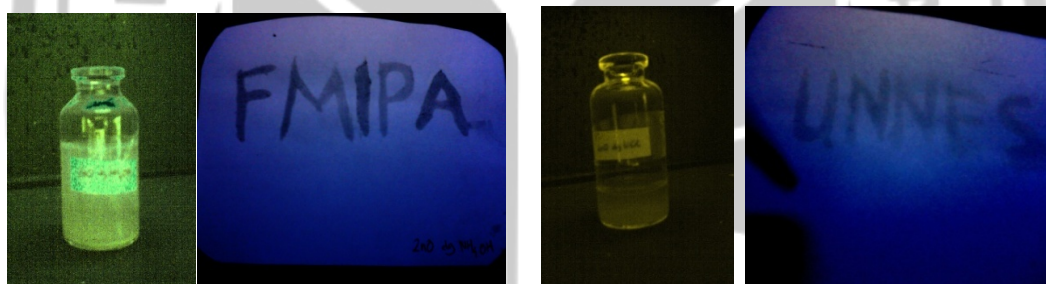
pengamatan pada sinar UV 254 nm

**Gambar 4.8.** Perbandingan hasil pemaparan disinar UV (254 nm) dan sinar tampak (visible) yang dikenakan pada koloid ZnO dan kertas HVS yang telah diolesi dengan kolod ZnO pada waktu sonikasi 3 jam

Koloid ZnO berdasarkan lamanya sonikasi dapat memancarkan luminesens ketika disinari lampu UV, Gambar 4.8. pada waktu sonikasi 3 jam memancarkan luminesens hijau-kekuningan pada panjang gelombang 254 nm, karena pada waktu sonikasi 3 jam memiliki energi *gap* 3,96 eV dan memiliki kristalinitas yang tinggi.



pengamatan pada sinar visibel (ruang terbuka) sebelah kiri penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebelah kanan penambahan  $\text{LiCl}$



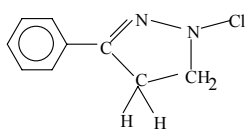
pengamatan pada sinar UV 254 nm sebelah kiri penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebelah kanan penambahan  $\text{LiCl}$

**Gambar 4.9.** Perbandingan hasil pemaparan disinari UV (254 nm) dan sinar tampak (visible) yang dikenakan pada koloid ZnO dan kertas HVS yang telah diolesi dengan kolod ZnO pada penambahan ( $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$ )

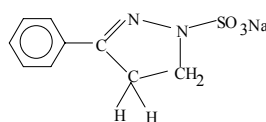
Pada koloid ZnO yang disintesis dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$  memancarkan warna luminisense hijau kekuningan pada panjang gelombang 254 nm, Gambar 4.9. luminesens yang dihasilkan paling tajam pada penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dibandingkan penambahan  $\text{LiCl}$ , sedangkan dilihat dari data energi *gap*,  $\text{LiCl}$  memilki energi *gap* yang besar dibandingkan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Hal ini diakibatkan

karena adanya  $\text{OH}^-$  sehingga energi gap menjadi kecil dan  $\text{Li}^+$  menyebabkan energi gap menjadi besar. Sedangkan berdasarkan tingkat kristalinitasnya  $\text{NH}_4\text{OH}$  lebih baik dibandingkan  $\text{LiCl}$ , dengan energi gap yang kecil dan kristalinitas yang besar menyebabkan eksitasi yang bagus sehingga menghasilkan luminesens yang tajam.

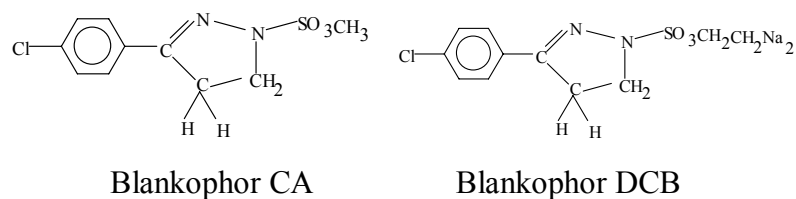
Kolid  $\text{ZnO}$  yang diolesi dikertas HVS berdasarkan variasi konsentrasi, waktu sonikasi dan penambahan ( $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$ ) pada penyinaran lampu UV 254 nm tidak memendarkan luminesens berwarna hijau kekuningan, tetapi untuk warna kertas dari HVS terlihat memendarkan luminesens biru terang. Hal ini diakibatkan karena warna luminesens pada kertas HVS lebih kuat dibandingkan koloid  $\text{ZnO}$ , sehingga warna luminesens kertas HVS mempengaruhi intensitas luminesens koloid  $\text{ZnO}$  menjadi tidak kelihatan. Junior et al (2000) telah meneliti bahwa kertas dapat memendarkan luminisense berwarna biru dibawah lampu UV ( $\lambda$  254 dan 365 nm), hal ini diakibatkan karena adanya kandungan selulosa dengan kadar tinggi pada kertas (Havermes et al, 1994). Senyawa lain dalam kertas, misalnya turunan pyrazoline juga dapat memendarkan luminesens biru yang sangat terang pada lampu UV ( $\lambda$  254 dan 365 nm) (Anonim, 2006), berikut beberapa senyawa turunan pyrazoline seperti ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Tinopal CH



Tinopal WG



**Gambar 4.10.** Struktur turunan dari senyawa pyrazoline (Anonim, 2006)

Konsentrasi koloid ZnO juga dapat mempengaruhi intensitas luminesens koloid ZnO yang diolesi di kertas HVS, semakin besar konsentrasi koloid ZnO luminesens yang dihasilkan semakin bagus. Abdullah (2008) membuat tinta luminesens dengan konsentrasi 0,35 M dituliskan pada kertas putih dapat memancarkan luminesens berwarna merah muda dengan disinari lampu UV.

Hal ini dapat disimpulkan bahwa untuk aplikasi tinta pengaman, yaitu koloid yang dituliskan pada kertas HVS belum memiliki potensial yang bagus, karena adanya pengaruh dari bahan yang terkandung dalam kertas HVS yang dapat menghasilkan luminesens berwarna biru yang lebih tajam, sehingga mengalahkan luminesnes berwarna kuning pada koloid ZnO, dan konsentrasi ZnO yang kecil sehingga luminesens koloid ZnO tidak terlihat. Kertas dan konsentrasi merupakan faktor penting yang harus diperhatikan dalam aplikasi tinta pengaman.

## **BAB 5**

### **PENUTUP**

#### **5.1. Simpulan**

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik berbagai kesimpulan yaitu:

1. Lamanya waktu sonikasi dapat mempengaruhi pertumbuhan kristal ZnO, meningkatkan ukuran dan kristalinitas kristal ZnO.
2. Peningkatan konsentrasi  $Zn(NO_3)_2$  dan penambahan agen penghidrolisis (LiCl dan  $NH_4OH$ ) dapat mempengaruhi orientasi pertumbuhan kristal, meningkatkan kristalinitas ZnO dan perbedaan ukuran kristal.
3. Koloid ZnO yang diolesi pada kertas HVS pada konsentrasi 0,08 M, 3jam, penambahan  $NH_4OH$  dan LiCl tidak memancarkan luminesens ketika disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm.

#### **5.2. Saran**

Saran yang dapat dilakukan dari penelitian ini yaitu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut pada, pertumbuhan kristal ZnO supaya memiliki orientasi hanya pada puncak refleksi (002) pertumbuhan kristal yang satu arah, mengenai preparasi koloid ZnO sebagai tinta pengaman supaya visikositas dari koloid ZnO sama dengan viskositas tinta dan tentang pengaruh variasi jenis kertas yang digunakan sebagai pelapis koloid ZnO.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2004. Pengontrolan Spectrum Luminisens Nanopartikel ZnO Melalui Trapping Dalam Matriks SiO<sub>2</sub> Dengan Metode Spray Drying. *INTEGRAL*. Vol. 9 No. 2.
- Abdullah, M. Yudistira Virgus. Nirmin dan Khairurrijal. 2008. Review : Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 1 No.2.
- Aneesh, P. M., Vanaja, K. A. dan Jayaraj, M. K. 2007. Synthesis of ZnO Nanoparticles by Hydrothermal Method. *Journal Nanophotonic Materials IV*. Vol. 6639.
- Anonim, 2006. Fluorescent Brighteners and Optical Whitening Agents. Science Tech Entrepreneur.
- Astuti, M, dan Khairurrijal. 2009. Sintesis Nanopartikel Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu (Yttria) yang Didispersikan dalam Larutan Polivinil Alkohol Sebagai Tinta Luminisens, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, Edisi Khusus.
- Das, I dan Shoheb A Ansari. 2009. Nnanomaterial in Science and Technology. *Journal of Scincetific & Industrial Research*, Vol. 68.
- Gumus , C., Ozkendir, O. M., KAVAK, H. dan UFUKTEPE, Y. 2006. Structural and Optical Properties of Zinc Oxide Thin Films Prepared by Spray Pyrolysis Method. *Journal Optoelectronics And Advanced Materials*. Vol. 8. No. 1.
- Halliday, D. dan Resnick, Robert. 2002. Fisika Moderen Edisi Ketiga. Jakarta: Erlangga.
- Junior, Jose L.P., Frank J. Ligterink, Giovanna Di Pietro. 2000. Browing of paper Fluorescence changes accompanying the discolouration of artificially aged paper. *Paper Restaurierung* vol. 1, suppl.
- Kandjani, A. Esmailzadeh., Tabriz, M. Farzalipour. dan Pourabbas. B. 2007 Sonochemical Synthesis of ZnO Nanoparticles : The Effect of Temperature and Sobication Power. *Journal Marerials Research Bulletin* 43.
- Kurniawan, C. 2008. Studi tentang sifat luminisesnsi nanopartikel (Ca<sub>x</sub>Sr<sub>1-x</sub>)TiO<sub>3</sub>:RE (RE= Pr<sup>3+</sup>, Eu<sup>3+</sup> dan Tb<sup>3+</sup>) yang dipreparasi dengan metode sonokimia. Jurusan Kimia ITB. Bandung: Tidak diterbitkan.

- Li, Zikun. Huang, Xintang. Liu, Jinping. Li, Yuanyuan dan Li, Guangyun. 2007. Morphology control and transition of ZnO nanorod arrays by a simple hydrothermal method, *Material Letters*.
- Maryanti, E. 2008. Studi pengaruh listrik pada pertumbuhan kristal ZnO. Jurusan Kimia ITB. Bandung: Tidak diterbitkan.
- Masuda, Y. and Kazumi Kato. 2008. High c-Axis Oriented Stand-Alone ZnO Self-Assembled Film. *Crystal Growth & Designt*. Vol. 8, No.1 275-279.
- Morales, E.A, E. S´anchez Mora, and U. Pal. 2007. Use of Diffuse Reflectance Spectroscopy for Optical Characterization of Un-Supported Nanostructures. *Revista Mexicana de F´ısica S* 53.
- Muslimin. 2009. Sintesis *Nanosized* CuO/ZnO dan Pemanfaatannya sebagai Sumber Energi Alternatif *Solar Cell*. UNNES.
- Raharjo, M. 2009. Struktur Kristal, Sifat Listrik (*Resistivitas*), dan Sifat Optik Film Tipis ZnO dengan Doping Al yang Ditumbuhkan dengan Dc Magnetron Sputtering. UNNES.
- Suslick, K. S. et al. 1998. Acoustic Cavitation And It Chemical Consequences. *Phil. Trans. Ray. Soc*.
- Suslick, K. S., & Price, G. J. 1999. Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Annu. Rev. Mater. Sci*.
- Suwanboon, S. 2008. Sructural and Optical Properties of Nanocrystalline ZnO Powder from Sol-Gel Method. *Journal ScienceAsia* 34.
- Tan, S. T., Chen, B. J., Sun, X. W., and Fan, W. J. 2005. Blueshift of Optical Band Gap in Zno Thin Films Grown by Metal-Organic Chemical-Vapor Deposition. *Journal Applied Physics*.
- Wahid, A., M.Nisikin dan M. Suhaeri. R. 2001. Pengaruh Iradiasai Ultrasonik Pada Preparasi Katalis CuO/ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Untuk Reaksi Hidrogenasi CO<sub>2</sub> Menjadi Metanol. *Jurnal Teknologi*. Edisi No.4.
- Yadav, R.S., Priya Mishra, Avinash C. Pandey. 2008. Growth mechanisme and optical property of ZnO nanoparticles synthesized by sonochemical method. Elsevier B.V.
- Z.H, Astuti. 2007. Kebergantungan Ukuran Nanopartikel Terhadap Warna Yang Dipancarkan Pada Proses Deeksitasi. Jurusan Fisika ITB. Bandung.



[http://www.rsc.org/.../Sonochemistry\\_BeyondSynthesis.asp](http://www.rsc.org/.../Sonochemistry_BeyondSynthesis.asp), *Sonochemistry*  
[diakses 09 Januari 2010].

<http://www.tyndall.ie/research/electronic-theorygroup/cm4105/bandstructs/ZnO.pdf>, Struktur ZnO Wurtzite [diakses 17 Maret 2010].



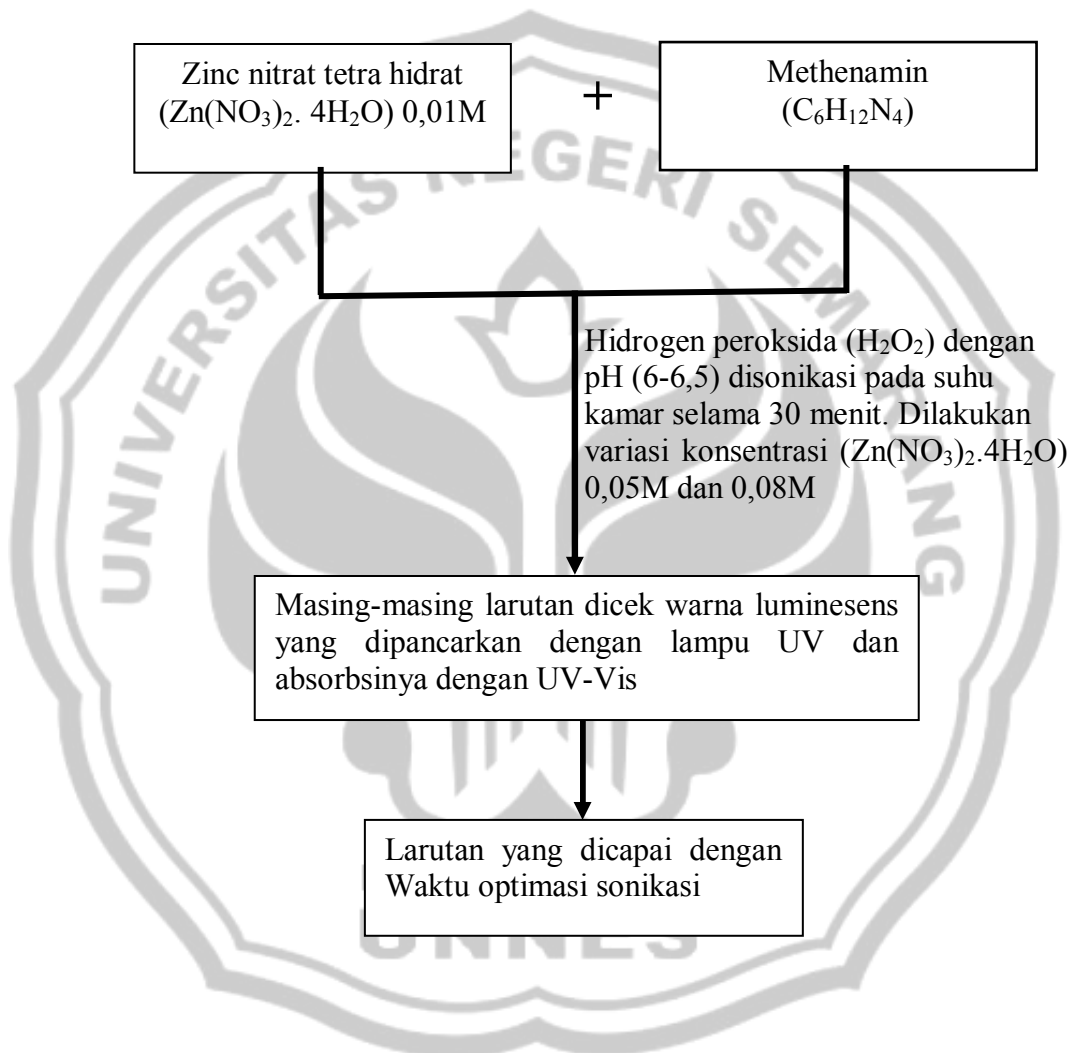


## Lampiran 1

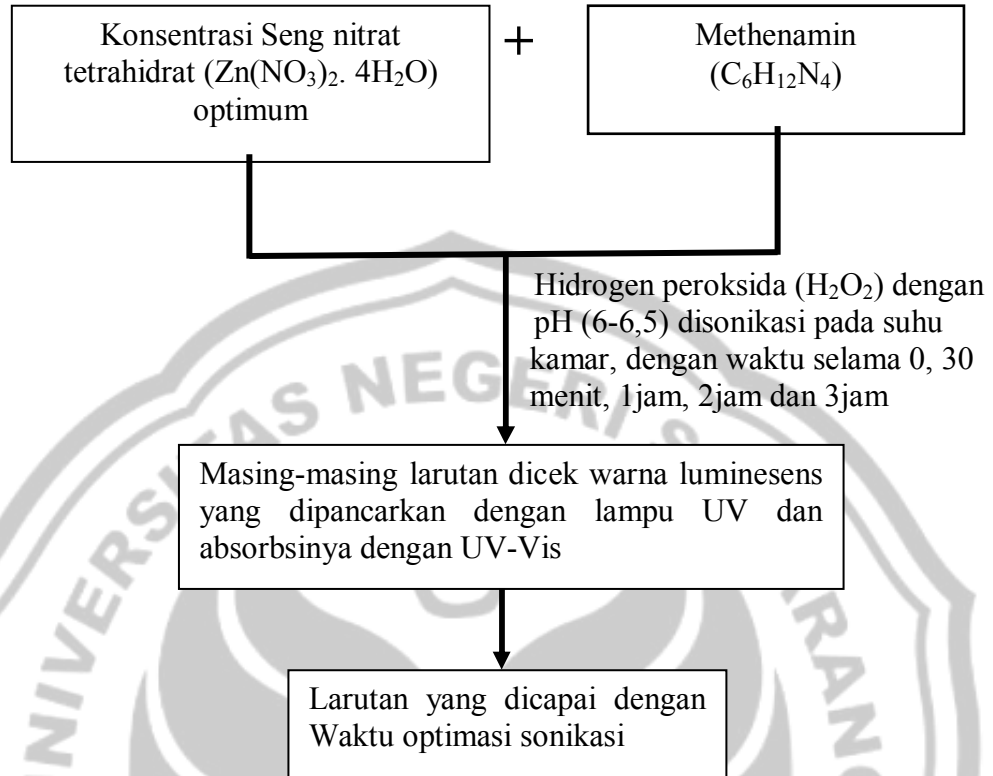
### Diagram Alir Prosedur Penelitian

#### a. Sintesis Seng Oksida (ZnO) Nanopartikel

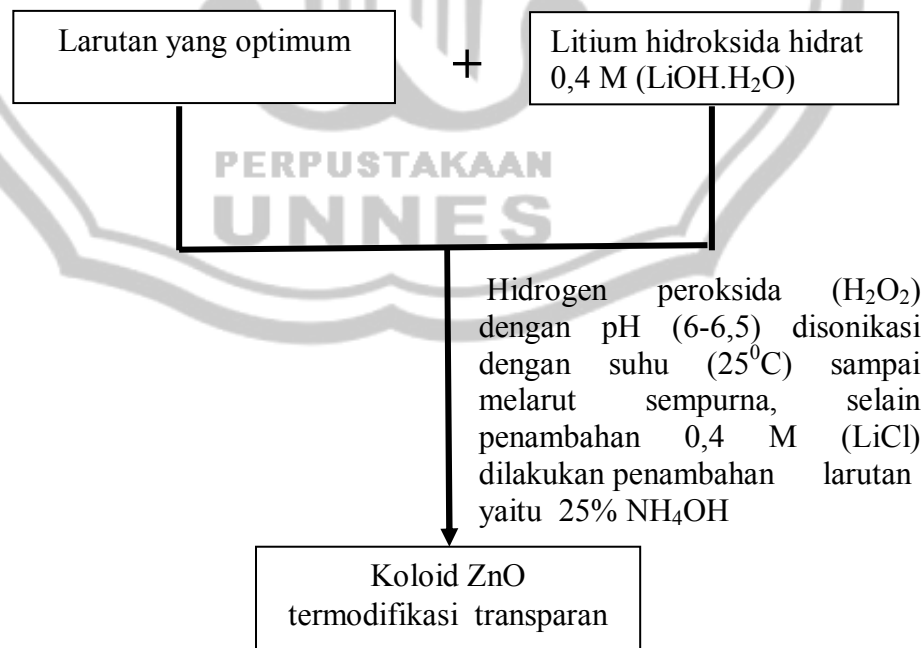
##### 1) Penentuan konsentrasi optimasi

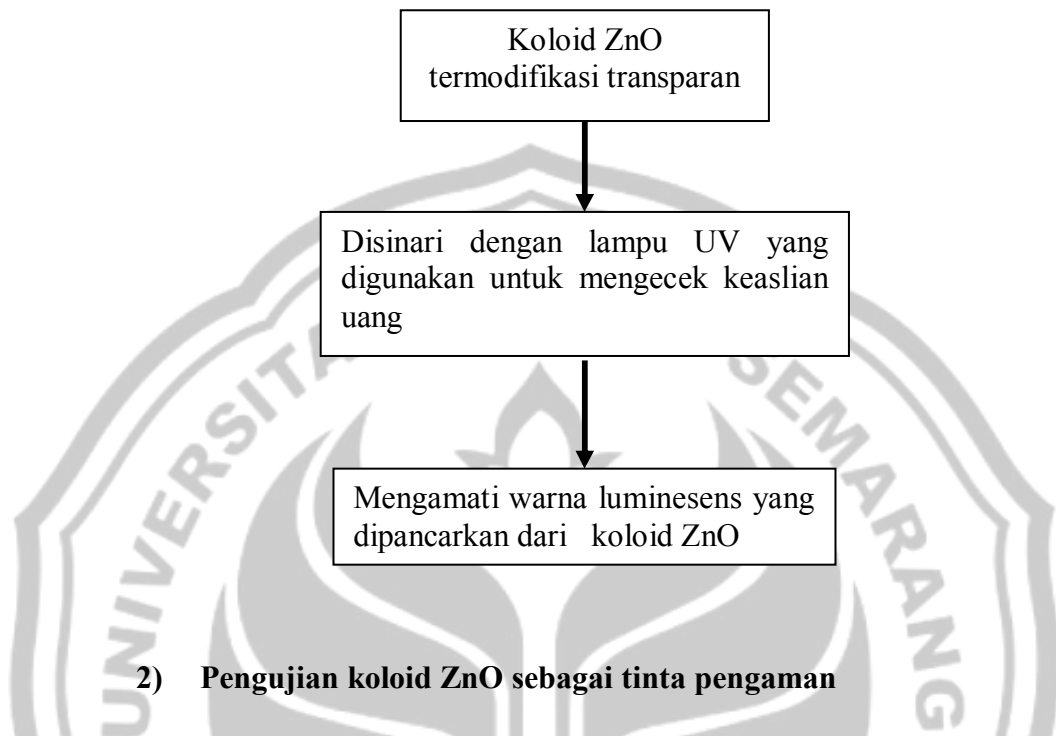
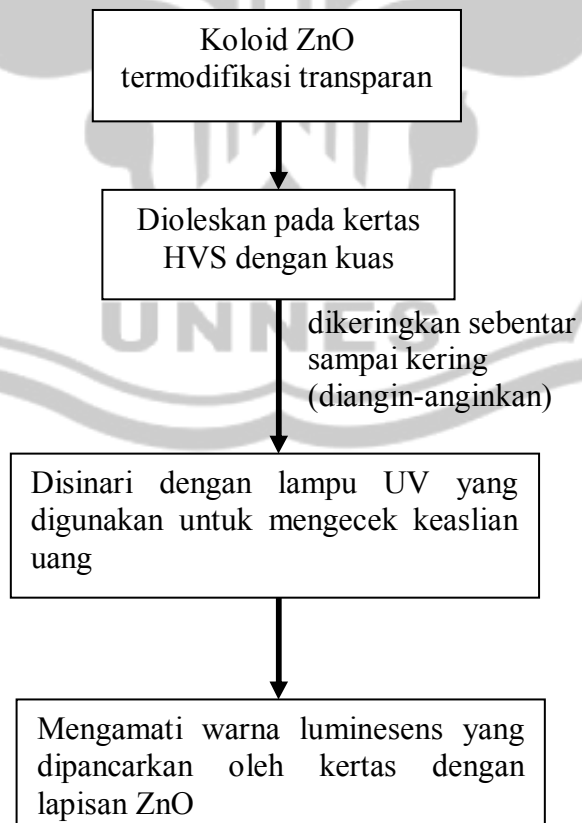


## 2) Penentuan waktu optimasi sonikasi



## 3) Pembuatan Koloid ZnO termodifikasi transparan



**b. Aplikasi Seng Oksida (ZnO) Nanopartikel sebagai tinta pengaman****1) Penentuan Warna Luminesens yang dipancarkan Koloid ZnO****2) Pengujian koloid ZnO sebagai tinta pengaman**

## Lampiran 2

## Hasil Karakterisasi XRD

Tabel 1. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X

Sampel	2 $\theta$	Int-f	hkl	
<b>Konsentrasi</b>				
0,01 M	36.68	39.85	101	
0,05 M	32.48	43.39	100	
	35.24	39.85	002	
	36.89	71.61	101	
0,08M	32.36	188.89	100	
	35.16	141.53	002	
	36.92	323.01	101	
<b>Waktu sonikasi</b>				
30 mmit	-	-	-	
1 jam	36.75	52.26	101	
	2 jam	32.38	99.24	100
		35.22	77.84	002
3 jam	36.98	163.33	101	
	32.38	211.80	100	
	35.22	160.54	002	
	36.92	299.91	101	
<b>Penambahan NH<sub>4</sub>OH dan LiCl</b>				
NH <sub>4</sub> OH	32.38	226.09	100	
	35.26	177.49	002	
	36.98	388.96	101	
LiCl	32.38	61.69	100	
	35.118	51.91	002	
	36.86	105.44	101	

Tabel 2. Perhitungan ukuran kristal ZnO dengan metode Debye-Scherrer

Sampel	2 $\theta$	B (rad)	$\theta$	Cos $\theta$ (rad)	$\lambda$ (nm)	D (nm)
<b>Konsentrasi</b>						
0,01 M	36.262	0.048607	18.131	0.950348	0.15406	3.00
0,05 M	36.903	0.011188	18.4515	0.948592	0.15406	13.06
0,08 M	36.924	0.005452	18.462	0.948534	0.15406	26.81
<b>Waktu sonikasi</b>						
30 menit	-	-	-	-	-	-
1 jam	36.326	0.042855	18.163	0.950174	0.15406	3.41
2 jam	36.902	0.008059	18.451	0.948595	0.15406	18.14
3 jam	36.906	0.007111	18.453	0.948584	0.15406	20.55
<b>Penambahan NH<sub>4</sub>OH dan LiCl</b>						
NH <sub>4</sub> OH	36.923	0.007079	18.4615	0.948537	0.15406	20.65
LiCl	36.879	0.008939	18.4395	0.948658	0.15406	16.35

$$D = \frac{K * \lambda}{B \cos \theta}$$

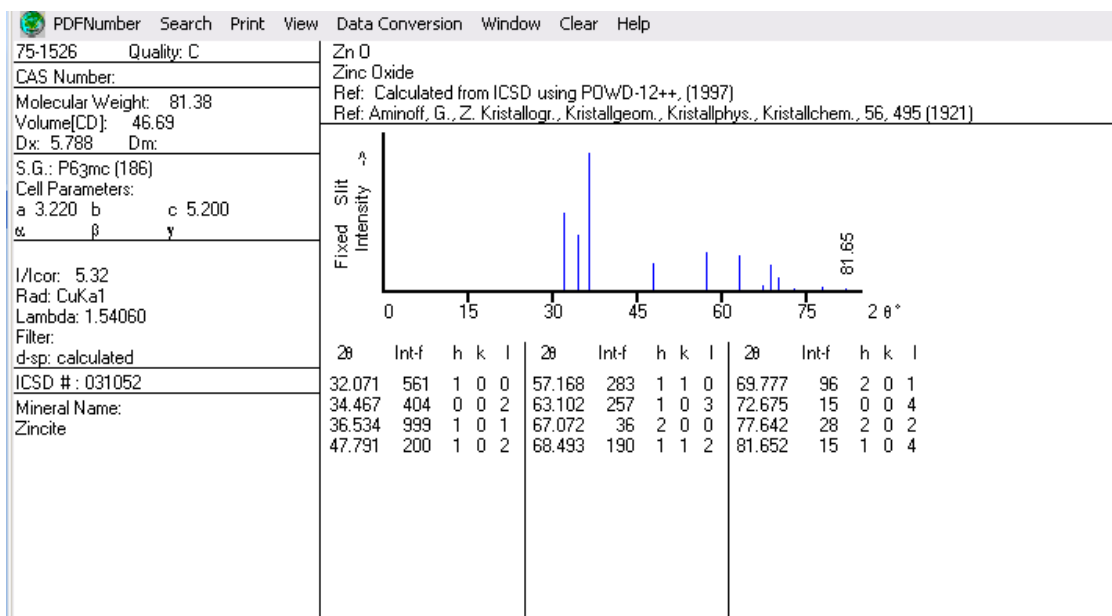
D = ketebalan kristal yang juga dapat dianggap sebagai ukuran kristal (nm)

K = konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk K = 0,9

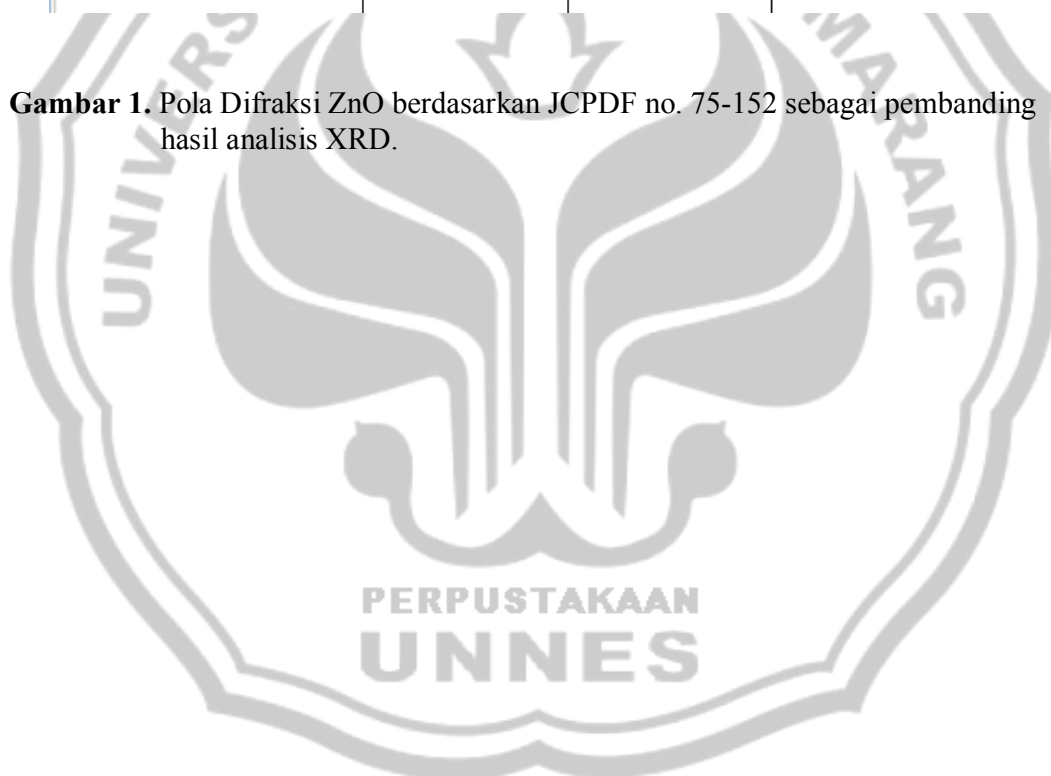
$\lambda$  = panjang gelombang sinar-x yang digunakan pada waktu pengukuran (nm)

B = lebar setengah puncak pada difraktogram

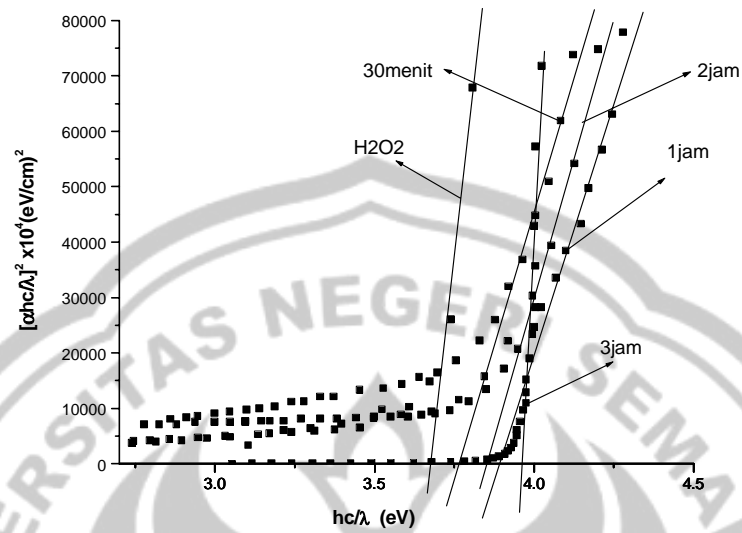
$\theta$  = sudut difraksi berasal dari data grafik 2 $\theta$  pada difraktogram.



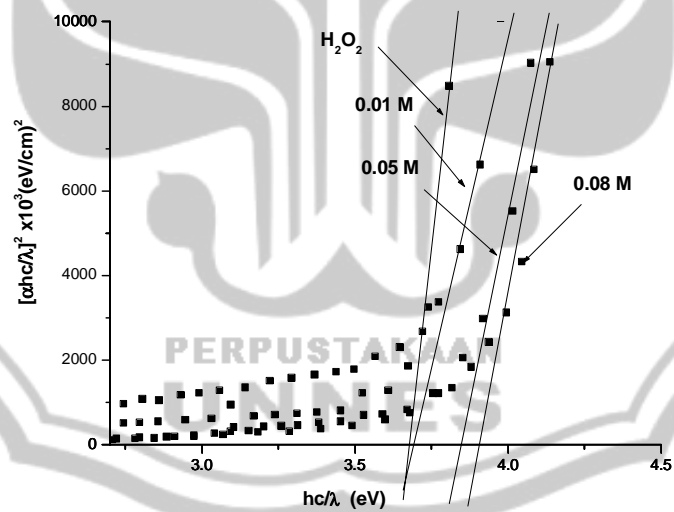
**Gambar 1.** Pola Difraksi ZnO berdasarkan JCPDF no. 75-152 sebagai pembanding hasil analisis XRD.



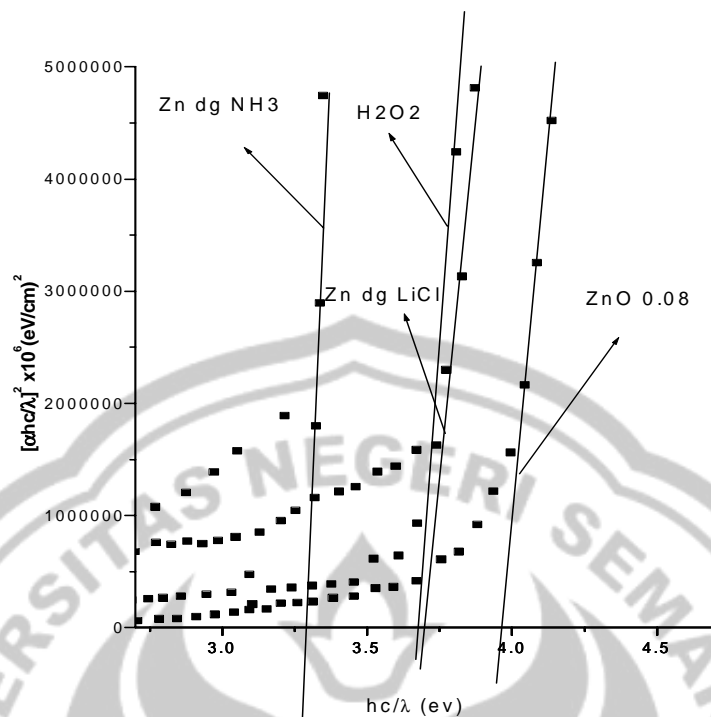
## Hasil Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis



Gambar 2. Perhitungan energi *gap* pada variasi waktu sonikasi



Gambar 3. Perhitungan energi *gap* pada variasi konsentrasi



**Gambar 4.** Perhitungan energi *gap* pada penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$

**Tabel 3.** Energi *gap* Nanopartikel ZnO hasil karakterisasi spektrofotometer UV-Vis

Sampel ZnO	Energi <i>Gap</i> (R) (eV)
<b>Konsentrasi</b>	
0,01 M	3,7
0,05 M	3,85
0,08 M	3,9
<b>Waktu sonikasi</b>	
1 jam	3,89
2 jam	3,85
3 jam	3,96
<b>Penambahan LiCl dan <math>\text{NH}_4\text{OH}</math></b>	
LiCl	3,29
$\text{NH}_4\text{OH}$	3,69



**Tabel 4.** Perhitungan ukuran partikel ZnO dengan metode *Brus*

Sampel ZnO	Energi <i>Gap</i> (R) (ev)	Ukuran partikel (nm)
<b>Konsentrasi</b>		
0,01M	3,7	70,35
0,05 M	3,85	56,18
0,08 M	3,9	53,07
<b>Waktu sonikasi</b>		
1 jam	3,89	53,65
2 jam	3,85	56,18
3 jam	3,96	49,95
<b>Penambahan LiCl dan NH<sub>4</sub>OH</b>		
NH <sub>4</sub> OH	3,29	92,47
LiCl	3,69	71,72

$$E_g(R) = E_g(\infty) + \frac{14,84}{R^2} \left( \frac{1}{m_e^2} + \frac{1}{m_h^2} \right) - \frac{2,6}{\kappa R}$$

$E_g(\infty)$  = lebar celah pita energy material dalam ukuran besar (*bulk*) yaitu sebesar 3.44ev

$m_e$  = massa efektif elektron yaitu sebesar 0.24

$m_h$  = massa efektif *hole* yaitu sebesar 0.45

$\kappa$  = konstanta dielektrik material yaitu sebesar 9.9-11

## Lampiran 3

## DOKUMENTASI

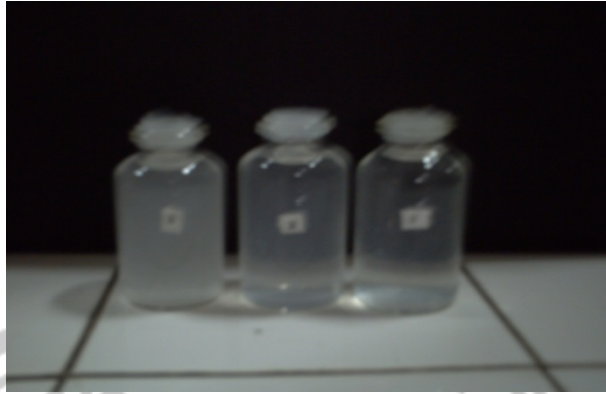


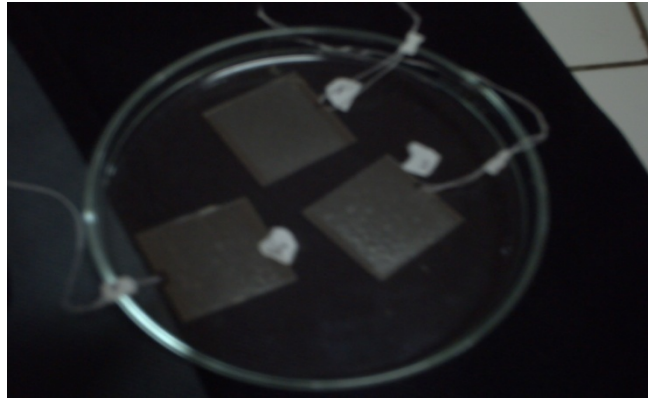
Foto 1. Hasil Preparasi koloid ZnO dengan Variasi konsentrasi



Foto 2. Hasil Preparasi koloid ZnO dengan Variasi waktu sonikasi



Foto 3. Hasil Preparasi koloid ZnO dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{LiCl}$



**Foto 4.** Hasil Preparasi koloid ZnO yang dilapiskan pada substrat ITO



**Foto 2.** Preparasi koloid ZnO dengan sonokimia



**Foto 3.** Alat UV dengan panjang gelombang 254 nm dan 365 nm

Filename: 7041  
Directory: H:\Tugas Akhir II  
Template: Normal.dotm  
Title:  
Subject:  
Author: KASIH  
Keywords:  
Comments:  
Creation Date: 18/03/2011 13:31:00  
Change Number: 3  
Last Saved On: 18/03/2011 14:09:00  
Last Saved By: Pak DEDE  
Total Editing Time: 42 Minutes  
Last Printed On: 18/03/2011 14:10:00  
As of Last Complete Printing  
Number of Pages: 83  
Number of Words: 12.944 (approx.)  
Number of Characters: 73.785 (approx.)