



**PENGARUH PENAMBAHAN *ETHYLENE DIAMINE TETRA ACETAT*
(EDTA) DAN pH LARUTAN TERHADAP KARAKTERISTIK
NANORODS ZnO YANG DITUMBUHKAN DI ATAS FILM KACA**

Skripsi

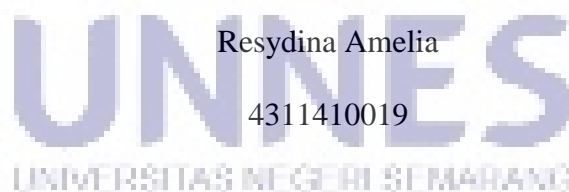
Disajikan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar

Sarjana Sains Program Studi Kimia

oleh

Resydina Amelia

4311410019



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

2015

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.

Semarang, September 2015



Resydina Amelia
Resydina Amelia
4311410019

UNNES
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, September 2015

Pembimbing,



Harjito, S.Pd, M.Sc.
NIP. 197206232005011001



UNNES
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Pengaruh Penambahan *Ethylene Diamine Tetra Acetat* (EDTA) dan pH Larutan Terhadap Karakteristik Nanorods ZnO yang Ditumbuhkan di atas Film Kaca

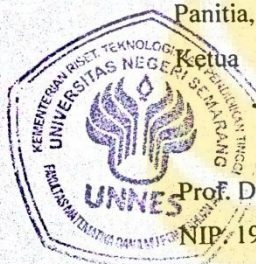
Disusun oleh

Nama : Resydina Amelia

NIM : 4311410019

Telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES pada tanggal 25 September 2015

Panitia,



Ketua

Prof. Dr. Wiyanto, M.Si

NIP. 196310121988031001

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si

NIP. 196507231993032001

Penguji I

Drs. Sigit Priatmoko, M.Si

NIP. 196504291991031001

Penguji II

Drs. Kasmui, M.Si

NIP. 196602271991021001

Penguji/ Pembimbing

Harjito, S.Pd, M.Sc.

NIP. 197206232005011001

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO

“Orang pintar takut salah dan khawatir disebut bodoh. Orang goblok salah melulu dan dari situ ia belajar memperbaiki.” Bob Sadino

“Sesulit apapun masalah yang kau hadapi, jangan pernah menyerah. Ingatlah orang-orang hebat lahir dari kesulitan yang luar biasa.” Albert Einstein

PERSEMBAHAN

Kupersembahkan karya ini untuk :

1. Papa dan Mama tersayang dan tercinta
2. Adik-adikku, om, tante, pakek, kakek, dan nenek yang senantiasa memberi dukungan

UNNES
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

KATA PENGANTAR

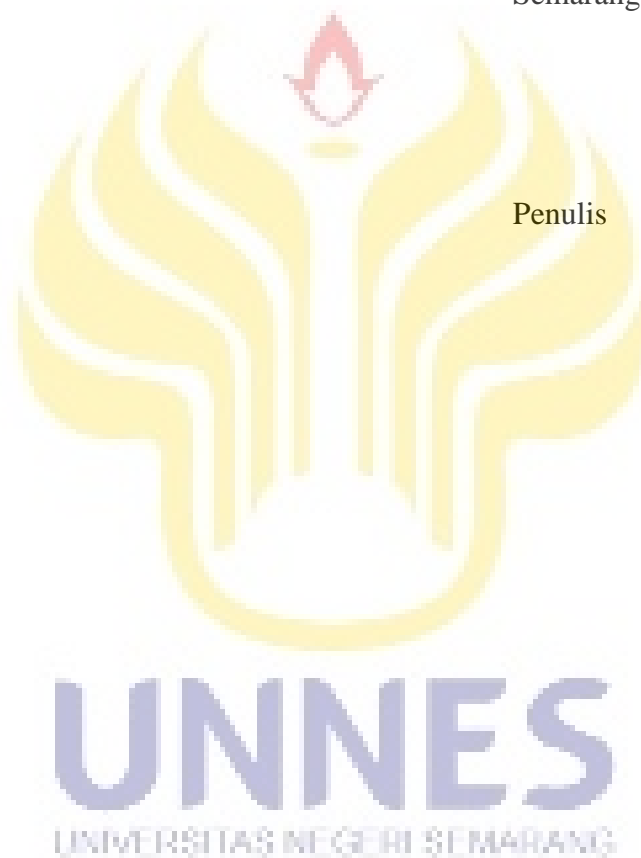
Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan berkat, rahmat, hidayah, dan kasih sayang-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Pengaruh Penambahan *Ethylene Diamine Tetra Acetat* (EDTA) dan pH Larutan Terhadap Karakteristik Nanorods ZnO yang Ditumbuhkan di atas Film Kaca”. Penulisan skripsi ini disusun sebagai syarat untuk mencapai gelar sarjana Sains program studi kimia di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Pada kesempatan ini, penulis ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada seluruh pihak baik yang secara langsung maupun tidak langsung yang membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada :

1. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang
2. Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang
3. Kepala Laboratorium Kimia Unnes yang memberikan ijin penelitian
4. Bapak Harjito, S.Pd, M.Sc selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, semangat, arahan, dan saran kepada penulis selama penyusunan Skripsi
5. Bapak Drs. Sigit Priatmoko, M.Si dan Bapak Drs. Kasmui, M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan dan saran kepada penulis selama penyusunan Skripsi
6. Semua pihak yang tidak dapat disebut satu per satu yang telah membantu penelitian dan penyusunan skripsi.

Demikian ucapan terima kasih dari penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan dapat memberikan kontribusi positif bagi para pembaca dan perkembangan ilmu pengetahuan dalam dunia penelitian.

Semarang, September 2015



ABSTRAK

Amelia, Resydina. 2015. *Pengaruh Penambahan Ethylene Diamine Tetra Acetat (EDTA) dan pH Larutan Terhadap Karakteristik Nanorods ZnO yang Ditumbuhkan di atas Film Kaca*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Dosen Pembimbing Utama : Harjito, S.Pd., M.Sc.

Kata kunci : lapis tipis, nanorods, sol-gel dan seng oksida

Telah dilakukan sintesis preparasi *seed layer* ZnO nanorods dengan metode sol-gel. Selain itu juga dilakukan sintesis penumbuhan ZnO nanorods dengan metode chemical bath deposition (CBD). Dalam sintesis ini digunakan prekursor $Zn(CH_3COO)_2$ yang ke dalamnya ditambahkan larutan EDTA yang divariasi konsentrasinya. Selanjutnya dalam perlakuan penumbuhan ZnO nanorods pH larutan campuran $Zn(NO_3)_2$ dengan HMTA divariasi. Sampel hasil sintesis kemudian dianalisis dengan menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dan SEM untuk mengetahui morfologi sampel. Data analisis XRD menunjukkan bahwa posisi puncak-puncak difraksi sinar-X ZnO nanorods sesuai dengan data JCPDS ZnO No. 34-1451 yang menunjukkan bahwa sampel mengandung senyawa kristal ZnO. Kristal tersebut berbentuk hexagonal *wurtzite*, dengan ukuran partikel berkisar antara 40-80 nm. Berdasarkan hasil pemindaian SEM, diketahui bahwa diameter rata-rata partikel berkisar antara 221-666 nm.



ABSTRACT

Amelia, Resydina. 2015. *Effect of Ethylene Diamine Tetra Acetat (EDTA) addition and pH to Characterization of ZnO Nanorods Grown on top of the Film Glass*. Final Project, Department of Chemistry Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. The Main Supervisor: Harjito, S.Pd., M.Sc.

keyword : Thin layer, nanorods, sol-gel, and zink oxide

The synthesis of preparation seed layer ZnO nanorods with sol-gel method has been conducted. ZnO growth synthesis had also been done using Chemical Bath Deposition (CBD) method. $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ precursor which is being added by EDTA liquid variation is used in this synthesis. Afterward, in the ZnO growth treatment, the pH of the liquid mixture of $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ and HMTA is being varied. The result samples were analyzed using XRD to find the crystallinity and SEM to find the morphology of sampel. The result of XRD analysis show that the peak of ZnO nanorods X-ray diffraction contains ZnO crystal (Compare with JCPDS of ZnO No. 34-1451). The crystal comes in hexagonal wurtzite form which size is 40-80 nm in length. The result of SEM analysis shows that the average diameter of the particle is 221-666 nm.



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN	v
PRAKATA	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB	
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nanorods	5
2.2 Semikonduktor Seng Oksida (ZnO)	6

2.3	<i>Ethylenediamine Tetra Acetid Acid</i> (EDTA)	8
2.4	Metode Sol-Gel	9
2.5	Metode <i>Chemical Bath Deposition</i> (CBD)	12
3.	METODE PENELITIAN	14
3.1	Variabel Penelitian	14
3.1.1	Variabel Bebas	14
3.1.2	Variabel Terikat	14
3.1.3	Variabel Terkendali	14
3.2	Alat dan Bahan	15
3.3	Prosedur Penelitian	15
3.3.1	Fabrikasi <i>Nanorods</i> ZnO	15
3.3.1.1	Preparasi Prekursor <i>Seed layer</i>	15
3.3.1.2	Preparasi <i>Seed layer</i>	16
3.3.1.3	Penumbuhan ZnO <i>Nanorods</i>	16
3.3.2	Karakteriasi <i>Nanorods</i> ZnO	17
3.3.2.1	Uji kristalinitas dan Ukuran partikel	17
3.3.2.1	Uji Morfologi	18
4.	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	19
4.1	Preparasi ZnO <i>Nanorods</i>	19
4.2	Uji Kristalinitas dan Ukuran partikel	20
4.3	Preparasi <i>Seed layer</i>	24
4.4	Penumbuhan ZnO <i>nanorods</i>	25
4.5	Analisis Morfologi	26

5. PENUTUP	29
5.1 Simpulan.....	29
5.2 Saran.....	29
DAFTAR PUSTAKA	30
LAMPIRAN	32



DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
3.1 Daftar Kode Untuk Tiap Sampel ZnO	16
3.2 Daftar Kode Untuk Tiap Sampel ZnO <i>Nanorods</i>	17
4.2 Hasil Perhitungan Ukuran Partikel ZnO	23



DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1 Struktur Molekul Asam Etilenediaminetetraasetat (EDTA)	2
2.1 Struktur ZnO	8
4.1 Hasil Sintesis	19
4.2 Hasil Sintesis Setelah Pemanasan	20
4.3 Hasil Visual Sinar-X	21
4.4 Hasil Pelapisan Pada Substrat Kaca	24
4.5 Hasil Pemindaian SEM <i>Seed layer</i>	25
4.6 Penumbuhan ZnO pada <i>Seed layer</i>	26
4.7 Pemindaian SEM	27



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alir	32
1.1 Preparasi Prekursor <i>Seed layer</i>	32
1.2 Preparasi <i>Seed layer</i>	33
1.3 Penumbuhan ZnO <i>Nanorods</i>	34
2. Perhitungan	35
3. Hasil Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)	36
4. Perhitungan Ukuran Partikel	38



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi sangat memegang peranan penting di masa depan. Melalui nanoteknologi para peneliti banyak melakukan studi intensif untuk mensintesis material berukuran nanometer. Material berstruktur nano dapat dibedakan menjadi beberapa jenis berdasarkan dimensinya, yaitu: 0-dimensi, 1-dimensi, 2-dimensi, dan 3-dimensi. Ada banyak struktur lapisan tipis yang telah diketahui seperti: *nanotube*, *nanorods*, *nanopilar*, *nanowire* dan sebagainya. Struktur *nanorods* termasuk ke dalam struktur 1-dimensi, dimana struktur tersebut mengacu pada ukuran diameter struktur dari beberapa nano sampai beberapa ratus nano dan diketahui struktur 1-dimensi memiliki sensitivitas yang baik saat digunakan sebagai sensor dibandingkan dengan struktur yang lain.

Nanorods adalah salah satu morfologi objek nano, yang vertikal dan berukuran sangat kecil. Setiap dimensi berkisar 1-100 nm. Material yang banyak dimanfaatkan dan dapat disintesis sebagai *nanorods* material adalah semikonduktor. Salah satu material semikonduktor yang disintesis berskala nano adalah ZnO. Semikonduktor ZnO merupakan senyawa semikonduktor yang mempunyai sifat elektronik dan fotonik penting karena memiliki stabilitas termal dan kimia yang baik, energi gap sebesar 3,37 eV pada suhu kamar, sehingga mampu menyerap cahaya dengan panjang gelombang sekitar 400 nm, dan energi ikat eksiton yang besar (60 meV). Seng oksida mempunyai banyak aplikasi yang

menarik seperti pada solar sel, pelapis konduktif transparan, sensor gas, serta material elektron dan fotoluminesen. Selain itu, ZnO memiliki kestabilan terhadap perlakuan kimia dan panas, melimpah di alam, dan tidak beracun. Struktur ZnO *nanorods* ini diyakini mampu memberikan pengaruh besar dalam kehidupan manusia dalam berbagai bidang.

Parameter fisik penumbuhan ZnO *nanorods* antara lain ukuran partikel, morfologi, dan kristalinitas. Penambahan EDTA (*ethylenediamine tetra acetic acid*) dapat mempengaruhi pengintian dan penumbuhan kinetik dari partikel. EDTA menyediakan halangan sterik yang menghalangi penumbuhan dan penumpukan partikel, juga dapat menurunkan tegangan permukaan, dapat memperkecil ukuran partikel. EDTA adalah sebuah bahan pendesorpsi yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam. Senyawa EDTA yang berfungsi sebagai penitrasi atau pengompleks logam biasanya berupa garam Na_2EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$). EDTA adalah suatu aminopolikarboksilat dan tidak berwarna, zat padat yang larut dalam air.



Gambar 1.1 Struktur molekul asam etilenediaminetetraasetat (EDTA)

Untuk menghasilkan ZnO dengan struktur yang seragam dan terorientasi dengan baik biasanya digunakan metode fasa uap, salah satu metodenya yaitu *Chemical bath deposition* (CBD). Metode *Chemical bath deposition* (CBD) merupakan metode sederhana, tidak memerlukan peralatan modern yang canggih

sehingga metode ini dikenal sebagai metode sintesis paling murah. Melalui metode *Chemical bath deposition* (CBD) beberapa faktor pertumbuhan seperti morfologi, ukuran kristal, dan tingkat kristalinitas dapat dikontrol dengan mudah dengan memvariasi pH larutan, temperatur deposisi, dan konsentrasi larutan. Pada penelitian ini metode CBD akan dikontrol dengan memvariasi pH larutan. Menurut Kumar *et al.*, (2012) semakin rendah pH, *nanorods* dapat tumbuh baik. Namun menurut Umami (2012), semakin tinggi pH maka struktur kristal akan semakin kristalin. Dari pernyataan penelitian ini ingin mengetahui pengaruh pH larutan terhadap morfologi, yang pH larutan berkisar pada keadaan asam, netral, dan basa.

1.2 Rumusan masalah

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

1. Bagaimana pengaruh penambahan EDTA terhadap kristalinitas dan ukuran partikel *nanorods* ZnO yang disintesis dengan prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$?
2. Bagaimana pengaruh pH larutan terhadap morfologi permukaan *nanorods* ZnO?

1.3 Tujuan Penelitian

Sesuai dengan permasalahan yang telah dikemukakan di atas, maka tujuan penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh penambahan EDTA terhadap kristalinitas dan ukuran partikel *nanorods* ZnO yang disintesis dengan prekursor $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
2. Mengetahui pengaruh pH larutan terhadap morfologi permukaan *nanorods* ZnO.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah memberi informasi dalam ilmu pengetahuan tentang penumbuhan *nanorods* ZnO. Penelitian ini mempelajari pengaruh penambahan EDTA terhadap kristalinitas dan ukuran partikel *nanorods* ZnO, dan juga pengaruh pH larutan terhadap morfologi permukaan *nanorods* ZnO, sehingga akan memberikan manfaat penting dalam penumbuhan *nanorods* ZnO.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanorods

Dalam nanoteknologi ada banyak macam struktur lapis tipis, salah satunya yaitu *nanorods*. Struktur *nanorods* termasuk ke dalam struktur 1-dimensi, dimana struktur tersebut mengacu pada ukuran diameter struktur dari beberapa nano sampai beberapa ratus nano. Setiap dimensi berkisar 1-100 nm. Standar rasio aspek (panjang dibagi dengan lebar) adalah 3-5. Material berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*) (Astuti, 2009). Perubahan sifat dari *nanorods* diakibatkan oleh efek perubahan luas permukaan dan efek kuantum yang mendominasi perubahan sifat dari bahan nano. Efek luas permukaan meliputi sifat konduktivitas, katalitik, kekuatan material. Sedangkan efek kuantum mencakup sifat elektrik, magnetic dan optik.

Hasil penelitian bidang nanometer adalah mengubah teknologi yang ada sekarang yang berbasis pada material skala mikrometer menjadi teknologi berbasis pada material skala nanometer. Material dalam ukuran nanometer juga memiliki sifat-sifat yang lebih kaya karena ada beberapa sifat yang dimiliki material ukuran ini yang tidak dimiliki oleh material ukuran besar. Menariknya lagi sejumlah sifat dapat diubah-ubah melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan, dan pengontrolan interaksi antar partikel (Abdullah dan Khairurrijal, 2010).

2.2 Semikonduktor Seng Oksida (ZnO)

Seng oksida merupakan senyawa semikonduktor golongan II-IV yang mempunyai sifat elektronik dan fotonik penting karena memiliki stabilitas termal yang baik, energi gap sebesar (3,37 eV) pada suhu kamar dan energi ikat eksiton yang besar (60 meV), sehingga mampu menyerap cahaya energi dengan panjang gelombang 400 nm (Kumar *et al.*, 2012). Sebagai semikonduktor dengan lebar energi gap besar, ZnO sangat potensial diaplikasi sebagai elektroda transparan dalam piranti *elektroluminisens*, dan material untuk piranti pemancar ultraviolet. Material semikonduktor ZnO juga memiliki beberapa sifat yang menguntungkan: mobilitas elektron yang tinggi, tahan pada temperatur tinggi, dan dapat memancarkan cahaya.

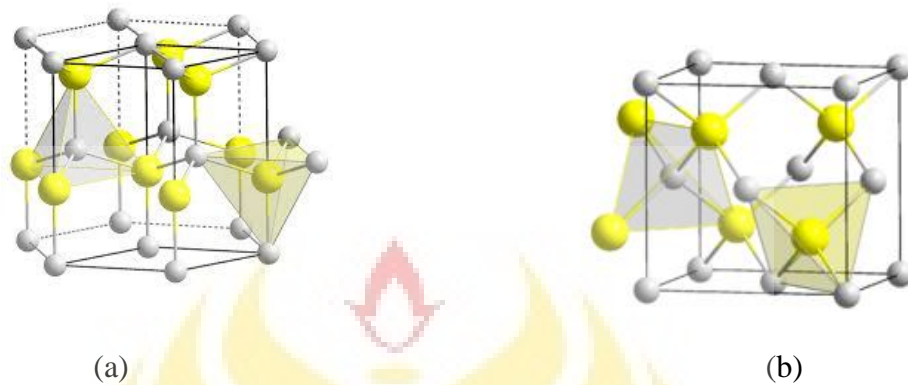
Seng oksida sebagai material keramik semikonduktor merupakan bahan dengan konduktivitas yang berada diantara isolator (penghantar listrik yang buruk) dan konduktor (penghantar listrik yang baik). Material semikonduktir bersifat sebagai isolator pada temperature yang sangat rendah namun pada temperature ruangan bersifat sebagai konduktor. Semikonduktor sangat berguna karena sifat konduktifitasnya dapat dirubah dan dikontrol dengan memberi materi lain atau menambahkan ketidakmurnian (doping). Doping merupakan pengotor bahan semikonduktor. Pada semikonduktor dikenal istilah pita valensi dan pita konduksi. Pita valensi merupakan pita yang terbentuk dari orbital molekul yang berikatan, sedangkan pita konduksi merupakan pita yang terbentuk dari molekul yang tidak berikatan. Jarak antara pita konduksi dan pita valensi dinamakan celah pita.

Seng oksida adalah material semikonduktor yang menghasilkan *luminisens* biru sampai hijau-kuning yang cukup efisien. Sifat ini menjadikan ZnO sebagai material yang sangat potensial bagi pengembangan sumber cahaya putih. Karena strukturnya yang kovalen, material oksida biasa disebut dengan keramik. Seng oksida juga merupakan material yang sangat efisien bagi pengembangan fosfor tegangan rendah dan peraga *fluorescent* vakum serta peraga medan emisi (*field emission display*, FED). Dalam bentuk lapisan tipisnya, material oksida ini transparan terhadap cahaya dikarenakan energi gap-nya *moderat*. Morfologi nanomaterial ZnO sangat penting untuk penggabungan mikrosistem dan bioteknologi (Green, 2001).

Material ZnO banyak digunakan dalam berbagai aplikasi mengacu pada sifat mekanisnya seperti, sifat katalitik, elektrik, optoelektronik, dan *photochemical* (Tak dan Young, 2005). Salah satu aplikasi ZnO yaitu sebagai sensor karena ZnO akan mengalami peningkatan konduktivitas permukaan bila mengadsorpsi dan sebagai oksida konduktif transparan (TCO). Seng oksida juga merupakan kandidat semikonduktor yang digunakan sebagai fotoanoda sel surya selain TiO₂. Hal ini dikarenakan material ZnO banyak kelebihan dan potensi yang tidak dimiliki semikonduktor lainnya.

Seng oksida memiliki tiga struktur kristal yaitu: *rocksalt*, *zinc blende*, dan *wurtzite*. Dari ketiga struktur yang jarang teramati *rocksalt*. Umumnya struktur kristal ZnO berupa *wurtzite*, karena struktur ini stabil pada kondisi tekanan dan temperatur tinggi, sedangkan *zinc blende* hanya terbentuk apabila ZnO

ditumbuhkan pada substrat kubik. Struktur ZnO *wurtzite* dan *zinc blende* dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur ZnO (a) Struktur *wurtzite*, (b) Struktur *zinc blende*

Struktur ZnO *wurtzite* memiliki sel satuan heksagonal dengan dua parameter kisi a dan c dengan rasio $c/a = 8/3 = 1,633$. Beberapa bentuk kristal ZnO yang berhasil ditemukan antara lain, yang berdimensi satu (1D) *rod*, *tube*, *wire*, dan *nail*, berdimensi dua (2D) *sheet*, *hexagon*, *tower*, dan *comb*, dan berdimensi tiga (3D) *flower* (Zhang, *et al.*, 2007).

2.3 Ethylene Diamine Tetra Acetic (EDTA)

Asam etilen diamin tetra aasetat (EDTA) adalah suatu asam aminopolikarboksilat, tidak berwarna, zat padat yang larut dalam air, dengan rumus molekul $C_{10}H_{16}N_2O_8$. EDTA merupakan bahan pendesorpsi yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam. Senyawa EDTA yang berfungsi sebagai penitrasi atau pengompleks logam biasanya berupa garam Na_2EDTA (Na_2H_2Y). Na_2EDTA memiliki empat gugus asam karboksil dan dua gugus amin dengan sepasang elektron bebas. EDTA merupakan bahan tambahan

organik. Penambahan bahan organik dapat mempengaruhi pengintian dan penumbuhan kinetik dari partikel-partikel logam.

EDTA menyediakan halangan sterik yang menghalangi penumbuhan dan penumpukan partikel, juga dapat menurunkan tegangan permukaan, dapat memperkecil ukuran partikel dan membuat hasil deposisi lapisan pada permukaan menjadi lebih halus. Hal tersebut dikarenakan penambahan jumlah butiran (partikel) yang berubah akan meningkatkan energi permukaan, sehingga peningkatan kekerasan tergantung dari morfologi butiran sebagaimana pembentukan dari lapis tipis nanokristalin logam.

2.4 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel yang paling sukses dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Metode ini banyak digunakan karena proses reaksinya menggunakan suhu rendah dan baik dalam tingkat homogenitasnya (Ibrahim, 2010). Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu "*wet method*" atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada proses ini, larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol (Smart dan Moore, 1995).

Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoksi dan dihidrolisis

dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan. Reaksinya adalah reaksi hidrolisis. Gel (*gelation*) adalah suspensi koloid yang cairannya sudah bercampur dengan padatan, bentuknya padat tetapi mengandung air.

Metode sol-gel cocok untuk preparasi lapis tipis dan material berbentuk serbuk. Tujuan preparasi ini agar suatu material keramik dapat memiliki fungsional khusus (elektrik, optik, magnetik, dll). Metode sol-gel memiliki keuntungan antara lain sebagai berikut.

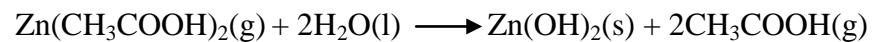
1. Ukuran partikel kecil, yaitu dalam skala micron
2. Mudah dalam kontrol komposisi (kehomogenan komposisi kimia)
3. Temperatur proses rendah
4. Biaya murah

Preparasi nanomaterial ZnO dapat dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya adalah proses sol-gel, metode hidrotermal, sonokimia, dan kopresipitasi. Sintesis ZnO menggunakan proses sol-gel telah dilakukan oleh Zhu *et al.*,(2011). Sedangkan sintesis ZnO menggunakan metode hidrotermal telah dilakukan oleh Wang *et al.*,(2012).

Metode sol-gel dipilih untuk penelitian karena sintesisnya mudah serta proses pelapisan nano ZnO pada substrat juga lebih mudah dengan menggunakan sol nano ZnO. Ada beberapa tahapan reaksi dalam sol-gel yaitu:

1. Hidrolisis

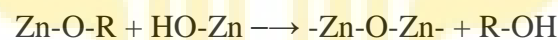
Pada tahapan ini, prekursor yang digunakan akan dilarutkan dalam alkohol dan akan terhidrolisis dengan penambahan air sesuai dengan reaksi berikut :



Semakin banyak air yang ditambahkan akan mengakibatkan proses hidrolisis semakin cepat sehingga proses gelasi juga akan menjadi lebih cepat. Atas dasar inilah, pada beberapa proses sol gel digunakan asam yang berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat proses hidrolisis.

2. Kondensasi

Pada tahapan ini akan terjadi transisi dari sol menjadi gel. Molekul-molekul yang telah mengalami kondensasi akan saling bergabung sehingga menghasilkan molekul gel yang mempunyai kerapatan massa yang besar dan akan menghasilkan kristal logam oksida. Reaksi yang terjadi adalah:



Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan $-\text{Zn}-\text{O}-\text{Zn}-$. pada peristiwa ini akan dihasilkan produk samping berupa air atau alkohol.

3. Aging

Aging merupakan tahap pematangan dari gel yang telah terbentuk dari proses kondensasi. Proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan.

4. Pengeringan

Tahap terakhir ialah proses penguapan pelarut yang digunakan (misalnya alkohol) dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

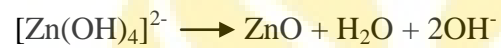
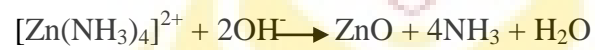
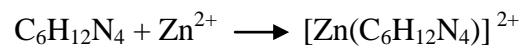
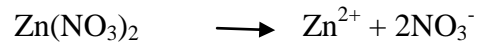
2.5 Metode *chemical bath deposition* (CBD)

ZnO *nanorods* umumnya disintesis dalam fasa uap seperti *metal organic chemical vapour deposition*, *chemical vapour transport*, dan *pulsed laser deposition*. Melalui metode ini, akan dihasilkan kristal tunggal ZnO *nanorods* dengan kualitas tinggi dengan panjang rods beberapa micron (Dongqi *et al.*, 2009). Akan tetapi, proses-proses tersebut membutuhkan temperatur tinggi antara 450-1400°C sehingga mengakibatkan keterbatasan pemilihan substrat yang digunakan. Sebaliknya, metode sintesis ZnO fase larutan memungkinkan pertumbuhan dalam suhu yang rendah dan dapat menghasilkan kristal ZnO dengan susunan rods dengan kerapatan yang tinggi yaitu $>10^{10}$ rods cm⁻². Selain itu, metode fase larutan ini potensial dalam skala besar (Jung *et al.*, 2007).

Salah satu metode sintesis fase larutan untuk mensintesis senyawa semikonduktor adalah *chemical bath deposition* (CBD). Metode *chemical bath deposition* merupakan teknik untuk menghasilkan lapisan padatan pada substrat yang direndam dilarutan prekursor pada suhu tertentu. Metode ini memiliki beberapa kelebihan diantaranya, proses yang mudah dan sederhana, aman, dapat dilakukan pada suhu rendah, dapat menggunakan berbagai substrat dan tidak perlu menggunakan peralatan rumit dan mahal.

Pada penelitian ini, digunakan seng nitrat heksahidrat sebagai prekursor dengan menggunakan katalis heksametilen tetraamin (HMTA). Heksametilen tetraamin merupakan senyawa non ionik dengan struktur *cyclic* yang dapat berfungsi sebagai basa Lewis bagi ion metal. Ion hidroksida terbentuk dari

dekomposisi HMTA yang kemudian bereaksi dengan ion Zn membentuk ZnO seperti yang ditunjukkan pada persamaan berikut (Ahsanulhaq *et al.*, 2010):



BAB V

PENUTUP

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Pada penambahan EDTA untuk kisaran konsentrasi 0,5 mmol – 1,5 mmol, makin besar konsentrasi EDTA semakin rendah kristalinitas padatan, dan makin besar ukuran partikel yang diperoleh.
2. Pada kisaran pH 6 – pH 9, morfologi permukaan nanorods yang paling baik ada pada pH 9, hal ini tampak dari bentuk Kristal yang dihasilkan menyerupai bentuk batangan dalam foto SEM. Meskipun demikian ukuran kristal yang diperoleh belum menjangkau skala nanometer.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian didapatkan bahwa sampel belum menghasilkan struktur nanorods yang diinginkan karena beberapa faktor seperti pada proses sintesis dan karakterisasi. Penelitian berikutnya harus lebih diperhatikan saat proses sintesis dari mulai penambahan larutan, pelapisan pada substrat dan instrumen yang akan digunakan untuk karakterisasi agar dapat mengetahui arah penumbuhan nanorods sehingga dapat diketahui sampel tersebut nanorods atau bukan.

Daftar Pustaka

- Abdullah, M. dan Khairurrijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial*. Bandung: CV. Rezeki Putera
- Ahsanulhaq, Q., Kim, J. H., Kim, J. H., Hahn, Y. B. 2010. Seedless Pattern Growth of Quasi-Aligned ZnO Nanorod Arrays on Cover Glass Substrates in Solution. *Nanoscale Res Lett*, 5: 669-674.
- Astuti, M. dan Khairurrijal. 2009. Sintesis Nanopartikel $Y_2O_3:Eu$ (Yttria) yang Didispersikan dalam Larutan Polivinil Alkohol Sebagai Tinta Luminisens. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Edisi Khusus.
- Becheri, A., Diir, M., Nostro P. L., Baglioni, P. 2008. Synthesis and characterization of Zinc Oxide nanoparticles: Application to Textiles as UV absorbers. *J. Nanopart Res* 10: hal 679-689.
- Dongqi Y., LiZhong H., Jiao L., Hao H., HeQiu Z., Song-En A. L., Xi C., Qiang F., ShuangShuang Q. 2009. Self-Catalyst Synthesis of Aligned ZnO Nanorods by Pulsed Laser Deposition. *Springer-Verlag: Science in China Press*. Vol. 52 (2), 207-211.
- Green, M. A. 2001. Solar Cell Efficiency Tables (Version 18). *Prog. Photovolt. Res. Appl*, 9: 287-293
- Habibi, M. H. dan Sardashti, M. K. 2006. Preparation of Glass Plate-Supported Nanostructure ZnO Thin Film Deposited by Sol-Gel Spin-Coating Technique and Its Photocatalytic Degradation to Monoazo Textile Dye. *J. M Chemistry*. Hal 1-22.
- Hasriadi, D. 2009. Sintesis ZnO Nanorods Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Penambahan PEG dan Waktu Tunda Kondensasi Amonia. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Ibrahim, S. A., dan Sreekatan, S. 2010. Effect of pH on TiO_2 Nanoparticles Via Sol Gel Method. *International Conference on X-Ray & Related Techniques in Research & Industry*, 84-87.
- Jung, S. H., Oh, E., Lee, K. H., Jeong, S. H., Yang, Y., Park, C. G. 2007. Fabrication of Diameter-tunable Well-aligned ZnO Nanorods Arrays via a Sonochemical Route. *Bull. Korean Chem. Soc.* Vol 28 (9), 1457-1462.
- Kumar, P. S., Paik, P., Raj, A. D., Mangalaraj, D., Nataraj, D., Gedanken, A., Ramakrishna, S. 2012. Biodegradability Study and pH Influence on

Growth and Orientation of ZnO *Nanorods* via Aqueous Solution Process. *Appl. Surf. Sci. Elsevier*.

Kusumo, B. J. 2010. Sintesis Nano ZnO Sebagai Lapisan Self-Cleaning dan Anti Bakteri Pada Tekstil. *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Morkoc, H., dan Ozgur, O. 2009. Zinc Oxide : Fundamentals, Materials, and Device Technology (ppt-76). Federal Republic of German : Willey VCH.

Qiu J., Yu W., Gao X., Li X., He W., Park S. J., Kim H. K., Hwang Y. H. 2008. Controlled Growth of ZnO *Nanorods* Templates and TiO₂ Nanotube Arrays by using Porous TiO₂ Film as Mask. *J Sol-Gel Sci Technol*, 47: 187-193.

Sirenden, A. H. 2012. Sintesis *Nanorods* Seng Oksida (ZnO) menggunakan Putih Telur sebagai Biotemplate. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.

Tak, Y., dan Young, K. 2005. Controlled Growth of Well-aligned ZnO *nanorods* using a Novel Solution Method. *American Chemical Society*.

Umami, S. N. 2012. Pengaruh Variasi pH Terhadap Struktur Kristal Dan Dielektrisitas Nanopartikel Delafosit CuFeO₂. *Skripsi*. Malang: Universitas Negeri Malang.

Wang, S., Song, C., Cheng, K., Dai, S., Zhang, Y., Du, Z. 2012. Controllable Growth of ZnO *Nanorods* Arrays with Different Densities and Their photoelectric Properties. *Nanoscale Research*, 7:246.

Winardi, S., Kusdianto, Widiyastuti. 2011. Preparasi Film ZnO-Silika Nanokomposit Dengan Metode Sol-Gel. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia*. UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

Zhang H., Feng J., Wang J., Zhang M. 2007. Preparation of ZnO *Nanorods* Through Wet Chemical Method. *Elsevier*.

Zhu, M. W., Huang, N., Gong., Zhang, B., Wang, Z. J., Sun, C., Jiang, X. 2011. Growth of ZnO *Nanorods* Array by Sol-Gel Method: Transition from Two-Dimensional Film to One-dimensional Nanostructure. *Appl Phys A*, 103:159-166.