SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENG OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL

SKRIPSI

Oleh: FATA IQWAMUDDIN AL GHIFARI NIM. 16630024



PROGRAM STUDI KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2023

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKAL SENG OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SOLVETERMAL

SKRIPSI

Oleh: FATA IQWAMUDDIN AL GHIFARI NIM. 16630024

Diajukan Kepada: Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

PROGRAM STUDI KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2023

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENG OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL

SKRIPSI

Oleh: FATA IQWAMUDDIN AL GHIFARI NIM. 16630024

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji: Tanggal: 23 Juni 2023

Pembimbing I

Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009

Pembimbing II

Oky Bagas Prasetyo, M.PdI NIDT. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui, Ketua Program Stud .Si bmawati 00801 2 010 NIP. 1981081 INDO ii

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL SENG OKSIDA (ZnO) MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL

SKRIPSI

Oleh: FATA IQWAMUDDIN AL GHIFARI NIM. 16630024

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 20\3 Juni 2023

Penguji Utama

: Dr. Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007

Anggota Penguji I : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si NIP. 19831226 20190201 2 008

Anggota Penguji II : Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009

Anggota Penguji III : Oky Bagas Prasetyo, M.PdI NIDT, 19890113 20180201 1 244



PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini:

Nama	: Fata Iqwamuddin Al Ghifari
NIM	: 16630024
Program Studi	: Kimia
Fakultas	: Sains dan Teknologi
Judul Penelitian	: Sintesis dan Karakterisasi Seng Oksida (ZnO)
	Menggunakan Metode Solvotermal

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini adalah benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan maka saya bersedia menerima konsekuensi atas perbuatan tersebut.

> Malang, 23 Juni 2023 Yang membuat pernyataan,

I2AKX481488294

Fata Iqwamuddin Al Ghifari NIM. 16630024

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skrípsí íní saya persembahkan untuk:

Kedua orang tua tercinta, Bapak Sutamsi dan Ibu Siti Wahyuni yang senantiasa memberikan kasih sayang, didikan serta do'a yang selalu mengiringi tiap langkah saya. Kepada sahabat-sahabat kimia angkatan 2016 yang membantu penulis selama masa penulisan skripsi. Semoga suatu saat kebersamaan dan pertemanan yang singkat ini bisa berbuah di kemudian hari.

Bapak ibu dosen serta guru yang telah membimbing serta mengajari saya dengan penuh ketulusan dan kesabaran.

ΜΟΤΤΟ

"It doesn't matter how slow you go, as long as you don't stop"

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis haturkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, taufik, serta hidayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat meyelesaikan skripsi dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Metode Solvotermal" ini. Shalawat dan salam tetap terlimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW, yang telah membawa cahaya Islam. Penulis menyadari dalam proses penyusunan proposal penelitian ini tak lepas dari peran berbagai pihak, dengan ini penulis sampaikan ucapan terimakasih kepada:

- Bapak Prof Dr. M. Zainuddin, MA selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 4. Ibu Nur Aini, M.Si dan Bapak Oky Prasetyo, M.PdI selaku dosen pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktunya dalam membimbing dan memberi masukan sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.
- 5. Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku dosen wali yang telah bersedia meluangkan waktunya dan memberi masukan selama proses perkuliahan.
- Seluruh dosen Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang atas ilmu yang telah diberikan.
- 7. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu, yang telah membantu baik secara materil maupun moril dalam penyusunan proposal penelitian ini.

Penulis menyadari akan kekurangan dan keterbatasan dalam penulisan proposal ini. Oleh karena itu diperlukan kritik, dan saran yang membangun dalam upaya memperbaiki isi naskah skripsi ini sehingga menjadi lebih baik lagi.

Malang, 23 Juni 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
МОТТО	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	X
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR PERSAMAAN	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
مستخلص البحث	xvii
RAR I PENDAHIJI JIAN	1
1 1 Latar Balakana	1
1.1 Latar Derakang 1.2 Pumusan Masalah	1 6
1.2 Tuiuan Depalition	0 6
1.5 Tujuan Fenentian	0 7
1.4 Datasali Masalali 1.5 Monfoot Donolition	/ 7
	/
BAB II TINJAJIAN PUSTAKA	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8 8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 8 8 14
BAB II TINJAUAN PUSTAKA2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO)2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal	 8 8 14
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8 8 14
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN	8 14 22
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN	8 14 22 22
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN	8 8 14 22 22 22
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN	8 14 22 22 22 22
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO). 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian	8 14 22 22 22 22 22 22 22
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5 Prosedur Penelitian	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO). 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5 Prosedur Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH.	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO). 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5 Prosedur Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5 Prosedur Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu 3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD) 3.5.4 Karakterisasi dan Penentuan Celah Pita denan UV-Vis DRS	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5 Prosedur Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu 3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD) 3.5.4 Karakterisasi dan Penentuan Celah Pita denan UV-Vis DRS. 3.5.5 Karakterisasi Bentuk Morfologi dengan Scanning Electron Microscopy	8 8 14 22 22 22 22 22 22 22 22 22 22 23 23 23 23 23 23 23 23 23 23 23 24 25
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO). 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5 Prosedur Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu 3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD) 3.5.4 Karakterisasi dan Penentuan Celah Pita denan UV-Vis DRS 3.5.5 Karakterisasi Bentuk Morfologi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)	8 8 14 22 22 22 22 22 22 22 22 22 22 22 23 23 23 23 24 25 26
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO). 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD) 3.5.4 Karakterisasi Bentuk Morfologi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)	8 8 14 22 22 22 22 22 22 22 22 22 22 23 23 23 23 23 23 24 25 26
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal. BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5 Prosedur Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu 3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD) 3.5.4 Karakterisasi dan Penentuan Celah Pita denan UV-Vis DRS 3.5.5 Karakterisasi Bentuk Morfologi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) BAB IV PEMBAHASAN.	8 8 14 22 22 22 22 22 22 22 22 22 22 23 23 23 23 23 24 25 26 27
BAB II TINJAUAN PUSTAKA. 2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO) 2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal BAB III METODE PENELITIAN 3.1 Waktu dan Tempat 3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat. 3.2.2 Bahan 3.3 Rancangan Penelitian 3.4 Tahapan Penelitian 3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH. 3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD) 3.5.4 Karakterisasi Bentuk Morfologi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) BAB IV PEMBAHASAN. 4.1 Hasil Sintesis ZnO Menggunakan Metode Solvotermal .	

4.3 Karakter Struktur ZnO pada Variasi Suhu	32
4.4 Karakterisasi dan Analisis ZnO Menggunakan Scanning Electron	
Microscopy (SEM)	36
4.5 Karakterisasi dan Analisis ZnO Menggunakan UV-Vis DRS (Diffuse	
Reflectance Spectroscopy)	41
4.6 Manfaat Sintesis ZnO	44
BAB V PENUTUP	47
5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran	47
DAFTAR PUSTAKA	48
LAMPIRAN	52

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur ZnO (a) rocksalt, (b) zinc blende, dan (c) wurtzite 10
Gambar 2.2 Kurva energi sebagai fungsi momentum kristal pada (a) direct dan
(b) indirect semikonductor11
Gambar 2.3 Bentuk nanostruktur ZnO yang disintesis menggunakan metode
thermal evaporation12
Gambar 2.4 Hasil SEM nanorods ZnO 13
Gambar 2.5 Hasil XRD ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal
dengan prekursor zinc acetate dan LiOH dengan variasi suhu
sintesis14
Gambar 2.6 Hasil analisa SEM pada ZnO dengan variasi suhu (a) 100°C, (b)
120°C, dan (c) 140°C16
Gambar 2.7 Difraktogram XRD ZnO yang disintesis menggunakan metode
solvortermal dengan variasi pH 10, 11, dan 12 17
Gambar 2.8 Hasil foto SEM ZnO yang disintesis dengan metode solvetermal
dengan pelarut yang berbeda (a) etanol dan (b) air 19
Gambar 2.9 Hasil foto TEM ZnO yang disintesis dengan metode solvotermal
menggunakan prekursor <i>zinc acetate</i> pada suhu 100°C selama
5 jam dengan skala pembesaran 20 nm
Gambar 2.10 Hasil SEM ZnO yang disintesis pada suhu 180°C selama 8 jam 20
Gambar 4.1 Proses sintesis ZnO pH 10 (a) hasil campuran seng asetat dan
NaOH, (b) hasil setelah proses sintesis suhu 120°C selama 8 jam,
(c) hasil setelah proses penyaringan, (d) hasil setelah proses
pengeringan27
Gambar 4.2 Proses sintesis ZnO pH 7 (a) hasil campuran seng asetat dan
NaOH, (b) hasil setelah proses sintesis suhu 120°C selama 8 jam,
(c) hasil setelah proses pengeringan
Gambar 4.3 Hasil sintesis ZnO menggunakan metode solvotermal pada kondisi (a)
pH 10 suhu 120°C (b) pH 7 suhu 120°C, (c) pH 7 suhu 150°C,
dan (d) pH 7 suhu 180°C 30
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X ZnO dengan variasi pH pada suhu 120°C 31
Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X ZnO pH 10 suhu 120°C, Standar ICDD ZnO
wurtzite, standar ICDD zinc hydroxide No. 00-041-1359, dan
standar ICDD sodium acetate No. 00-029-1158
Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X ZnO pH / dengan variasi suhu
Gambar 4.7 Hasil refinement difraktogram XRD sampel ZnO pH 7 suhu 120°C 35
Gambar 4.8 Hasil refinement difraktogram XRD sampel ZnO pH 7 suhu 150°C 35
Gambar 4.9 Mikrograf SEM ZnO pH / suhu 120°C dengan perbesaran
(a) 10 μ m, (b) 5 μ m, (c) 2 μ m, (d) 1 μ m
Gambar 4.10 Mikrograf SEM ZnO pH / suhu 150°C dengan perbesaran
(a) 10 μ m, (b) 5 μ m, (c) 2 μ m, (d) 1 μ m
Gambar 4.11 Mikrograf SEM ZhO pH / sunu 180°C dengan perbesaran
(a) 10 μ m, (b) 5 μ m, (c) 2 μ m, (d) 1 μ m
Gambar 4.12 Distribusi ukuran partikel ZnO yang disintesis menggunakan
metode solvotermai pada variasi sunu (a) 120° C, (b) 150° C, dan
(c) 180°C

Gambar 4.13 Spektra DRS hubungan %R dengan panjang gelombang ZnO	
pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu 41	
Gambar 4.14 Spektra DRS hubungan F(R) dengan panjang gelombang ZnO	
pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu 42)
Gambar 4.15 Spektra DRS hubungan antara (F(R)*hv)1/2 dengan energi celah	
pita (hv) ZnO pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu	3

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil sintesis ZnO menggunakan metode solvotermal dengan variasi	
waktu sintesis dan pelarut	. 18
Tabel 4.1 Puncak-puncak yang terdeteksi sebagai pengotor pada ZnO pH 7	
180°C	. 34
Tabel 4.2 Hasil perhitungan ukuran kristal ZnO hasil sintesis	. 34
Tabel 4.3 Parameter sel satuan ZnO setelah proses <i>refinement</i> menggunakan	
metode Le Bail	. 36
Tabel 4.4 Presentase unsur-unsur penyusun ZnO hasil EDS	. 40
Tabel 4.5 Energi celah pita ZnO	. 44
e i	

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Persamaan Debye Scherer	. 2.	5
Persamaan 3.2 Persamaan Kubelka-Munk	. 2.	5

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	53
Lampiran 2. Perhitungan	55
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD	
Lampiran 4. Contoh Perhitungan Crystallite Size	
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS	61
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS	61

ABSTRAK

Ghifari, Fata Iqwamuddin Al. 2023. Sintesis dan Karakterisasi Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Metode Solvotermal. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M. Si. Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.PdI.

Kata kunci: DSSC, ZnO, solvotermal, suhu sintesis

Dye sensitized solar cell merupakan salah satu teknologi berbasis sel surya. Selain memiliki efisiensi yang tinggi, DSSC juga merupakan teknologi yang ramah lingkungan. DSSC menggunakan energi matahari untuk diubah menjadi energi listrik. Semikonduktor berperan penting dalam mengubah energi matahari menjadi energi listrik. Material yang dapat digunakan sebagai semikonduktor pada DSSC salah satunya adalah ZnO. Seng oksida dipilih karena memiliki mobilitas elektron yang tinggi, sehingga meningkatkan efisiensi pada *dye sensitized solar cell*. Seng oksida disintesis menggunakan metode solvotermal dengan variasi pH (pH 7 dan pH 10) dan variasi suhu pemanasan (120°C, 150°C, dan 180°C). Struktur, ukuran kristal, morfologi, dan serapan sinar dari sampel yang diperoleh dianalisa menggunankan instrumen *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS).

Senyawa hasil sintesis mempunyai stuktur ZnO *hexagonal wurtzite* dengan grup ruang *P63mc*. Ukuran ZnO hasil sintesis bervariasi dari 12,86 nm - 36,68 nm. ZnO pH 7 memiliki nilai serapan yang lebih tinggi pada daerah UV, sedangkan ZnO pH 10 memiliki serapan yang lebih tinggi pada daerah *visible*. ZnO pH 10 memiliki energi celah pita terendah yaitu sebesar 3,13 eV. Namun, energi celah pita yang rendah disebabkan oleh pengotor dalam ZnO pada pH 10. Material ZnO hasil sintesis menunjukkan morfologi berbentuk *irregular*. Peningkatan suhu sintesis menyebabkan aglomerasi menurun dan morfologi menjadi semakin jelas. Kondisi optimum tercapai pada sampel ZnO pH 7 pada suhu 150°C, dimana morfologi terlihat jelas dan aglomerasi berkurang.

ABSTRACT

Ghifari, Fata Iqwamuddin Al. 2023. Synthesis and Characterization of Zinc Oxide (ZnO) Using Solvothermal Method. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I: Nur Aini, M. Si. Advisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.PdI.

Keywords: DSSC, ZnO, Solvothermal, Synthesis temperature

Dye sensitized solar cell is a solar cell-based technology. Besides having high efficiency, DSSC is also an environmentally friendly technology. DSSC uses solar energy to be converted into electrical energy. Semiconductors play an important role in converting solar energy into electrical energy. One of the materials that can be used as a semiconductor in DSSC is ZnO. Zinc oxide was chosen because it has a high electron mobility, thereby increasing the efficiency of the dye sensitized solar cell. Zinc oxide was synthesized using the solvothermal method with variations in pH (pH 7 and pH 10) and variations in heating temperature (120°C, 150°C and 180°C). The structure, crystal size, morphology, and light absorption of the samples were analyzed using X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS) instruments.

The synthesized compound has a hexagonal wurtzite ZnO structure with a *P63mc* space group. The size of the synthesized ZnO varies from 12.86 nm - 36.68 nm. ZnO pH 7 has a higher absorption value in the UV region, while ZnO pH 10 has a higher absorption value in the visible region. ZnO pH 10 has the lowest bandgap energy of 3.13 eV. However, the low band gap energy is caused by impurities in ZnO at pH 10. The synthesized ZnO material shows an irregularly shaped morphology. Increasing the synthesis temperature causes agglomeration to decrease and the morphology becomes clearer. Optimum conditions were reached in the ZnO sample pH 7 at 150°C, where the morphology was clearly visible and agglomeration was reduced.

مستخلص البحث

غفاري، فتى إقوام الدين ال. ٢٠٢٣. تستخدم صناعية وتمثيل التوتياء الأوكسيد (ZnO) منهج السولفوثرمال. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة ١: نور عين الماجستير، المشرف ٢: أوكي باغاس فراسيطيو الماجستير.

الكلمات المفتاحية: (DSSC)، (ZnO)، السولفوثرمال، درجة الحرارة الصناعية.

(Dye sensitized solar cell) هو أحد التكنولوجيا على أساس خلية الشمسي. لدى سوى الفعالية العليا، (DSSC) هو التكنولوجيا الصديق للبيئة أيضا. يستخدم طاقة الشمسي لتغير إلى طاقة الكهرباء. يدور أشباه المواصلات أهميا في تغير طاقة الشمسي إلى طاقة الكهرباء. المادة التي تستطيع ان تستخدم أشباه المواصلات أشباه المواصلات أهميا في تغير طاقة الشمسي إلى طاقة الكهرباء. المادة التي تستطيع ان تستخدم أشباه المواصلات أشباه المواصلات أهميا في تغير طاقة الشمسي إلى طاقة الكهرباء. المادة التي تستطيع ان تستخدم أشباه المواصلات أشباه المواصلات أهميا في تغير طاقة الشمسي إلى طاقة الكهرباء. المادة التي تستطيع ان تستخدم أشباه المواصلات على (DSSC) أحدها (ZnO). يختار التوتياء الأوكسيد لأنه لدى التنقل الإلكترون العالي، حتى يرتفع الفعالية على (DSSC). يصنع التوتياء الأوكسيد ان يستخدم منهج السولفوثرمال بلون (pH) ٧ و ١٠ ولون الدرجة المثوية على (١٢٠ و ١٠ ال و ١٠ ولون الدرجة المثوية ونفس الضياء من النموذج الذي ينال ان يحلل باستخدام التر (١٢٠ و ١٠ ال و ١٠ ومراولوجيا ونفس الضياء من النموذج الذي ينال ان يحلل باستخدام الله (UV-Vis و ١٢٠ ومراولوجيا ونفس الضياء من النموذج الذي يال ال يحلل باستخدام الة (DSC). ولاحتياء الأولاد (DSC) والاد ومورفولوجيا ونفس الضياء من النموذج الذي ينال ان يحلل باستخدام واله (UV-Vis و ١٠ ومال ومرونولوجيا ونفس الضياء من النموذج الذي ينال ان يحلل باستخدام اله (DSC) ومال ومال بلون (DSC) والاد وليد والاد ولي النقل والاد وال

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Energi merupakan salah satu kebutuhan yang sangat penting bagi kehidupan manusia. Kebutuhan akan energi di era modern ini semakin meningkat dalam beberapa tahun terakhir. Sebagian besar energi yang digunakan pemerintah berasal dari bahan bakar fosil. Seiring dengan bertambahnya jumlah penduduk maka jumlah kebutuhan energi yang dibutuhkan oleh masyarakat juga semakin meningkat. Namun, pada kenyataanya pasokan energi semakin berkurang, sehingga dibutuhkan energi alternatif yang *sustainable* untuk menggantikan peran bahan bakar fosil (Rahayu & Lestari, 2016). Allah berfirman dalam Al-Qur'an Surat Ali Imran ayat 190-191 :

اِنَّ فِيْ حَلْقِ السَّمُوٰتِ وَالْأَرْضِ وَاحْتِلَافِ الَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَايْتٍ لِأُولِى الْأَلْبَالِ ١٩٠ الَّذِيْنَ يَذْكُرُوْنَ اللَّه قِيَامًا وَّقُعُوْدًا وَعَلَى جُنُوْبِمِمْ وَيَتَفَكَّرُوْنَ فِيْ حَلْقِ السَّمُوٰتِ وَالْأَرْضِّ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هٰذَا بَاطِلًا سُبْحْنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ١٩١

Artinya:

"Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi serta pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, 191. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia. Mahasuci Engkau. Lindungilah kami dari azab neraka".

Shihab (2002) dalam Tafsir Al-Mishbah menjelaskan bahwa dalam ayat ini Allah memerintahkan hamba-Nya untuk berfikir. Dia mengarahkan agar hamba-Nya menggunakan pikirannya dan memperhatikan pergantian antara siang dan malam semuanya dipenuhi dengan tanda-tanda kebesaran Allah. Manusia sebagai mahluk hidup yang diberi kelebihan akal diperintahkan oleh Allah untuk senantiasa berfikir, menganalisis dan menafsirkan sepanjang waktu bahwa Allah SWT menciptakan alam semesta dan segala isinya tidak ada yang sia-sia. Salah satu contoh ialah dengan mengeksplorasi berbagai sumber energi terbarukan untuk menggantikan bahan bakar fosil yang semakin menipis.

Matahari merupakan pilihan yang tepat sebagai sumber energi terbarukan karena energi matahari juga mudah didapat, tidak menimbulkan polusi, tidak dapat habis, dan murah. Matahari sebagai sumber energi utama yang memancarkan sekitar 1000 watt per-meter persegi ke permukaan bumi saat cuaca cerah (Widayana, 2012). Sebagai negara tropis dengan dua musim, Indonesia memiliki potensi energi matahari yang melimpah. Akan tetapi penggunaan matahari sebagai sumber energi belum dimanfaatkan secara optimal oleh masyarakat. Dengan memanfaatkan kondisi geografis Indonesia sebagai negara tropis yang terletak di garis khatulistiwa, penggunaan surya sebagai sumber energi alternatif berpotensi mampu memenuhi kebutuhan konsumsi energi dalam jangka waktu yang lebih lama.

Salah satu teknologi berbasis sel surya yang banyak diminati belakangan ini adalah dye sensitized solar cell (DSSC). Keuntungan dari sel surya ini adalah hemat biaya, ramah lingkungan, dan memiliki efisiensi yang tinggi (Damayanti et al., 2014). Proses pengubahan energi cahaya menjadi energi listrik pada DSSC dimulai dengan penyerapan foton dari sinar matahari oleh molekul zat warna (dye) pada permukaan semikonduktor sehingga menyebabkan molekul zat warna (dye) tersebut mengalami eksitasi elektron. Elektron yang tereksitasi tersebut akan diinjeksikan menuju pita konduksi semikonduktor (umumnya TiO₂). Selanjutnya elektron dibawa menuju elektroda TCO melalui semikonduktor. Kemudian elektron mengalir menuju counter electrode melalui rangkaian eksternal membentuk transport elektron, sehingga energi listrik dapat dihasilkan (Hardeli et al., 2013). Semikonduktor memiliki peran penting dalam mengubah energi cahaya menjadi energi listrik pada DSSC. Lapisan semikonduktor yang banyak dipakai adalah TiO₂ karena memiliki bandgap yang besar, yaitu 3,20 eV sehingga mampu menyerap energi foton pada sebagian besar spektrum cahaya matahari (Sholehah, 2015). Penggunaan TiO₂ sebagai semikonduktor pada DSSC memiliki kelamahan yaitu mempunyai mobilitas elektron yang rendah (Zhang & Li, 2019).

Seng oksida (ZnO) berpotensi menggantikan TiO₂ sebagai semikonduktor pada DSSC karena memiliki energi celah pita yang mirip dengan TiO₂ yaitu sebesar 3,37 eV. ZnO memiliki mobilitas elektron yang lebih tinggi yaitu 200-1000 cm²/V.s dibandingkan dengan TiO₂ sebesar 0,1-4 cm²/V.s (Zhang & Li, 2019). Selain itu, semikonduktor ZnO dapat menghasilkan absorbsi sinar UV yang lebih baik daripada TiO₂ (Wulandari, 2016). Sholehah (2015) dalam penelitiannya mengatakan bahwa interaksi penyerapan pada DSSC juga dipengaruhi oleh bentuk morfologi dari semikonduktor yang digunakan. ZnO dengan morfologi nanorod dapat menghasilkan efek difusi pori yang lebih baik, sehingga sangat berguna dalam penyerapan dye pada DSSC. Pada penelitian lainnya Stein, (2009) menjelaskan bahwa ZnO dalam bentuk nanorod dapat menyebabkan efek balistik yang dapat meningkatkan kinerja penyerapan *dye* dalam sel surya.

ZnO dapat dibuat dengan mereaksikan logam Zn dan oksigen pada suhu tinggi membentuk hidroksida $Zn(OH)_4^{2-}$ yang nantinya akan mengendap menjadi ZnO (Saragi et al., 2015). Dalam sintesis ZnO pemilihan prekursor merupakan hal yang

penting, karena prekursor dapat mempengaruhi hasil morfologi kristal yang terbentuk. Dalam penelitiannya Mayekar et al., (2014) mempelajari peran prekursor dalam sintesis ZnO dengan tiga prekursor berbeda menggunakan metode sol-gel. Berdasarkan penelitian tersebut Mayekar et al., (2014) berhasil mensintesis prekursor Zn(CH₃COOH)₂ menghasilkan pola difraksi XRD pada ZnO murni tanpa adanya pengotor dengan kristalinitas yang tinggi jika dibandingkan prekursor Zn(NO₃)₂ dan ZnCl₂, dimana pada prekursor tersebut terdapat pengotor tembaga dan klorin. Agar terbentuk ZnO juga diperlukan prekursor lain yang berfungsi sebagai sumber OH⁻. Salah satu prekursor yang dapat digunakan sebagai sumber OH⁻ adalah NaOH (Wulandari, 2016). Dalam penelitian lainnya M et al., (2019) telah berhasil mensintesis ZnO dengan prekursor Zn(CH₃COOH)₂ dan NaOH menggunakan metode hidrotermal menghasilkan ZnO murni dengan morfologi nanorod.

Beberapa metode yang dapat digunakan dalam sintesis ZnO diantaranya adalah metode sol-gel, kimia basah, solvotermal, hidrotermal, dan lainnya. Telah dilaporkan oleh Zhong et al., (2012) sintesis ZnO menggunakan metode chemical vapor deposition (CVD) menghasilkan ZnO dengan morfologi nanorod, namun kelemahan metode ini adalah memerlukan peralatan yang rumit, waktu reaksi yang lama, biaya yang mahal, dan perlu adanya kontrol tekanan dan suhu. Pada penelitian lainnya, Yuwono & Dharma, (2011) berhasil mensintesis ZnO dengan metode sol-gel dengan memvariasikan konsentrasi *Polyethilene Glycol* menghasilkan nanorod ZnO yang memiliki diameter sekitar 157-464 nm. Namun, kelemahan pada metode ini adalah membutuhkan suhu yang tinggi dan membutuhkan proses yang lama.

Metode solvotermal dinilai cukup menjanjikan untuk sintesis ZnO karena memungkinkan sintesis pada temperatur rendah. Metode solvotermal merupakan metode sintesis anorganik yang melibatkan pemanasan reaktan dalam bejana tertutup (autoclave) menggunakan pelarut selain air (Ningsih, 2016). Metode solvotermal telah banyak digunakan untuk mensintesis senyawa seperti titanium dioksida (TiO₂), *graphene*, seng oksida (ZnO), karbon dan beberapa unsur lainnya. Kelebihan dari metode ini adalah memungkinkan kontrol ukuran kristal, morfologi, dan tingkat aglomerasi dengan pemilihan parameter penelitian yang digunakan seperti suhu reaksi, waktu reaksi, pelarut, dan prekursor tanpa memerlukan peralatan canggih dan mahal (Wulandari, 2016).

Beberapa penelitian tentang sintesis seng oksida telah dilakukan sebelumnya untuk mendapatkan ZnO nanorods menggunakan metode solvotermal. Wang (2021)berhasil mensintesis ZnO et al.. telah menggunakan metode solvotermal dengan prekursor zinc acetate dengan dihydrate NaOH 180°C pelarut dan pada suhu etanol menghasilkan ZnO dengan morfologi nanorods yang hampir menyerupai bentuk bulat dengan diameter 25-40 nm. Pada penelitian lainnya Saragi et al., (2016) mensintesis ZnO menggunakan metode solvotermal dengan prekursor zinc acetate dihydrate dan NaOH pada suhu 100°C dengan menghasilkan ZnO dengan pelarut etanol dan 2-propanol morfologi nanorods pada sampel dengan pelarut 2-propanol dengan ukuran 20 nm x 9 nm. Wahab et al., (2009) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa sifatsifat seng oksida sangat bergantung pada metode sintesis, sehingga mempengaruhi morfologi dari ZnO yang terbentuk.

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi ZnO menggunakan metode solvotermal dengan prekursor zinc acetate dihydrate (Zn(CH₃COO)₂·2H₂O) dan pelarut 2-propanol. Sintesis ZnO dilakukan dengan variasi suhu pemanasan 120°C, 150°C, dan 180°C untuk mempelajari pengaruh penambahan suhu pemanasan terhadap struktur morfologi seng oksida yang disintesis menggunakan metode solvotermal. Selanjutnya, pengaruh suhu pemanasan dipelajari dengan mengamati struktur, mrfologi, ukuran kristal, dan serapan sinar menggunakan instrumen *X-ray Diffraction* (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), dan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang, permasalahan yang dapat diambil yaitu :

- 1. Bagaimana karakter struktur, ukuran kristal, dan serapan sinar ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal?
- Bagaimana pengaruh variasi suhu pemanasan 120°C, 150°C, dan 180°C terhadap morfologi ZnO?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang di atas, penelitian ini bertujuan untuk :

- Mengetahui karakteristik struktur, ukuran kristal, morfologi, dan serapan sinar ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal.
- Mengetahui pengaruh variasi suhu pemanasan 120°C, 150°C, dan 180°C terhadap morfologi ZnO.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1. Metode yang digunakan adalah solvotermal.
- 2. Variasi suhu pemanasan 120°C, 150°C, dan 180°C.
- Hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), dan UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS).

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi kepada masyarakat tentang karakteristik struktur, ukuran kristal, morfologi, dan serapan sinar ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal untuk membantu pengembangan ilmu dan teknologi pada topik terkait sintesis ZnO.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Semikonduktor Seng Oksida (ZnO)

Semikonduktor adalah material yang mempunyai konduktivitas listrik yang berada diantara isolator dan konduktor (Palupi, 2006). Material semikonduktor mempunyai pita valensi yang terisi elektron dan pita konduksi yang tidak terisi elektron. Pita valensi terbentuk dari orbital molekul yang berikatan (*bonding*). Sedangkan pita konduksi dibentuk oleh orbital molekul yang tidak berikatan (*non bonding*). Pita konduksi dan pita valensi dipisahkan oleh celah yang disebut dengan celah pita (*bandgap*) (Istiqomah, 2019). Elektron tidak dapat berada di dearah celah pita antara pita valensi dan pita konduksi. Material semikonduktor memiliki rentang *bandgap* antara 0,5-4 eV (Aminullah *et al.*, 2019). Proses eksitasi pada semikonduktor akan terjadi ketika material semikonduktor diberi foton dengan energi yang lebih besar atau sama dengan energi celah pita, sehingga elektron pada pita valensi akan berpindah menuju pita konduksi. Proses eksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi akan menghasilkan *hole* pada pita valensi (Ismunandar, 2006).

Seng oksida (ZnO) termasuk dalam golongan oksida logam transisi. Senyawa ini berupa serbuk berwarna putih yang hampir tidak larut dalam air tetapi larut dalam asam dan dalam kerak bumi berbentuk *zincite* (Istiqomah, 2019). Seng oksida dalam bentuk mineral *zincite* biasanya mengandung sejumlah mangan dan unsur lainnya. Kristal seng oksida bersifat *thermochromic*, yang menyebabkan perubahan warna dari putih menjadi kuning ketika dipanaskan dan kembali menjadi

putih ketika dinginkan. Perubahan warna tersebut disebabkan oleh kehilangan sedikit O₂ pada suhu tinggi (Witjaksono, 2011).

ZnO memiliki energi celah pita (bandgap energy) sebesar 3,37 eV (Özgür *et al.*, 2005). Sebagai material semikonduktor, ZnO memiliki energi celah pita yang lebar yang dapat menahan medan listrik yang besar, memiliki electronic noise yang rendah, serta dapat dioperasikan pada suhu dan daya tinggi (Özgür et al., 2005). Seng oksida termasuk material yang ramah lingkungan, serta memiliki kestabilan kimiawi yang baik. ZnO memiliki rentang panjang gelombang cahaya tampak antara 400-800 nm (Safitri, 2019). Tingginya energi ikat eksiton yang dimiliki ZnO sebesar 60 meV menghasilkan emisi ultraviolet (UV) yang lebih tinggi dibandingkan dengan semikonduktor lain. Koefisien difusi elektron pada anoda ZnO yang difabrikasi menjadi DSSC diketahui memiliki nilai yang lebih besar dengan nilai koefisien difusi sebesar 1,2x10⁻⁴ cm²/s dibandingkan dengan TiO₂ yang memiliki nilai koefisien difusi sebesar $5x10^{-5}$ cm²/s. ZnO termasuk material semikonduktor yang memiliki sifat luminesensi yang baik, fotokonduktif, dan dapat dimanfaatkan sebagai aplikasi laser bersuhu tinggi dan material semikonduktor pada DSSC (Sholehah, 2015).

ZnO merupakan semikonduktor golongan II-VI yang memiliki bentuk kristal *hexagonal wurtzite, zinc blende,* dan struktur *rocksalt* (Özgür *et al.*, 2005).



Gambar 2.1 Struktur ZnO (a) *rocksalt*, (b) *zinc blende*, dan (c) *wurtzite* (Özgür *et al.*, 2005)

Secara umum struktur kristal ZnO terdiri dari 3 bentuk, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1. Struktur *wurtzite* terbentuk di bawah kondisi tekanan normal dan fase termodinamika yang stabil. Struktur *zinc blende* stabil hanya ketika terbentuk pada substrat kubik dan merupakan struktur metastabil yang hanya dapat distabilkan dengan penumbuhan heteroepitaksial pada substrat kubik (Sutanto & Wibowo, 2015). Sedangkan struktur *rocksalt* jarang ditemukan kecuali pada kondisi tekanan tinggi sekitar 10 GPa (Wulandari, 2016).

Seng oksida yang biasa diproduksi secara komersial kebanyakan memiliki struktur *wurtzite* yang berbentuk haksagonal dan stabil pada suhu ruang (Safitri, 2019). Sutanto & Wibowo (2015) menjelaskan struktur wurtzite ZnO mempunyai space grup C_{6v}^4 dalam notasi Schoenflies dan P63mc dalam notasi Hermann-Mauguin dengan nilai konstanta kisi a = 3,2469 Å dan c = 5,2065 Å. Struktur ZnO *wurtzite* terdiri dari dua *hexagonal close packed* (*hcp*), masing-masing terdiri dari satu tipe atom transisi dan bergabung ke masing-masing atom sepanjang tiga kali lipat sumbu *c* oleh jumlah u = 3/8 = 0,375 (dalam struktur *wurtzite* ideal) dalam koordinat bagian.

ZnO merupakan material lunak yang memiliki skala kekerasan 4.5 Mosh (Witjaksono, 2011). ZnO memiliki titik leleh yang lebih kecil (1975°C) daripada GaN (2500°C). Dibandingkan dengan semikonduktor lain di grup II-IV ZnO memiliki konstanta elastisitas yang lebih kecil, inilah yang menyebabkan ZnO termasuk material semikonduktor yang lunak (Sholehah, 2015). Kapasitas dan konduktifitas panas yang dimiliki ZnO terbilang cukup tinggi serta memililiki ekspansi termal yang rendah, hal ini sangat menguntungkan apabila ZnO digunakan sebagai campuran bahan bangunan (Witjaksono, 2011).

Seng oksida termasuk dalam direct semiconductor yang memiliki posisi pita konduksi berada tepat diatas pita valensi. Semikonduktor memiliki absorpsi kisi dasar (basic lattice absorption), dimana eksitasi elektron menempatkan sejumlah elektron pada pita konduksi dan meninggalkan hole pada pita valensi dalam jumlah yang sama (Sholehah, 2015). Perbedaan bentuk kurva energi pada semikonduktor (direct dan indirect semiconductors) diperlihatkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Kurva energi sebagai fungsi momentum kristal pada (a) *direct* dan (b) *indirect semiconductor* (Goetzbreger & Hoffmann, 2005)

Gambar 2.2 (a) menunjukkan bahwa *direct semiconductor* memiliki energi minimum pada pita konduksi yang berada tepat pada momentum yang sama dengan energi maksimum pada pita valensi. Sehingga energi saat absorpsi foton besarnya akan sama dengan energi yang dilepas pada proses deabsorpsi. Sementara pada Gambar 2.2 (b) menunjukkan bahwa *indirect semiconductor* memiliki energi minimum pita konduksi yang tidak berada tepat di atas energi maksimum pita valensi, yang mengakibatkan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi hanya akan terjadi apabila terdapat pergeseran momentum kristal yang disebabkan oleh adanya absorpsi fonon (*phonon*). Sehingga absorpsi cahaya yang terjadi pada *indirect semiconductor* lebih rendah dibandingkan *direct semiconductor* karena melibatkan dua proses, yaitu absorpsi fonon dan absorpsi foton (Goetzbreger & Hoffmann, 2005).

Berdasarkan pengamatan menggunakan difraksi sinar-X dan *scanning electron microscopy*, ketika ZnO mengalami penurunan ukuran dari *bulk* material menjadi skala nanometer menyebabkan perbaikan kondisi permukaan pada material ZnO. Keterbatasan ruang gerak elektron pada ZnO menyebabkan perubahan sifat fisik (Sholehah, 2015).



Gambar 2.3 Bentuk nanostruktur ZnO yang disintesis menggunakan metode *thermal evaporation* (Sutanto & Wibowo, 2015)

ZnO adalah material fungsional serbaguna yang memiliki berbagai kelompok morfologi seperti *nanocombs, nanorings, nanohelixes/nanosprings, nanobelts, nanocages, dan nanorods.* Pada gambar 2.3 menunjukkan bentuk morfologi nanostruktur ZnO yang disintesis dengan motode *thermal evaporation.* Bentuk morfologi dan ukuran dari ZnO akan mempengaruhi sifat optis dan elektrik. Bentuk morfologi *nanorods* memiliki keunggulan mampu meningkatkan efisiensi kerja dari devais optoelektronik jika dibandingkan dengan bentuk ZnO lainnya (Purwanto *et al.*, 2018).



Gambar 2.4 Hasil SEM nanorods ZnO (Pal & Santiago, 2005)

Nanorods adalah salah satu morfologi ZnO yang menyerupai batang dengan ukuran berkisar 1-100 nm, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. Nanorods yang tersusun teratur dan memiliki dimensi yang sangat potensial untuk meningkatkan sifat fotokatalitik dan efisiensi fotovoltaik (Aldilla, 2019). Struktur nanorods yang teratur diketahui mampu memberikan efek ballistic transport, sehingga elektron dapat bergerak medium dengan mengabaikan dalam suatu resistensi elektrik yang disebabkan karena adanya hamburan (Sholehah, 2015).

2.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal

Seng oksida dapat disintesis dengan berbagai cara, seperti metode sol-gel, kimia basah, solvotermal, presipitasi, hidrotermal, dan lain-lain. Metode yang sering digunakan untuk mensintesis ZnO saat ini adalah metode solvotermal. Metode solvotermal merupakan hasil modifikasi dari metode hidrotermal. Prinsip dasar metode solvotermal adalah pertumbuhan kristal berdasarkan kelarutan bahan dalam pelarut di bawah kondisi tekanan yang tinggi. Metode solvotermal digunakan untuk mensintesis material anorganik dengan morfologi yang berbeda (Ningsih, 2016). Berbeda dengan metode hidrotermal yang menggunakan pelarut air, metode solvotermal menggunakan pelarut alkohol (selain air) sehingga suhu sintesis yang digunakan jauh lebih rendah dibandingkan dengan metode hidrotermal yang menggunakan air sebagai pelarut (Wulandari, 2016).



Gambar 2.5 Hasil XRD ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal dengan prekursor *zinc acetate* dan LiOH dengan variasi suhu sintesis (Widiyastuti *et al.*, 2017)

Penggunaan suhu yang berbeda pada metode solvotermal dapat mempengaruhi bentuk dan ukuran seng oksida yang diperoleh. Widiyastuti *et al.*, (2017) berhasil mensintesis ZnO menggunakan metode solvotermal dengan prekursor *zinc acetate* dan LiOH dalam pelarut etanol dengan variasi temperatur. Telah dilaporkan oleh Widiyastuti *et al.*, (2017) bahwa peningkatan suhu sintesis menyebabkan ukuran kristal meningkat. Gambar 2.5 menunjukkan bahwa difraktogram ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal dengan prekursor *zinc acetate* dan LiOH dalam pelarut etanol dangan variasi suhu sintesis 120°C, 140°C, 160°C, dan 180°C didapatkan struktur heksagonal *wurtzite* yang sesuai dengan standart JCPDS No. 36-1451. Berdasarkan Gambar 2.5 kenaikan suhu sintesis menyebabkan peningkatan ukuran kristal dari 16 nm menjadi 23 nm. Peningkatan suhu mengakibatkan *full width at half maximum* FWHM menurun, dengan demikian ukuran kristal ZnO meningkat seiring dengan bertambahnya suhu sintesis. Hal ini disebabkan oleh perubahan laju pertumbuhan antara bidang kristalografi yang berbeda (Aneesh *et al.*, 2007). Selain itu, peningkatan suhu sintesis mengakibatkan *peningkatan nukleasi dan laju pertumbuhan partikel, sehingga ukuran kristal menjadi lebih besar* (Wasly *et al.*, 2018).

Temperatur sintesis juga dapat mempengaruhi bentuk morfologi suatu partikel pada sintesis solvotermal. Sufyan *et al.*, (2021) melakukan sintesis ZnO menggunakan prekursor *zinc nitrate* dengan penambahan *hexamethylenetetramine* (HMTA) dan surfaktan *polyvinylpyrrolidone* (PVP) pada kondisi suhu sintesis yang berbeda (100°C, 120°C, dan 140°C) selama 16 jam. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa *nanorods* yang terbentuk pada suhu 120°C memiliki panjang yang lebih tinggi dibandingkan pada *nanorods* yang terbentuk pada suhu 100°C dan 140°C. Hal ini dikarenakan peningkatan suhu menghasilkan energi panas yang cukup untuk nukleasi atom sehingga dapat meningkatkan mobilitas permukaan dan membuatnya menjadi lebih aktif (Sufyan *et al.*, 2021). Peningkatan temperatur sintesis juga mempengaruhi morfologi struktur dari ZnO yang terbentuk. Perbedaan hasil morfologi dengan variasi suhu hidrotermal ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Hasil analisa SEM pada ZnO dengan variasi suhu (a) 100°C, (b) 120°C, dan (c) 140°C (Sufyan *et al.*, 2021)

Gambar 2.6 memperlihatkan hasil SEM yang menunjukkan pada suhu 140°C *nanorods* yang terbentuk kurang seragam dan terjadi aglomerasi. Peningkatan suhu yang terlalu tinggi dapat menghambat pertumbuhan *nanorods*. Famia & Muldarisnur, (2019) juga mensintesis ZnO menggunakan metode hidrotermal dalam pelarut air dengan variasi suhu sintesis 70°C – 110°C. Berdasarkan penelitian tersebut ZnO yang disintesis pada suhu 70°C memperlihatkan partikel yang menggumpal (aglomerasi). Penyebab terjadinya aglomerasi adalah karena koloid ZnO cenderung mudah menggumpal pada suhu rendah, sehingga ukuran partikel cenderung tidak seragam pada suhu rendah. Ketika ZnO disintesis pada suhu 80°C, 90°C, dan 100°C aglomerasi cenderung menurun, serta memiliki ukuran partikel yang lebih seragam. Pada sampel yang disintesis pada suhu 110°C partikel ZnO yang terbentuk menggumpal dan tidak homogen (Famia & Muldarisnur, 2019). Pada temperatur tinggi, uap yang terkumpul di dalam *autoclave* dapat memberikan tekanan yang berlebihan sehingga dapat menghambat pertumbuhan partikel (Stein, 2009).



Gambar 2.7 Difraktogram XRD ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal dengan variasi pH 10, 11, dan 12 (Wulandari, 2016)

Penggunaan nilai pH yang berbeda dapat mempengaruhi kualitas kristal dari ZnO yang dihasilkan. Hal tersebut dilaporkan pada penelitan Wulandari, (2016) yang mensintesis ZnO menggunakan metode solvotermal dengan prekursor *zinc acetate* dan pelarut etanol dengan variasi pH. Gambar 2.7 menunjukkan pola difraksi ZnO dengan struktur kristal tunggal pada pH 10. Hal ini menunjukkan bahwa pH 10 merupakan pH yang optimum untuk sintesis ZnO, karena tidak terlihat puncak difraksi dari senyawa lain. Pada penelitian lainnya Saragi *et al.*, (2015) mensintesis ZnO dengan metode solvotermal menggunakan prekursor *zinc acetate* dan pelarut etanol dengan variasi pH dan waktu sintesis. Saragi *et al.*, (2015) mengatakan bahwa ZnO yang disintesis pada pH 10 memliki kristalinitas yang lebih tinggi daripada ZnO yang disintesis pada pH 12. Hal tersebut dikarenakan pada kondisi pH 10 akan memaksimalkan terbentuknya senyawa hidroksida Zn(OH)₂ sebagai sumber ion Zn²⁺ dan OH⁻. Ketika pembentukan ion Zn²⁺ dan OH⁻ melebihi titik kritis yang dibutuhkan untuk membentuk kristal ZnO, maka ZnO akan mengalami rekristalisasi sehingga endapan ZnO menjadi lebih banyak. Sedangkan pada kondisi pH 12 senyawa hidroksida Zn(OH)₂ terbentuk kurang optimal. Wahab *et al.*, (2009) dalam penelitiannya mengatakan bahwa pH yang terlalu tinggi menyebabkan hidrolisis menjadi tidak terkontrol sehingga menyebabkan ZnO yang dihasilkan memiliki bentuk yang kurang seragam.

waktu sintesis dan j	belarut (Saragi <i>et al.</i> , 2010))
Wolth	2-Propanol	Etanol
vv aktu	E Gap (eV)	E gap (eV)
5 jam	3,25	3,18
10 jam	3,25	3,15
15 jam	3,25	3,01
20 jam	3,18	3,08
25 jam	3,18	2,95

Tabel 2.1 Hasil sintesis ZnO menggunakan metode solvotermal dengan variasi waktu sintesis dan pelarut (Saragi *et al.*, 2016)

Pelarut yang dipilih memainkan peran kunci dalam produksi ZnO yang dihasilkan dengan mengontrol mekanisme reaksi (Edalati *et al.*, 2016). Pemilihan jenis pelarut dapat mempengaruhi *bandgap* yang dihasilkan. Hal tersebut dilaporkan pada penelitian Saragi *et al.*, (2016) yang mensintesis ZnO dengan metode solvotermal menggunakan prekursor *zinc acetate* dengan variasi pelarut. Tabel 2.2 menunjukkan sampel dengan pelarut 2-propanol memiliki *bandgap* yang lebih besar (3,18 - 3,25 eV) dibanding sampel dengan pelarut etanol 2,95 - 3,18 eV). Berdasarkan Tabel 2.2 dapat diketahui bahwa dengan bertambahnya waktu sintesis akan menyebabkan penurunan *bandgap* pada sampel dengan pelarut 2-propanol maupun pada sampel dengan pelarut etanol.

Pemilihan pelarut dalam metode solvotermal juga dapat mempengaruhi morfologi dari ZnO yang terbentuk. Yin *et al.*, (2013) dalam penelitiannya
menyebutkan bahwa ZnO yang disintesis menggunakan pelarut air memiliki morfologi yang tidak terlalu baik karena waktu reaksi yang tidak mencukupi. Pernyataan tersebut didukung dengan data hasil analisis SEM pada Gambar 2.8. Berdasarkan Gambar 2.8 dapat diketahui bahwa ZnO dalam pelarut etanol memiliki morfologi *nanorods* yang lebih baik dibandingkan sampel dalam pelarut air.



(a) (b) Gambar 2.8 Hasil foto SEM ZnO yang disintesis dengan metode solvotermal dengan pelarut yang berbeda (a) etanol dan (b) air (Yin *et al.*, 2013)

Pada penelitian lainnya, Saragi et al., (2016) mensintesis ZnO dengan metode solvotermal menggunakan prekursor *zinc* NaOH acetate dan dengan dengan variasi pelarut dan waktu sintesis. Berdasarkan Gambar 2.8 dapat diketahui bahwa sampel dalam pelarut 2-propanol memiliki bentuk nanorods (20 nm x 9 nm) yang lebih jelas dibandingkan dengan sampel dalam pelarut etanol (20 nm x 15 nm) yang cenderung memiliki morfologi yang mirip kubus. Saragi et al., (2016)menyebutkan pertumbuhan nanorods pada sampel dengan pelarut 2-propanol lebih baik dibandingkan sampel pada pelarut etanol.



Gambar 2.9 Hasil foto TEM ZnO yang disintesis dengan metode solvotermal menggunakan prekursor *zinc acetate* pada suhu 100°C selama 5 jam dengan skala pembesaran 20 nm (Saragi *et al.*, 2016)

M *et al.*, (2019) mensintesis ZnO menggunakan metode hidrotermal dengan prekursor seng asetat untuk menghasilkan *nanorods* ZnO pada suhu sintesis 180°C selama 8 jam. Berdasarkan penelitian tersebut, ZnO yang disintesis menggunakan prekursor seng asetat menghasilkan *nanorods* ZnO murni yang memiliki struktur heksagonal dengan ukuran partikel rata-rata sebesar 55 nm. Hasil tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.10 Hasil SEM ZnO yang disintesis pada suhu 180°C selama 8 jam (M et al., 2019)

Penelitian tentang sintesis seng oksida dengan metode solvotermal penting dilakukan karena memungkinkan kontrol ukuran kristal, morfologi, dan tingkat aglomerasi. Penelitian ini akan dilakukan dengan memvariasikan pH dan suhu sintesis yang digunakan, sehingga diketahui pH dan suhu optimum untuk menghasilkan ZnO dengan morfologi *nanorods* dengan pelarut 2-propanol. Pada penelitian ini menggunakan *zinc acetate* dan NaOH sebagai prekursor. Pengaruh pH dan perubahan temperatur akan dipelajari pada perubahan karakter struktur, morfologi, dan energi celah pita.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan 26 Oktober sampai 19 Desember 2022 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik dan laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian antara lain *beaker glass* 150 ml, pipet tetes, pipet ukur 10 ml, pipet ukur 25 ml, erlenmeyer 250 ml, corong gelas, gelas arloji, cawan porselen, neraca analitik, *hot plate* (Thermo Scientific), *magnetic stirrer*, botol semprot, oven (Thermo Scientific Haraeus), pH meter (Orion Versastar Pro), *autoclave reactor*, serta instrumentasi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Difraksi Sinar-X (XRD), spektrofotometer UV-Vis *diffuse reflectance* Evolution 220, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain adalah *zinc acetate dihydrate* (Zn(CH₃COO)₂.2H₂O) p.a (Merck), natrium hidroksida (NaOH) p.a (Merck), 2-propanol p.a (Merck), ethanol p.a (Smartlab, 99,8%), dan aquades.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah sintesis ZnO menggunakan metode solvotermal dengan prekursor *zinc acetate dihydrate* (Zn(CH₃COO)₂.2H₂O),

natrium hidroksida (NaOH), dan pelarut 2-propanol dengan menggunakan variasi pH (pH 7 dan pH 10) dan variasi suhu pemanasan (120°C, 150°C, dan 180°C) selama 8 jam pada kondisi pH optimum. Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD), spektrofotometer UV-Vis *diffuse reflectance*, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu:

- 1. Sintesis material ZnO dengan prekursor *zinc acetate dihydrate* menggunakan metode solvotermal.
- 2. Karakterisasi dan analisa material ZnO hasil sintesis dengan menggunakan teknik XRD, UV-Vis DRS, dan SEM.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi pH

Sintesis ZnO dilakukan dengan menimbang 1,097 gram *zinc acetate dihydrate.* Kemudian dilarutkan dalam 50 ml 2-propanol (larutan I). Selanjutnya natrium hidroksida (NaOH) ditimbang sebanyak 0,1 gram dan dilarutkan dalam 10 ml 2-propanol (larutan II) dalam wadah berbeda. Larutan II ditambahkan ke dalam larutan I sedikit demi sedikit hingga pH mencapai 10. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit (Saragi *et al.*, 2016). Selanjutnya campuran larutan dimasukkan ke dalam *autoclave reactor*. *Autoclave reactor* dimasukkan ke dalam oven dan dipanaskan pada suhu 120°C selama 8 jam (M *et al.*, 2019). Setelah 8 jam, *autoclave reactor* didinginkan hingga mencapai suhu ruang. Selanjutnya *autoclave reactor* dikeluarkan dari oven. Hasil yang terbentuk kemudian dicuci menggunakan etanol dan aquades. Endapan yang terbentuk

kemudian dikeringkan pada suhu 80°C selama 3 jam (Wang *et al.*, 2021). Prosedur ini juga dilakukan untuk sampel dengan kondisi pH 7 pada suhu 120°C selama 8 jam.

3.5.2 Sintesis ZnO dengan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu

Sintesis ZnO dilakukan dengan menimbang 1,097 gram *zinc acetate dihydrate*. Kemudian dilarutkan dalam 50 ml 2-propanol (larutan I). Selanjutnya natrium hidroksida (NaOH) ditimbang sebanyak 0,1 gram dan dilarutkan dalam 10 ml 2-propanol (larutan II) dalam wadah berbeda. Larutan II ditambahkan ke dalam larutan I sedikit demi sedikit hingga pH mencapai 7. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit (Saragi *et al.*, 2016). Selanjutnya campuran larutan dimasukkan ke dalam *autoclave reactor*. *Autoclave reactor* dimasukkan ke dalam oven dan dipanaskan pada suhu 120°C selama 8 jam (M *et al.*, 2019). Setelah 8 jam, *autoclave reactor* dikeluarkan hingga mencapai suhu ruang. Selanjutnya *autoclave reactor* dikeluarkan dari oven. Hasil yang terbentuk kemudian dicuci menggunakan etanol dan aquades. Endapan yang terbentuk kemudian dikeringkan pada suhu 80°C selama 3 jam (Wang *et al.*, 2021). Prosedur ini juga dilakukan untuk sampel pada pH 7 dengan variasi suhu 150°C dan 180°C selama 8 jam.

3.5.3 Karakterisasi Perubahan Struktur dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Material hasil sintesis pada variasi pH dan suhu sintesis dengan metode solvotermal dikarakterisasi dengan teknik XRD untuk mengidentifikasi fasa, struktur, dan kristalinitas sampel. Pengukuran dilakukan menggunakan sumber radiasi Cu-K α pada arus 30 mA, dan generator 40 kV dan pada sudut 2 θ (°) = 5-90. Preparasi material dilakukan dengan menghaluskan sampel menjadi bubuk halus, kemudian dimasukkan dalam sampel *holder* untuk dikenai sinar-X. Hasil dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) No. 01-079-0206 untuk senyawa ZnO *wurtzite*. Data yang diperoleh juga *direfinement* dengan program Rietica menggunakan metode Le Bail. Ukuran kristal hasil sintesis ZnO diukur dengan persamaan Debye Scherer yang ditujukan pada Persamaan 3.1.

dengan *D* adalah ukuran partikel (nm), λ adalah panjang gelonbang radiasi, *K* adalah konstanta (0,9), β adalah lebar setengah puncak (FWHM, radian).

3.5.4 Karakterisasi dan Penentuan Celah Pita dengan UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan spektroskopi UV-Vis DRS untuk mengetahui panjang gelombang, serapan sinar di daerah ultraviolet maupun sinar tampak, serta besarnya celah pita (*bandgap*). Preparasi sampel yang digunakan harus digerus sampai berbentuk bubuk kemudian ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persen reflektansinya pada 200-900 nm. Data reflektansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan DRS akan dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditujukan pada Persamaan 3.2.

dengan F(R) adalah faktor Kubelka-Munk, *K* adalah koefisien absorbsi molar, S adalah koefisien *scattering*, dan *R* adalah nilai reflektan yang terukur.

Nilai energi celah pita ditentukan dari memuat plot antara energi foton (*hv*) (sebagai sumbu *x*) dan $(F(R).hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu *y*). Energi foton (*hv*) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $hv = hc/\lambda$ dengan *c* adalah tetapan cahaya dan *h* adalah tetapan plank. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai *x* (*hv* = energi celah pita) ketika *y*=0.

3.5.5 Karakterisasi Bentuk Morfologi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Senyawa hasil sintesis pada variasi suhu dikarakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui ukuran partikel, bentuk morfologi, dan distribusi pertumbuhan kristal. Sampel yang akan dianalisis dengan SEM dimasukkan dalam sampel *holder* dan diukur pada perbesaran 5000-50.000 kali. Hasil karakterisasi SEM diolah menggunakan program *Image J* untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel.

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis ZnO Menggunakan Metode Solvotermal

Sintesis ZnO dilakukan menggunakan metode solvotermal. Proses sintesis dilakukan dengan melarutkan prekursor dihydrate zinc acetate (Zn(CH₃COO)₂.2H₂O) dan natrium hidroksida (NaOH) menggunakan pelarut 2propanol. Langkah selanjutnya adalah menambahkan larutan NaOH tetes demi tetes ke dalam larutan seng asetat hingga pH mencapai 10. Penambahan NaOH berfungsi sebagai sumber ion OH⁻ yang diperlukan untuk reaksi pembentukan ZnO. Selain itu NaOH juga berfungsi untuk memberikan suasana basa pada ZnO dan mengontrol laju reaksi pembentukan ZnO (Wulandari, 2016). Sebelum dilakukan sintesis di dalam reactor autoclave, campuran larutan distirer untuk memaksimalkan pencampuran (Xie et al., 2019). Hasil campuran larutan berwarna putih. Campuran kemudian dimasukkan ke dalam reactor autoclave dan disintesis pada suhu 120°C selama 8 jam. Selanjutnya reactor autoclave didinginkan hingga mencapai suhu ruang.



Gambar 4.1 Proses sintesis ZnO pH 10 (a) hasil campuran seng asetat dan NaOH, (b) hasil setelah proses sintesis suhu 120°C selama 8 jam, (c) hasil setelah proses penyaringan, (d) hasil setelah proses pengeringan

Gambar 4.1 menunjukkan bahwa hasil sintesis ZnO pada pH 10 suhu 120°C terbentuk endapan berwarna putih dan terdapat gel bening pada bagian atas sampel. Svehla (1985) menyatakan dalam bukunya bahwa ion Zn²⁺ dapat bereaksi dengan NaOH membentuk endapan berwarna putih. Tahap selanjutnya, hasil sintesis disaring dan dicuci dengan etanol dan aquadest. Endapan ZnO kemudian dipanaskan pada suhu 80°C selama 3 jam untuk menghilangkan sisa reaktan agar didapatkan ZnO yang memiliki kemurnian tinggi. ZnO yang disintesis pada pH 10 suhu 120°C menggunakan metode solvotermal menghasilkan ZnO serbuk berwarna putih.

Pada penelitian ini, prekursor *zinc acetate dyhidrate* bereaksi dengan NaOH untuk membentuk *zinc hydroxide* (Zn(OH)₂), natrium asetat, dan air seperti terlihat pada Persamaan 4.1. Selanjutnya seng hidroksida akan mengalami dekomposisi menjadi ZnO dan air seperti yang ditunjukkan pada Persamaan 4.3. Reaksi tersebut terjadi karena kondisi solvotermal dimana suhu dan tekanan yang meningkat. Mrad *et al*, (2018) mengatakan bahwa Zn(OH)₂ mengalami perubahan fase menjadi ZnO pada kondisi solvotermal ketika dipanaskan pada suhu 101°C. Kehadiran pelarut 2propanol membantu menciptakan kondisi solvotermal yang optimal untuk pertumbuhan kristal ZnO.

$$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + 2NaOH \longrightarrow Zn(OH)_2 + 2CH_3COONa + 2H_2O$$
(4.1)

 $Zn^{2+} + 2OH^{-} \blacksquare Zn(OH)_2$ (4.2)

$$Zn(OH)_2 \xrightarrow{\Delta} ZnO + H_2O$$
 (4.3)

Sintesis pada kondisi pH yang berbeda (pH 10 dan pH 7) bertujuan menggunakan metode untuk menentukan pH optimum sintesis ZnO solvotermal dengan pelarut 2-propanol. Prosedur sintesis yang sama dilakukan pada sampel ZnO pH 7. Berdasarkan hasil sintesis ZnO pada pH 7 suhu 120°C, diperoleh endapan berwarna putih tanpa adanya gel seperti pada Gambar 4.2 (b). Perbedaan nilai pH pada sintesis ZnO memberikan perbedaan signifikan pada hasil setelah proses sintesis pada suhu 120°C selama 8 jam. Perubahan pH larutan dapat mempengaruhi perilaku hidrolisis, hal ini diperkuat dengan pernyataan Wahab et al., (2009) bahwa pH yang terlalu tinggi pada sintesis ZnO dengan metode hidrotermal mengakibatkan hidrolisis tidak terkendali, yang mana menghasilkan bentuk ZnO yang kurang seragam.



Gambar 4.2 Proses sintesis ZnO pH 7 (a) hasil campuran seng asetat dan NaOH,(b) hasil setelah proses sintesis suhu 120°C selama 8 jam, (c) hasil setelah proses pengeringan

Berdasarkan hasil yang diperoleh antara ZnO pH 7 dan ZnO pH 10, mengindikasikan bahwa ZnO yang disintesis pada pH 10 suhu 120°C memiliki lebih dari satu fase. Hal tersebut dibuktikan dengan terbentuknya gel bening pada permukaan sampel. Hal ini menunjukkan bahwa pH 7 merupakan pH optimal untuk pembentukan ZnO. Namun, analisis lebih lanjut akan dibahas pada Sub Bab 4.2. Selanjutnya, sintesis dilakukan pada pH 7 pada pada suhu yang berbeda (120°C, 150°C, dan 180°C) untuk mengetahui suhu optimal dalam sintesis ZnO menggunakan metode solvotermal dengan pelarut 2-propanol. Hasil sintesis ZnO pada pH 10 suhu 120°C dan ZnO pH 7 pada kondisi suhu 120°C, 150°C, dan 180°C ditampilkan pada Gambar 4.3. Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa semua sampel ZnO memiliki warna yang sama.



Gambar 4.3 Hasil sintesis ZnO menggunakan metode solvotermal pada kondisi (a) pH 10 suhu 120°C (b) pH 7 suhu 120°C, (c) pH 7 suhu 150°C, dan (d) pH 7 suhu 180°C

4.2 Karakter Struktur ZnO pada Variasi pH

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur senyawa hasil sintesis. Hasil difraktogram XRD yang diperoleh, selanjutnya dianalisis lebih lanjut dengan membandingkan pola difraksinya dengan data standar ICDD ZnO *wurtzite*. Difraktogram hasil analisis XRD untuk sampel ZnO yang disintesis pada pH 10 dan pH 7 ditunjukkan pada Gambar 4.4. Difraktogram individual pada masing masing pH terdapat pada Lampiran 3.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X ZnO dengan variasi pH pada suhu 120°C

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa difraktogram hasil sintesis sampel ZnO pH 7 mempunyai kesesuaian dengan *hexagonal wurtzite* dan memiliki kemurnian yang tinggi karena tidak adanya puncak lain. Berdasarkan data ICDD No. 01-079-0206 posisi 2 theta sekitar 36,2 memiliki intensitas paling tinggi yang merupakan ciri khas dari pola difraksi ZnO pada bidang *hkl* 101. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa pada ZnO pH 10 ditemukan adanya pengotor yaitu CH₃COONa dan Zn(OH)₂. Hal ini ditunjukkan dengan adanya puncak pada posisi $2\theta = 8,87$ dan 13,27. Adanya pengotor menunjukkan bahwa ZnO pH 10 memiliki lebih dari satu fase. Pada kondisi pH 7 (netral), konsentrasi ion H⁺ dan ion OH⁻ sama, sehingga tidak berpengaruh pada struktur kristal material ZnO yang dihasilkan. Namun pada pH 10 konsentrasi ion hidroksida (OH⁻) lebih banyak, sehingga reaksi antar molekul menjadi lebih tinggi daripada reaksi intramolekul (Wahab *et al.*, 2009). Pada kondisi pH basa, proses hidrolisis menjadi tidak terkendali dan menyebabkan terbentuknya zat antara seperti Zn(OH)₂ yang tidak larut dalam larutan reaktan dan mengendap sebagai pengotor pada kristal ZnO yang terbentuk (Shaba *et al.*, 2021). Sedangkan pengotor CH₃COONa merupakan produk samping dari proses pembentukan ZnO (Persamaan 4.1) yang tidak larut dan mengendap pada kristal ZnO. Pola difraksi sinar-*x* Zn(OH)₂ dan CH₃COONa dicocokkan dengan data standar ICDD *zinc hydroxide* No. 00-041-1359 dan ICDD *sodium acetate* No. 00-029-1158 ditampilkan pada Gambar 4.5



Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X ZnO pH 10 suhu 120°C, Standar ICDD ZnO *wurtzite*, standar ICDD *zinc hydroxide* No. 00-041-1359, dan standar ICDD *sodium acetate* No. 00-029-1158

4.3 Karakter Struktur ZnO pada Variasi Suhu

Hasil sintesis ZnO pH 7 dengan variasi suhu dikarakterisasi untuk mengetahui pengaruh perubahan temperatur terhadap karakter struktur dan *crystallite size*. Gambar 4.6 menunjukkan bahwa pola difraksi sinar-X sampel ZnO pH 7 dengan variasi suhu memiliki kesesuaian dengan standar ICDD No. 01-079-0206 yang mengindikasikan sampel adalah ZnO dengan fase *hexagonal wurtzite*, namun pada

sampel ZnO pH 7 suhu 180°C ditemukan adanya pengotor yaitu Na(OH).4H₂O, NaZn(OH)₃(H2O)₃, Na(OH)(H₂O)₄, Zn(OH)₂, dan Zn(CH₃COO)₂. Pada puncakpuncak pengotor tersebut tidak terdapat ZnO fasa lain seperti ZnO *zincblende* dan *rocksalt*. Secara umum, peningkatan suhu sintesis dapat meningkatkan kristalinitas ZnO yang terbentuk karena laju reaksi dan pertumbuhan kristal meningkat seiring dengan peningkatan suhu sintesis. Namun, suhu sintesis yang terlalu tinggi juga dapat menyebabkan dekomposisi prekursor dan membentuk produk samping yang tidak diinginkan. Witjaksono (2011) dalam penelitiannya menyatakan bahwa adanya uap air bertekanan tinggi dan suhu tinggi pada proses hidrotermal memungkinkan terjadinya perubahan struktur fasa dari ZnO yang dihasilkan. Puncak-puncak yang terdeteksi sebagai pengotor pada ZnO pH 7 suhu 180°C ditampilkan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X ZnO pH 7 dengan variasi suhu

2θ	Pengotor	No. Standar
6,56	Na(OH).4H ₂ O	COD 96-153-2136
13,14	$NaZn(OH)_3(H2O)_3$	COD 96-154-1008
15,51	$Zn(OH)_2$	ICDD 00-041-1359
19,65	$Zn(CH_3COO)_2$	ICDD 00-001-0089
28,12	$Zn(OH)_2$	ICDD 00-041-1359
33,14	$Zn(CH_3COO)_2$	ICDD 00-001-0089
33,81	NaZn(OH) ₃ (H2O) ₃	COD 96-154-1008
59,15	$NaZn(OH)_3(H2O)_3$	COD 96-154-1008

Tabel 4.1 Puncak-puncak yang terdeteksi sebagai pengotor pada ZnO pH 7 180°C

Keterangan : International Centre for Diffraction Data (ICDD) Crystallography Open Database (COD)

Berdasarkan hasil lebar puncak dari difraktogram XRD dapat digunakan untuk menentukan *Crystallite size* menggunakan persamaan *Debye*-Scherrer. Perhitungan *Crystallite size* ditampilkan pada Lampiran 4. Hasil *Crystallite size* dari sampel ZnO pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu (120°C, 150°C dan 180°C) ditampilkan pada Tabel 4.3. Tabel 4.3 menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki ukuran kristal yang berkisar antara 12,86 nm – 36,68 nm.

Tabel 4.2 Hasil perhitungan ukuran kristal ZnO hasil sintesisCrystallite SizeMaterialCrystallite Size2nO pH 10 suhu 120°C12,862152ZnO pH 7 suhu 120°C31,728604

22,918016

36,680952

ZnO pH 7 suhu 150°C

ZnO pH 7 suhu 180°C

Data XRD dianalisis lebih lanjut (*refinement*) dengan program Rietica menggunakan metode *Le Bail* untuk memperoleh data kristalografi. Proses *refinement* menggunakan data standar ZnO ICDD No. 01-079-0206 yang memiliki sistem kristal hexagonal dengan *space group P6₃mc*, parameter kisi kristal a = 3,2499 Å, b = 3,2499 Å, c = 5,2066 Å, Z = 2. Hasil plot *refinement* untuk ZnO pH 7 suhu 120°C dan suhu 150°C ditampilkan pada Gambar 4.7 dan 4.8. Sedangkan untuk sampel ZnO pH 7 suhu 180°C tidak dilakukan refinement karena memiliki terlalu banyak fase. Parameter sel satuan yang dihasilkan dari proses *refinement* dirangkum pada Tabel 4.2.



Gambar 4.7 Hasil refinement difraktogram XRD sampel ZnO pH 7 suhu 120°C



Gambar 4.8 Hasil refinement difraktogram XRD sampel ZnO pH 7 suhu 150°C

metode Le Dun			
Doromotor	Standar ICDD	ZnO suhu	ZnO suhu
Faranieter	01-079-0206	120°C	150°C
3Sistem Kristal	Haxagonal	Hexagonal	Hexagonal
Grup Ruang	P63mc	P63mc	P63mc
Unit Asimetrik (Z)	2	2	2
<i>a</i> (Å)	3,2449	3,245935	3,206774
<i>b</i> (Å)	3,2449	3,245935	3,206774
<i>c</i> (Å)	5,2066	5,199419	5,135274
Volome sel (Å ³)	4,62	47,442223	47,661503
$R_p(\%)$		9,76	7,90
R_{wp} (%)		5,88	5,26

Tabel 4.3 Parameter sel satuan ZnO setelah proses *refinement* menggunakan metode Le Bail

Nilai residu profil (*Rp*) dan residu profil berbobot (R_{wp}) yang didapatkan dari hasil refinement sudah di bawah 10%. Hal ini mengindikasikan bahawa ZnO memiliki kecocokan yang baik dengan standar ZnO (ICDD No. 01-079-0206) dengan sistem kristal hexagonal dan grup ruang $P6_{3}mc$. Menurut Andrieux *et al.*, (2018) nilai kesesuaian parameter didapat jika nilai *Rp* dibawah 15% dan nilai R_{wp} kurang dari 20%. Hal ini menunjukkan bahwa variasi suhu sintesis tidak berpengaruh terhadap struktur kristal dan grup ruang ZnO. Berdasarkan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa hasil nilai parameter kisi yang memiliki kesamaan dengan ICDD 01-079-0206 adalah sampel ZnO pH 7 suhu 120°C. Nilai parameter kisi *a*, *b*, dan *c* tidak berubah secara signifikan, namun nilainya cenderung menurun.

4.4 Karakterisasi dan Analisis ZnO Menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Morfologi permukaan ZnO hasil sintesis dapat dilihat dari foto mikrograf SEM. Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel, ukuran partikel, dan mengetahui unsur penyusun dari senyawa ZnO. Mikrograf SEM hasil sintesis ZnO ditampilkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Mikrograf SEM ZnO pH 7 suhu 120°C dengan perbesaran (a) 10 μm , (b) 5 μm , (c) 2 μm , (d) 1 μm



Gambar 4.10 Mikrograf SEM ZnO pH 7 suhu 150°C dengan perbesaran (a) 10 μm, (b) 5 μm, (c) 2 μm, (d) 1 μm



Gambar 4.11 Mikrograf SEM ZnO pH 7 suhu 180°C dengan perbesaran (a) 10 μm, (b) 5 μm, (c) 2 μm, (d) 1 μm

Hasil gambar yang diperoleh diolah menggunakan software Image-J. Gambaran morfologi ZnO menunjukkan bahwa partikel berbentuk tidak beraturan (irregular) dan terjadi aglomerasi. Berdasarkan hasil data SEM, partikel yang terbentuk kurang homogen, ditandai dengan morfologi yang tidak seragam dan ukuran partikel yang bervariasi. Hal ini terlihat jelas pada Gambar 4.10 dan 4.11, sedangkan pada Gambar 4.9 kurang terlihat karena banyaknya aglomerasi dalam sampel. Berdasarkan Gambar 4.9, 4.10, dan 4.11 terlihat bahwa peningkatan suhu sintesis menyebabkan morfologi yang dihasilkan lebih terlihat dan aglomerasi dalam sampel ZnO berkurang. Aglomerasi terjadi karena koloid ZnO cenderung menggumpal pada suhu rendah (Famia & Muldarisnur, 2019).



Gambar 4.12 Distribusi ukuran partikel ZnO yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu (a) 120°C, (b) 150°C, dan (c) 180°C

Gambar 4.12 menunjukkan distribusi ukuran partikel yang diukur menggunakan aplikasi *image-J*. Berdasarkan Gambar 4.12, sampel ZnO pH 7 pada suhu 120°C memiliki ukuran partikel antara 75 nm – 325 nm dengan distribusi ukuran maksimum pada 155,21 nm, ZnO pH 7 pada suhu 150°C memiliki ukuran partikel antara 750 nm – 3750 nm dengan distribusi ukuran maksimum pada 1084,21 nm, dan ZnO pH 7 pada suhu 180°C memilikii ukuran partikel antara 250 nm – 3250 nm dengan distribusi ukuran maksimum pada 855,81 nm. Berdasarkan analisis data SEM, disimpulkan bahwa sampel yang dianalisis tidak memenuhi syarat sebagai nanopartikel. Salah satu ciri suatu material dikatakan sebagai nanopartikel antara 1 – 100 nm (Daratika, 2016).

Kadar Zn	Kadar O	Kadar C	Kadar Al	Kadar Si
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
54,68	22,66	11,45	0,63	0,58
54,15	24,12	10,64	0,69	0,4
54,72	28,43	5,65	0,66	0,54
	Kadar Zn %) 54,68 54,15 54,72	Kadar Zn Kadar O %) (%) 54,68 22,66 54,15 24,12 54,72 28,43	Kadar Zn Kadar O Kadar C %) (%) (%) 64,68 22,66 11,45 64,15 24,12 10,64 64,72 28,43 5,65	Kadar Zn Kadar O Kadar C Kadar Al %) (%) (%) (%) 64,68 22,66 11,45 0,63 64,15 24,12 10,64 0,69 64,72 28,43 5,65 0,66

Tabel 4.4 Persentase unsur-unsur penyusun ZnO hasil EDS

Berdasarkan data EDS pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa sampel ZnO terdiri dari unsur Zn, O, dan C. Semua unsur tersebut merupakan kandungan dari prekursor Zinc Acetate Dyhidrate dan NaOH. Kandungan unsur Zn dominan pada semua sampel yaitu sebesar 64,15% - 64,72 % dan kandungan O sebesar 22,66% - 28,43%, yang menunjukkan bahwa sampel adalah ZnO. Unsur C pada data EDS menunjukkan adanya unsur prekursor yang tidak hilang selama proses sintesis (Lestari et al., 2019). Tabel 4.4 menunjukkan bahwa kandungan unsur C dalam sampel menurun seiring dengan meningkatnya suhu sintesis. Kehadiran unsur C pada data EDS dimungkinkan karena tidak adanya proses kalsinasi pada sampel, sehingga sisa uncur C tidak hilang seluruhnya. Dalam penelitian sebelumnya, Wang et al., (2021) mensintesis ZnO menggunakan metode solvotermal menggunakan prekursor zinc acetate dyhidrat dan NaOH pada suhu 180°C dan dengan suhu kalsinasi 400°C. Pada penelitian tersebut menunjukkan hasil EDS ZnO murni tanpa unsur lain. Selain itu, terdapat unsur lain pada Tabel 4.4 yaitu Al dan Si. Keberadaan unsur Al dan Si disebabkan karena adanya impuritas dari bahan yang digunakan. Berdasarkan data dari www.merckmillipore.com, spesifikasi prekursor NaOH (Merck) yang digunakan mengandung *impuritas* berupa SiO₂ sebesar 0.01 % dan Al sebesar 0.0005 %.

4.5 Karakterisasi dan Analisis ZnO Menggunakan UV-Vis DRS (*Diffuse* Reflectance Spectroscopy)

Pengukuran menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui daerah serapan sinar dan energi *band gap* material hasil sintesis. Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS menghasilkan nilai panjang gelombang (λ) dan % Reflektansi (R). Karakter serapan dari masing-masing sampel ZnO ditampilkan Gambar 4.13. Karakterisasi juga dilakukan pada ZnO pH 10 sebagai pembanding ZnO pH 7 yang telah disintesis.



Gambar 4.13 Spektra DRS hubungan %R dengan panjang gelombang ZnO pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu

Berdasarkan Gambar 4.13 terlihat adanya perubahan nilai persen reflektansi pada hasil analisis menggunakan UV-Vis DRS yang dilakukan. Pada panjang Gelombang 200-380 nm, ZnO yang disintesis pada pH 10 memiliki nilai %R yang lebih tinggi dibandingkan ZnO yang disintesis pada pH 7. Selain itu, ZnO pH 7 suhu 150°C memiliki nilai reflektansi yang paling rendah. Nilai reflektansi yang rendah pada daerah UV menunjukkan absorbsi sinar yang tinggi pada daerah tersebut. Pada panjang gelombang 380-490 nm terjadi perubahan nilai reflektansi sampel, masing-masing sampel dengan nilai %R paling tinggi ke rendah yaitu ZnO pH 10, ZnO pH 7 suhu 150°C, ZnO pH 7 suhu 180°C, ZnO pH 7 suhu 120°C. Sedangkan pada daerah sekitar panjang gelombang 490-800 nm nilai %R ZnO pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu menjadi semakin konstan.



Gambar 4.14 Spektra DRS hubungan F(R) dengan panjang gelombang ZnO pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu

Grafik pada Gambar 4.14 dibuat dengan menggunakan teori Kubelka-Munk, yaitu persamaan yang menyatakan bahwa nilai F(R)sebanding dengan koefisien absorpsi per koefisien scattering (k/s). Gambar 4.14 menunjukkan bahwa pada daerah serapan UV, ZnO pH 7 memiliki nilai koefisien absorbansi yang lebih besar dibandingkan ZnO pH 10. Nilai absorbansi yang ZnO pH 7 pada suhu 120°C dan 150°C tidak berbeda signifikan pada daerah UV. Sedangkan pada daerah visible semua ZnO memiliki nilai F(R) yang sama dan konstan. Hal ini

menunjukkan bahwa ZnO pH 7 pada suhu 120°C dan 150°C memiliki efektifitas absorpsi pada daerah sinar UV yang lebih baik dibandingkan sampel ZnO lainnya.



Gambar 4.15 Spektra DRS hubungan antara (F(R)*hv)^{1/2} dengan energi celah pita (hv) ZnO pH 10 dan ZnO pH 7 dengan variasi suhu

Gambar 4.15 menunjukkan grafik energi celah pita atau *band gap* yang dapat diperoleh dengan memplotkan hubungan antara energi celah pita (eV) dengan $(F(R)*hv)^{1/2}$. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x (h = energi celah pita) ketika y = 0. Data hasil perhitungan energi celah pita ditampilkan pada Tabel 4.3. Nilai *band gap* ZnO pada umumnya sebesar 3,37 eV dengan panjang gelombang cahaya yang dibutuhkan oleh energi celah pita ZnO tersebut sebesar 375 nm (Özgür *et al.*, 2005). Energi celah pita dari ZnO hasil sintesis adalah 3,13 - 3,23 eV. Berdasarkan pada Tabel 4.5 diketahui bahwa sampel ZnO pH 10 memiliki *band gap* yang lebih kecil yaitu 3,13 eV dibandingkan dengan sampel ZnO pH 7 sebesar 3,20 eV. Hal ini disebabkan adanya pengotor pada struktur ZnO pH 10 yang menyebabkan tepi pita valensi sedikit bergeser ke arah pita konduksi sehingga mempersempit energi celah pita (Shofiyullah *et al.*, 2020).

Gambar 4.15 menunjukkan ZnO pH 7 pada suhu 120°C dan 150°C tidak mengalami perubahan yang signifikan, namun nilai energi celah pita cenderung menurun seiring dengan peningkatan suhu sintesis. Grafik *band gap* ZnO pH 10 yang lebih jelas ditampilkan pada Lampiran 5. Wasly *et al.*, (2018) mengatkan dalam penelitiannya bahwa peningkatan suhu sintesis mengakibatkan penurunan nilai energi celah pita yang disebabkan oleh peningkatan nukleasi dan laju pertumbuhan ZnO. Namun, hal berbeda terjadi pada sampel ZnO pH 7 suhu 180°C, dimana energi celah pita pada ZnO pH 7 meningkat pada suhu 180°C. Perbedaan *band gap* yang diperoleh diduga karena banyaknya pengotor pada struktur ZnO pH 7 suhu 180°C sehingga meningkatkan energi celah pita.

Taber 4.5 Energi cetan pita ZhO				
Material	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (<i>nm</i>)		
ZnO pH 10 suhu 120°C	3,13	396,43		
ZnO pH 7 suhu 120°C	3,20	387,77		
ZnO pH 7 suhu 150°C	3,19	388,97		
ZnO pH 7 suhu 180°C	3,23	384,16		

Tabel 4.5 Energi celah pita ZnO

4.6 Manfaat Sintesis ZnO

Banyaknya percobaan yang dilakukan merupakan salah satu usaha kita agar ilmu yang akan kita dapatkan bertambah. Allah Swt. menjanjikan kepada kita bahwa orang yang berilmu akan diangkat derajatnya melebihi orang yang beriman sebagaimana firman Allah dalam QS Al-Mujadalah : 11.

Artinya :

Wahai orang-orang yang beriman, apabila dikatakan kepadamu "Berilah kelapangan di dalam majelis-majelis," lapangkanlah, niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. Apabila dikatakan, "Berdirilah," (kamu) berdirilah. Allah niscaya akan mengangkat orang-orang yang beriman di antaramu dan orangorang yang diberi ilmu beberapa derajat. Allah Mahateliti terhadap apa yang kamu kerjakan.

Shihab (2002) dalam *Tafsir Al-Mishbah* menjelaskan bahwa dalam ayat di atas Allah menempatkan orang yang berilmu lebih tinggi derajatnya daripada orang yang beriman. Tidak disebutnya kata meninggikan itu, sebagai isyarat bahwa sebenarnya ilmu yang dimilikinya itulah yang berperan penting dalam ketinggian derajat yang diperolehnya. Ayat di atas membagi kaum beriman kepada dua kelompok besar, yang pertama kaum yang beriman dan beramal saleh dan yang kedua kaum yang beriman, beramal saleh, dan berilmu. Derajat kelompok kedua ini lebih tinggi bukan hanya karena ilmu yang mereka punya, tetapi juga juga karena amal dan ajaran yang mereka berikan kepada orang lain baik secara lisan, tulisan, maupun dengan keteladanan.

Manusia sebagai mahluk yang berakal tidak hanya diperintahkan untuk beriman saja, namun juga untuk berilmu. Menuntut ilmu dalam islam tidak haya belajar tentang ilmu agama seperti tauhid, fikih, dan sebagainya, tetapi juga mempelajari ilmu-ilmu lain seperti ilmu sosial, sains, kedokteran dan ilmu lain yang bermafaat bagi kemaslahatan umat manusia. Melakukan sebuah riset merupakan salah satu cara kita mendapatkan ilmu. Sebagai contohnya adalah dengan melakukan sintesis material ZnO. Berdasarkan penelitian ini, dapat diketahui bahwa sampel ZnO pH 7 memiliki absorbsi pada daerah UV yang lebih baik, sehingga ZnO hasil sintesis menjadi solusi pengganti TiO₂ sebagai kompenen semikonduktor pada *Dye-sensitized solar cell* yang digunakan sebagai bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar fosil. Sebagaimana dijelaskan dalam hadits Rasulullah SAW. yang berbunyi :

حَيْرُ النَّاسِ أَنْفَعُهُمْ لِلنَّاسِ

Artinya :

Sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat bagi manusia. (HR. Ahmad, ath-Tabrani, ad-Daruqutni. Hadits ini dihasankan oleh al-Albani di dalam Sahihul Jami', No. 3289).

Hadis tersebut menjelaskan bahwa manusia yang baik adalah manusia yang bermanfaat bagi orang lain. Sehingga sudah menjadi kewajiban kita sebagai seorang muslim yang beriman dan berilmu untuk memberi manfaat bagi sesama manusia. Melalui penelitian ini diharapkan menjadi usaha untuk memenuhi kewajiban tersebut.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

- Senyawa ZnO telah berhasil disintesis pada pH 10 dan pH 7 dengan variasi suhu 120°C, 150°C, dan 180°C, dengan struktur *hexagonal wurtzite* dengan grup ruang *P63mc*. Ukuran kristal ZnO yang dihasilkan berada pada rentang antara 12,86 nm – 36,68 nm. Sampel ZnO pH 7 menunjukkan serapan yang tinggi pada daerah UV, sedangkan ZnO pH 10 memiliki serapan yang lebih besar pada daerah *visible*.
- Morfologi ZnO yang dihasilkan berbentuk *irreguler*. Kenaikan suhu sintesis menyebabkan aglomerasi berkurang dan meningkatkan kejelasan morfologi. Kondisi optimum tercapai pada sampel ZnO pH 7 suhu 150°C karena morfologi terlihat jelas dan aglomerasi berkurang.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan yaitu sebagai berikut:

- 1. Diperlukan proses kalsinasi pada sampel ZnO untuk menghilangkan pengotor yang tersisa, serta untuk menghasilkan material yang homogen.
- Diperlukan pengujian lebih lanjut untuk mengetahui efektifitas semikonduktor ZnO pada *dye sensitized solar cell* (DSSC).

DAFTAR PUSTAKA

- Aldilla, M. S. (2019). Pengaruh Konsentrasi Hexamethylene-tetramine (HMTA) Terhadap Geometri dan Kristalinitas Nanorod ZnO yang Disintesis Menggunakan Metode Hidrotermal. *Skripsi*. Padang. Universitas Andalas.
- Aminullah, M. W., Setiawan, H., Huda, A., Samaulah, H., Haryati, S., & Bustan, M. D. (2019). Pengaruh Komposisi Material Semikonduktor dalam Menurunkan Energi Band Gap dan Terhadap Konversi Gelombang Mikro. *Jurnal EECCIS*, 13(2), 65–70.
- Andrieux, J., Gardiola, B., & Dezellus, O. (2018). Synthesis of Ti Matrix Composites Reinforced with TiC Particles: in situ Synchrotron X-ray Diffraction and Modeling. *Journal of Materials Science*, 53(13), 9533–9544. https://doi.org/10.1007/s10853-018-2258-8
- Aneesh, P. M., Vanaja, K. A., & Jayaraj, M. K. (2007). Synthesis of ZnO Nanoparticles by Hydrothermal Method. *Nanophotonic Materials IV*, 6639. https://doi.org/10.1117/12.730364
- Damayanti, R., Hardeli, & Sanjaya, H. (2014). Preparasi Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) Menggunakan Ekstrak Antosianin Ubi Jalar Ungu (Ipomea batatas L.). Jurnal Sains Dan Teknologi, 6(2), 148–157.
- Daratika, D. A. (2016). Sintesis Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO dengan Metode Kopresipitasi. *Tugas Akhir*. Surabaya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Edalati, K., Shakiba, A., Vahdati-khaki, J., & Mojtaba, S. (2016). Low-Temperature Hydrothermal Synthesis of ZnO Nanorods: Effects of Zinc Salt Concentration, Various Solvents and Alkaline Mineralizers. *Materials Research Bulletin*, 74, 374–379. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.11.001
- Famia, A. M., & Muldarisnur, M. (2019). Pengaruh Temperatur Sintesis Hidrotermal Terhadap Diameter Nanopartikel Seng Oksida. Jurnal Fisika Unand, 8(2). https://doi.org/10.25077/jfu.8.2.127-132.2019
- Goetzbreger, A., & Hoffmann, V. U. (2005). *Photovoltaic Solar Energy Generation*. German. Springer.
- Hardeli, Suwardani, Riky, T, F., Maulidis, & Ridwan, S. (2013). Dye Sensitized Solar Cells (DSSC) Berbasis Nanopori TiO2 Menggunakan Antosianin dari Berbagai Sumber Alami. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 155–162.
- Ismunandar. (2006). *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis dan SIfat-sifatnya*. Bandung. ITB. https://digilib.itb.ac.id/index.php/gdl/view/2630
- Istiqomah, S. N. (2019). Sintesis dan Karakterisasi ZnO yang diembankan pada Zeolit dengan Variasi Komposisi Menggunakan Metode Sonikasi. *Skripsi*. Malang. Universitas Islam Negeri Maulanan Malik Ibrahim Malang.

- Lestari, V. P., Abrar, & Fathona, I. W. (2019). Sintesis Nanostruktur ZnO Dengan Metode Hidrotermal Untuk Aplikasi Sensor Gas Butana. *E-Proceeding of Engineering*, 6(2), 1–23.
- M, Mahendiran., Asha, A., Madhavana, J., & Raj, M. V. A. (2019). Structural and Optical Analysis of 1D Zinc Oxide Nanoparticles Synthesized Via Hydrothermal Method. *Materials Today: Proceedings*, 8, 412–418. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.02.130
- Mayekar, J., Dhar, V., & Radha, S. (2014). Role of Salt Precursor in the Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles. *International Journal of Research in Engineering and Technology*, 03(03), 43–45. https://doi.org/10.15623/ijret.2014.0303008
- Mrad, M., Chouchene, B., & Chaabane, T. B. (2018). Effects of Zinc Precursor, Basicity and Temperature on the Aqueous Synthesis of ZnO Nanocrystals. *J. Chem*, *71*, 103-110.
- Ningsih, S. K. W. (2016). Sintesis Anorganik. Padang. UNP Press.
- Özgür, Ü., Alivov, Y. I., Liu, C., Teke, A., Reshchikov, M. A., Doğan, S., Avrutin, V., Cho, S. J., & Morkoc, H. (2005). A Comprehensive Review of ZnO Materials and Devices. *Journal of Applied Physics*, 98. https://doi.org/10.1063/1.1992666
- Pal, U., & Santiago, P. (2005). Controlling the Morphology of ZnO Nanostructures in a Low-Temperature Hydrothermal Process. *Journal of Physical Chemistry B*, 109(32), 15317–15321. https://doi.org/10.1021/jp052496i
- Palupi, E. (2006). Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO2. Skripsi. Bogor. Institut Pertanian Bogor.
- Purwanto, N., Isnaeni, & Sugihartono, I. (2018). Studi Komposisi dan Sifat Optik ZnO Nanorods yang Disintesis Menggunakan Metode Hidrotermal. *Prosiding Seminar Nasional Fisika (E-Journal) SNF2018*, 7.
- Rahayu, P., & Lestari, W. W. (2016). Kajian Sintesis dan Karakterisasi Metal-Organic Frameworks MOF-5 Sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 11(2), 14–26. https://doi.org/10.20961/alchemy.v12i1.934
- Safitri, W. N. (2019). Variasi Konsentrasi Dopan Pada Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis ZnO Terdoping Vanadium (III) Menggunakan Metode Sonikasi. *Skripsi*. Malang. Universitas Islam Negeri Maulanan Malik Ibrahim Malang.
- Saragi, T., Oktaviani, M., Purba, Y. R., U, S. A. D., Risdiana, & Bahtiar, A. (2015). Kontrol Ukuran Kristal Nanopartikel ZnO yang Disintesis dengan Metode Hidrotermal. *Prosiding Pertemuan Ilmiah*. https://www.researchgate.net/publication/275954684%0AKontrol

- Saragi, T., Purba, Y. R., U, S. A. D., Oktaviani, M., Susilowati, T., Risdiana, & Bahtiar, A. (2016). Karakteristik Nanopartikel ZnO: Studi Efek Pelarut Pada Proses Hidrothermal. Jurnal Material Dan Energi Indonesia, 06(01), 31–35.
- Shaba, E. Y., Jacob, J. O., Tijani, J. O., & Suleiman, M. A. T. (2021). A Critical Review of Synthesis Parameters Affecting The Properties of Zinc Oxide Nanopartikcle and Its Application in Wastewater Treatment. *Applied Water Science* (Vol. 11, Issue 2). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/s13201-021-01370-z
- Shihab, M. Q. (2002). *Tafsir Al-Mishbah* (Vol. 13). Tangerang. Lentera Hati. http://journal.um-surabaya.ac.id/index.php/JKM/article/view/2203
- Shihab, M. Q. (2002b). Tafsir AL-Mishbah (Vol. 2). Tangerang. Lentera Hati.
- Shofiyullah, M., Udaibah, W., Nur Fitriani, I. (2020). Studi Density Functional Theory (DFT) Pengaruh Co-doping Zn dan N pada TiO₂ Anatas. *Walisongo Journal of Chemistry*, 3(2), 92-99. https://doi.org/10/21580/wcj.v3i2.6593
- Sholehah, A. (2015). Sintesis Nanostruktur Seng Oksida (ZnO) dengan Metode Kimiawi Basah Untuk Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Zat Pewarna. *Deseretasi*. Depok. Universitas Indonesia.
- Stein, O. H. (2009). Sintesis dan Karakterisasi Nanorod ZnO Hasil Proses Sol Gel dan Hidrothermal untuk Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Zat Pewarna Organik. *Skripsi*. Depok. Universitas Indonesia.
- Sufyan, M., Mehmood, U., Qayyum Gill, Y., Nazar, R., & Ul Haq Khan, A. (2021). Hydrothermally Synthesize Zinc Oxide (ZnO) Nanorods as an Effective Photoanode Material for Third-Generation Dye-Sensitized Solar Cells (DSSCs). *Materials Letters*, 297, 130017. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130017
- Sutanto, H., & Wibowo, S. (2015). Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi Dan Aplikasi) (S. M. R. C. (SMARC) (ed.)). Semarang. Telescope. http://eprints.undip.ac.id/49049/1/Buku_ZnO-2015.pdf
- Svehla, G. (1985). Vogel Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. Jakarta. Kalman Media Pustaka.
- Wahab, R., Kim, Y. S., & Shin, H. S. (2009). Synthesis, Characterization and Effect of pH Variation on Zinc Oxide Nanostructures. *Materials Transactions*, 50(8), 2092–2097. https://doi.org/10.2320/matertrans.M2009099
- Wang, Y., Yang, C., Liu, Y., Fan, Y., Dang, F., Qiu, Y., Zhou, H., Wang, W., & Liu, Y. (2021). Solvothermal Synthesis of ZnO Nanoparticles for and p -Nitrophenol. *Water*, 13(3224).
- Wasly, H. S., El-Sadek, M. S. A., & Henini, M. (2018). Influence of Reaction Time and Synthesis Temperature on the Physical Properties of ZnO Nanoparticles Synthesized by the Hydrothermal Method. *Applied Physics A*, 124(76). https://doi.org/10.1007/s00339-017-1482-4

Widayana, G. (2012). Pemanfaatan Energi Surya. JPTK UNDIKSHA, 9(1), 37-46.

- Widiyastuti, Machmudah, S., Nurtono, T., Winardi, S., Balgis, R., Ogi, T., & Okuyama, K. (2017). Morphology and Optical Properties of Zinc Oxide Nanoparticles Synthesised by Solvothermal Method. *Chemical Engineering Transactions*, 56, 955–960. https://doi.org/10.3303/CET1756160
- Witjaksono, A. (2011). Karakterisasi Nanokristalin ZnO Hasil Presipitasi dengan Perlakuan Pengeringan, Anil Pasca-Hidrotermal. *Tesis*. Depok. Universitas Indonesia.
- Wulandari, D. (2016). Sintesis dan Karakterisasi Zno Dengan Metode Solvotermal Sebagai Alternatif Semikonduktor dalam Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC). Skripsi. Surabaya. Universitas Airlangga.
- Xie, E., Zheng, L., Li, X., Wang, Y., Dou, J., Ding, A., & Zhang, D. (2019). One-Step Synthesis of Magnetic-TiO2-Nanocomposites With High Iron Oxide-Composing Ratio for Photocatalysis of Rhodamine 6G. *Plos One*, 14(8). https://doi.org/10.1371/journal.pone.0221221
- Yin, M., Liu, M., & Liu, S. (2013). Development of an Alcohol Sensor Based on ZnO Nanorods Synthesized Using a Scalable Solvothermal Method. Sensors and Actuators, 185, 735–742. https://doi.org/10.1016/j.snb.2013.05.055
- Yuwono, A. H., & Dharma, H. (2011). Fabrikasi Nanorod Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Metode Sol-Gel Dengan Variasi Konsentrasi Polyethylene Glicol Amonia. *Majalah Metalurgi*, 26(2), 101–108.
- Zhang, Q., & Li, C. (2019). TiO2 Coated ZnO Nanorods by Mist Chemical Vapor Deposition for Application as Photoanodes for Dye-Sensitized Solar Cells. *Nanomaterials*, 9. https://doi.org/10.3390/nano9091339
- Zhong, G., Kalam, A., Al-Shihri, A. S., Su, Q., Li, J., & Du, G. (2012). Low-Temperature Growth of Well-Aligned ZnO Nanorods/Nanowires Sheet on Flexible Graphite and Their Photoluminescence Properties. Materials 47(6). Research Bulletin, 1467-1470. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2012.02.038

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis ZnO Menggunakan Metode Solvotermal



L.1.2 Karakterisasi ZnO

L.1.2.1 Karakterisasi dan Analisis ZnO Menggunakan Instrumen XRD

Sampel - Dihaluskan hingga menjadi serbuk halus - Diletakkan pada preparate - Ditempatkan pada sampel holder - Disinari dengan sinar-X - Dilakukan analisa dengan dibandingkan dengan standar ICDD Hasil

L.1.2.2 Karakterisasi dan Analisis ZnO Menggunakan Instrumen XRD

Sampel

- Dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- Ditempatkan pada sampel holder
- Diukur presentase reflektansinya pada panjang gelombang 200-800 nm
- Dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk

Hasil

L.1.2.3 Karakterisasi dan analisis ZnO menggunakan Instrumen SEM

Sampel

- Dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- Ditempatkan pada sampel holder
- Diukur presentase reflektansinya pada panjang gelombang 200-800 nm
- Dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Perhitungan Kadar

Diketahui :

Mr Zn(CH ₃ COO) ₂ ·2H ₂ O	: 219,51 gram/mol
Mr NaOH	: 40 gram/mol
Mr ZnO	: 81 gram/mol

a. $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$

- Massa
$$= \frac{\operatorname{Ar Zn}}{\operatorname{Mr ZnO}} \times \frac{\operatorname{Mr Zn(CH3COO)2\cdot 2H2O}}{\operatorname{Ar Zn}} \times \operatorname{Target}$$
1,097 gram
$$= \frac{65 \operatorname{gram/mol}}{81 \operatorname{gram/mol}} \times \frac{219,51 \operatorname{gram/mol}}{65 \operatorname{gram/mol}} \times \operatorname{Target}$$
Target
$$= \frac{1,097 \operatorname{gram}}{2,71} = 0,4 \operatorname{gram}$$
- Mol
$$= \frac{\operatorname{gram}}{\operatorname{Mr}}$$

$$= \frac{1,097 \operatorname{gram}}{219,51 \operatorname{gram/mol}} = 0,005 \operatorname{mol}$$
- M
$$= \frac{\operatorname{Mol}}{\mathrm{V}}$$

$$= \frac{0,005 \operatorname{mol}}{0,1 \operatorname{L}} = 0,05 \operatorname{M}$$

b. NaOH

- Mol =
$$\frac{\text{gram}}{\text{Mr}}$$

= $\frac{0,1 \text{ gram}}{40 \text{ gram/mol}} = 0,0025 \text{ mol}$
- M = $\frac{\text{Mol}}{\text{V}} = \frac{0,0025 \text{ mol}}{0,02 \text{ L}} = 0,125 \text{ M}$


L.3.1 Data XRD ZnO pH 10 Suhu 120°C

Gambar L.3.1 Difraktogram ZnO pH 10

Tabel L.S.I Data Dillaktografii AKD Zilo pii 10						
2-theta	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I	Int. W	Asym.
(deg)		(cps)	(deg)	(cps deg)	(deg)	factor
4.35(5)	20.3(2)	366(55)	0.73(8)	479(28)	1.3(3)	1.5(6)
8.89(7)	9.94(8)	137(34)	0.65(11)	155(17)	1.1(4)	1.7(9)
31.742(8)	2.8167(7)	4647(197)	0.667(7)	3998(46)	0.86(5)	1.10(6)
33.22(4)	2.695(3)	306(51)	0.77(16)	333(98)	1.1(5)	1.08(5)
34.410(12)	2.6042(9)	3703(176)	0.604(10)	3211(97)	0.87(7)	1.25(11)
36.218(7)	2.4782(4)	7901(257)	0.650(6)	7229(54)	0.91(4)	1.08(5)
47.479(14)	1.9134(5)	1656(117)	0.726(16)	1749(17)	1.06(9)	0.90(8)
56.40(15)	1.630(4)	447(61)	0.89(9)	425(27)	0.95(19)	0.78(10)
56.554(12)	1.6260(3)	2193(135)	0.622(16)	1983(1607)	0.9(8)	0.90(8)
59.12(7)	1.5613(18)	95(28)	0.3(2)	66(15)	0.7(4)	1.0(13)
62.828(12)	1.4779(3)	1979(128)	0.783(10)	1908(20)	0.96(7)	1.07(6)
66.34(5)	1.4079(10)	283(49)	0.76(5)	238(20)	0.8(2)	0.9(3)
67.895(10)	1.37939(18)	1757(121)	0.768(16)	1662(32)	0.95(8)	1.07(6)
69.029(11)	1.3595(2)	891(86)	0.79(3)	868(26)	0.97(12)	1.07(6)
72.47(12)	1.3032(18)	101(29)	0.59(9)	63(12)	0.6(3)	0.7(6)
77.06(3)	1.2365(4)	248(45)	0.79(4)	249(13)	1.0(2)	2.8(4)
81.40(6)	1.1813(7)	119(32)	0.66(15)	168(11)	1.4(5)	1.5(8)
89.60(6)	1.0932(6)	356(54)	0.63(6)	256(29)	0.72(19)	2.1(10)

Tabel L.3.1 I	Data Difraktogram	NRD ZnO	pH 10



Gambar L.3.2 Difraktogram ZnO pH 7 suhu 120°C

Tabel L.3.2 I	Data Difraktogram	XRD ZnO	pH 7	suhu	120°	С
10001 20012 2			P /			~

		U				
2-theta (deg)	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I	Int. W	Asym.
		(cps)	(deg)	(cps deg)	(deg)	factor
31.7409(18)	2.81682(16)	12095(317)	0.251(5)	4515(36)	0.373(13)	0.55(5)
34.478(5)	2.5992(4)	9308(279)	0.234(9)	3146(41)	0.338(14)	2.5(4)
36.255(5)	2.4758(4)	20002(408)	0.264(5)	7902(42)	0.395(10)	0.94(9)
47.554(10)	1.9106(4)	4467(193)	0.282(9)	1887(16)	0.42(2)	0.99(15)
56.603(8)	1.6247(2)	6277(229)	0.303(8)	2838(20)	0.45(2)	1.02(12)
62.871(5)	1.47698(10)	6077(225)	0.250(8)	2481(18)	0.408(18)	0.85(8)
66.388(7)	1.40699(14)	1049(94)	0.166(14)	371(9)	0.35(4)	1.2(3)
67.944(5)	1.37852(9)	4753(199)	0.267(10)	2151(17)	0.45(2)	0.88(9)
69.082(8)	1.35855(14)	2356(140)	0.265(14)	1041(13)	0.44(3)	0.84(14)
72.581(14)	1.3014(2)	363(55)	0.31(3)	155(6)	0.43(8)	0.71(12)
76.942(13)	1.23818(18)	738(78)	0.25(2)	339(8)	0.46(6)	0.9(3)
81.39(3)	1.1814(3)	389(57)	0.29(4)	172(7)	0.44(8)	1.1(5)
89.623(17)	1.09297(16)	1275(103)	0.39(2)	725(27)	0.57(7)	1.4(3)



Gambar L.3.3 Difraktogram ZnO pH 7 suhu 150°C

I abel L	Table E.S.S Data Dillaktogram AKD ZhO pit 7 sund 150 C							
2-theta	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I	Int. W	Asym.		
(deg)		(cps)	(deg)	(cps deg)	(deg)	factor		
31.759(5)	2.8152(4)	9063(275)	0.359(4)	4526(26)	0.499(18)	1.13(7)		
34.428(7)	2.6029(5)	6618(235)	0.345(6)	3240(25)	0.49(2)	1.17(10)		
36.241(4)	2.4767(3)	15133(355)	0.363(4)	7906(34)	0.522(14)	1.04(5)		
47.524(11)	1.9117(4)	3428(169)	0.375(10)	1859(16)	0.54(3)	0.88(12)		
56.589(10)	1.6251(3)	5166(207)	0.386(8)	2868(19)	0.56(3)	1.08(12)		
62.908(9)	1.4762(2)	4394(191)	0.377(10)	2367(19)	0.54(3)	1.8(2)		
66.48(2)	1.4052(4)	641(73)	0.40(2)	333(14)	0.52(8)	3.5(13)		
67.931(11)	1.37874(19)	3538(172)	0.413(10)	2048(23)	0.58(3)	0.96(11)		
69.061(12)	1.3589(2)	1714(120)	0.435(16)	1045(19)	0.61(5)	0.96(11)		
72.60(3)	1.3012(4)	357(55)	0.27(4)	167(8)	0.47(9)	1.5(9)		
76.92(4)	1.2384(5)	499(65)	0.49(3)	314(10)	0.63(10)	0.8(2)		
81.47(5)	1.1804(6)	254(46)	0.51(5)	152(9)	0.60(14)	1.9(10)		
89.559(14)	1.09358(14)	314(51)	0.24(3)	82(12)	0.26(8)	2.0(16)		

Tabal	I 2 2	Data	Difrolatogram		7.0	nU 7	anhu	1500	$\mathbf{\Gamma}$
Taber	L.3.3	Data	Diffaktografi	ΙΛΚΡ		νn /	sunu	130	C
					-				-



Gambar L.3.4 Difraktogram ZnO pH 7 suhu $180^\circ\mathrm{C}$

Tabel L.3.4 Data Difraktogram	XRD ZnO	pH 7	suhu	180°C

140012	1011 2 ata 2 m	Brannin			<u> </u>	
2-theta	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I	Int. W	Asym.
(deg)		(cps)	(deg)	(cps deg)	(deg)	factor
6.564(4)	13.454(9)	10809(300)	0.483(4)	7206(33)	0.67(2)	2.20(10)
13.20(3)	6.704(15)	470(63)	0.61(4)	420(19)	0.89(16)	3.0(10)
15.710(18)	5.636(6)	156(36)	0.28(7)	58(13)	0.37(17)	5(12)
19.66(3)	4.512(8)	422(59)	0.50(6)	391(20)	0.93(18)	0.7(3)
28.12(11)	3.171(13)	234(44)	1.70(10)	423(37)	1.8(5)	1.3(3)
31.815(5)	2.8104(4)	7970(258)	0.219(7)	2566(28)	0.322(14)	2.2(3)
33.127(15)	2.7021(12)	1548(114)	0.43(2)	943(77)	0.61(9)	1.5(3)
33.81(4)	2.649(3)	868(85)	0.92(9)	1033(111)	1.2(2)	0.9(2)
34.461(8)	2.6004(6)	5226(209)	0.237(8)	1738(69)	0.33(3)	1.5(3)
36.284(4)	2.4739(3)	13175(331)	0.228(6)	4681(31)	0.355(11)	1.51(15)
47.562(8)	1.9103(3)	3094(161)	0.243(18)	1303(15)	0.42(3)	1.2(2)
56.613(10)	1.6244(3)	4051(184)	0.282(9)	1576(21)	0.39(2)	1.13(16)
59.23(3)	1.5588(7)	607(71)	0.92(4)	816(29)	1.3(2)	1.6(3)
62.906(6)	1.47623(12)	3707(176)	0.246(8)	1392(17)	0.38(2)	2.2(3)
66.383(14)	1.4071(3)	661(74)	0.17(2)	224(10)	0.34(5)	0.9(4)
67.959(9)	1.37825(15)	2960(157)	0.263(12)	1192(18)	0.40(3)	1.12(17)
69.089(11)	1.35844(19)	1575(115)	0.28(2)	773(17)	0.49(5)	0.9(2)
72.64(4)	1.3006(6)	200(41)	0.39(6)	108(10)	0.54(16)	4(3)
77.00(2)	1.2375(3)	418(59)	0.31(3)	179(9)	0.43(8)	2.3(10)
81.41(2)	1.1812(3)	302(50)	0.18(4)	95(7)	0.32(8)	1.3(9)
89.63(6)	1.0929(6)	118(31)	0.21(14)	26(15)	0.22(19)	1(3)



L.3.5 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

+	Hist		Rp		Rwp		GOF	+
+	1		9.76		5.88		0.2118E+00	



Gambar L.3.5.2 Hasil refinement XRD ZnO pH 7 suhu 150°C

CELL PARAMETERS	= 3.206774 3.206774 5.135274	0.000834 0.000834 0.001376	0.000 0.000 0.000	000 000 000	
RECIPROCAL CELL	= 0.360 0.3	60 0.195	90.000	90.000	60.000
CELL VOLUME	= 45.733128	0.000000			1
Hist Rp	Rwp	GC)F		+
1 6.42	4.60	0.1	050E+00		+
1					

Lampiran 4. Contoh Perhitungan Crystallite Size

Perhitungan *crystallite size* ZnO menggunakan persamaan Debye Scherrer. Data-data untuk perhitungan *crystallite size* ZnO pH 7 yang disintesis pada kondisi suhu 120°C adalah sebagai berikut :

k	: 0,9
λ (Κα)	: 1,54056 Å
β (FWHM)	: 0,264
	$:\frac{0,264}{180} \ge 3,14 = 0,00460$
20	: 36,225
θ	$:\frac{36,225}{2}=18,1125$
$\cos \theta$: 0,95045

Sehingga crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta\cos\theta}$$
$$= \frac{0.9 \times 1.54060}{0.00460 \times 0.95045} = \frac{1.38654}{0.00437} = 317,28604 \text{ Å}$$
$$= 31,728604 \text{ nm}$$

Perhitungan *crystallite size* sampel ZnO yang lain dilakukan dengan cara yang sama.

Tabel L.4.1 Hasil perhitungan crystallite size ZnO hasil sitesis

Material	<i>Crystallite Size</i> (nm)
ZnO pH 10 suhu 120°C	12,862152
ZnO pH 7 suhu 120°C	31,728604
ZnO pH 7 suhu 150°C	22,918016
ZnO pH 7 suhu 180°C	36,680952

L.5.1 Data UV-Vis DRS ZnO







Gambar L.5.1.2 Data UV-Vis DRS ZnO pH 7 suhu 120°C



Gambar L.5.1.3 Data UV-Vis DRS ZnO pH 7 suhu 150°C



Gambar L.5.1.4 Data UV-Vis DRS ZnO pH 7 suhu 180°C

L.5.2 Perhitungan Panjang Gelombang

L.5.2.1 ZnO pH 10



Diketahui :

Eg = 3,13

$$h = \frac{6,626 \ge 10^{-34} j.s}{1,602 \ge 10^{-19} j.s} \ge 1 \ eV = 4,13608 \ge 10^{-15} \ eV.s$$

$$\lambda = \frac{h \ge c}{E} = \frac{(4,13608 \ge 10^{-15}) eV.s \ge (3 \ge 10^{-17})^{nm}/s}{3,13 eV} = 396,43 \text{ nm}$$



Gambar L.5.2.2 Nilai band gap ZnO pH 7 suhu 120°C

Diketahui :

Eg = 3,20 $h = \frac{6,626 \times 10^{-34} j.s}{1,602 \times 10^{-19} j.s} \ge 1 \ eV = 4,13608 \ge 10^{-15} \ eV.s$

$$\lambda = \frac{h \ge c}{E} = \frac{(4,13608 \ge 10^{-15}) \ eV.s \ge (3 \ge 10^{17})^{nm}/s}{3,20 \ eV} = 387,77 \ nm$$



Diketahui :

Eg = 3,19
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ j.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j.s}} \ge 1 \text{ eV} = 4,13608 \ge 10^{-15} \text{ eV.s}$$

$$\lambda = \frac{h \ge c}{E} = \frac{(4,13608 \ge 10^{-15}) eV.s \ge (3 \ge 10^{-17})^{nm}/s}{3,19 eV} = 388,97 \text{ nm}$$



Gambar L.5.2.4 Nilai band gap ZnO pH 7 suhu 180°C

Diketahui :

Eg = 3,23 $h = \frac{6,626 \times 10^{-34} j.s}{1,602 \times 10^{-19} j.s} \times 1 \ eV = 4,13608 \times 10^{-15} \ eV.s$

$$\lambda = \frac{h \ge c}{E} = \frac{(4,13608 \ge 10^{-15}) eV.s \ge (3 \ge 10^{-17})^{nm}/s}{3,23 eV} = 384,16 \text{ nm}$$

L.6.1 Data SEM-EDS Sampel ZnO pH 7 Suhu 120°C



Gambar L.6.1.1 Hasil SEM sampel ZnO pH 7 Suhu 120°C pada perbesaran (a) 5000 dan (b) 10.000



Gambar L.6.1.2 EDS sampel ZnO pH 7 Suhu 120°C

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	А	F
СК	11.45	28.01	203.4	10.34	0.0217	1.2152	0.1563	1.0000
O K	22.66	41.63	1264.96	8.66	0.069	1.1688	0.2606	1.0000
AlK	0.63	0.69	45.92	14.17	0.0018	1.0485	0.2735	1.0009
SiK	0.58	0.61	61.44	12.14	0.0024	1.0729	0.3839	1.0017
ZnK	64.68	29.08	2366.03	2.04	0.5755	0.8785	1.0074	1.0053

Presentase unsur yang terkandung :

L.6.2 Data SEM-EDS Sampel ZnO pH 7 Suhu 150°C



Gambar L.6.2.1 Hasil SEM sampel ZnO pH 7 Suhu 150°C pada perbesaran (a) 5000 dan (b) 10.000



Gambar L.6.2.2 EDS sampel ZnO pH 7 Suhu 150°C

Presentase unsur yang terkandung :

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	А	F
СК	10.64	25.94	233.45	10.27	0.0203	1.2139	0.1572	1.0000
O K	24.12	44.16	1693.54	8.55	0.0752	1.1674	0.2669	1.0000
AlK	0.69	0.75	62.16	13.45	0.002	1.0472	0.2742	1.0009
SiK	0.4	0.41	51.84	14.85	0.0016	1.0716	0.3845	1.0017
ZnK	64.15	28.74	2880.92	2.02	0.5701	0.8773	1.0075	1.0055

L.6.3 Data SEM-EDS Sampel ZnO pH 7 Suhu 180°C



Gambar L.6.3.1 Hasil SEM sampel ZnO pH 7 Suhu 180°C pada perbesaran (a) 5000 dan (b) 10.000



Gambar L.6.3.2 EDS sampel ZnO pH 7 Suhu 180°C

Presentase unsur yang terkandung :

Element	Weight	Atomic	Net Int.	Error	Kratio	Ζ	А	F
	%	%		%				
C K	5.65	14.34	125.96	10.65	0.0106	1.2197	0.1543	1.0000
O K	28.43	54.15	2305.43	8.2	0.0993	1.173	0.2978	1.0000
AlK	0.66	0.74	60.18	13.76	0.0019	1.0523	0.2699	1.0009
SiK	0.54	0.59	72.57	11.93	0.0022	1.0768	0.3795	1.0017
ZnK	64.72	30.18	3009.89	2.00	0.5779	0.8818	1.0072	1.0055



Model	LogNormal				
Equation	y = y0 + A/(sqrt(2*pi)*w*x)*exp(- (ln(x/xc))^2/(2*w^2))				
Plot	Counts				
у0	-0.14318 ± 0.95207				
хс	0.15521 ± 0.00407				
w	0.35736 ± 0.03068				
A	2.51198 ± 0.15989				
Reduced Chi-Sqr	0.95842				
R-Square (COD)	0.99066				
Adj. R-Square	0.98133				

L.6.4 Data SEM-EDS Sampel ZnO pH 7 Suhu 180°C

Gambar L.6.4.1 Hasil analisis distribusi partikel ZnO pH 7 suhu 120°C



Model	LogNormal
	y = y0 +
Equation	A/(sqrt(2*pi)*w*x)*exp(-
	(ln(x/xc))^2/(2*w^2))
Plot	Counts
у0	2.46704 ± 1.35128
хс	1.08421 ± 0.07062
w	0.29517 ± 0.08417
A	15.14932 ± 3.36934
Reduced Chi-Sqr	6.0848
R-Square (COD)	0.93055
Adj. R-Square	0.86111

Gambar L.6.4.2 Hasil analisis distribusi partikel ZnO pH 7 suhu 150°C



Gambar L.6.4.3 Hasil analisis distribusi partikel ZnO pH 7 suhu 180°C