

PERPUSTAKAAN UNIV. NEGERI PADANG
TELAH TERDAFTAR

LAPORAN TAHUNAN : SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANO
PARTIKEL ZnO MELALUI PROSES ...

PENELITIAN HIBAH BERSAING PENCARANG: SHERLY KASUMA WARDA NINGSIH

JENIS : LAPORAN PENELITIAN

NOMOR : 249 / UN. 35.13 / EK / KI / 2015

TANGGAL : 30 NOVEMBER 2015



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ZnO MELALUI
PROSES SOL-GEL UNTUK BAHAN SOLAR-CELL**

Tahun Ke- 1 dari rencana 2 tahun

**Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si (0014098402)
Miftahul Khair, S.Si, M.Sc (0021097702)**

Dibiayai oleh:

**DIPA Dirjen Dikti Kemendikbud sesuai dengan Surat Penugasan Pelaksanaan
Hibah Penelitian Skema Penelitian Hibah Bersaing (Baru) Melalui DIPA (Daftar
Isian Pelaksanaan Anggaran) Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi
Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan
Nomor: 023.04.1.673453/2015 tanggal 14 November 2014**

**UNIVERSITAS NEGERI PADANG
NOVEMBER 2015**


HALAMAN PENGESAHAN

Judul Penelitian : "Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO Melalui Proses Sol- Gel Untuk Bahan Solar-Cell"

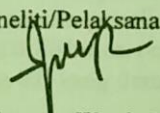
Peneliti/Pelaksana :
Nama Lengkap : Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si
NIDN : 0014098402
Jabatan Fungsional : Lektor
Program Studi : Kimia
Nomor HP : 081363166768
Alamat Surel(e-mail) : sherly_kasuma@yahoo.com


Anggota (1)
Nama Lengkap : Miftahul Khair, S.Si, M.Sc
NIDN : 0021097702
Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Padang

Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 1 dari rencana 2 tahun
Biaya Tahun Berjalan : Rp. 52.000.000,-
Biaya Penelitian keseluruhan : Rp. 126.406.000,-

Mengetahui
Dekan

(Prof. Dr. H. Lufri, M.S)
NIP. 19610510 198703 1 020

Padang, 30 Oktober 2015
Ketua Peneliti/Pelaksana


(Sherly Kasuma Warda N, S.Si, M.Si)
NIP. 19840914 200812 2 004


Menyetujui,
Lembaga Penelitian
Universitas Negeri Padang
(D. Alwen Bentri, M.Pd)
NIP. 19610722 198602 1 002

PENGANTAR

Kegiatan penelitian dapat mendukung pengembangan ilmu pengetahuan serta terapannya. Dalam hal ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang berusaha mendorong dosen untuk melakukan penelitian sebagai bagian internal dari kegiatan Tri Dharma Perguruan Tinggi, baik yang secara langsung dibiayai dengan dana Universitas Negeri Padang, BOPTN maupun dari sumber lain yang relevan atau bekerja sama dengan instansi terkait.

Sehubungan dengan itu, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang bekerja sama dengan Direktorat Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat, Ditjen Dikti Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan RI telah mendanai skema **Penelitian Hibah Bersaing** yang berjudul *Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO Melalui Proses Sol-Gel Untuk Bahan Solar Cell* atas nama SHERLY KASUMA WARDA NINGSIH, S.Si., M.Si, dibiayai oleh DIPA Dirjen Dikti Kemendikbud sesuai dengan Surat Penugasan Hibah Skema Penelitian Hibah Bersaing melalui DIPA (Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran) Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan nomor: 023.04.1.673453/2015 tanggal 14 November 2014.

Kami menyambut gembira usaha yang dilakukan peneliti untuk menjawab berbagai permasalahan pembangunan, khususnya yang berkaitan dengan permasalahan penelitian tersebut di atas. Dengan selesainya penelitian ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang telah dapat memberikan informasi yang dapat dipakai sebagai bagian upaya penting dalam peningkatan mutu pendidikan pada umumnya. Di samping itu, hasil penelitian ini juga diharapkan memberikan masukan bagi instansi terkait dalam rangka penyusunan kebijakan pembangunan.

Hasil penelitian ini telah ditelaah oleh tim pembahas usul dan laporan hasil penelitian. Mudah-mudahan penelitian ini bermanfaat bagi pengembangan ilmu pada umumnya, dan peningkatan mutu staf akademik Universitas Negeri Padang.

Pada kesempatan ini, kami ingin mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang membantu pelaksanaan penelitian ini. Secara khusus, kami menyampaikan terima kasih kepada Direktur Penelitian dan Pengabdian Masyarakat, Ditjen Dikti Kemendikbud yang telah memberikan dana untuk pelaksanaan penelitian tahun 2015. Kami yakin tanpa dedikasi dan kerja sama yang baik dari Ditlitabmas, penelitian ini tidak dapat diselesaikan sebagaimana yang diharapkan. Semoga hal yang demikian akan lebih baik lagi di masa yang akan datang.

Terima kasih.



Padang, November 2015
Ketua Lembaga Penelitian
Universitas Negeri Padang

Dr. Alwen Bentri, M.Pd.
NIP. 19610722 198602 1 002

RINGKASAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ZnO MELALUI PROSES SOL-GEL UNTUK BAHAN SOLAR-CELL

(Sherly Kasuma Warda Ningsih ¹⁾ dan Miftahul Khair ²⁾

Sintesis dan karakterisasi ZnO nanopartikel telah dilakukan dengan menggunakan proses sol-gel. Pada penelitian ini pembuatan ZnO dilakukan dengan variasi prekursor atau bahan dasar yaitu zink asetat dihidrat, zink klorida, zink sulfat heptahidrat dan zink nitrat heksahidrat. Pelarut yang digunakan yakni aquadest, metanol, etanol, 2-propanol. Zat aditif yang digunakan yakni urea dan etilen glikol dan monoetanolamin (MEA). *Precipitation agent* yang digunakan adalah larutan NaOH dan KOH. Powder ZnO dihasilkan dengan pengeringan larutan pada suhu 100-110 °C selama ± 1 jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada variasi suhu 400-600 °C selama ± 1 jam. Hasil yang diperoleh adalah bubuk atau powder putih. Analisis XRF pada sampel ZnO yang disintesis dengan menggunakan zink asetat dihidrat memberikan hasil bahwa komposisi ZnO pada sampel adalah sekitar 97%. Analisis FTIR untuk sampel NiO memberikan hasil bahwa pada bilangan gelombang sekitar 800-400 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan Zn-O. Powder ZnO dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk melihat struktur kristal dan ukuran kristal. Struktur Kristal ZnO yang dihasilkan memiliki struktur heksagonal (*wurtzite*) dengan ukuran kristal yang bervariasi untuk masing-masing variasi. Mikrograf SEM memperlihatkan morfologi ZnO berbentuk *sperik*, *bongkahan*, *agglomerasi* dan *near flower like*.

Key Words: nanopartikel ZnO, prekursor, additive, sol-gel, wurtzite, sperik

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN	i
RINGKASAN	ii
DAFTAR ISI	iii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	iv
DAFTAR LAMPIRAN	x
BAB 1.PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	2
BAB 2.TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Zink Oksida (ZnO).....	4
2.2. Metanol	5
2.3. Etanol	6
2.4. Isopropanol	6
2.5. Monoetanolamin (MEA).....	7
2.6. Natrium hidroksida (NaOH)	7
2.7. Kalium hidroksida (KOH)	7
2.8. Etilen Glikol(EG).....	7
2.9. Urea.....	8
2.10 Zink asetat dihidrat	8
2.11 Zink klorida.....	8
2.12 Zink sulfat heptahidrat	8
2.13 Zink nitrat heksahidrat	8
2.14 Proses Sol-Gel.....	9
2.15 X-Ray Diffraction (XRD)	11
2.16 Scanning Electron Microscopy (SEM)	13
2.17 Fourier Transform Infrared (FTIR).....	14
2.18 X-Ray Fluorescence (XRF)	15

BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	17
3.1 Tujuan Penelitian	17
3.2 Manfaat Penelitian	18
BAB 4. METODE PENELITIAN.....	19
BAB 5. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	24
BAB 6. RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA	68
BAB 7. KESIMPULAN DAN SARAN.....	69
DAFTAR PUSATAKA.....	70

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Hasil pengamatan secara visual pembuatan sol zink oksida dengan variasi prekursor	24
Tabel 2. Hasil pengamatan powder zink oksida setelah pengeringan dengan oven.....	25
Tabel 3. Hasil pengamatan powder zink oksida dengan variasi prekursor.....	26
Tabel 4. Hasil pengamatan secara visual pembuatan sol zink oksida Dengan variasi pelarut.....	26
Tabel 5. Hasil pengamatan powder zink oksida setelah pengeringan dengan oven.....	27
Tabel 6. Hasil pengamatan secara visual powder zink oksida (ZnO) Dengan variasi pelarut.....	28
Tabel 7. Hasil pengamatan secara visual pembuatan sol zink oksida (ZnO) dengan variasi additive	28
Tabel 8. Hasil pengamatan powder zink oksida setelah pengeringan dengan oven.....	28
Tabel 9. Hasil pengamatan secara visual powder zink oksida dengan aditif.....	29
Tabel 10. Hasil pengamatan secara visual powder zink oksida dengan aditif.....	29
Tabel 11. Hasil pengamatan secara visual powder zink oksida (ZnO) Dengan variasi suhu kalsinasi	30
Tabel 12. Data XRF sampel (ZnO) hasil sintesis dengan menggunakan Zink asetat dihidrat	30
Tabel 13. Data XRF sampel (ZnO) hasil sintesis dengan menggunakan Zink klorida	32
Tabel 14. Data XRF sampel (ZnO) hasil sintesis dengan menggunakan Zink sulfat heptahidrat.....	35
Tabel 15. Data FWHM nanopartikel ZnO disintesis menggunakan zink asetat dihidrat	36
Tabel 16. Data FWHM nanopartikel ZnO disintesis menggunakan zink klorida.....	37
Tabel 17. Data FWHM nanopartikel ZnO disintesis menggunakan zink Sulfat heptahidrat	41

Tabel 18. Data FWHM nanopartikel ZnO disintesis menggunakan urea sebagai aditif.....	42
Tabel 19. Data FWHM nanopartikel ZnO disintesis menggunakan etilen glikol sebagai aditif	44
Tabel 20. Data FWHM dan ukuran kristal ZnO disintesis pada suhu 400 °C	44
Tabel 21. Data FWHM dan ukuran kristal ZnO disintesis pada suhu 600 °C.....	45

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Powder ZnO	4
Gambar 2. Struktur wurtzite	5
Gambar 3. Struktur Zinkblende	5
Gambar 4. Struktur geometri isopropanol	6
Gambar 5. Bagan proses sol-gel	9
Gambar 6. Diagram alat difraksi sinar-X.....	13
Gambar 7. Peralatan SEM.....	14
Gambar 8. Kurva XRF sampel ZnO menggunakan zink asetat dihidrat	30
Gambar 9. Kurva XRF sampel ZnO menggunakan zink klorida..	31
Gambar 10. Kurva XRF sampel ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat.....	32
Gambar 11. Kurva FTIR sampel ZnO menggunakan zink asetat dihidrat	33
Gambar 12. Kurva FTIR sampel ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat.....	33
Gambar 13. Pola XRD powder zink oksida dengan prekursor zink asetat dihidrat	34
Gambar 14. Pola XRD powder zink oksida dengan prekursor zink klorida	35
Gambar 15. Pola XRD powder zink oksida dengan prekursor zink sulfat heptahidrat.....	36
Gambar 16. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut aquadest.....	37
Gambar 17. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut metanol.....	38
Gambar 18. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut 2-propanol	39
Gambar 19. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut etanol.....	40
Gambar 20. Pola XRD powder zink oksida dengan penambahan Urea+KOH.....	41

Gambar 21. Pola XRD powder zink oksida dengan penambahan Etilen glikol+KOH.....	42
Gambar 22. Pola XRD powder zink oksida pada suhu 110 °C (tanpa kalsinasi)	43
Gambar 23. Pola XRD powder zink oksida pada suhu 400 °C.....	44
Gambar 24. Pola XRD powder zink oksida pada suhu 600 °C.....	45
Gambar 25. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink asetat dihidrat (perbesaran 500x)	46
Gambar 26. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink asetat dihidrat (perbesaran 5000x)	47
Gambar 27. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink asetat dihidrat (perbesaran 10000x)	47
Gambar 28. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink klorida (perbesaran 500x)	48
Gambar 29. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink klorida (perbesaran 5000x)	48
Gambar 30. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink klorida (perbesaran 10000x)	49
Gambar 31. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat (perbesaran 500x)	49
Gambar 32. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat (perbesaran 5000x)	50
Gambar 33. Foto SEM powder ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat (perbesaran 10000x)	50
Gambar 34. Foto SEM powder ZnO menggunakan aquadest (perbesaran 500x)	52
Gambar 35. Foto SEM powder ZnO menggunakan aquadest (perbesaran 5000x)	53
Gambar 36. Foto SEM powder ZnO menggunakan aquadest (perbesaran 10000x)	53
Gambar 37. Foto SEM powder ZnO menggunakan metanol (perbesaran 500x)	54
Gambar 38. Foto SEM powder ZnO menggunakan metanol (perbesaran 5000x)	54
Gambar 39. Foto SEM powder ZnO menggunakan metanol (perbesaran 10000x)	55
Gambar 40. Foto SEM powder ZnO menggunakan 2-propanol (perbesaran 500x)	55

Gambar 41. Foto SEM powder ZnO menggunakan 2-propanol (perbesaran 5000x)	56
Gambar 42. Foto SEM powder ZnO menggunakan 2-propanol (perbesaran 10000x)	56
Gambar 43. Foto SEM powder ZnO menggunakan etanol (perbesaran 500x)	57
Gambar 44. Foto SEM powder ZnO menggunakan etanol (perbesaran 5000x)	57
Gambar 45. Foto SEM powder ZnO menggunakan etanol (perbesaran 10000x)	58
Gambar 46. Foto SEM powder ZnO menggunakan etilen glikol (perbesaran 500x)	58
Gambar 47. Foto SEM powder ZnO menggunakan etilen glikol (perbesaran 5000x)	60
Gambar 48. Foto SEM powder ZnO menggunakan etilen glikol (perbesaran 10000x)	61
Gambar 49. Foto SEM powder ZnO menggunakan urea (perbesaran 500x)	61
Gambar 50. Foto SEM powder ZnO menggunakan urea (perbesaran 5000x)	62
Gambar 51. Foto SEM powder ZnO menggunakan urea (perbesaran 10000x)	62
Gambar 52. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 400 °C (perbesaran 500x)	63
Gambar 53. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 400 °C (perbesaran 5000x)	64
Gambar 54. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 400 °C (perbesaran 10000x)	65
Gambar 55. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 600 °C (perbesaran 500x)	65
Gambar 56. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 600 °C (perbesaran 5000x)	66
Gambar 57. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 600 °C (perbesaran 10000x)	66

BAB 1.

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penelitian tentang semikonduktor dalam ukuran nanometer sangat berkembang pada dekade terakhir. Hal ini disebabkan semikonduktor memiliki sifat yang sangat potensial yaitu sifat elektrik dan sifat optik. Selain itu juga memiliki sifat kimia yang baik yaitu dengan cara merubah ukuran partikelnya.

Zink oksida (ZnO) merupakan salah satu contoh semikonduktor tipe- n. ZnO merupakan material unik yang memiliki *band gap* sekitar 3,37 eV dan *exciton binding energy* (energy ikat eksitasi) yang tinggi sekitar 60 meV pada suhu kamar, sehingga sangat berguna dalam peralatan optik sinar biru dan ultra violet (UV). Sifat optik ZnO sangat dipengaruhi oleh struktur energi pita (*band energy*) dan dinamika kisi (lattice).

ZnO merupakan salah satu oksida logam yang banyak diaplikasikan sebagai *surface acoustic wave* (SAW), spintronik, sel surya hybrid, LED dan elektroda transparan sebagai elektroda alternatif pengganti *Indium Thin Oxide* (ITO) dan FTO. ZnO juga banyak diaplikasikan untuk sensor gas, varistor, photoprinting, solar cell, emisi pada sinar UV, konduktor transparan, piezoelektrik dan luminisensi pada temperatur tinggi.

Pada bidang kimia material, ZnO seringkali dikenal dengan semikonduktor II-VI. Hal ini dikarenakan zink (Zn) dan Oksigen (O) berada pada golongan 2 dan 6 pada sistem periodik. Semikonduktor ini memiliki sifat-sifat yang khas dan menarik, diantaranya transparansinya bagus, mobilitas elektron yang tinggi, *bandgap* yang lebar, luminisensi pada temperatur kamar yang tinggi. Dengan sifat khas dari ZnO ini sehingga dapat diaplikasikan sebagai elektroda transparan pada LCD (*Liquid Crystal Display*), fotodetektor UV, diode antar molekul dengan tipe p-n junction.

ZnO adalah material transparan pada cahaya tampak (visible) dan dengan sinar UV memberikan panjang gelombang warna biru. ZnO juga dapat diaplikasikan pada bidang biomedik karena memiliki sifat *bio-safe* dan *biocompatible*.

Ukuran dan morfologi material ZnO bergantung pada sifat fisik dan kimia. ZnO dalam skala nano yang memiliki aplikasi penting pada teknologi. Jenis nanostruktur ZnO satu dimensi (1-D) terdiri-dari *nanobelt*, *nanotube* dan *nanowire*. Sifat material nanostruktur sangat dipengaruhi oleh bentuk dan struktur. Nanopartikel ZnO dalam bentuk nanowire dan nanorod

merupakan material yang sangat penting dalam skala nanometer dalam aplikasi elektronik dan peralatan foton karena memiliki sifat fisika dan kimia yang unik.

Nanopowder ZnO dapat disintesis dengan berbagai metoda. Nanopartikel ZnO dapat dibuat dengan menggunakan metoda *solid state*. Metoda *solid state* ini memiliki kelemahan diantaranya memerlukan suhu yang tinggi sehingga konsumsi energinya besar dan sulit mengontrol ukuran partikelnya. Metoda lain dalam pembuatan ZnO adalah metoda pengendapan (*precipitation*), metoda hidrotermal dan metoda solvothermal menggunakan peralatan yang lebih kompleks. Pembuatan ZnO nanopartikel telah dilakukan sebelumnya dengan menggunakan temperatur tinggi ($>950\text{ }^{\circ}\text{C}$) menghasilkan ZnO 1-D jenis *nanowire*. Akan tetapi proses ini memerlukan energi yang besar.

Pada penelitian ini, nanopartikel ZnO akan disintesis dengan menggunakan proses sol-gel. Metoda sol-gel merupakan suatu metoda yang digunakan untuk pembentukan bahan-bahan anorganik melalui suatu reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu relatif rendah. Metoda sol-gel memiliki kelebihan diantaranya adalah kehomogenan powder yang dihasilkan lebih baik, kemurniannya tinggi, suhu yang digunakan relatif rendah, Adapun prekursor yang digunakan adalah zink asetat dihidrat, zink klorida, zink sulfat heptahidrat dan zink nitrat heksahidrat dengan menggunakan variasi pelarut yakni aquades, metanol, etanol dan 2-propanol serta menggunakan aditif MEA, EG dan urea sebagai penstabil (*dissolution agent*). Variasi prekursor dan pelarut bertujuan untuk melihat mikrostruktur yang paling bagus dari sol ZnO. ZnO yang diharapkan adalah yang memiliki ukuran sangat kecil sehingga luas permukaan besar dan sangat bagus diaplikasikan untuk fotokatalis, solar cell dan sensor gas.

1.2 Perumusan Masalah

Dari penelitian yang diketahui sebelumnya bahwa pembuatan nanopartikel ZnO belum dilakukan dengan menggunakan zink asetat, zink klorida, zink sulfat dan zink nitrat dengan berbagai variasi pelarut (aquades, metanol, dan isopropanol) serta aditif MEA, EG dan urea melalui proses sol gel. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian dengan rumusan masalah sebagai berikut:

1. Apakah nanopartikel ZnO dapat terbentuk dengan menggunakan zink asetat sebagai prekursor?
2. Apakah dengan menggunakan pelarut yang berbeda berpengaruh terhadap struktur kristal ZnO yang dihasilkan?

3. Apakah dengan menggunakan precursor yang berbeda berpengaruh terhadap struktur Kristal ZnO yang dihasilkan?
4. Apakah dengan menggunakan aditif yang berbeda berpengaruh terhadap struktur kristal ZnO yang dihasilkan?
5. Bagaimana morfologi permukaan nanopartikel ZnO yang dihasilkan melalui proses sol-gel?
6. Berapa ukuran partikel ZnO menggunakan metoda Scherrer?
7. Bagaimana analisis fungsional group dari ZnO yang dihasilkan dengan menggunakan spektroskopi FTIR?

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zink Oksida (ZnO)

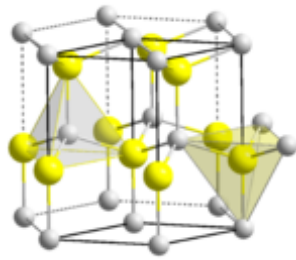
Logam dan non logam dapat membentuk senyawa biner dengan zink kecuali gas mulia. Oksida ZnO memiliki warna putih (Gambar 1) dan hampir tidak larut dalam larutan netral. ZnO memiliki sifat amfoter dan dapat larut dalam asam dan basa kuat. ZnO dapat digunakan sebagai aditif pada produk-produk dan material plastik, keramik, kaca, semen dan *pulpdent* (semen yang digunakan untuk menambal gigi), pelumas. Pada umumnya produksi ZnO komersil dilakukan dengan cara sintesis.



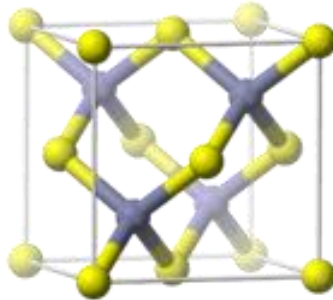
Gambar 1. Powder ZnO

ZnO merupakan jenis semikonduktor II-VI mempunyai celah pita yang lebar. Doping asli semikonduktor adalah tipe-n. dengan besarnya lebar celah pita maka ZnO sangat banyak diaplikasikan sebagai elektroda transparan dalam teknologi fotovoltaik, piranti potoelektroluminisensi, dan material untuk piranti pemancar ultraviolet. ZnO adaah material semikonduktor yang menghasilkan luminisens biru sampai hijau kekuningan. Material ZnO sangat menarik karena dapat digunakan dalam berbagai aplikasi yakni sebagai peralatan mikroelektronik, optoelektronik, katalis, pigmen, sensor gas dan aditif pada kosmetik.

ZnO memiliki tiga alotropi yaitu heksagonal (*wurtzite*), kubik (*zinblend*) dan kubik jarang (*rocksalt*). Struktur wurtzite merupakan struktur ZnO yang paling stabil pada temperatur kamar. Bentuk zinblend dapat distabilkan dengan menumbuhkan ZnO pada substrat dengan struktur kisi kubik.



Gambar 2. Struktur Wurtzite



Gambar 3. Struktur Zincblende

Penelitian tentang material ZnO sangat ekstensif di seluruh dunia karena ZnO memiliki sifat yang unik sehingga bisa dimanfaatkan untuk berbagai jenis aplikasi. Material ZnO digunakan untuk aplikasi elektronik seperti LED, sensor dan sel surya.

Adapun sifat-sifat dari material ZnO adalah sebagai berikut:

1. Berat molekul ZnO adalah 81,4 g/mol
2. Berat jenis sebesar 5,6 g/mL
3. Indeks bias 2,0041
4. Titik didih sekitar 2360 °C
5. Titik leleh 1975 °C
6. Warnanya putih

2.2 Metanol

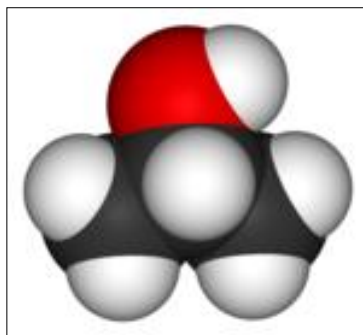
Metanol dikenal juga dengan metil alkohol merupakan senyawa kimia dengan rumus kimia CH_3OH . Metanol merupakan bentuk alkohol paling sederhana. Pada keadaan atmosfer metanol merupakan cairan yang ringan, mudah menguap (volatil), mudah terbakar dan beracun dengan bau yang khas (berbau lebih ringan daripada etanol). Metanol memiliki massa molekul relative 32.04 g/mol, densitas 0,7918 g/mL, titik lebur $-97\text{ }^\circ\text{C}$ dan titik didih $64,7\text{ }^\circ\text{C}$.

2.3 Etanol

Etanol disebut juga dengan etil alkohol, alkohol murni, alkohol absolute atau alkohol saja. Etanol merupakan cairan yang mudah menguap, mudah terbakar, tidak berwarna dan merupakan alkohol yang paling banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Etanol termasuk ke dalam alkohol rantai tunggal dengan rumus kimia C_2H_5OH dan rumus empiris C_2H_6O . etanol merupakan isomer konstitusional dari dimetil eter. Sifat fisik etanol dipengaruhi oleh keberadaan gugus hidroksil dan pendeknya rantai karbon etanol. Gugus hidroksil dapat berpartisipasi ke dalam ikatan hydrogen, sehingga membuatnya cair dan lebih sulit menguap daripada senyawa organik lainnya dengan massa molekul yang sama. Etanol merupakan pelarut yang larut dalam air dan pelarut organik lainnya seperti asam asetat, aseton, benzene, kloroform, dietil eter dan etilen glikol. Etanol memiliki massa molar 46,07 g/mol, densitas 0,789 g/mL, titik lebur $114,3\text{ }^{\circ}C$ dan titik didih $78,4\text{ }^{\circ}C$.

2.4 Isopropanol

Isopropanol atau propan-2-ol, merupakan jenis pelarut yang tidak berwarna, mudah terbakar dan mempunyai bau yang kuat. Isopropanol memiliki rumus kimia $CH_3CHOHCH_3$ dengan massa molekul relatif 60,10 g/mol, titik lebur $-89\text{ }^{\circ}C$ serta titik didih $82,3\text{ }^{\circ}C$.



Gambar 4. Struktur geometri isopropanol

2.5 Monoetanolamin (MEA)

Aditif merupakan zat yang ditambahkan ke dalam larutan, dalam hal ini berfungsi sebagai penstabil (*stabilization agent*) dan juga sebagai pembantu kelarutan (*dissolution agent*). Dalam penelitian ini digunakan monoethanolamin (MEA) sebagai aditif. Keunikan dari senyawa alkanolamin adalah mempunyai gugus hidroksil ($-OH$) dan donor elektron nitrogen

(N). MEA merupakan turunan amonia dimana satu atom hidrogennya digantikan oleh gugus $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$. MEA mempunyai massa molekul relatif sebesar 61,08 g/mol, massa jenis sebesar 1,09 g/mL, titik didih MEA 171 °C, titik lelehnya 11 °C dan pHnya sekitar 11,8. MEA merupakan cairan putih transparan, bersifat higroskopis, dan berbau khas seperti ammonia. MEA dapat larut dalam air, metanol dan aseton. DEA dapat digunakan sebagai pengemulsi dan pembantu pendispersian berbagai reaksi kimia dalam bidang pertanian, kosmetik, surfaktan, emulsifier dan dalam bidang farmasi. Keunikan dari senyawa ini adalah mempunyai gugus hidroksil dan nitrogen sebagai donor elektron. Rumus molekul MEA adalah $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.

2.6 Natrium hidoksida (NaOH)

Natrium hidoksida (NaOH) merupakan sejenis basa logam kaustik. NaOH dikenal juga dengan soda kaustik atau soda api. NaOH membentuk larutan alkalin yang kuat jika dilarutkan dalam air. NaOH murni berbentuk padatan putih dan terdapat dalam bentuk pelet serpihan, butiran ataupun larutan jenuh.

2.7 Kalium hidoksida (KOH)

Kalium hidoksida merupakan senyawa kimia dengan rumus senyawa KOH dengan nilai massa molekul relatif 56,11 g/mol. Titik didih KOH 1320 °C, titik lelehnya 406 °C.

2.8 Etilen Glikol (EG)

Etilen glikol adalah senyawa organik yang memiliki nama IUPAC 1,2 etanadiol dengan rumus kimia $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$. Massa molekul relatif EG adalah 62.07 g/mol. Densitas EG sebesar 1.1132 g/mL. EG dapat larut pada hampir semua pelarut. EG merupakan cairan yang tidak berbau (*odorless*) dan tidak berwarna (*colorless*).

2.9 Urea

Urea adalah senyawa organik dengan nama IUPAC diaminometanal. Nama lainnya adalah karbamida. Rumus senyawa urea adalah $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ dengan massa molekul relatif 60.07 g/mol. Urea adalah padatan berwarna putih yang tidak berbau.

2.10 Zink asetat dihidrat

Zink asetat dihidrat merupakan garam dengan rumus kimia $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Zink asetat dihidrat merupakan padatan putih dengan massa molekul relatif 219,50 g/mol, densitasnya $1,735 \text{ g/cm}^3$. Garam zink asetat ini dapat larut dalam air dan pelarut alkohol. Zink asetat dihidrat dapat terdekomposisi pada suhu $237 \text{ }^\circ\text{C}$.

2.11 Zink klorida

Zink klorida merupakan senyawa kimia dengan rumus ZnCl_2 . ZnCl_2 merupakan padatan putih kristalin, mudah larut dalam air, etanol, gliserol dan aseton. Massa molekul relatif ZnCl_2 adalah $136,315 \text{ g/mol}$, tidak berbau, densitas $2,907 \text{ g/cm}^3$, titik leleh $292 \text{ }^\circ\text{C}$, titik didih $756 \text{ }^\circ\text{C}$.

2.12 Zink sulfat heptahidrat

Zink sulfat heptahidrat adalah senyawa kristalin putih dengan rumus $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Massa molekul relatifnya $287,53 \text{ g/mol}$, terdekomposisi pada suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$. Kegunaan utama zink sulfat heptahidrat adalah untuk bahan sintesis, sebagai koagulan pada industri rayon, digunakan sebagai prekursor dalam pembuatan pigmen litopon.

2.13 Zink nitrat heksahidrat

Zink nitrat heksahidrat adalah senyawa kimia yang berbentuk padatan atau kristal putih dengan rumus kimia $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Massa molekul relatif zink nitrat heksahidrat adalah $297,49 \text{ g/mol}$, densitas $2,065 \text{ g/cm}^3$, titik leleh $36,4 \text{ }^\circ\text{C}$, pada suhu $125 \text{ }^\circ\text{C}$ akan terdekomposisi. Zink nitrat heksahidrat dapat larut dalam air dan alkohol.

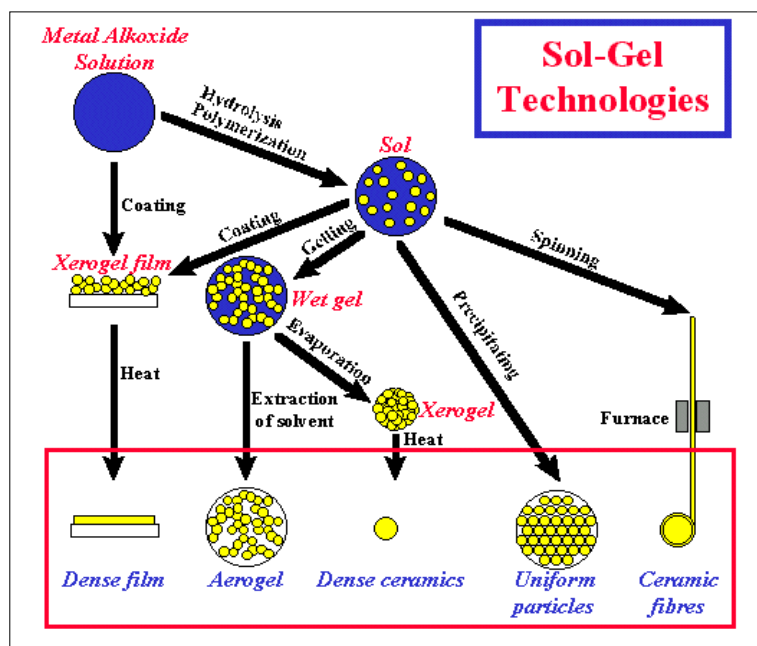
2.14 Proses Sol-Gel

Metoda sol-gel merupakan suatu metoda yang digunakan untuk pembentukan bahan-bahan anorganik melalui suatu reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu relatif rendah. Metoda sol-gel muncul sebagai metoda pembentukan keramik dan kaca dengan kualitas tinggi. Metoda ini sering kali digunakan di bidang keramik, komposit, polimer, kontak lensa dan fiber karena kemampuannya menghasilkan bahan yang halus, seragam, homogen serta kemurniannya tinggi.

Judeinsten Sanches mendefenisikan metoda sol-gel merupakan suatu metoda untuk penyebaran bahan anorganik dalam suatu larutan melalui pertumbuhan logam oksopolimer.

Prinsip dasar sol-gel adalah pembentukan larutan prekursor dari senyawa yang diinginkan dalam pelarut organik, polimerisasi larutan, untuk pembentukan gel, pengeringan dan pembakaran gel untuk menghilangkan senyawa organik serta membentuk oksida anorganik akhir.

Proses sol-gel mempunyai dua metoda yang dikenal dengan metoda alkoksida dan metoda koloid. Metoda alkoksida yaitu metoda sol-gel yang menggunakan logam alkoksida sebagai prekursor, sedangkan metoda koloid yaitu metoda sol-gel yang menggunakan selain alkoksida sebagai prekursor seperti nitrat, karboksilat, asetil asetonat dan klorida.



Gambar 5. Bagan proses sol-gel

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses sol-gel

Beberapa faktor yang mempengaruhi proses sol-gel adalah:

1. Senyawa logam (prekursor)

Senyawa alkoksida merupakan senyawa yang paling umum digunakan sebagai prekursor pada proses sol-gel karena tersedia secara komersial. Persyaratan umum precursor yang akan digunakan yaitu harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Perbedaan senyawa logam yang digunakan sebagai prekursor dalam proses sol-gel akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori dan luas permukaan gel (Sakka, 1994). Saat pemanasan senyawa organik yang terikat di dalam

senyawa logam alkoksida akan mengalami penguraian, sehingga suhu pembentukan lebih rendah dibandingkan dengan cara konvensional yang menggunakan oksida logamnya sebagai prekursor.

2. Pelarut

Pelarut digunakan untuk melarutkan bahan dasar agar didapat bahan yang lebih homogen. Pelarut pada umumnya dapat mengontrol waktu pembentukan gel, morfologi partikel dan ukuran partikel. Pelarut dapat dikelompokkan sebagai pelarut polar, nonpolar, protik dan aprotik. Pemakaian pelarut tergantung pada bahan asal yang digunakan. Bila bahan sangat reaktif maka digunakan pelarut nonpolar sedangkan bila bahan dasar kurang reaktif digunakan pelarut polar. Pelarut yang biasanya digunakan dalam reaksi pembentukan suatu larutan adalah alkohol, karena alkohol mempunyai tekanan uap yang tinggi pada suhu kamar dan mudah menguap pada saat pemanasan.

3. Suhu

Suhu mempengaruhi kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang dilakukan pada suhu lebih tinggi dari suhu kamar maka laju hidrolisis dan kondensasi akan lebih cepat sehingga pembentukan gel cepat terbentuk.

4. Aditif

Penggunaan aditif yang tepat akan menghasilkan larutan yang stabil dan homogen. Aditif berfungsi untuk menstabilkan logam alkoksida (*stabilization agent*) dan juga sebagai pembantu kelarutan (*dissolution agent*). Aditif sangat berpengaruh pada struktur mikrogel dan dapat mempercepat atau memperlambat pembentukan gel. Perbedaan daya kompleks dari aditif yang digunakan menyebabkan terjadinya perbedaan waktu dan mekanisme pembentukan gel.

Kelebihan dan kekurangan metoda sol-gel

Metoda sol-gel memiliki kelebihan dibandingkan dengan metoda konvensional. Kelebihan metoda sol-gel adalah sebagai berikut:

1. Kehomogenan yang lebih baik.
2. Kemurnian yang relatif tinggi.
3. Suhu yang digunakan relatif rendah.
4. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil.
5. Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa.
6. Dapat mengurangi pencemaran udara.

7. Menghasilkan produk berupa film tipis.

Walaupun metoda sol-gel sangat sederhana, masih terdapat kekurangan-kekurangan diantaranya adalah:

1. Memerlukan bahan dasar yang relatif mahal.
2. Masa pemrosesan yang relatif lama.
3. Terbentuknya sisa hidroksil dan karbon.
4. Terjadi penyusutan yang besar dalam pemrosesan.
5. Menggunakan larutan organik yang berbahaya bagi kesehatan.
6. Sukar untuk mendapatkan produk yang bebas dari pecahan pada waktu pengeringan.

Kekurangan dari metoda sol-gel bukanlah suatu hambatan dalam pengembangannya, karena metoda ini mempunyai kemampuan untuk menghasilkan suatu bahan yang memiliki sifat-sifat spesifik.

2.15 X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang $0,5 - 2,0 \text{ \AA}$. Sinar-X dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tinggi. Elektron itu mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke tempat kosong dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X.

Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik, akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. Bila berkas elektron menjatuhkan suatu kristal, maka sinar-X yang terbentuk akan dihamburkan. Panjang gelombang hamburan ini keluar dari seluruh atom dalam sampel dan interferensi dari radiasi hamburan yang berasal dari atom-atom yang berbeda menyebabkan intensitas berbeda.

Ketika pancaran elektron berenergi tinggi mengenai suatu target material, maka akan terjadi interaksi dengan elektron-elektron dari target. Pancaran tersebut berhubungan dengan energi maksimum dari elektron untuk menembus atom target. Elektron pada kulit dalam atom material tersebut akan terpental dan kekosongan akan diisi oleh elektron berenergi lebih tinggi sambil memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X. Energi yang hilang akan dikonversikan ke dalam radiasi sinar-X disebut dengan *Bremsstrahlung*.

XRD merupakan suatu metoda untuk melihat bentuk kristal zat padat. XRD dapat menentukan struktur kristal dengan mengukur selisih antar bidang dalam kristalnya. Dasarnya hukum *Bragg* dengan persamaan :

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

dimana:

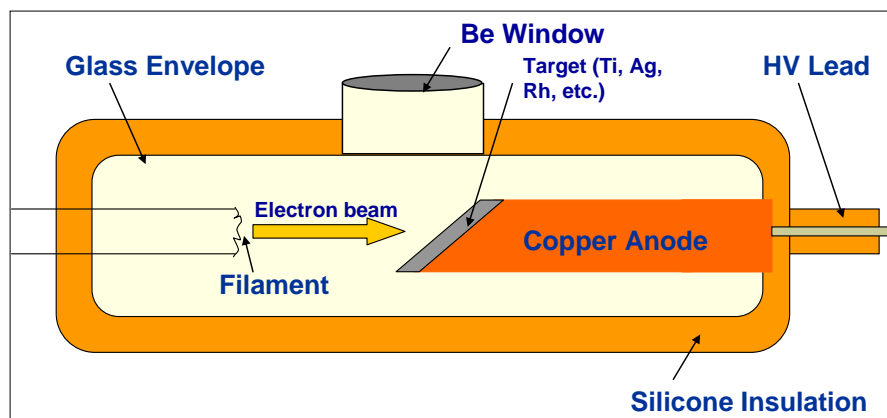
n = orde difraksi (bilangan bulat)

λ = panjang gelombang sinar yang sefasa

d = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang hambur

θ = sudut datang terhadap bidang *Bragg*

Persamaan ini memberikan hubungan jarak antara bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Sistem, bentuk serta sel satuan dari kristal yang menentukan arah difraksi atau sudut teta dalam kristal. Difraksi sinar-X dapat digunakan untuk membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf, menentukan struktur kristal dan mengidentifikasi fasa kristal.



Gambar 6. Diagram alat difraksi sinar-X

Beberapa kegunaan dari difraksi sinar-X adalah:

1. Mengetahui struktur kristal
2. Mendapatkan informasi, komposisi dan keadaan material polikristalin.
3. Dapat menentukan ukuran kristalin, derajat kristalinitas dan konstanta kisi kristalografi secara tepat.

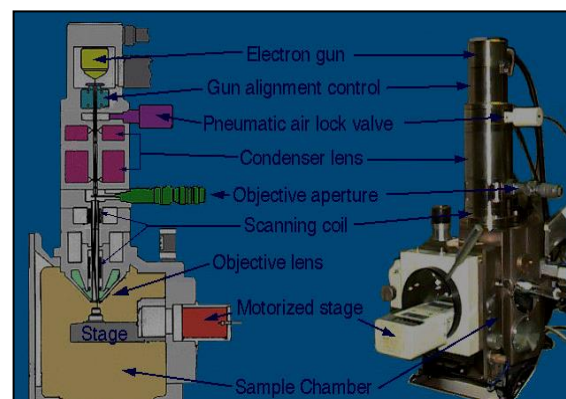
2.16 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan metoda analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi permukaan sampel. Pada dasarnya analisis permukaan melibatkan radiasi permukaan dengan sumber energi (foton, elektron atau ion) yang cukup untuk menembus dan menimbulkan beberapa transisi yang menghasilkan emisi dari permukaan berkas energi yang bisa dianalisis. SEM dilakukan dengan cara menembaki permukaan sampel dengan elektron. Keunggulannya adalah tingkat pembesaran yang sangat tinggi (300.000 kali) tanpa merusak material yang diperiksa.

Dalam SEM, sumber elektron difokuskan pada suatu noda kecil dengan diameter 50-100 Å pada permukaan sampel. Bentuk permukaan yang berbeda akan menghasilkan pantulan elektron yang berbeda pula. Elektron itulah yang membentuk gambar dari permukaan sampel yang kemudian diperlihatkan pada layer rekorder. Dengan SEM dapat dilihat mikrostruktur dan kehomogenan dari gel yang terbentuk.

Dalam penelitian morfologi permukaan dengan menggunakan SEM dapat memberikan informasi yang bermanfaat mengenai topologi permukaan dengan resolusi antara 1,5-3,0 nm. Sampel dapat berupa logam, keramik, polimer, komposit dan bahan biologis. SEM dapat digunakan untuk melihat dispersi dalam campuran, keretakan lapisan, batas-batas fasa dalam polipaduan yang tidak tercampur dan kerusakan yang timbul pada permukaan sampel.

Adapun prinsip pengoperasian SEM adalah berkas elektron yang difokuskan discan menyilang pada permukaan sampel kemudian menghasilkan elektron sekunder, elektron kembali dihamburkan dan dikarakterisasi sinar-X. *Signal* ini dapat dideteksi oleh detektor untuk membentuk gambaran sampel pada lapisan tabung sinar katoda.



Gambar 7. Peralatan SEM

SEM merupakan alat yang luar biasa untuk melihat morfologi permukaan dari material yang tidak dapat dilihat dengan mata telanjang. Elektron-elektron yang terhambur digunakan untuk memproduksi *signal* yang memodulasi berkas dalam tabung sinar katoda, yang menghasilkan suatu citra dengan kedalaman medan yang besar dan penampakan hampir tiga dimensi (3D).

2.17 *Fourier Transform InfraRed (FT-IR)*

Spektroskopi IR mempunyai dua variasi instrumen yaitu metoda dispersif dan Fourier Transform (FT). Metoda dispersif menggunakan prisma atau kisi yang berfungsi untuk mendispersikan radiasi inframerah sedangkan untuk metoda Fourier transform menggunakan prinsip interferometri. Keunggulan dari FTIR adalah mencakup persyaratan ukuran sampel yang kecil, perkembangan spektrum yang cepat, dan karena instrumen ini mempunyai komputer yang terintegrasi sehingga memiliki kemampuan untuk menyimpan dan memanipulasi spektrum. Karakterisasi dengan FTIR berguna untuk menyelidiki ikatan-ikatan yang terbentuk dalam material hasil penelitian.

Spektroskopi FTIR merupakan metoda dispersiv atau filter dari analisis spektral infra merah dengan beberapa alasan:

1. FTIR merupakan teknik non-destruktif
2. Metoda pengukuran dengan FTIR memiliki ketelitian yang tinggi tanpa melibatkan kalibrasi internal
3. Dapat meningkatkan kecepatan, mengumpulkan hasil scan setiap detik
4. Sensitivitasnya dapat meningkat, setiap scan satu detik dapat ditambahkan secara bersama
5. Analisa yang sederhana secara mekanik hanya dengan satu bagian pergerakan

Spektrometri FT-IR dikembangkan untuk mengatasi keterbatasan peralatan dispersiv yang ada. Kesulitan utama dari instrumen dispersiv ini adalah proses scanningnya sangat lambat. Sebuah metoda yang digunakan untuk mengukur semua frekuensi IR secara simultan lebih dibutuhkan dari pada secara individual. Untuk mengatasi permasalahan ini dikembangkanlah sebuah solusi dengan menggunakan peralatan optik yang sangat sederhana yakni interferometer. Interferometer menghasilkan tipe sinyal yang khas pada seluruh frekuensi IR. Sinyal secara cepat dapat diukur biasanya dalam satu detik. Sehingga dibutuhkan waktu yang lebih cepat untuk pengukuran sampel.

2.18 X- Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan metoda analitik yang digunakan untuk menentukan komposisi semua jenis material. Material yang dapat dianalisis dengan XRF bisa dalam bentuk padatan, cair, bubuk (*powder*), filter atau bentuk lainnya. XRF sering kali juga digunakan untuk menentukan ketebalan dan komposisi lapisan dan coating.

Metoda XRF ini sangat cepat, akurat dan non-destruktif dan biasanya melibatkan hanya sedikit sampel. Aplikasi dari metoda ini sangat bervariasi yakni untuk logam-logam, semen, minyak, polimer, plastik, industri makanan, pertambangan, mineralogi dan geologi, analisis air dan limbah. XRF juga merupakan teknik analisis untuk riset dan farmasi.

Dasar XRF

Dalam XRF, sinar X dihasilkan dari sumber yang diiridiasi pada sampel. Dalam banyak kasus sumber yang digunakan adalah tabung sinar- X tetapi alternatif lain adalah material sinkotron atau radioaktif. Unsur-unsur yang ada dalam sampel akan memancarkan fluorescent radiasi sinar X dengan energi diskret (sama dengan warna-warna pada sinar optik) yang merupakan karakteristik dari unsur-unsur ini. Energi yang berbeda sama akan menghasilkan warna yang berbeda. Dengan mengukur energi dengan cara menentukan warna-warna radiasi yang diemisikan oleh sampel sehingga dapat ditentukan unsur yang ada pada sampel. Analisis ini dikenal dengan analisa kualitatif. Dengan mengukur intensitas energi yang diemisikan (warna) sehingga sangat memungkinkan untuk menentukan berapa banyak unsur yang terdapat dalam sampel, analisis ini disebut dengan analisis kuantitatif.

BAB 3.

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1 TUJUAN PENELITIAN

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian selama dua tahun ini adalah:

Tahun Pertama

1. Melakukan sintesis powder ZnO melalui proses sol-gel
2. Mencari sol ZnO yang tepat dalam pembuatan nanopartikel powder ZnO
3. Menentukan prekursor yang tepat dalam pembuatan nanopartikel ZnO
4. Menentukan pelarut yang tepat dalam pembuatan nanopartikel ZnO
5. Menentukan aditif yang tepat dalam pembuatan nanopartikel ZnO
6. Menentukan precipitation agent yang tepat dalam pembuatan nanopartikel ZnO
7. Menentukan temperatur kalsinasi yang tepat dalam pembuatan nanopartikel ZnO
8. Melakukan karakterisasi nanopartikel ZnO dengan menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF)
9. Melakukan karakterisasi nanopartikel ZnO dengan menggunakan FTIR
10. Melakukan karakterisasi nanopartikel ZnO dengan menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD)
11. Melakukan karakterisasi nanopartikel ZnO dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)
12. Menentukan ukuran kristal ZnO yang dihasilkan menggunakan persamaan Scherrer

Tahun Kedua

1. Melakukan pembuatan *thin film* ZnO dengan menggunakan proses sol-gel *dip-coating/ chemical bath deposition* (CBD).
2. Mencari kondisi campuran yang tepat dalam pembuatan thin film ZnO
3. Melakukan coating sol ZnO pada substrat kaca dengan menggunakan proses sol-gel *dip-coating/ chemical bath deposition* (CBD).
4. Melakukan doping sol ZnO dengan oksida logam lainnya menggunakan proses sol-gel *dip-coating/ sol-gel chemical bath deposition* (CBD)
5. Melakukan karakterisasi film ZnO murni dan film ZnO doped dengan oksida logam lain menggunakan XRF, FTIR, XRD, SEM, dan dan spektroskopi UV-Vis
6. Menentukan ketebalan film ZnO yang disintesis

3.2 MANFAAT PENELITIAN

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat untuk pembuatan bahan *solar cell* menggunakan film ZnO murni dan *thin film* ZnO doped senyawa lain. Dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi aktual tentang sintesis nanopartikel ZnO menggunakan variasi precursor, MEA, EG dan urea sebagai aditif dengan berbagai variasi pelarut yang digunakan melalui proses sol-gel. Proses Sol-Gel memiliki kelebihan, yakni menghasilkan produk yang tingkat homogenitasnya tinggi. Selain itu juga diharapkan dapat mensintesis ZnO dalam ukuran nano yang memiliki sifat optik yang baik sehingga nanti dapat diaplikasikan sebagai material solar cell. Kontribusi penelitian ini termasuk pada kategori pemecahan masalah pembangunan. Informasi ini dapat digunakan dalam pengembangan teknologi material anorganik yang berbasis nanoteknologi terutama sebagai material pada solar cell dan gas sensor serta industri elektronik.

BAB 4.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang pada bulan Januari sampai Agustus 2015 (Tahun pertama). Analisa mikrostruktur dengan menggunakan SEM, di Jurusan Biologi FMIPA, Universitas Negeri Padang. Analisis struktur kristal dengan menggunakan XRD dilakukan di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Padang, analisis XRF dan FTIR dilakukan di Jurusan Kimia FMIPA UNP.

Peralatan yang digunakan dalam pembuatan larutan adalah *magnetic stirrer*, *stirrer bar* dan peralatan gelas, cawan porselen, neraca analitik. Oven digunakan untuk pengeringan dan *furnace* untuk kalsinasi.

Bahan-bahan yang digunakan adalah zink asetat dihidrat $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2 H_2O$, zink klorida ($ZnCl_2$), zink sulfat heptahidrat ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$), zink nitrat heksahidrat ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) dari Merck digunakan sebagai prekursor. Aquadest, metanol, etanol dan 2-propanol (GR) digunakan sebagai variasi pelarut. Aditif yang digunakan adalah etilen glikol dan urea. *Precipitation agent* yang digunakan adalah NaOH 2M dan KOH 3M.

Untuk melihat struktur serta kemurnian kristal yang terbentuk digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) sedangkan mikrostruktur kristal yang terbentuk diamati dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Analisis gugus fungsi dengan menggunakan FTIR serta XRF untuk melihat komposisi nanopartikel ZnO yang dihasilkan.

Pembuatan nanopartikel ZnO dengan variasi prekursor

1. Prekursor zink asetat dihidrat

3,2922 gram zink asetat dihidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL methanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan NaOH 2M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan NaOH 2M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 8. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 85 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 500 °C selama 1 jam.

2. Prekursor zink sulfat heptahidrat

4,3135 gram zink sulfat heptahidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL methanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan NaOH 2M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan NaOH 2M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 8-9. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 85 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

3. Prekursor zink klorida

2,0447 gram zink klorida (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL methanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan NaOH 2M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan NaOH 2M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 12. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 85 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

4. Prekursor zink nitrat heksahidrat

4,4623 gram zink nitrat heksahidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL methanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan NaOH 2M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan NaOH 2M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 11. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 85 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

Pembuatan nanopartikel ZnO dengan variasi pelarut

1. Pelarut aquadest

2,0447 gram zink klorida (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL aquadest sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan KOH 3M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan KOH 2M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar

8. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 105 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

2. Pelarut etanol

2,0447 gram zink klorida (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL etanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan NaOH 2M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan KOH 2M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 12. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 105 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

3. Pelarut 2-propanol

2,0447 gram zink klorida (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL 2-propanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan KOH 3M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan KOH 2M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 8. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 105 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

Pembuatan nanopartikel ZnO dengan variasi aditif

1. Aditif etilen glikol

4,3135 gram zink sulfat heptahidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL etanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan etilen glikol tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Setelah itu dilanjutkan dengan penambahan KOH 3M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 9. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 105 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

2. Aditif urea

4,3135 gram zink sulfat heptahidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL etanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan 2 gram urea sambil tetap diaduk dengan stirrer, dilanjutkan dengan penambahan KOH 3M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 9. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 105 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 1 jam.

3. Aditif monoetanolamin (MEA)

4,3135 gram zink sulfat heptahidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL etanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan monoetanolamin (MEA) tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan KOH 3M dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 9. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu ± 105 °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 500 °C selama 1 jam.

Pembuatan nanopartikel ZnO dengan variasi suhu kalsinasi

1. Suhu kalsinasi 400 °C

3,2922 gram zink asetat dihidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL isopropanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan etilen glikol. Penambahan NaOH 2M dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 8. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu $\pm 100-110$ °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 400 °C selama 1 jam.

2. Suhu kalsinasi 600 °C

3,2922 gram zink asetat dihidrat (0,5 M) dilarutkan dalam 30 mL isopropanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan etilen glikol.

Penambahan NaOH 2M dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 8. Larutan tetap diaduk dengan stirrer sampai ± 180 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 2 kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu $\pm 100-110$ °C selama ± 1 jam. Powder yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 600 °C selama 1 jam.

Karakterisasi Nanopartikel ZnO

Struktur nanopartikel ZnO dikarakterisasi dengan menggunakan *X-ray Diffractometer* (XRD) *X'Pert Pro MRD from PAnalytical*. Sumber radiasi yang digunakan untuk karakterisasi ZnO ini adalah berkas $\text{CuK}\alpha$ dengan panjang gelombang (λ) 1,5406 menggunakan monokromator grafit. Spektrum XRD direkam mulai 10° sampai 100° dengan scan step $0,02^\circ$. Identifikasi puncak-puncak grafik XRD dibandingkan dengan referensi (JCPDS). Karakterisasi dilakukan di Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA UNP.

Morfologi permukaan nanopartikel ZnO dikarakterisasi dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM), analisa ini dilakukan di Jurusan Biologi FMIPA UNP. Analisis komposisi unsur masing-masing sampel secara kualitatif dan kuantitatif dilakukan dengan menggunakan EDXRF (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*) *PANalytical Tipe Epsilon 3*. Analisis kualitatif dapat mengidentifikasi komposisi sampel dan analisa kuantitatif dapat memberikan hasil persentase jumlah unsur yang terdapat pada sampel. Analisis kualitatif dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada pada spektrum dan membandingkannya dengan tabel energi emisi sinar-X dari unsur-unsur yang telah diketahui.

Absorpsi Inframerah sampel nanopartikel ZnO dianalisis dengan menggunakan spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) pada rentangan bilangan gelombang $600-4000\text{ cm}^{-1}$. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA UNP.

BAB 5.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Larutan Homogen

Powder atau bubuk zink oksida (ZnO) disintesis dengan menggunakan proses sol-gel dengan variasi prekursor (bahan dasar), pelarut, aditif dan temperatur kalsinasi. Variasi prekursor yang digunakan yakni zink asetat dihidrat, zink klorida, zink sulfat heptahidrat, zink nitrat heksahidrat. Pelarut yang digunakan adalah aquadest, metanol, etanol dan isopropanol. NaOH 2M dan KOH 3 M digunakan sebagai *precipitation agent* (zat pengendap). Aditif yang digunakan dalam penelitian ini adalah etilen glikol, urea dan monoetanolamin (MEA). Variasi temperatur kalsinasi yang digunakan yakni 400, 500 dan 600 °C.

Pengamatan dilakukan setelah pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 3 jam. Pengadukan ini bertujuan untuk membantu kelarutan berbagai prekursor dalam berbagai pelarut. Penambahan NaOH 2M dilakukan setelah prekursor (zink asetat dihidrat, zink klorida, zink sulfat heptahidrat, zink nitrat heksahidrat) dilarutkan dalam pelarut metanol. Penambahan KOH 3M dilakukan setelah zink klorida dilarutkan dalam masing-masing pelarut (aquadest, etanol dan 2-propanol). Penambahan KOH 3M dan aditif etilen glikol, urea dan monoetanolamin (MEA) dalam larutan zink sulfat heptahidrat dalam pelarut etanol.

Sintesis ZnO dengan variasi prekursor

Pembuatan sol zink oksida dengan variasi prekursor

Tabel 1. Hasil pengamatan secara visual pembuatan sol zink oksida dengan variasi prekursor

Prekursor	Pengamatan
zink asetat dihidrat	Zink asetat sulit larut dalam pelarut metanol. Penambahan 10 tetes NaOH 2 M, zink asetat terlarut semuanya dan larutan berwarna bening tanpa endapan. pH larutan diatur sekitar 8 dengan lanjutan penambahan 90 tetes NaOH 2 M, larutan berwarna putih susu. Selanjutnya dilakukan penyaringan, filtratnya berwarna bening dan terbentuk endapan putih.
zink klorida	Zink klorida sangat mudah larut dalam pelarut methanol menghasilkan warna putih bening. Setelah penambahan NaOH 2 M sebanyak 12 mL pHnya sekitar 12 terbentuk larutan putih susu, Selanjutnya dilakukan penyaringan, filtratnya berwarna bening dan terbentuk endapan putih.
zink sulfat heptahidrat	Zink sulfat heptahidrat sulit larut dalam metanol, solnya berwarna putih bening dan setelah ditambah

	NaOH 2 M terbentuk endapan putih. pH nya sekitar 9 dengan penambahan 7,5 mL NaOH 2M, larutannya berwarna putih susu.
zink nitrat heksahidrat	Zink nitrat heksahidrat mudah larut dalam metanol, larutan berwarna putih bening dan setelah penambahan NaOH 2M terbentuk endapan putih.

Dari Tabel 1 terlihat bahwa zink klorida dan zink nitrat heksahidrat merupakan prekursor yang bagus dalam pelarut methanol, karena mudah larut dalam pelarut methanol. Hal ini disebabkan oleh zink nitrat dan zink klorida merupakan garam dari anion monovalen (klorin dan nitrat). Larutan yang terbentuk berwarna putih keruh.

Pengeringan larutan zink oksida dengan variasi prekursor

Sol zink oksida dikeringkan dengan oven pada temperatur 80 °C selama ± 1 jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Secara teoritis metanol menguap pada suhu 64,7 °C. Setelah pemanasan didapatkan powder yang berwarna putih. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengamatan powder zink oksida setelah pengeringan dengan oven

Variasi	Pengamatan
zink asetat dihidrat + methanol + NaOH 2M	Terbentuk powder putih keabu-abuan yang homogen, halus dan pelarutnya cepat menguap
zink klorida + methanol + NaOH 2M	Terbentuk powder putih yang homogen, sangat halus dan methanol lebih cepat menguap
zink sulfat heptahidrat + methanol + NaOH 2M	Pelarut sukar menguap dan menghasilkan powder putih dan agak kasar
zink nitrat heksahidrat + methanol + NaOH 2M	Pelarut mudah menguap dan powder putih sangat halus dan homogen

Dari tabel 2 dapat dilihat bahwa penggunaan prekursor nikel nitrat heksahidrat dan nikel asetat tetrahidrat menghasilkan gel yang lebih homogen dengan ukuran yang lebih kecil. Hal ini sesuai dengan Tabel 1 dimana dengan prekursor yang sama menghasilkan larutan yang homogen juga.

Kalsinasi powder zink oksida dengan variasi precursor

Powder yang didapatkan setelah pengeringan dengan oven selanjutnya dikalsinasi dengan furnace pada suhu ± 500 °C selama ± 1 jam. Kalsinasi ini bertujuan untuk menghasilkan bubuk ZnO yang berwarna putih. Hasil pengamatan secara visual bubuk ZnO dengan suhu kalsinasi pada ± 500 °C selama ± 1 jam dengan variasi precursor dapat dilihat pada Tabel 3. Dari Tabel 3 terlihat bahwa penggunaan prekursor nikel nitrat heksahidrat dan nikel sulfat tetrahidrat menghasilkan powder dengan ukuran yang sangat halus dan homogen.

Tabel 3. Hasil Pengamatan secara visual powder zink oksida (ZnO) dengan variasi prekursor

Variasi	Pengamatan
zink asetat dihidrat + methanol + NaOH 2M	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih keabu-abuan, ukuran partikelnya halus dan tanpa grinding
zink klorida + methanol + NaOH 2M	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih dengan ukuran yang sangat halus
zink sulfat heptahidrat + methanol + NaOH 2M	Dihasilkan powder ZnO berwarna putih dan agak kasar
zink nitrat heksahidrat + methanol + NaOH 2M	Didapatkan powder ZnO putih dan sangat halus dan homogen

Sintesis ZnO dengan variasi pelarut

Pembuatan sol zink oksida dengan variasi pelarut

Tabel 4. Hasil pengamatan secara visual pembuatan sol zink oksida dengan variasi pelarut

Pelarut	Pengamatan
Aquadest	Zink klorida mudah larut dalam aquadest dan distirer ± 60 menit menghasilkan larutan putih bening (tidak ada endapan). Setelah penambahan 13 mL KOH 3 M terdapat endapan putih susu (pH 8). Setelah penyaringan filtratnya bening dan endapannya berwarna putih.
Etanol	Zink klorida mudah larut dalam etanol dan distirer ± 60 menit menghasilkan larutan putih bening (tidak ada endapan). Setelah penambahan 13 mL KOH 3 M terdapat endapan putih susu (pH 8). Setelah penyaringan filtratnya bening dan endapannya berwarna putih.
2-propanol	Zink klorida mudah larut dalam 2-propanol dan distirer ± 60 menit menghasilkan larutan putih bening (tidak ada endapan). Setelah penambahan 15 mL KOH 3 M terdapat endapan putih susu (pH 10). Setelah penyaringan filtratnya bening dan endapannya berwarna putih susu.

Dari Tabel 4 terlihat bahwa zink klorida mudah larut dalam semua variasi pelarut yang digunakan (aquadest, etanol dan 2-propanol). ZnO ini disintesis dalam suasana basa (pH > 7).

Pengeringan larutan zink oksida dengan variasi pelarut

Sol zink oksida dikeringkan dengan oven pada temperatur 105 °C selama ± 1 jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Setelah pemanasan didapatkan powder yang berwarna putih. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil pengamatan powder zink oksida setelah pengeringan dengan oven

Variasi	Pengamatan
zink klorida + aquadest + KOH 3 M	Terbentuk powder putih homogen, halus dan pelarutnya cepat menguap
zink klorida + etanol + KOH 3M	Terbentuk powder putih yang homogen, sangat halus
zink klorida + 2-propanol + KOH 3M	Pelarut sukar menguap dan menghasilkan powder putih dan sangat halus

Dari tabel 5 dapat dilihat bahwa penggunaan etanol sebagai pelarut menghasilkan gel yang lebih homogen dengan ukuran yang lebih kecil.

Kalsinasi powder zink oksida dengan variasi pelarut

Powder yang didapatkan setelah pengeringan dengan oven selanjutnya dikalsinasi dengan furnace pada suhu ± 500 °C selama ± 1 jam. Kalsinasi ini bertujuan untuk menghasilkan bubuk ZnO yang berwarna putih. Hasil pengamatan secara visual bubuk ZnO dengan suhu kalsinasi pada ± 500 °C selama ± 1 jam dengan variasi pelarut dapat dilihat pada Tabel 6. Dari Tabel 6 terlihat bahwa penggunaan pelarut alkohol menghasilkan *powder* dengan ukuran yang sangat halus dan homogen.

Tabel 6. Hasil Pengamatan secara visual powder zink oksida (ZnO) dengan variasi pelarut

Variasi	Pengamatan
zink klorida + aquadest + KOH 3 M	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih, ukuran partikelnya sangat halus dan tanpa grinding
zink klorida + etanol + KOH 3M	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih dengan ukuran yang sangat halus
zink klorida + 2-propanol + KOH 3M	Dihasilkan powder ZnO berwarna putih dan sangat halus

Sintesis ZnO dengan variasi additive

Pembuatan sol zink oksida dengan variasi aditif

Tabel 7. Hasil pengamatan secara visual pembuatan sol zink oksida dengan variasi additive

Additive	Pengamatan
Etilen glikol	Zink sulfat heptahidrat mudah larut dalam etanol, setelah distirer selama 60 menit terdapat larutan bening. Setelah penambahan 2 mL etilen glikol dan KOH 3 M larutan bening berubah menjadi putih keruh dan larutan sangat homogen.
Urea	Zink sulfat heptahidrat mudah larut dalam etanol, setelah distirer selama 60 menit terdapat larutan bening. Setelah penambahan 2 gram urea dan KOH 3 M larutan bening berubah menjadi putih keruh dan larutan lebih homogen.

Penggunaan variasi aditif yakni etilen glikol dan urea memberikan hasil yang sangat signifikan. Penggunaan etilen glikol memberikan ukuran yang sangat halus dan homogen jika dibandingkan tanpa aditif (Tabel 7).

Pengeringan sol zink oksida dengan variasi additive

Sol zink oksida dikeringkan dengan oven pada temperatur 105 °C selama ± 1 jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Setelah pemanasan didapatkan powder yang berwarna putih. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven dapat dilihat pada Tabel 8.

Tabel 8. Hasil pengamatan powder zink oksida setelah pengeringan dengan oven

Variasi	Pengamatan
Zink sulfat heptahidrat + etanol + etilen glikol + KOH 3M	Terbentuk powder putih homogen, halus dan pelarutnya cepat menguap
Zink sulfat heptahidrat + etanol + urea + KOH 3M	Terbentuk powder putih yang homogen, sangat halus

Kalsinasi bubuk zink oksida dengan variasi additive

Powder yang didapatkan setelah pengeringan dengan oven selanjutnya dikalsinasi dengan furnace pada suhu ± 500 °C selama ± 1 jam. Kalsinasi ini bertujuan untuk menghasilkan bubuk ZnO yang berwarna putih. Hasil pengamatan secara visual bubuk ZnO dengan suhu kalsinasi pada ± 500 °C selama ± 1 jam dengan variasi pe;arut dapat dilihat pada Tabel 9.

Tabel 9. Hasil Pengamatan secara visual powder zink oksida (ZnO) dengan variasi aditif

Variasi	Pengamatan
Zink sulfat heptahidrat + etanol + etilen glikol + KOH 3M	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih, ukuran partikelnya sangat halus dan tanpa grinding
Zink sulfat heptahidrat + etanol + urea + KOH 3M	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih dengan ukuran yang sangat halus

Sintesis ZnO dengan variasi suhu kalsinasi

Kalsinasi bubuk zink oksida dengan variasi suhu kalsinasi

Powder yang didapatkan setelah pengeringan dengan oven selanjutnya dikalsinasi dengan furnace pada suhu ± 400 dan 600 °C selama ± 1 jam. Variasi suhu kalsinasi ini bertujuan untuk mendapatkan ZnO dengan kristalinitas yang paling bagus. Hasil pengamatan secara visual bubuk ZnO dengan suhu kalsinasi pada ± 400 dan 600 °C selama ± 1 jam dapat dilihat pada Tabel 10.

Tabel 10. Hasil Pengamatan secara visual powder zink oksida (ZnO) dengan variasi suhu kalsinasi

Temperatur kalsinasi (°C)	Pengamatan
400	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih, ukuran partikelnya sangat halus dan tanpa grinding
600	Terbentuk bubuk ZnO berwarna putih dengan ukuran yang sangat halus

Analisis struktur (ED-XRF, XRD dan FTIR)

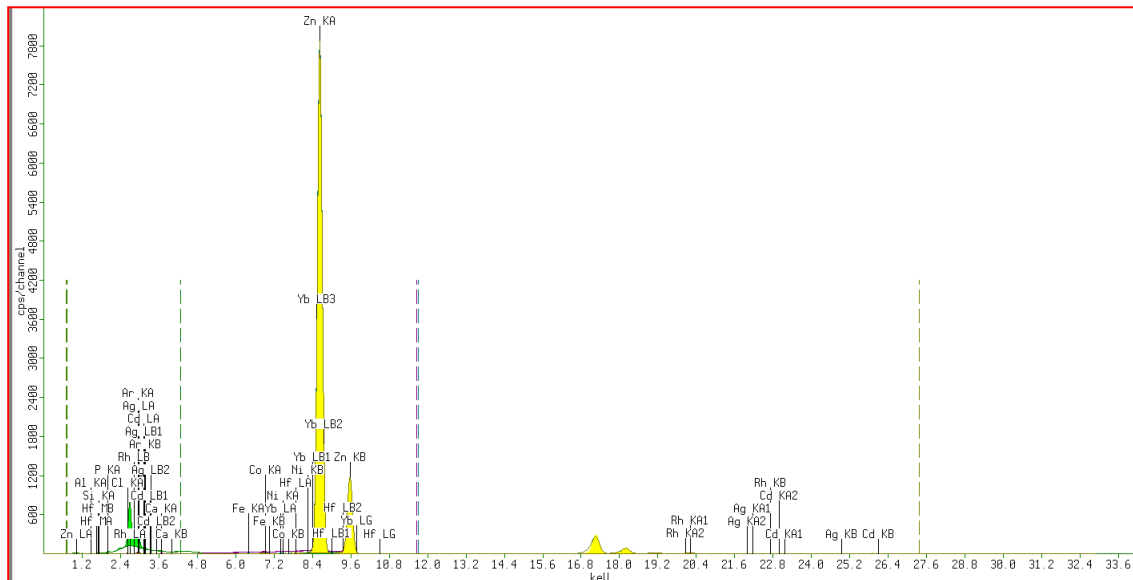
Analisis ED-XRF

Analisis XRF untuk menentukan komposisi ZnO sintesis. Sampel ZnO disintesis dengan menggunakan prekursor zink asetat dihidrat (Gambar 22) memiliki komposisi ZnO sekitar 97,2 %. Dari analisis ED-XRF ini menunjukkan ZnO yang terbentuk adalah murni.

Tabel 11. Data XRF sampel ZnO hasil sintesis dengan menggunakan zink asetat dihidrat

Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	0.408	%	Al ₂ O ₃	0.762	%	Al ₂ O ₃	0.644	%
Si	0.274	%	SiO ₂	0.58	%	SiO ₂	0.489	%
P	0.45	%	P ₂ O ₅	1.02	%	P ₂ O ₅	0.859	%
Cl	0.347	%	Cl	0.343	%	CaO	0.102	%
Ca	0.089	%	CaO	0.123	%	Fe ₂ O ₃	0.029	%
Fe	0.025	%	Fe ₂ O ₃	0.035	%	Co ₃ O ₄	0.006	%
Co	0.005	%	Co	0.005	%	NiO	0	%
Ni	0	%	Ni	0	%	ZnO	97.216	%
Zn	98.011	%	Zn	96.744	%	Ag ₂ O	0	%
Ag	0	%	Ag	0	%	CdO	0.169	%

Cd	0.18	%	Cd	0.178	%	Yb ₂ O ₃	0.077	%
Yb	0.085	%	Hf	0.127	%	HfO ₂	0.122	%
Hf	0.128	%	Yb	0.084	%	Cl	0.287	%

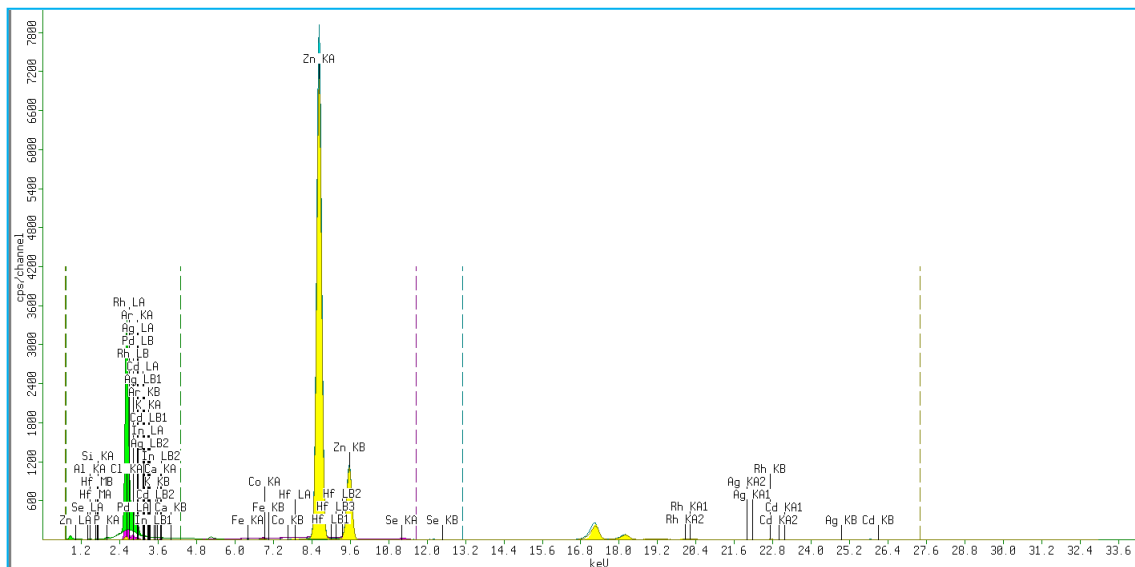


Gambar 8. Kurva XRF sampel ZnO menggunakan zink asetat dihidrat

Tabel 12. Data XRF sampel ZnO hasil sintesis dengan menggunakan zink klorida

Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	2.182	%	Al ₂ O ₃	2.905	%	Al ₂ O ₃	2.704	%
Si	2.049	%	SiO ₂	3.059	%	SiO ₂	2.841	%
P	0.414	%	P ₂ O ₅	0.655	%	P ₂ O ₅	0.607	%
S	32.127	%	SO ₃	54.303	%	SO ₃	50.077	%
K	0.064	%	K ₂ O	0.05	%	K ₂ O	0.046	%
Ca	0.116	%	CaO	0.106	%	CaO	0.097	%
Fe	0.024	%	Fe ₂ O ₃	0.022	%	Fe ₂ O ₃	0.02	%
Co	0.005	%	Co	0.003	%	Co ₃ O ₄	0.004	%
Ni	0	%	Ni	0	%	NiO	0	%
Zn	62.312	%	Zn	38.439	%	ZnO	43.147	%
Ag	0.537	%	Ag	0.352	%	Ag ₂ O	0.346	%
In	0	%	In	0	%	In ₂ O ₃	0	%
Yb	0.073	%	Hf	0.059	%	Yb ₂ O ₃	0.046	%
Hf	0.094	%	Bi	0.002	%	HfO ₂	0.064	%
Bi	0.003	%	Yb	0.045	%	Bi ₂ O ₃	0.002	%
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	0.829	%	Al ₂ O ₃	1.541	%	Al ₂ O ₃	1.363	%
Si	0.629	%	SiO ₂	1.323	%	SiO ₂	1.169	%
P	0.445	%	P ₂ O ₅	1.002	%	P ₂ O ₅	0.883	%
Cl	28.151	%	Cl	27.641	%	K ₂ O	0.058	%

K	0.057	%	K ₂ O	0.067	%	CaO	0.162	%
Ca	0.137	%	CaO	0.187	%	Fe ₂ O ₃	0.028	%
Fe	0.023	%	Fe ₂ O ₃	0.033	%	Co ₃ O ₄	0.007	%
Co	0.006	%	Co	0.006	%	ZnO	71.808	%
Zn	69.403	%	Zn	67.886	%	SeO ₂	0.009	%
Se	0.007	%	Se	0.007	%	PdO	0	%
Pd	0	%	Ag	0.205	%	Ag ₂ O	0.192	%
Ag	0.209	%	Cd	0	%	CdO	0	%
Cd	0	%	In	0	%	In ₂ O ₃	0	%
In	0	%	Hf	0.101	%	HfO ₂	0.102	%
Hf	0.103	%	Pd	0	%	Cl	24.219	%

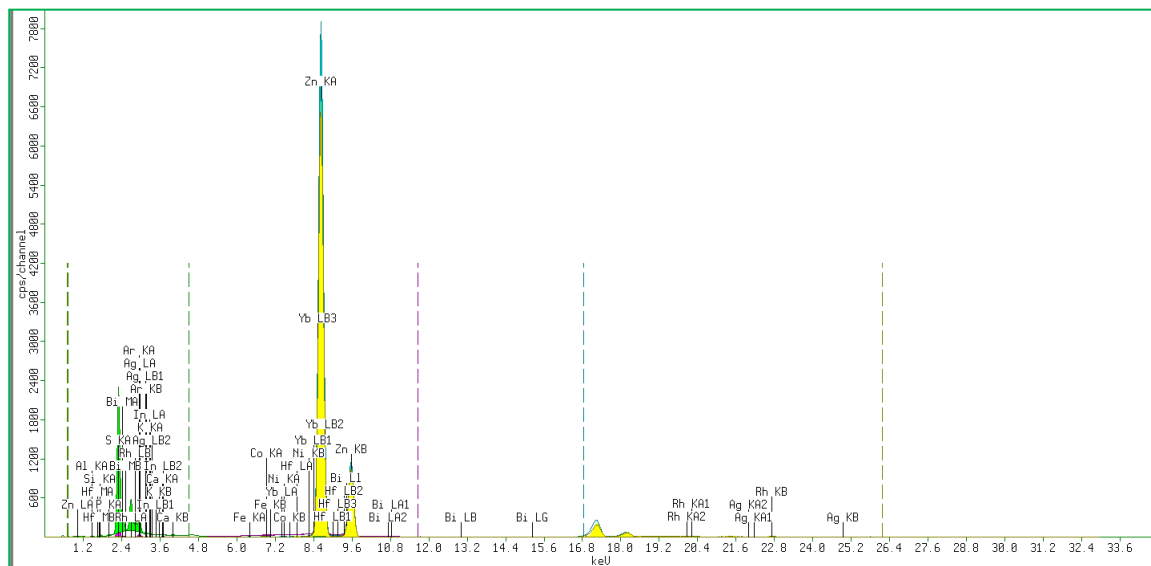


Gambar 9. Kurva XRF sampel ZnO menggunakan zink klorida

Tabel 13. Data XRF sampel ZnO hasil sintesis dengan menggunakan zink sulfat heptahidrat

Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	2.182	%	Al ₂ O ₃	2.905	%	Al ₂ O ₃	2.704	%
Si	2.049	%	SiO ₂	3.059	%	SiO ₂	2.841	%
P	0.414	%	P ₂ O ₅	0.655	%	P ₂ O ₅	0.607	%
S	32.127	%	SO ₃	54.303	%	SO ₃	50.077	%
K	0.064	%	K ₂ O	0.05	%	K ₂ O	0.046	%
Ca	0.116	%	CaO	0.106	%	CaO	0.097	%
Fe	0.024	%	Fe ₂ O ₃	0.022	%	Fe ₂ O ₃	0.02	%
Co	0.005	%	Co	0.003	%	Co ₃ O ₄	0.004	%
Ni	0	%	Ni	0	%	NiO	0	%
Zn	62.312	%	Zn	38.439	%	ZnO	43.147	%
Ag	0.537	%	Ag	0.352	%	Ag ₂ O	0.346	%
In	0	%	In	0	%	In ₂ O ₃	0	%

Yb	0.073	%	Hf	0.059	%	Yb ₂ O ₃	0.046	%
Hf	0.094	%	Bi	0.002	%	HfO ₂	0.064	%
Bi	0.003	%	Yb	0.045	%	Bi ₂ O ₃	0.002	%

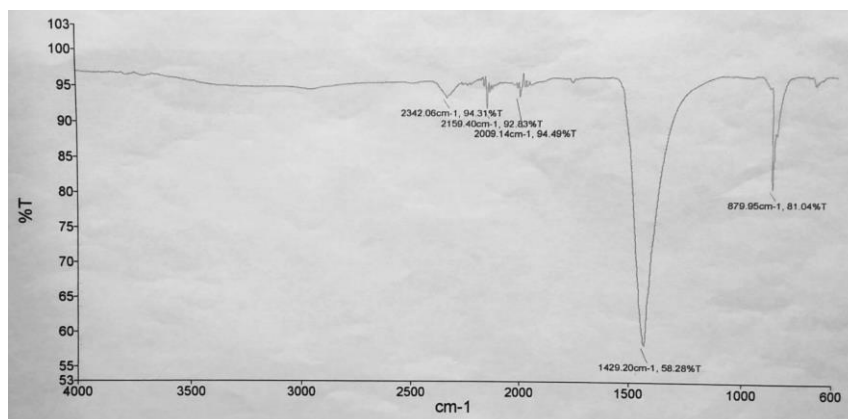


Gambar 10. Kurva XRF sampel ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat

FTIR

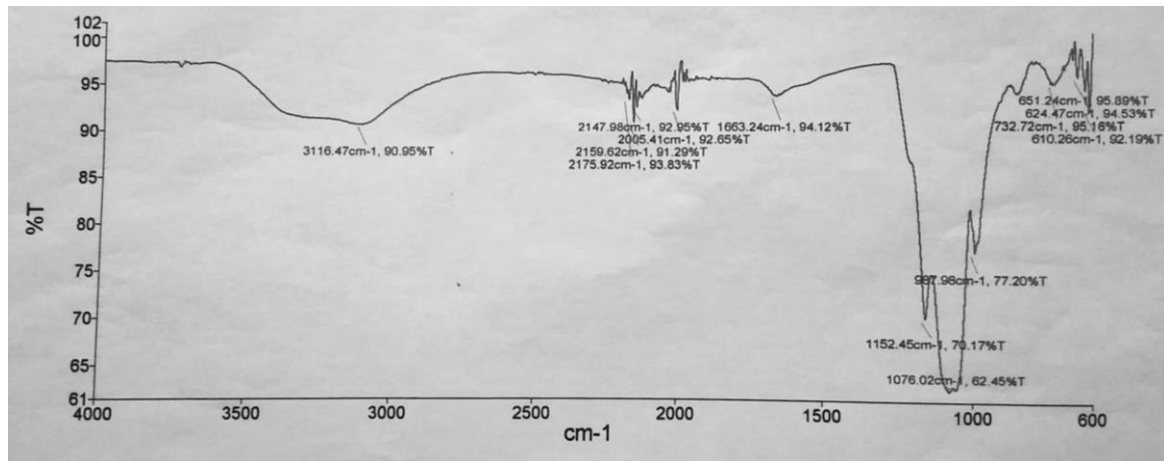
Analisis FTIR digunakan untuk melihat gugus fungsi material ZnO yang dihasilkan. Pada penelitian ini dilakukan analisis FTIR powder ZnO yang disintesis dengan menggunakan zink asetat dihidrat, zink sulfat heptahidrat. Kurva FTIR untuk ZnO hasil sintesis menggunakan zink asetat dihidrat sebagai prekursor ini dapat dilihat pada Gambar 10.

Pada kurva FTIR pada (Gambar 10), puncak lemah pada 2342,06 cm⁻¹ menunjukkan puncak asimetri CO₂ dan 2159,40 dan 2009,14 cm⁻¹ menunjukkan ikatan C-H. Puncak pada 1429,20 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi C-H. Puncak pada 879,95 cm⁻¹ menunjukkai ZnO. Pada umumnya, semua logam dan oksida logam memiliki puncak pada rentangan 400-800 cm⁻¹.



Gambar 11. Kurva FTIR ZnO menggunakan prekursor zink asetat dihidrat

Spektrum FTIR pada Gambar 11 merupakan kurva FTIR ZnO hasil sintesis menggunakan zink sulfat heptahidrat sebagai prekursor. Pada $1076,02\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi regangan C-O. Vibrasi pada $3116,47\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi regangan O-H. Pada $1663,24\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi molekul air. Ikatan pada puncak $1076,02\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan regangan C-O. Pada 732.72 cm^{-1} , 610.26 cm^{-1} dan 624.47 cm^{-1} menunjukkan vibrasi regangan dari partikel ZnO.

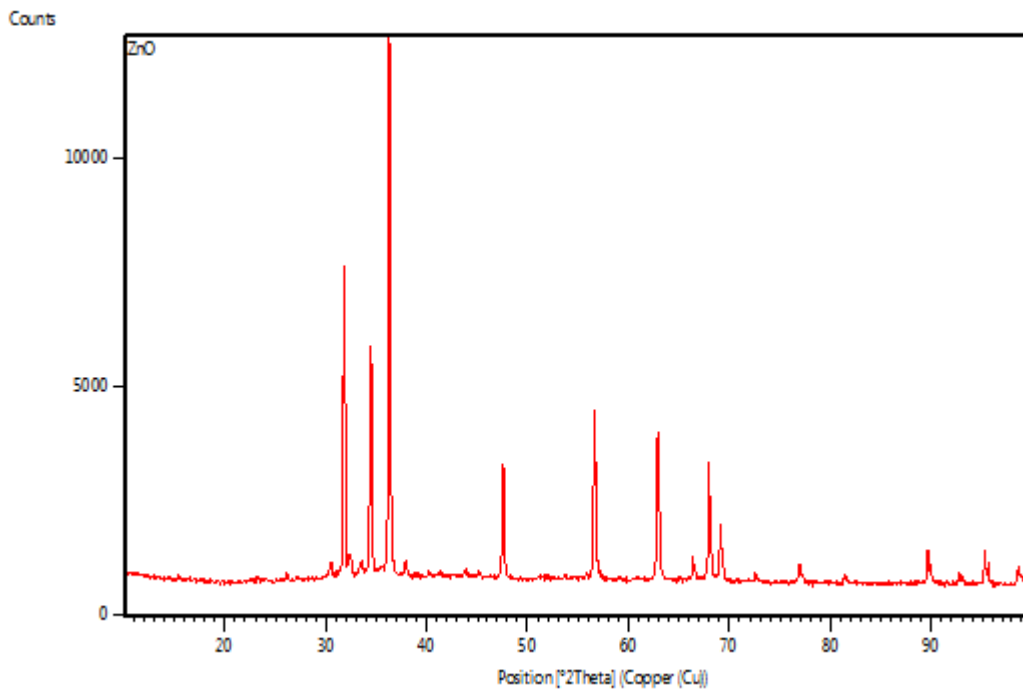


Gambar 12. Kurva FTIR ZnO menggunakan prekursor zink sulfat heptahidrat

Analisis XRD

Sintesis ZnO dengan variasi Prekursor

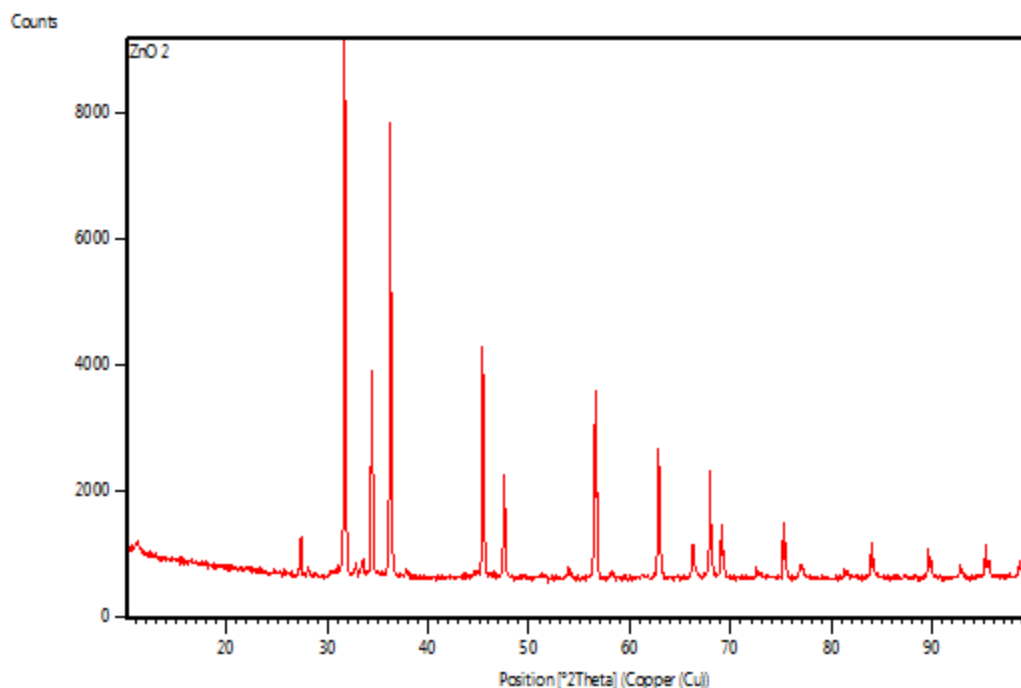
Analisis XRD bertujuan untuk menentukan struktur dan ukuran kristal ZnO yang dihasilkan. Analisis XRD ini menggunakan monokromator grafit dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda_{\text{Cu}} = 0,15405\text{ nm}$).



Gambar 13. Pola XRD powder zink oksida dengan prekursor zink asetat dihidrat
 Pola XRD ZnO yang disintesis menggunakan zink asetat dihidrat dapat dilihat pada Gambar 13. Pola XRD ZnO memiliki puncak khas pada $2\theta = 31.80; 34.46; 36.28; 47.54; 56.60; 62.86; 66.34; 67.95$ and 69.09 . Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa ZnO yang terbentuk adalah struktur heksagonal (wurtzite). Hal ini sesuai dengan referensi XRD (Pdf Card No. 01-074-9939). Dengan mengukur FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi menggunakan metoda Scherrer (Gambar 13) didapatkan ukuran kristal ZnO sebesar 40-76 nm (Tabel 14).

Tabel 14. Data FWHM nanopartikel ZnO disintesis menggunakan zink asetat dihidrat

Angle (2θ)	Height (counts)	FWHM	d-value [\AA]	Relative intensity (counts) (%)	Crystallite size (nm)
31.80	6848.25	0.1791	2.8140	58.24	45.7
34.46	5159.08	0.1791	2.6025	43.87	45.9
36.28	11758.78	0.2047	2.4761	100.00	40.4
47.54	2458.72	0.1791	1.9124	20.91	47.9
56.60	3687.88	0.1248	1.6247	31.36	71.5
62.86	3213.59	0.1248	1.4771	27.33	74,0
66.34	496.28	0.1248	1.4072	4.22	75.2
67.95	2632.41	0.1248	1.3783	22.39	75.9
69.09	1200.77	0.1248	1.3584	10.21	76.3

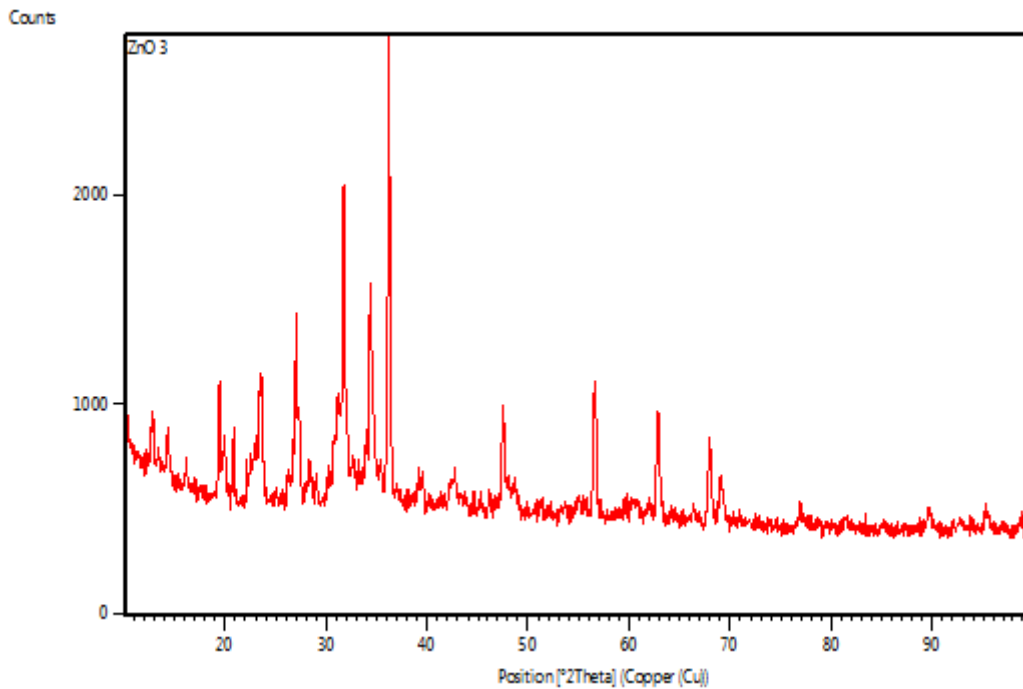


Gambar 14. Pola XRD powder ZnO prekursor zink klorida

Gambar 14 merupakan pola difraksi sinar-X powder ZnO dengan menggunakan prekursor zink asetat dihidrat pada temperatur kalsinasi 500 °C selama 1 jam. Pola XRD powder ZnO ini memiliki puncak tertinggi pada puncak yang khas yaitu sekitar pada $2\theta = 31.69; 34.39; 36.22; 47.51; 62.83; 67.91$ and 69.06 , puncak tersebut menunjukkan terbentuknya ZnO dengan struktur heksagonal (Pdf Card 01-073-8765). Puncak-puncak lainnya terdeteksi pada $2\theta = 27.34; 45.40$ dan 56.74 yang menunjukkan puncak natrium klorida (Pdf card No. 01-070-2509). Ukuran kristal ZnO yang terbentuk adalah 45-84 nm (Tabel 15).

Tabel 15. Data FWHM ZnO yang disintesis menggunakan zink klorida

Angle (2θ)	Height (counts)	FWHM	d-value(\AA)	Relative intensity (counts) (%)	Crystallite size (nm)
31.69	8579.66	0.1791	2.8234	100.00	45.6
34.39	3222.50	0.1535	2.6074	37.56	53.6
36.22	7167.44	0.1791	2.4799	83.54	46.2
47.51	1635.28	0.1023	1.9137	19.06	84.2
62.83	2061.15	0.1248	1.4778	24.02	74.0
67.91	1671.45	0.1248	1.3790	19.48	76.0
69.06	829.16	0.1248	1.3589	9.66	76.5



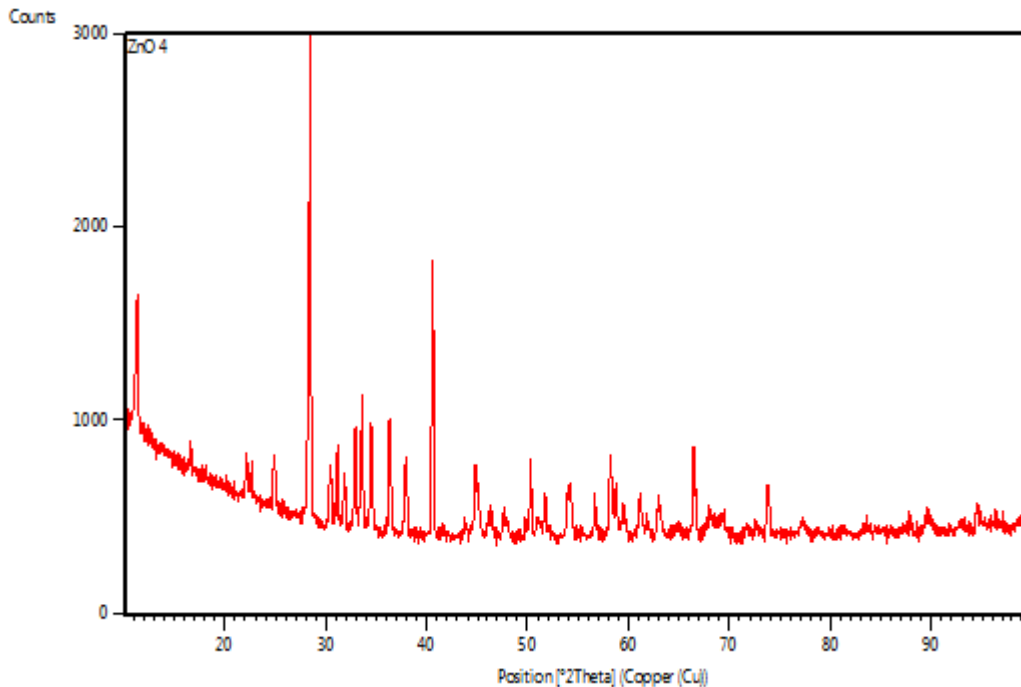
Gambar 15. Pola XRD powder ZnO disintesis menggunakan zink sulfat heptahidrat

Gambar 15 merupakan pola difraksi sinar-X powder ZnO dengan menggunakan prekursor zink asetat dihidrat pada temperatur kalsinasi 500 °C selama 1 jam. Pola XRD powder ZnO ini memiliki puncak tertinggi pada puncak yang khas yaitu sekitar pada $2\theta = 36,3$. Puncak-puncak lainnya terdeteksi pada $2\theta = 31,71$; $34,36$; $36,19$; $47,50$; $56,54$; $67,89$ and $69,06$. Puncak ini menunjukkan ZnO yang terbentuk adalah struktur heksagonal. Puncak lain juga terdeteksi pada $2\theta = 14,31$; $19,43$; $23,40$ dan $27,02$ yang menunjukkan terdapatnya impuritas yakni natrium zink sulfat hidrat (Pdf Card No. 01-074-7117). Ukuran kristalin ZnO yang dihitung menggunakan rumus Sherrer yaitu 37-58 nm (Tabel 16).

Tabel 16. Data FWHM nanopartikel ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat

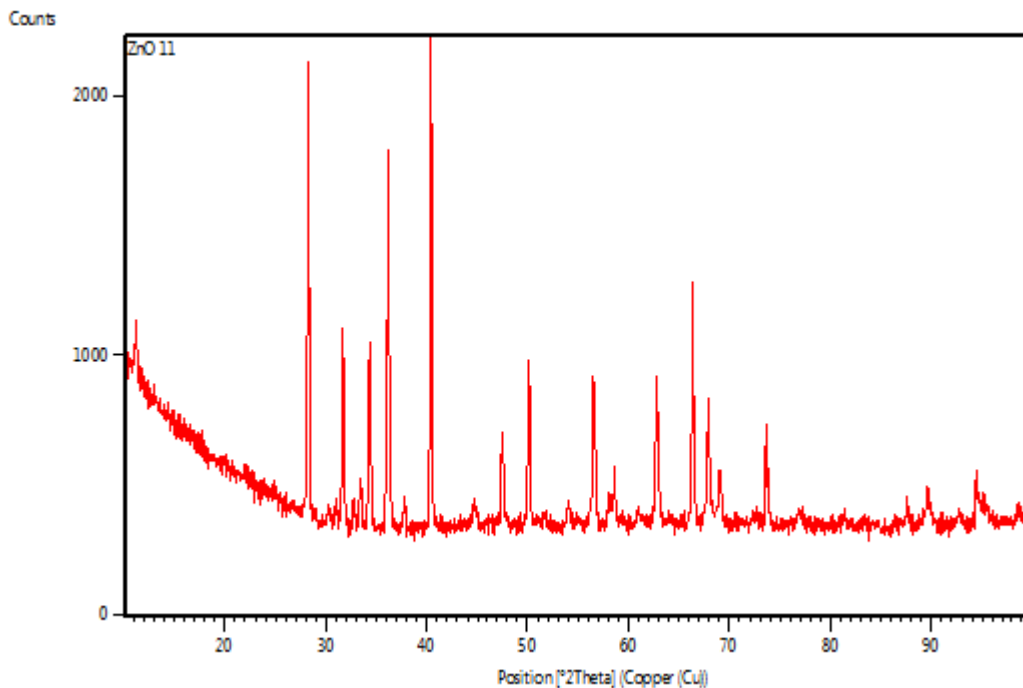
Angle (2θ)	Height (counts)	FWHM	d-value(\AA)	Relative intensity (counts) (%)	Crystallite size (nm)
31.71	1513.05	0.1791	2.8215	72.70	45.6
34.36	973.82	0.1535	2.6102	46.79	53.6
36.19	2081.23	0.2047	2.4824	100.00	40.4
47.50	500.31	0.2047	1.9143	24.04	42.0
56.54	606.07	0.1535	1.6277	29.12	58.2
67.89	360.60	0.1791	1.37806	17.33	52.9
69.06	206.31	0.2558	1.3600	9.91	37.3

Sintesis ZnO dengan variasi Pelarut



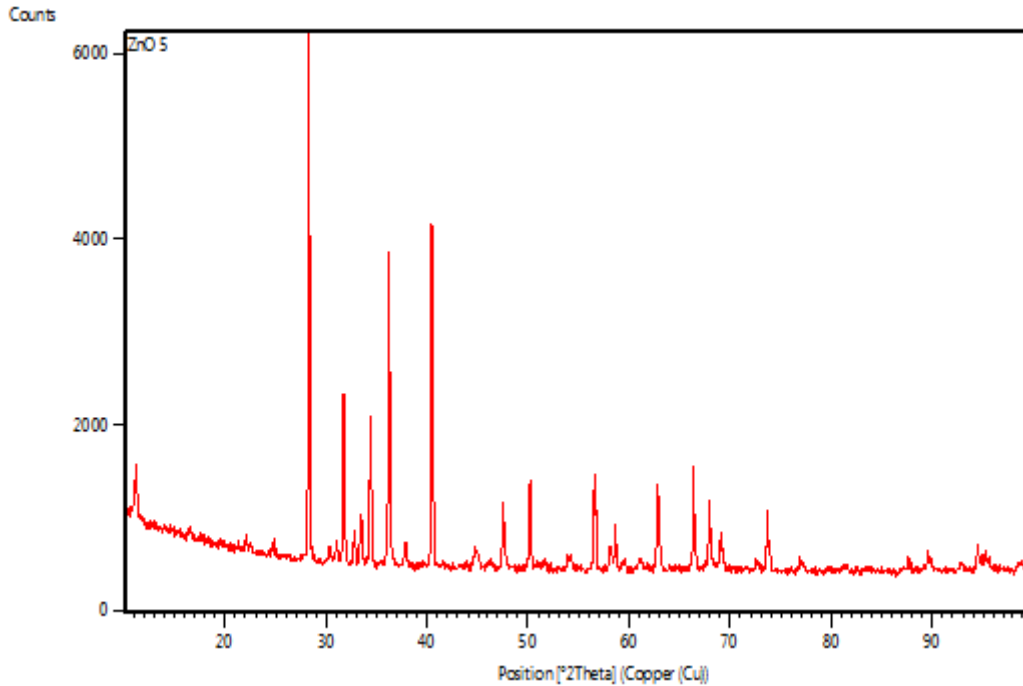
Gambar 16. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut aquadest

Gambar 16 merupakan pola difraksi sinar-X powder ZnO dengan menggunakan pelarut aquadest. Pola XRD powder ZnO menggunakan pelarut aquades ini menunjukkan bahwa ZnO yang terbentuk tidak murni. Impuritas yang terbentuk adalah KCl dan $Zn_5(OH)_8Cl_2 \cdot H_2O$ sesuai dengan Pdf card No. 01-076-3380 dan Pdf Card No. 01-072-1444 berturut-turut. Impuritas ini terbentuk dikarenakan powder ZnO sebelum di oven tidak dicuci dengan etanol. Pola XRD powder ZnO ini memiliki puncak tertinggi pada puncak yang khas yaitu sekitar pada $2\theta = 31.69; 34.39; 36.22; 47.51; 62.83; 67.91$ and 69.06 , puncak tersebut menunjukkan terbentuknya ZnO dengan struktur heksagonal (Pdf Card No. 01-070-8072).



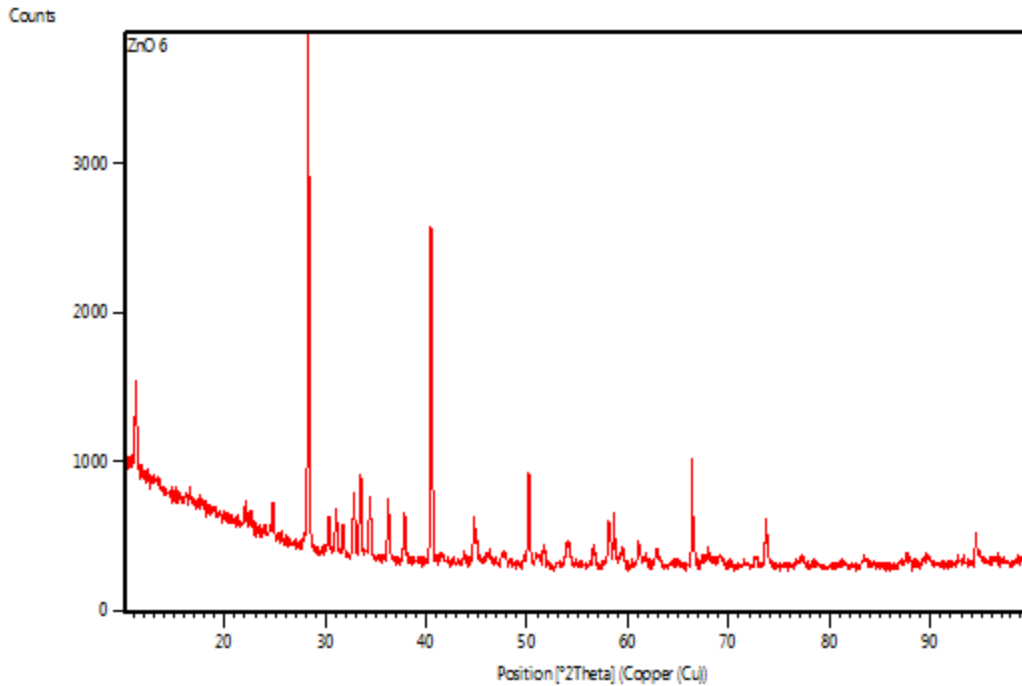
Gambar 17. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut metanol

Gambar 17 merupakan pola difraksi sinar-X powder ZnO dengan menggunakan pelarut metanol. Pola XRD powder ZnO menggunakan pelarut aquades ini menunjukkan bahwa ZnO yang terbentuk tidak murni. Impuritas yang terbentuk adalah KCl dan $Zn_5(OH)_8Cl_2 \cdot H_2O$ sesuai dengan Pdf card No. 01-076-3380 dan Pdf Card No. 01-072-1444 berturut-turut. Impuritas ini terbentuk dikarenakan powder ZnO sebelum di oven tidak dicuci dengan etanol. Pola XRD powder ZnO ini memiliki puncak tertinggi pada puncak yang khas yaitu sekitar pada $2\theta = 31.69; 34.39; 36.22; 47.51; 62.83; 67.91$ and 69.06 , puncak tersebut menunjukkan terbentuknya ZnO dengan struktur heksagonal (Pdf Card No. 01-070-8072).



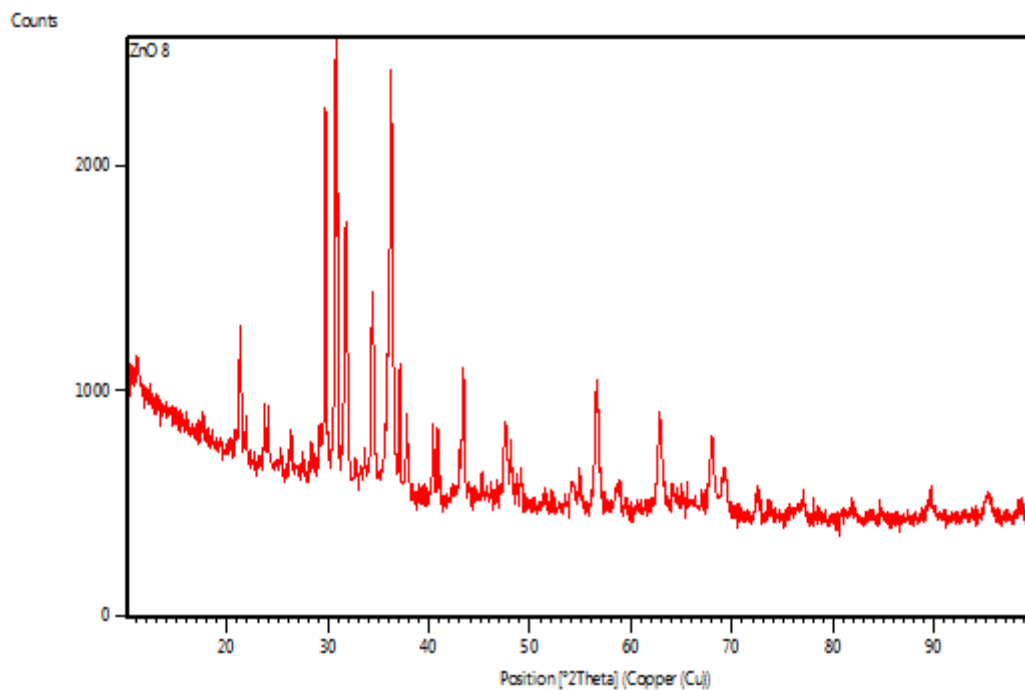
Gambar 18. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut 2-propanol

Gambar 18 merupakan pola difraksi sinar-X powder ZnO dengan menggunakan pelarut 2-propanol. Pola XRD powder ZnO menggunakan pelarut 2-propanol menunjukkan bahwa ZnO yang terbentuk tidak murni, akan tetapi lebih murni dari penggunaan aquades yakni sekitar 70 %. Impuritas yang terbentuk adalah KCl dan $Zn_5(OH)_8Cl_2 \cdot H_2O$ sesuai dengan Pdf card No. 01-076-3380 dan Pdf Card No. 01-072-1444 berturut-turut. Impuritas ini terbentuk dikarenakan powder ZnO sebelum di oven tidak dicuci dengan etanol. Pola XRD powder ZnO ini memiliki puncak tertinggi pada puncak yang khas yaitu sekitar pada $2\theta = 31.69; 34.39; 36.22; 47.51; 62.83; 67.91$ and 69.06 , puncak tersebut menunjukkan terbentuknya ZnO dengan struktur heksagonal (Pdf Card 01-078-2585).



Gambar 19. Pola XRD powder zink oksida dengan pelarut etanol

Gambar 19 merupakan pola difraksi sinar-X powder ZnO dengan menggunakan pelarut etanol. Pola XRD powder ZnO menggunakan pelarut etanol menunjukkan bahwa ZnO yang terbentuk tidak murni, dengan persentase sekitar 48 %. Pola XRD powder ZnO ini memiliki puncak tertinggi pada puncak yang khas yaitu sekitar pada $2\theta = 31.69; 34.39; 36.22; 47.51; 62.83; 67.91$ and 69.06 , puncak tersebut menunjukkan terbentuknya ZnO dengan struktur heksagonal (Pdf Card 01-078-2585). Impuritas yang terbentuk adalah KCl dan $Zn_5(OH)_8Cl_2 \cdot H_2O$ sesuai dengan Pdf card No. 01-076-3380 dan Pdf Card No. 01-072-1444 berturut-turut. Impuritas ini terbentuk dikarenakan powder ZnO sebelum di oven tidak dicuci dengan etanol.

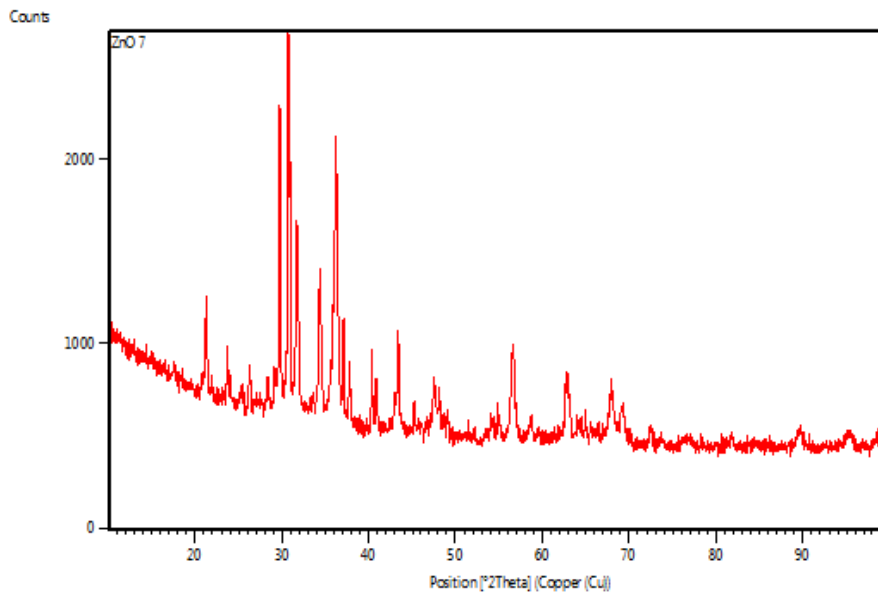


Gambar 20. Pola XRD powder zink oksida dengan penambahan urea + KOH

Pola XRD ZnO yang disintesis menggunakan aditif urea dapat dilihat pada Gambar 20. Puncak-puncak khas ZnO terdeteksi pada $2\theta = 31.78; 34.43; 36.28; 47.55; 56.62; 62.82; 67.94$ dan 69.36 . Puncak-puncak ini terindeks sebagai puncak heksagonal ZnO (*wurtzite*) dengan indeks miller [100], [002], [101], [102], [110], [103], [200], [112] dan [201], berturut-turut. Semua refleksi pada pola XRD ini mengacu pada space group $P63mc$ sesuai dengan literatur (Pdf Card No. 01-078-3322). Puncak-puncak lain juga terdeteksi pada $2\theta = 21.32$ dan 30.74 yang menunjukkan puncak senyawa kalium sulfat (Pdf card No. 00-044-1414). Ukuran rata-rata kristalin ZnO adalah 26-75 nm (Tabel 17).

Tabel 17. Data FWHM ZnO yang disintesis menggunakan urea sebagai aditif

Angle (2θ)	Height (counts)	FWHM	d-value [Å]	Relative intensity (counts)	Crystallite size (nm)
31.78	1121.55	0.2047	2.8154	59.18	39.9
34.43	848.27	0.2303	2.6047	44.76	35.7
36.28	1724.93	0.2303	2.4764	91.01	35.9
47.55	346.74	0.2558	1.9121	18.30	33.5
56.62	577.46	0.1535	1.6255	30.47	58.2
62.82	450.98	0.1279	1.4793	23.80	72.0
67.94	302.06	0.3582	1.3798	15.94	26.5
69.36	199.03	0.1279	1.3548	10.50	74.9

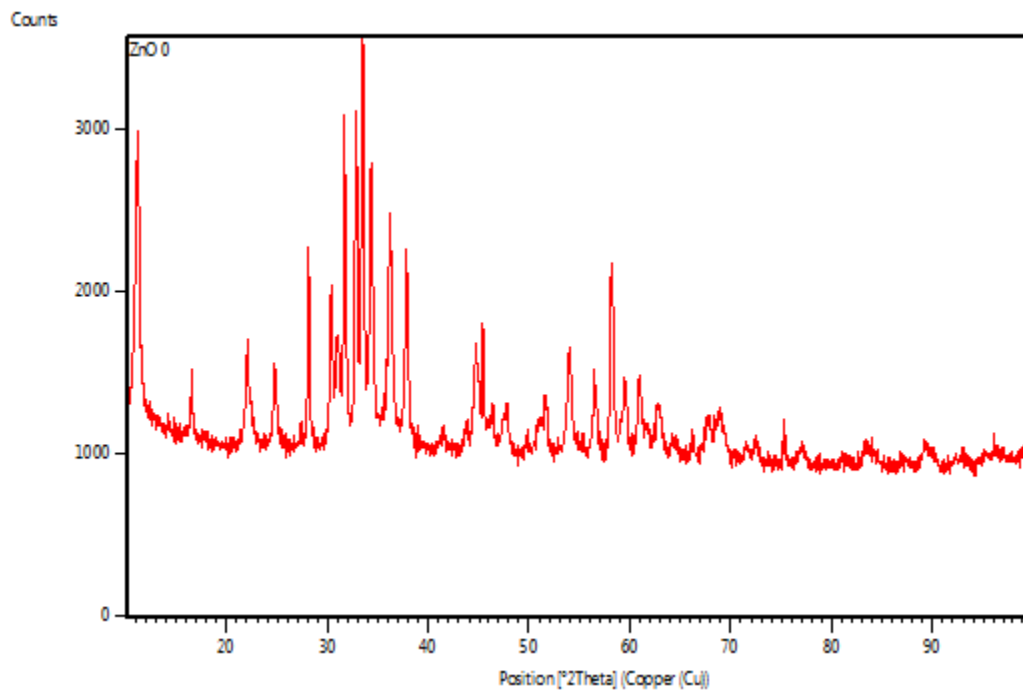


Gambar 21. Pola XRD powder zink oksida dengan penambahan etilen glikol + KOH

Pola XRD dengan menggunakan etilen glikol sebagai aditif dapat dilihat pada Gambar 21. Data pada XRD ini menunjukkan puncak khas pada $2\theta = 31.72; 34.42; 36.25; 47.54; 56.58; 62.82; 67.90$ dan 69.23 . Puncak-puncak tersebut diidentifikasi sebagai struktur ZnO (*wurtzite*) dengan indeks miller [100], [002], [101], [102], [110], [103], [200], [112] dan [201], berturut-turut. Semua refleksi pada pola XRD ini menunjukkan ZnO yang terbentuk adalah struktur heksagonal (Pdf Card No. 01-078-2595). Puncak-puncak lain juga terdeteksi pada $2\theta = 21.30$ dan 30.74 yang menunjukkan terbentuknya senyawa impuritas yakni kalium sulfat (Pdf card No. 00-005-0613). Ukuran kristalin nanopartikel ZnO yang dihasilkan adalah sekitar 18- 70 nm (Tabel 18).

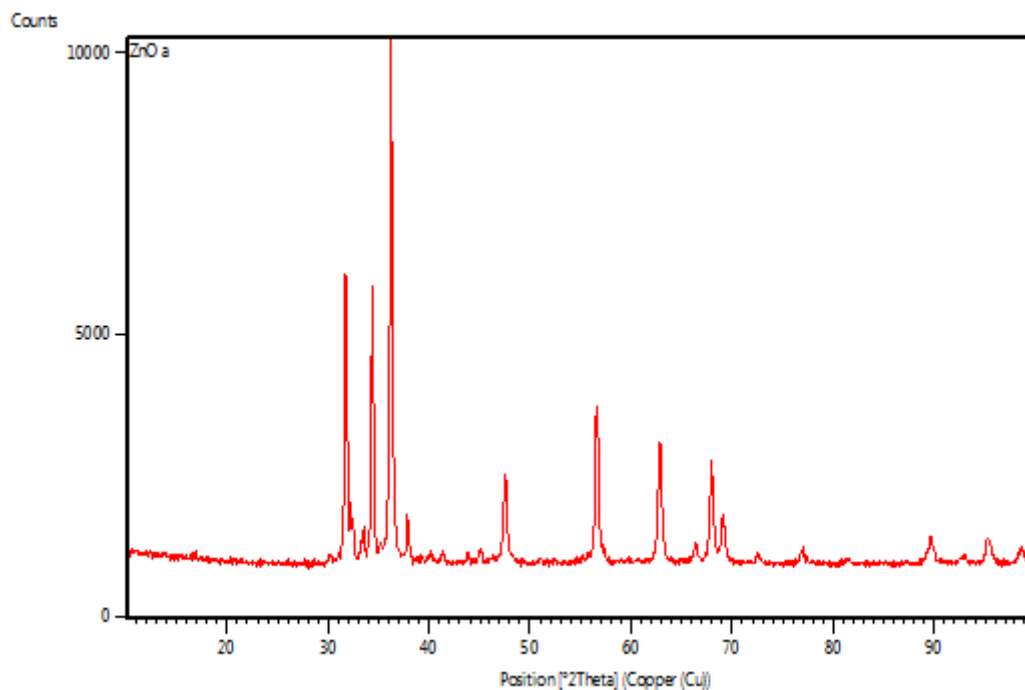
Tabel 18. Data FWHM dan ukuran Kristal ZnO menggunakan etilen glikol sebagai aditif

Angle (2θ)	Height (counts)	FWHM	d-value [Å]	Relative intensity (counts)	Crystallite size (nm)
31.72	1056.69	0.1279	2.8209	50.68	63.9
34.42	813.74	0.1791	2.6056	39.03	46.0
36.25	1550.09	0.2558	2.4779	74.35	32.6
47.54	277.82	0.2558	1.9125	13.33	33.6
56.58	507.10	0.1279	1.6266	24.32	69.9
62.82	355.78	0.3852	1.4792	17.06	23.9
67.90	304.83	0.2558	1.3803	14.62	37.0
69.23	179.22	0.5117	1.3572	8.60	18.7



Gambar 22. Pola XRD powder zink oksida pada suhu 110 °C (tanpa kalsinasi)

Gambar 22 merupakan pola difraksi sinar-X powder ZnO pada suhu 110 °C (tanpa kalsinasi). Berdasarkan pola XRD ini ZnO sudah mulai terbentuk pada suhu 110 °C akan tetapi bercampur dengan pengotor yaitu $Zn_5(OH)_8Cl_2 \cdot H_2O$. Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa ZnO yang terbentuk adalah ZnO murni dengan struktur heksagonal (*wurtzite*) hal ini sesuai dengan referensi XRD No. (01-074-9939).

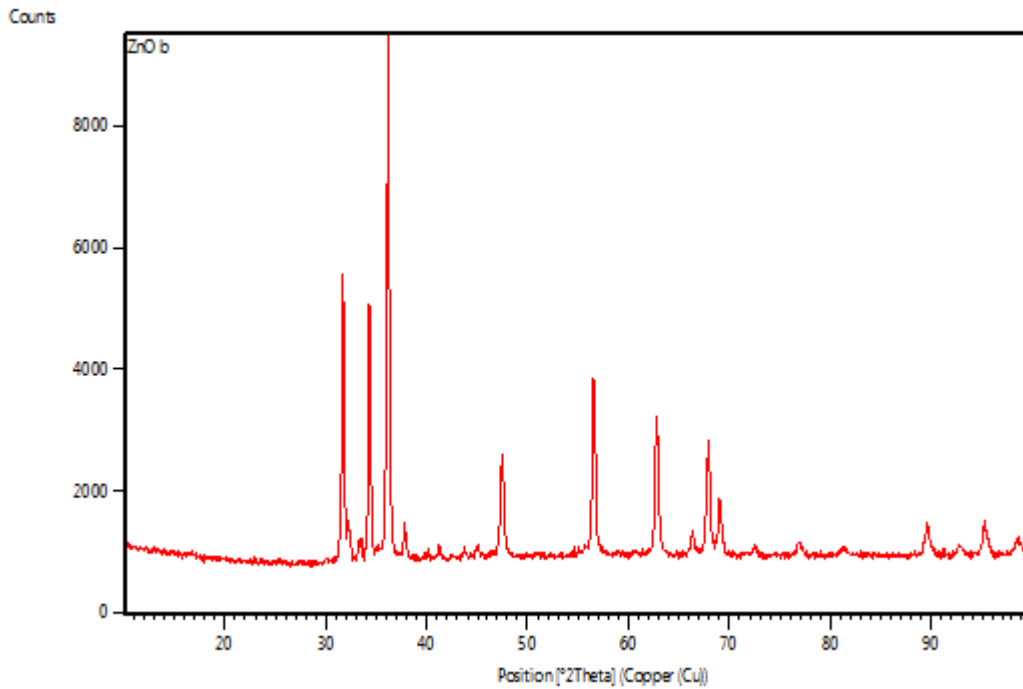


Gambar 23. Pola XRD powder zink oksida pada suhu 400 °C

Pola XRD ZnO disintesis pada suhu 400 °C dapat dilihat pada Gambar 23. Dari pola XRD ini, ZnO yang terbentuk murni tanpa ada impuritas atau pengotor. Puncak khas ZnO terdeteksi pada $2\theta = 31.74; 34.39; 36.24; 47.51; 56.56; 62.80; 66.35; 67.89; \text{ dan } 69.07$. pola XRD ini diindeks sebagai struktur ZnO heksagonal (*wurtzite*) dengan indeks miller [100], [002], [101], [102], [110], [103], [200], [112] dan [201], berturut-turut, sesuai dengan literatur (Pdf Card No. 01-078-2585). Ukuran kristalin ZnO yang dihasilkan pada suhu 400 °C sekitar 30-52 nm (Tabel 19).

Tabel 19. Data FWHM dan ukuran kristal ZnO disintesis pada 400 °C

Angle (2θ)	Height (counts)	FWHM	d-value [\AA]	Relative intensity (counts) (%)	Crystallite size (nm)
31.74	5120.13	0.2047	2.8188	54.42	39.97
34.39	4846.86	0.2047	2.6077	51.51	40.20
36.24	9408.96	0.2303	2.4788	100.00	35.89
47.51	1520.92	0.2558	1.9136	16.16	33.60
56.56	2649.08	0.1791	1.6272	28.15	49.85
62.80	2072.25	0.2047	1.4796	28.15	44.95
66.35	309.28	0.3070	1.4088	3.29	30.60
67.89	1719.27	0.1791	1.3806	18.27	52.73
69.07	856.29	0.2047	1.3598	9.10	46.63



Gambar 24. Pola XRD powder zink oksida pada suhu 600 °C

Pada Gambar 24 dapat dilihat pola XRD ZnO disintesis pada suhu 600 °c. Puncak-puncak khas terdeteksi pada $2\theta = 31.70; 34.34; 36.16; 47.45; 56.51; 62.78; 66.29; 67.86$ dan 69.00 . Puncak tersebut dapat diidentifikasi sebagai ZnO tipe struktur heksagonal dengan variasi indeks miller [100], [002], [101], [102], [110], [103], [200], [112] dan [201], berturut-turut. Struktur heksagonal ZnO ini sesuai dengan literatur (Pdf Card No. 01-076-0704). Ukuran kristalin rata-rata ZnO yang dihitung dengan menggunakan rumus *Scherrer* sekitar 35-62 nm (Tabel 20).

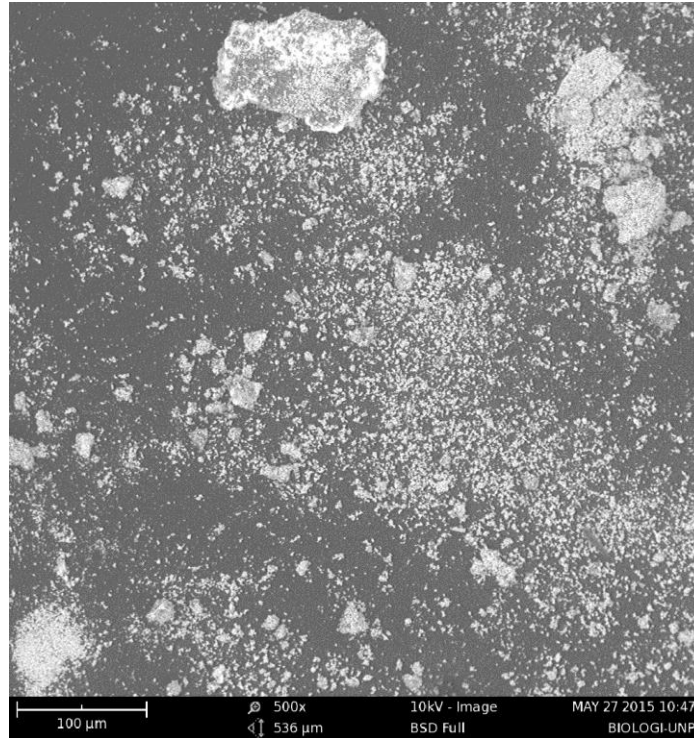
Tabel 20. Data FWHM dan ukuran kristalin ZnO pada suhu 600 °C

Angle (2θ)	Height (counts)	FWHM	d-value [\AA]	Relative intensity (counts) (%)	Crystallite size (nm)
31.70	4796.14	0.1791	2.8229	55.62	45.70
34.34	4261.83	0.1791	2.6110	49.43	45.85
36.16	8622.39	0.2303	2.4839	100.00	35.89
47.46	1640.30	0.2303	1.9158	19.02	37.05
56.51	2816.30	0.2047	1.6284	32.66	43.66
62.77	2273.74	0.2303	1.4802	26.37	39.97
66.29	386.03	0.1535	1.4100	4.48	61.20
67.86	1863.80	0.1535	1.3812	21.62	61.75
69.00	902.99	0.1791	1.3611	10.47	52.73

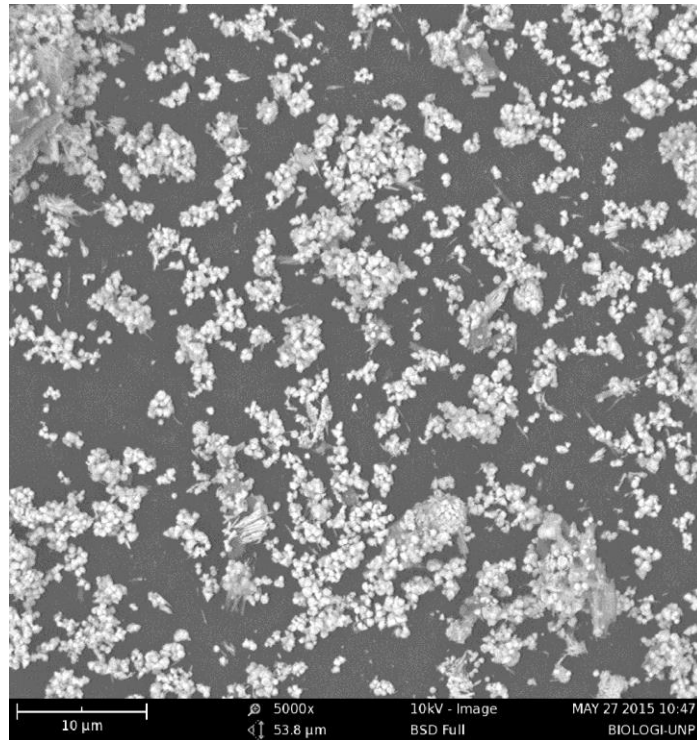
Analisis SEM

ZnO dengan variasi Prekursor

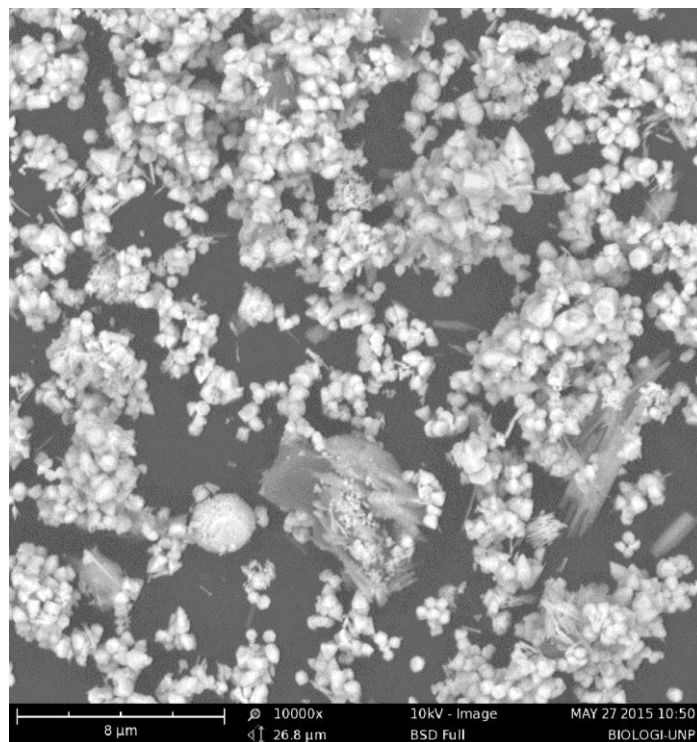
Powder ZnO yang dihasilkan dengan menggunakan precursor zink asetat dihidrat sebagai precursor dianalisis menggunakan SEM.



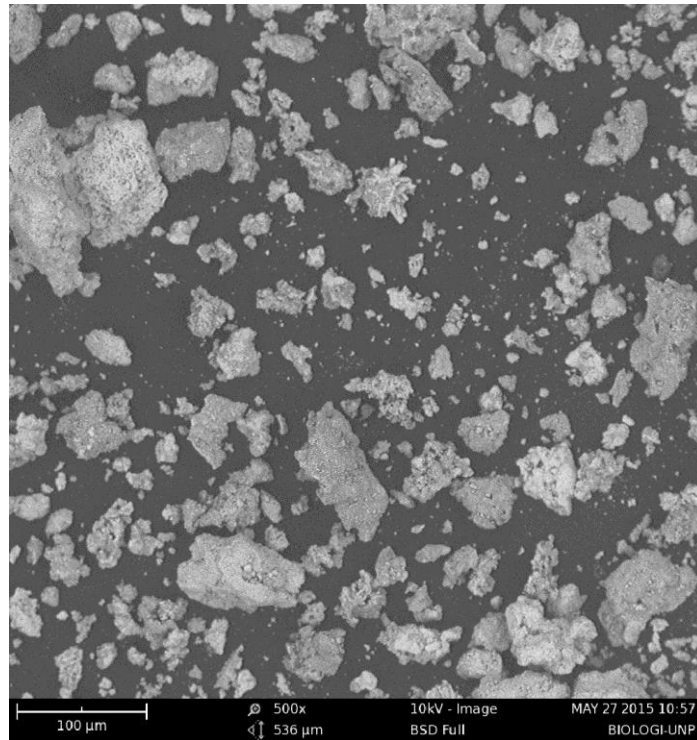
Gambar 25. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink asetat dihidrat (perbesaran 500x)



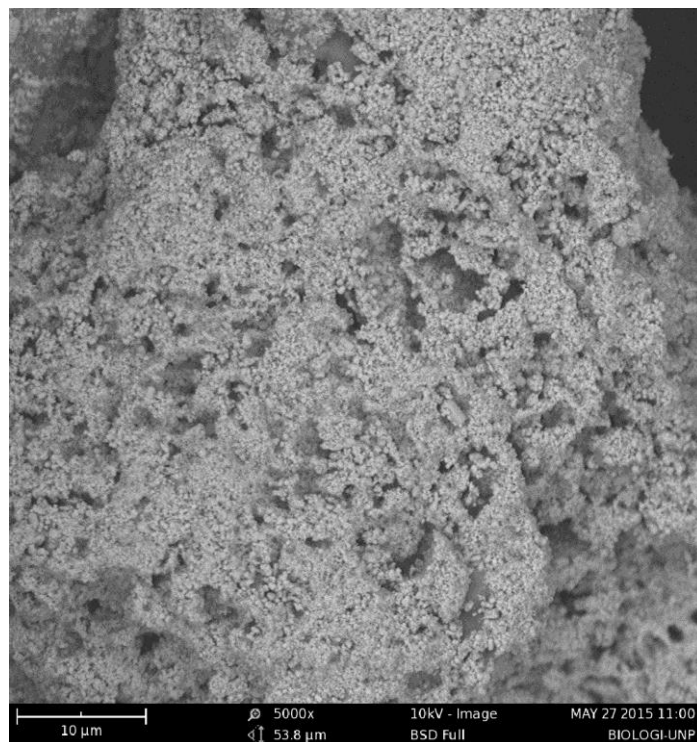
Gambar 26. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink asetat dihidrat (perbesaran 5000x)



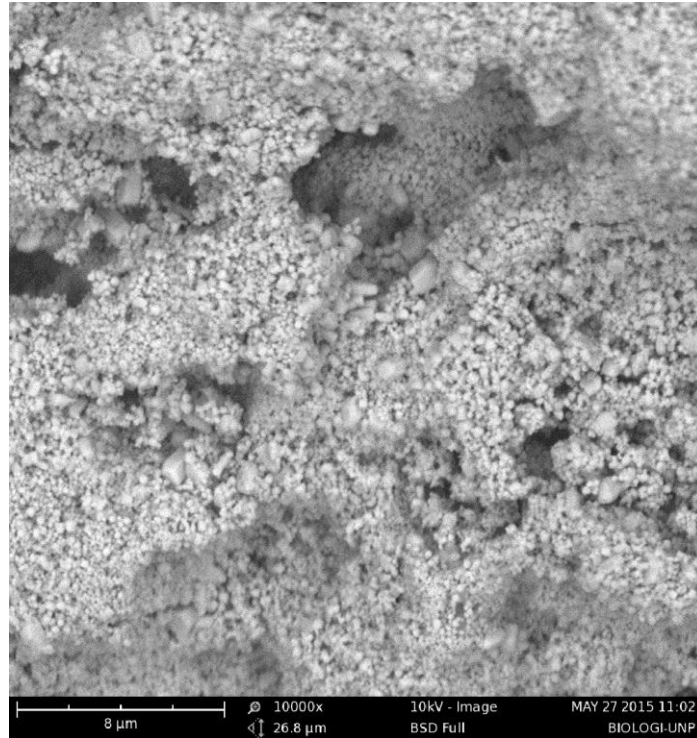
Gambar 27. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink asetat dihidrat (perbesaran 10.000x)



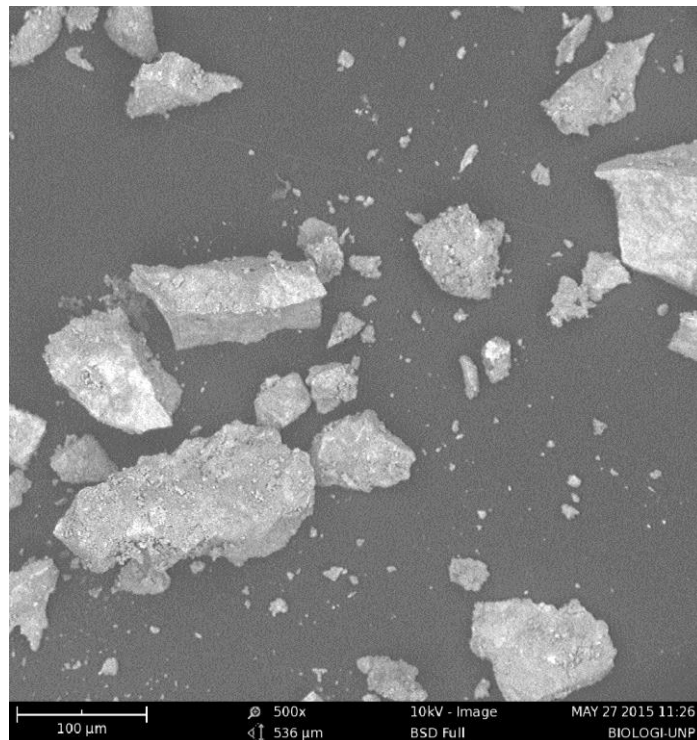
Gambar 28. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink klorida (perbesaran 5000x)



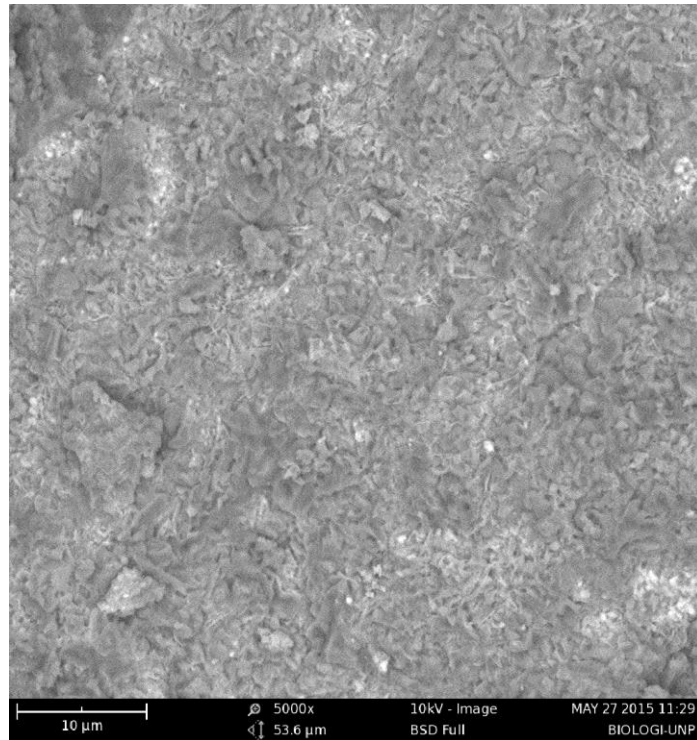
Gambar 29. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink klorida (perbesaran 5000x)



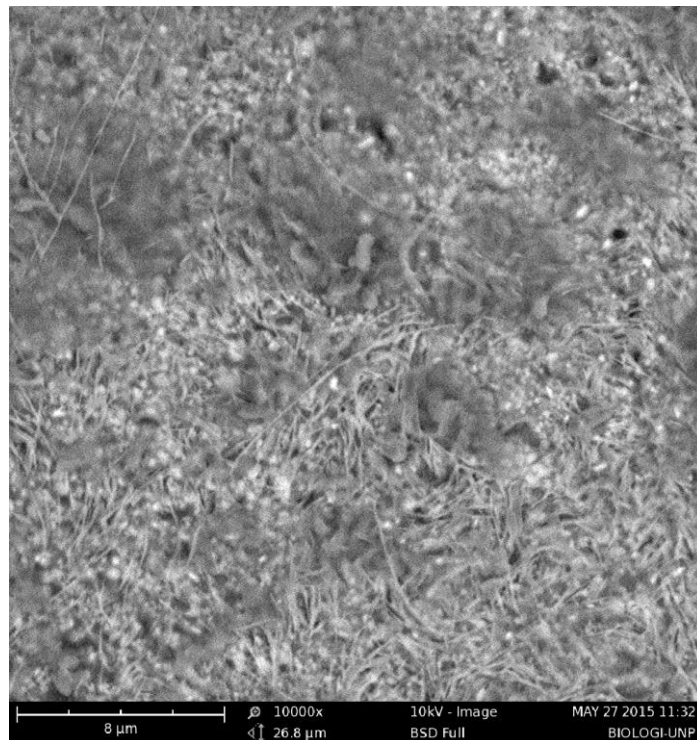
Gambar 30. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink klorida (perbesaran 10.000x)



Gambar 31. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat (perbesaran 500x)



Gambar 32. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat (perbesaran 5000x)



Gambar 33. Foto SEM sampel ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat (perbesaran 10.000x)

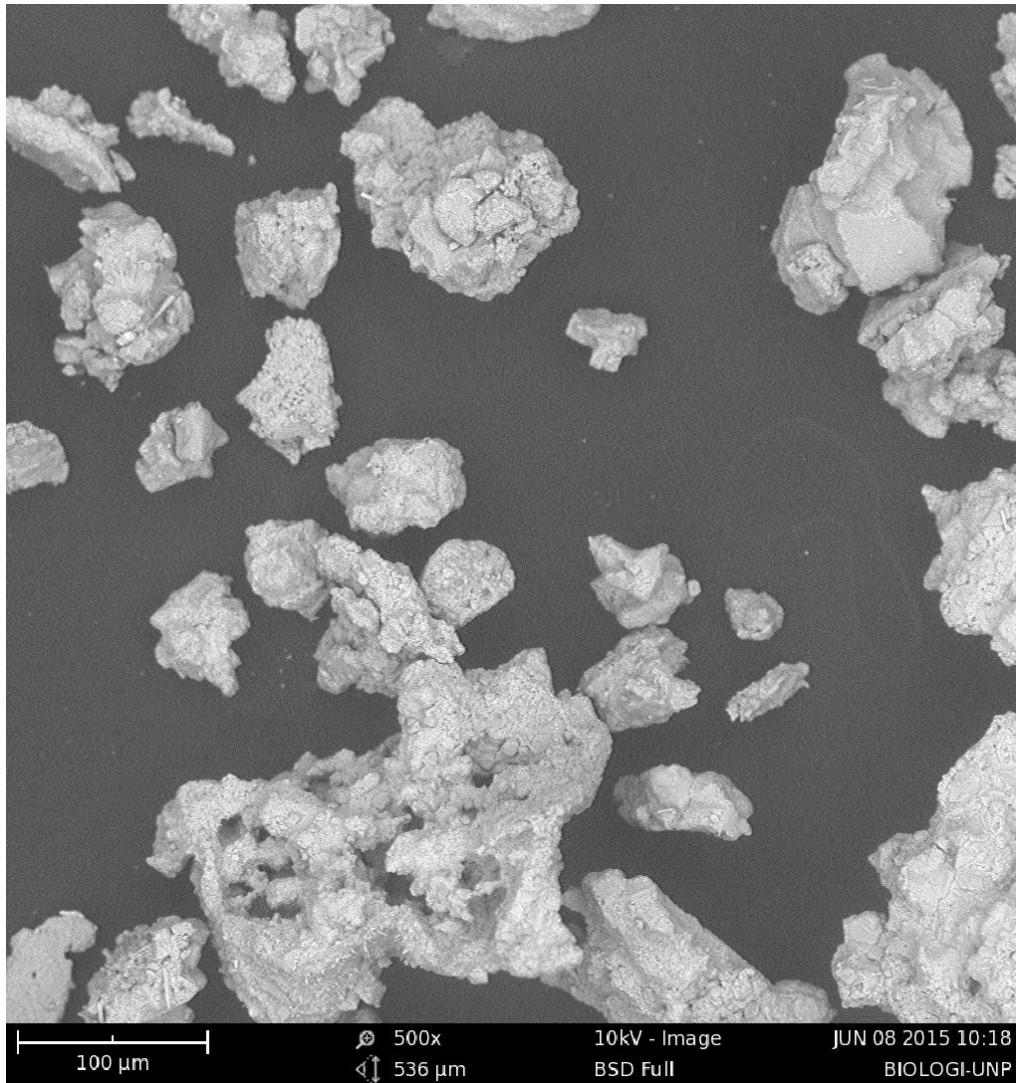
Powder ZnO dihasilkan dengan menggunakan variasi prekursor dianalisis dengan menggunakan SEM. Sampel ZnO ini dianalisis dengan SEM dengan menggunakan

perbesaran 500x, 5000 x dan 10000x. Foto SEM untuk sampel bubuk ZnO dengan menggunakan prekursor zink asetat dihidrat ini dapat dilihat pada Gambar 25, 26 dan 27. Dari hasil SEM untuk powder NiO dengan menggunakan prekursor nikel asetat tetrahidrat, dimana powder NiO yang dihasilkan berbentuk batang (rod) dan sedikit spheric dengan ukuran homogen (merata). Diameter krsital yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor ini adalah sekitar 2 – 13 μm dan panjang kristalnya sekitar 1 - 6 μm .

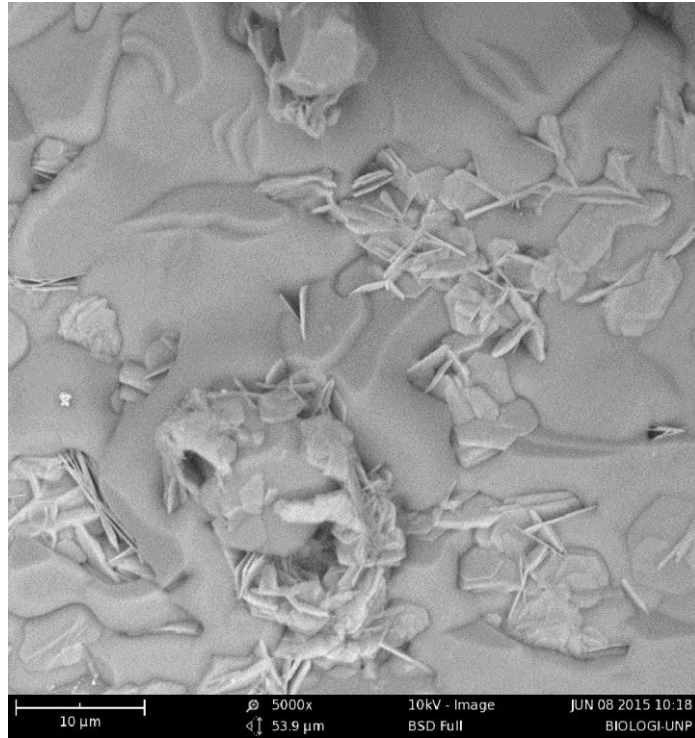
Analisis SEM untuk powder ZnO yang disintesis dengan menggunakan zink klorida dengan pelarut metanol dan dikalsinasi pada suhu 450 °C juga dianalisis dengan SEM untuk menentukan morfologi permukaan NiO yang dihasilkan. Hasil Foto SEM untuk sampel ZnO dengan menggunakan prekursor zink klorida dapat dilihat pada Gambar 28, 29 dan 30 dengan perbesaran yang bervariasi yakni 500x, 5000 x dan 10000x. Dari hasil foto SEM ini bentuk morfologi permukaan sampel ZnO adalah bentuk bongkahan (bulk) dengan adanya rongga pada permukaannya. Morfologi permukaan agak merata (homogen). Ukuran kristalnya pada permukaannya itu adalah sekitar 1 - 10 μm . Material ZnO ini dapat digunakan sebagai adsorben dan katalis. Analisis SEM menggunakan precursor zink sulfat heptahidrat dilakukan pada perbesaran 500x, 5000x dan 10000x (pada Gambar 31, 32 dan 33).

ZnO dengan variasi pelarut

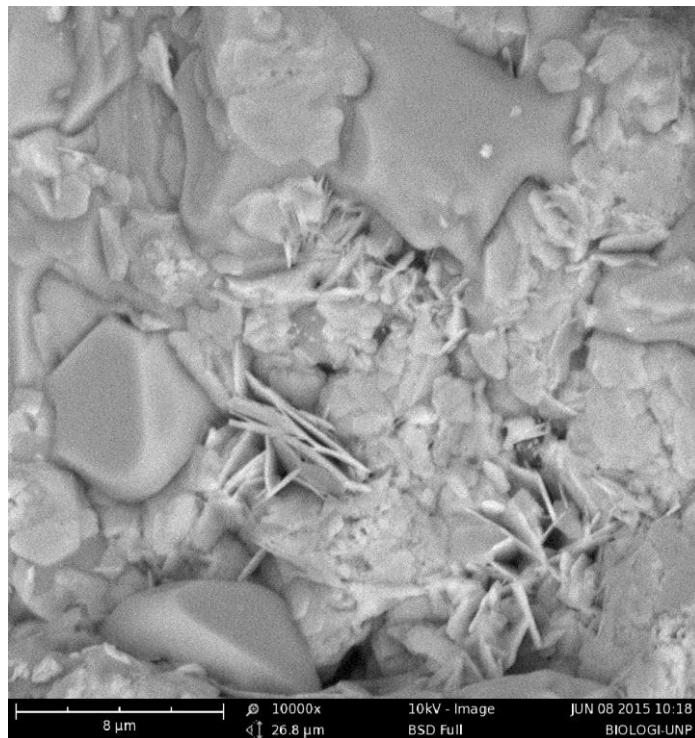
Analisis SEM juga dilakukan untuk nanopartikel ZnO yang disintesis menggunakan variasi pelarut. Pelarut yang digunakan yakni akuades, methanol, 2-propanol dan etanol. Hasil SEM menunjukkan dengan menggunakan pelarut yang berbeda menghasilkan morfologi permukaan yang berbeda juga.



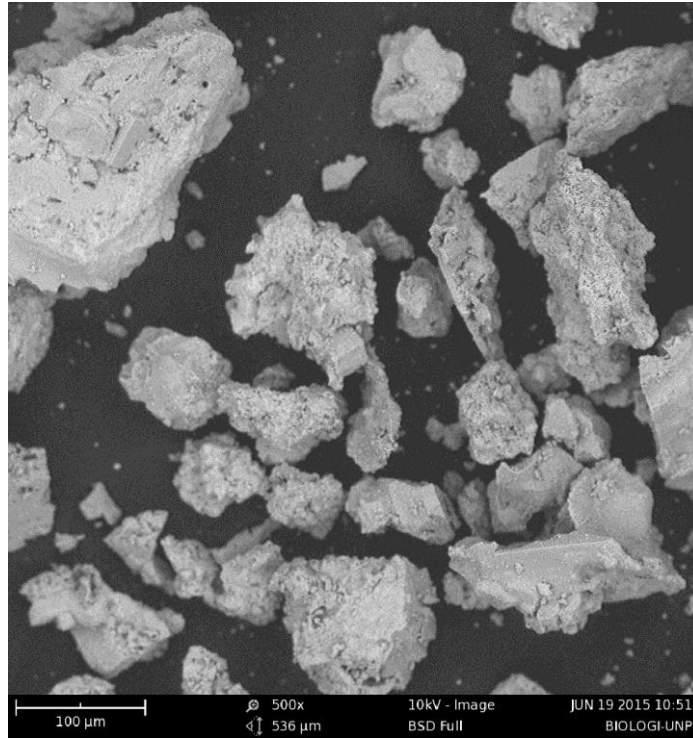
Gambar 34. Foto SEM sampel ZnO menggunakan aquadest (perbesaran 500x)



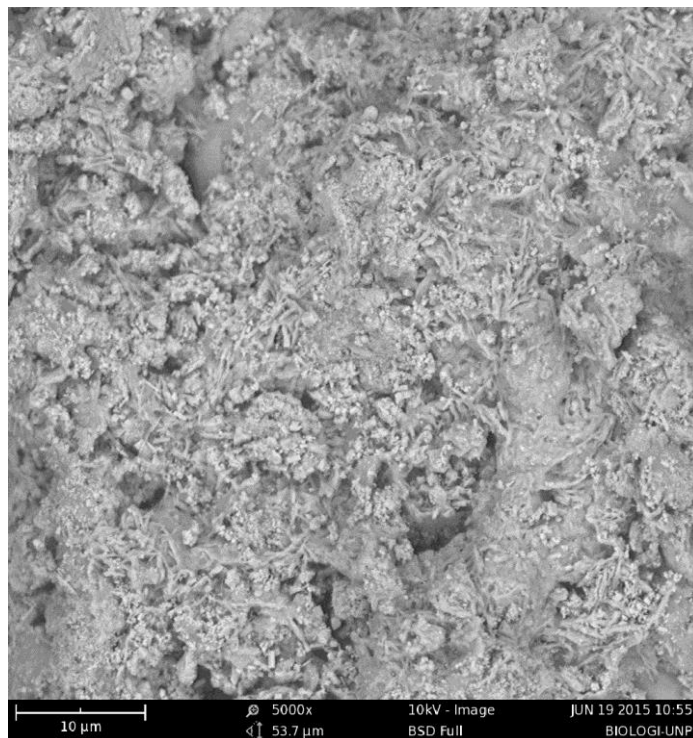
Gambar 35. Foto SEM sampel ZnO menggunakan aquadest (perbesaran 5000x)



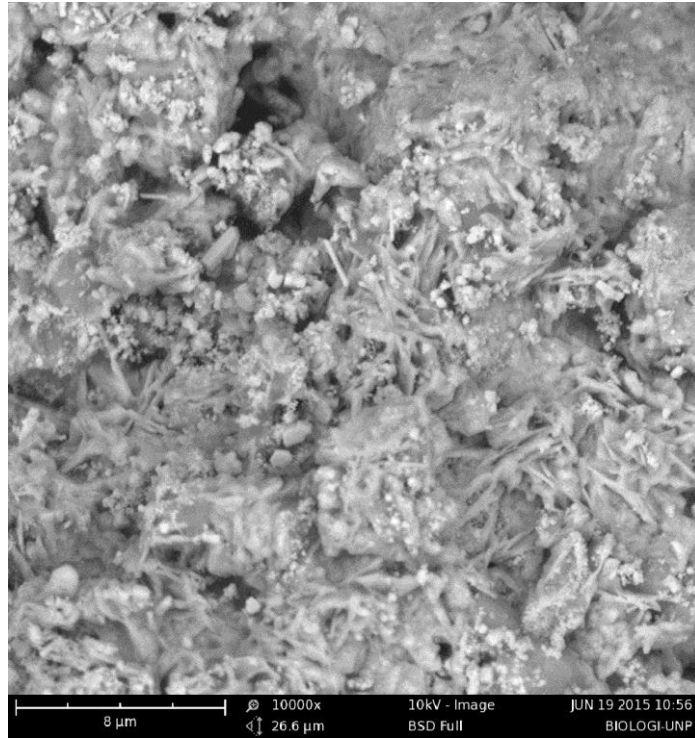
Gambar 36. Foto SEM sampel ZnO menggunakan aquadest (perbesaran 10000x)



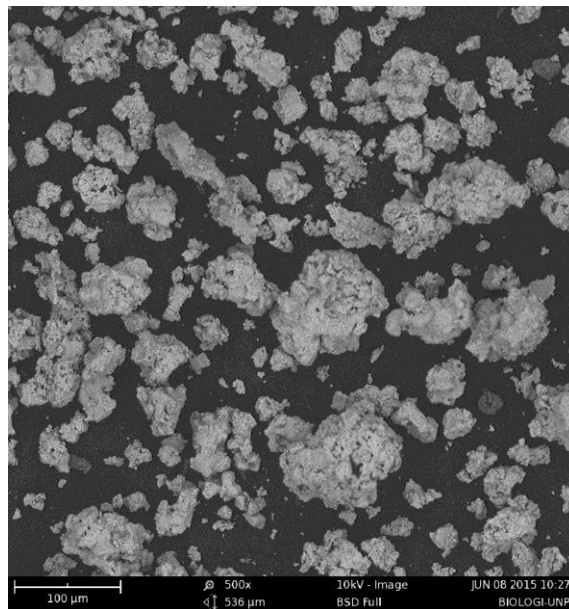
Gambar 37. Foto SEM sampel ZnO menggunakan methanol (perbesaran 500x)



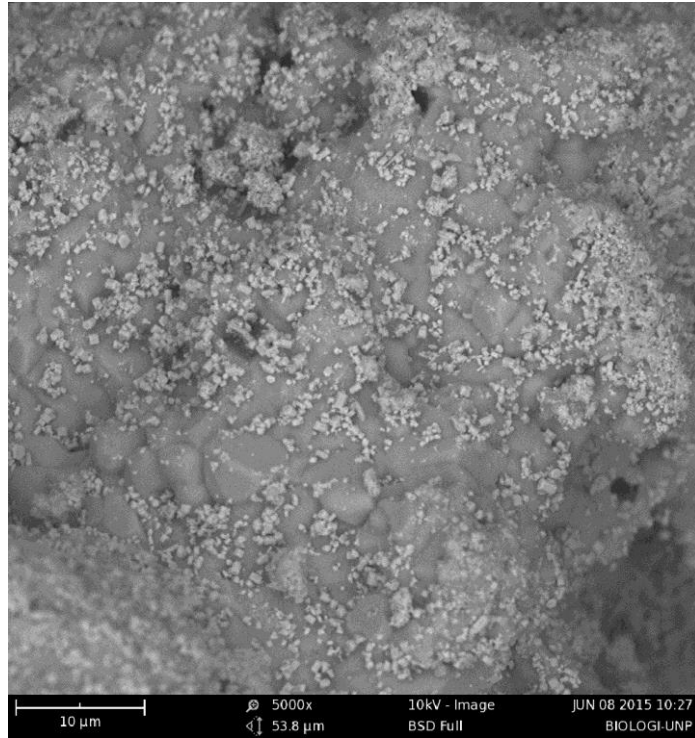
Gambar 38. Foto SEM sampel ZnO menggunakan methanol (perbesaran 5000x)



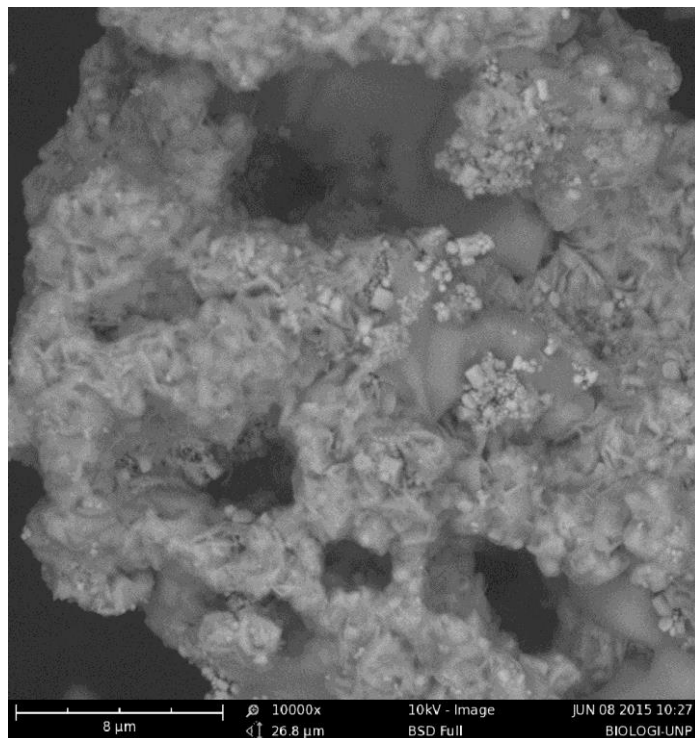
Gambar 39. Foto SEM sampel ZnO menggunakan metanol (perbesaran 10000x)



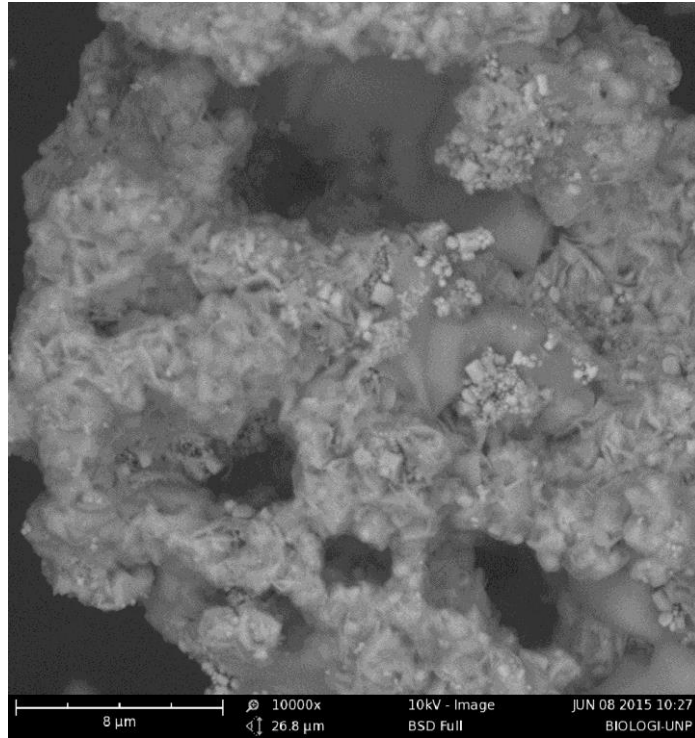
Gambar 40. Foto SEM sampel ZnO menggunakan 2-propanol (perbesaran 500x)



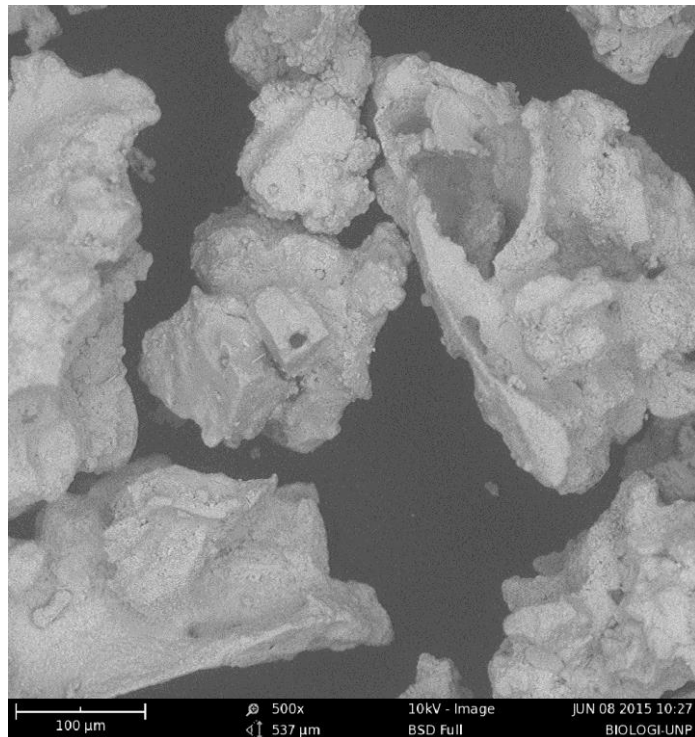
Gambar 41. Foto SEM sampel ZnO menggunakan 2-propanol (perbesaran 5000x)



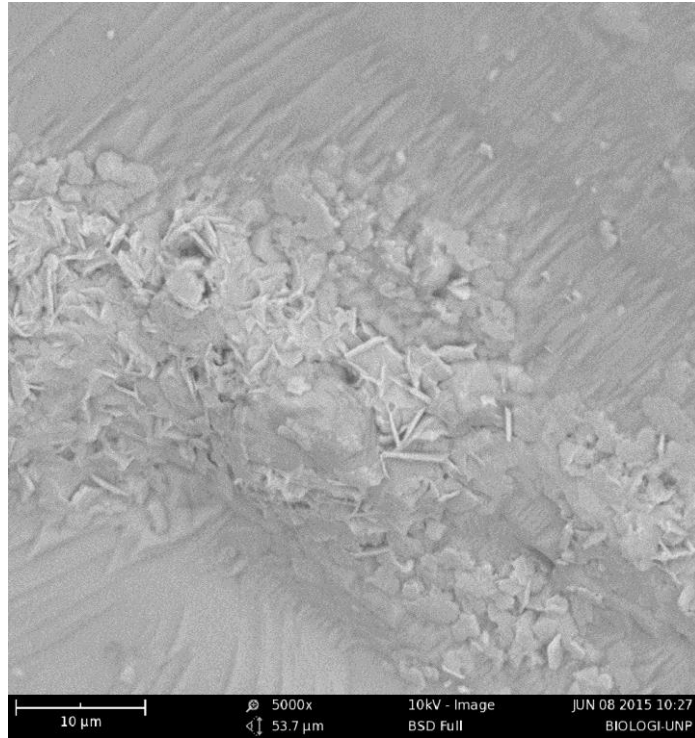
Gambar 42. Foto SEM sampel ZnO menggunakan 2-propanol (perbesaran 5000x)



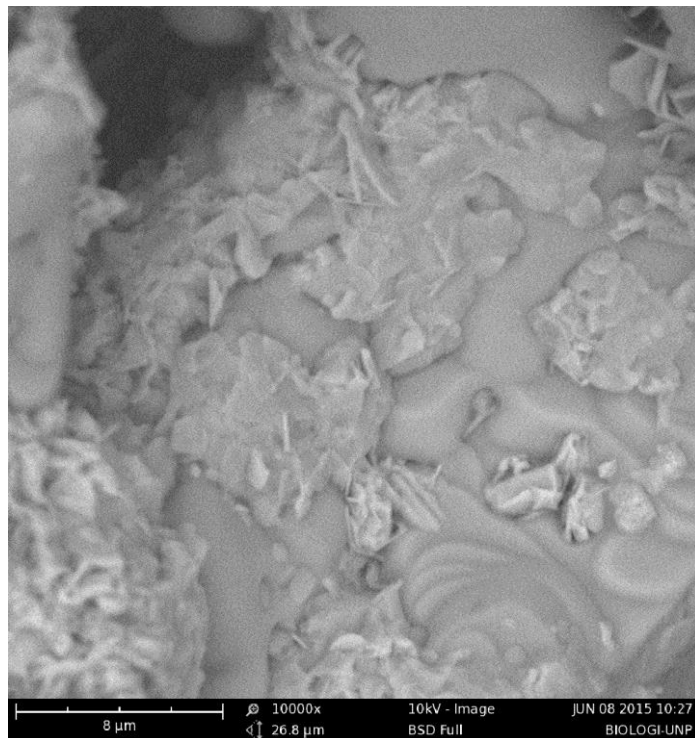
Gambar 43. Foto SEM sampel ZnO menggunakan 2-propanol (perbesaran 10000x)



Gambar 44. Foto SEM sampel ZnO menggunakan etanol (perbesaran 500x)



Gambar 45. Foto SEM sampel ZnO menggunakan etanol (perbesaran 5000x)



Gambar 46. Foto SEM sampel ZnO menggunakan etanol (perbesaran 10000x)

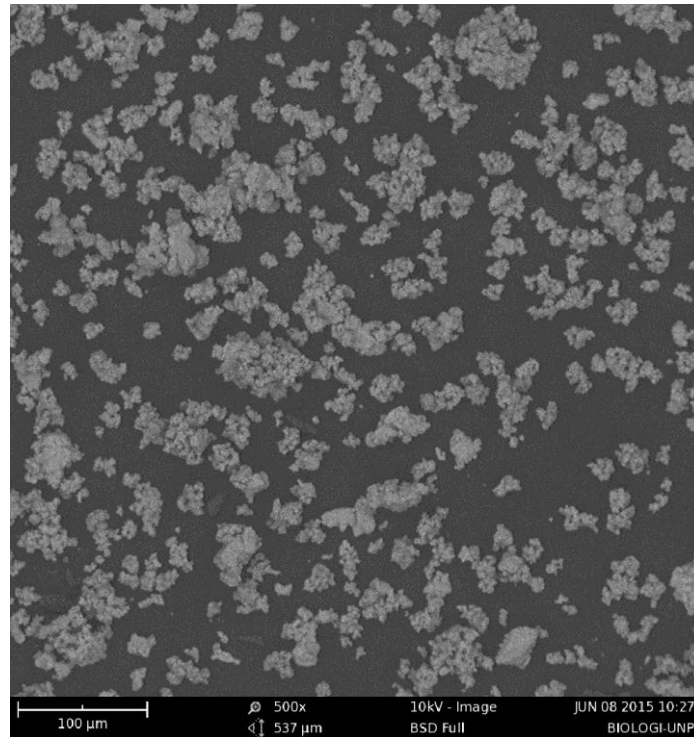
Powder ZnO yang dihasilkan dengan menggunakan pelarut akuades dianalisis dengan menggunakan SEM. Sampel ZnO ini dianalisis dengan SEM dengan menggunakan perbesaran 500x, 5000 x dan 10000x. Foto SEM untuk sampel bubuk ZnO dengan menggunakan pelarut akuades dapat dilihat pada Gambar 34, 35 dan 36. Dari hasil SEM untuk powder ZnO dengan menggunakan akuades, powder ZnO yang dihasilkan berbentuk batang (rod) dan sedikit spheric dengan ukuran homogen (merata). Diameter krsital yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor ini adalah sekitar 2–13 μm dan panjang kristalnya sekitar 1 - 6 μm .

Analisis SEM untuk powder ZnO yang disintesis dengan menggunakan pelarut methanol dikalsinasi pada suhu 450 °C juga dianalisis dengan SEM untuk menentukan morfologi permukaan NiO yang dihasilkan. Hasil Foto SEM untuk sampel ZnO dengan menggunakan pelarut metanol dapat dilihat pada Gambar 35, 36 dan 37 dengan perbesaran yang bervariasi yakni 500x, 5000 x dan 10000x. Dari hasil foto SEM ini bentuk morfogi permukaan sampel ZnO adalah bentuk bongkahan (bulk) dengan adanya rongga pada permukaannya. Morfologi permukaan agak merata (homogen). Ukuran kristalnya pada permukaannya itu adalah sekitar 1-10 μm .

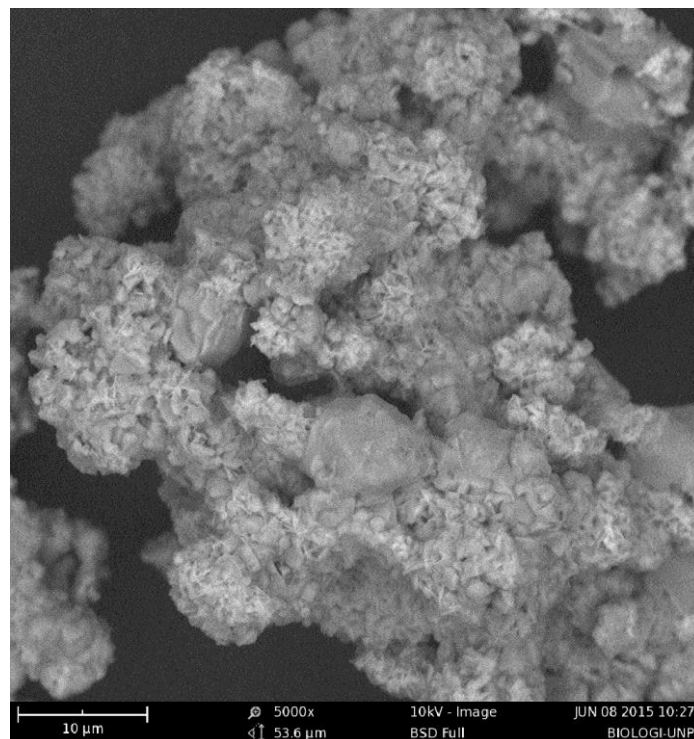
Karakterisasi morfologi permukaan sampel ZnO yang disintesis menggunakan 2-propanol sebagai pelarut juga dilakukan. Analisis SEM untuk powder ZnO yang disintesis dengan menggunakan pelarut 2-propanol menghasilkan morfologi dengan ukuran. Penggunaan pelarut etanol untuk mensintesis ZnO menghasilkan morfologi permukaan dengan struktur dan ukuran kristalin sekitar. Metanol adalah pelarut yang baik digunakan untuk mensintesis ZnO nanopartikel karena menghasilkan morfologi permukaan yang homogeny dengan ukuran yang sangat kecil.

ZnO dengan variasi aditif

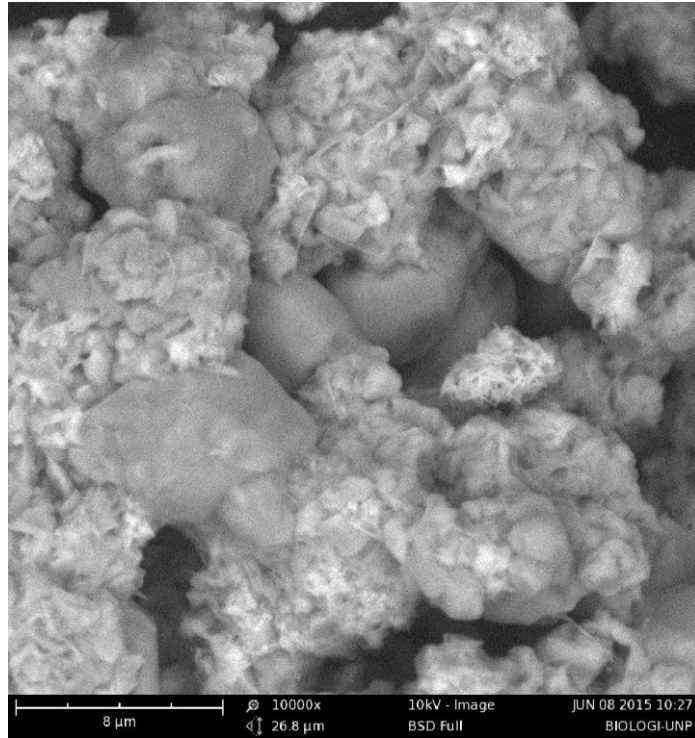
Pengaruh penambahan aditif untuk mensintesis ZnO nanopartikel juga dipelajari. Aditif yang digunakan yaitu etilen glikol dan urea. Aditif ini berfungsi untuk membantu kelarutan dan menghasilkan partikel yang lebih homogen dan sebagai penstabil sol.



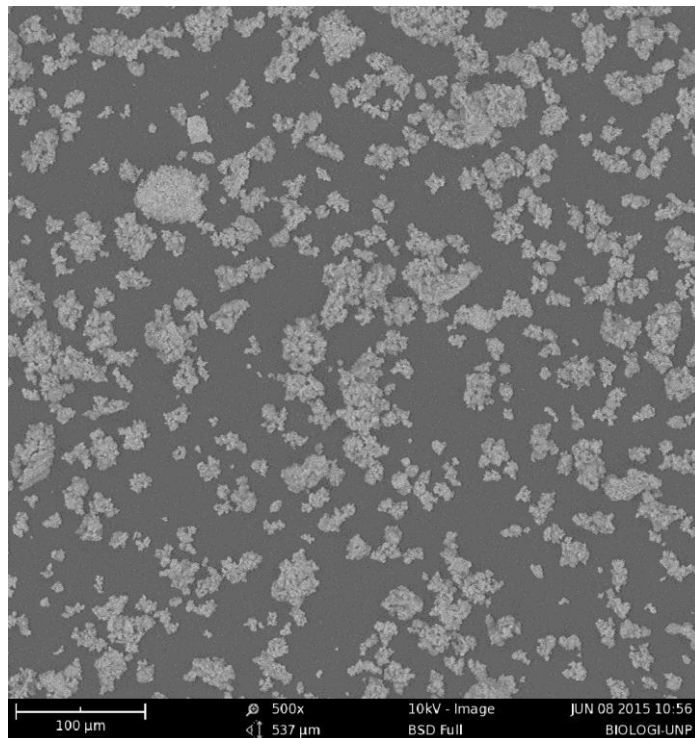
Gambar 47. Foto SEM sampel ZnO menggunakan etilen glikol (perbesaran 500x)



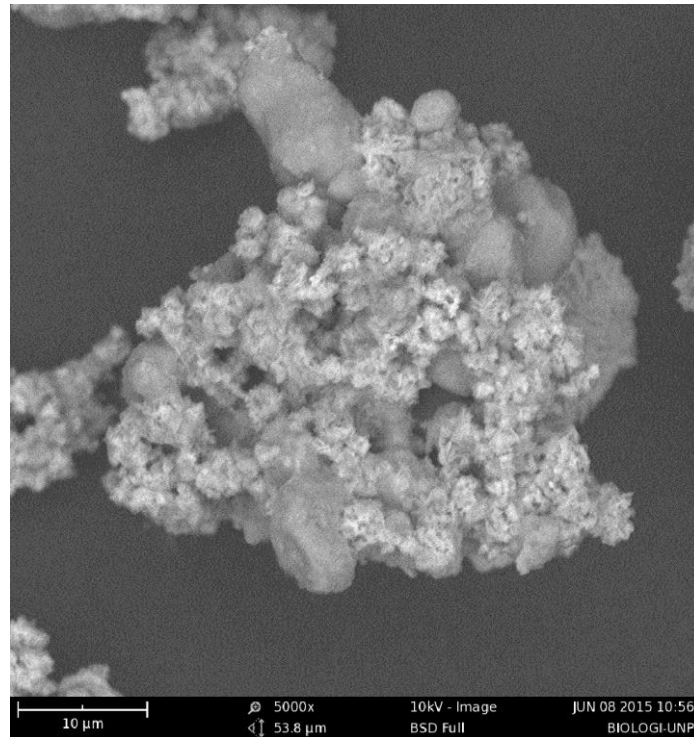
Gambar 48. Foto SEM sampel ZnO menggunakan etilen glikol (perbesaran 5000x)



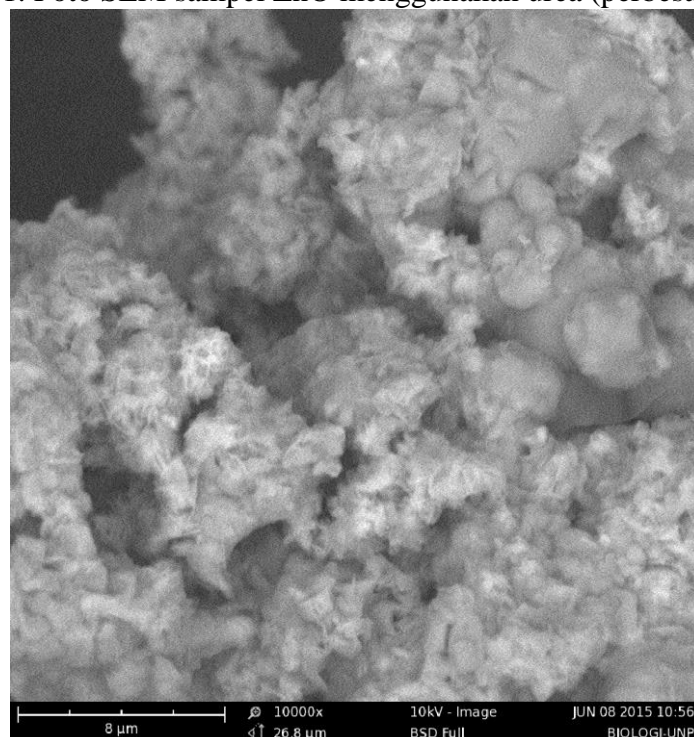
Gambar 49. Foto SEM sampel ZnO menggunakan etilen glikol (perbesaran 10000x)



Gambar 50. Foto SEM sampel ZnO menggunakan urea (perbesaran 500x)



Gambar 51. Foto SEM sampel ZnO menggunakan urea (perbesaran 5000x)



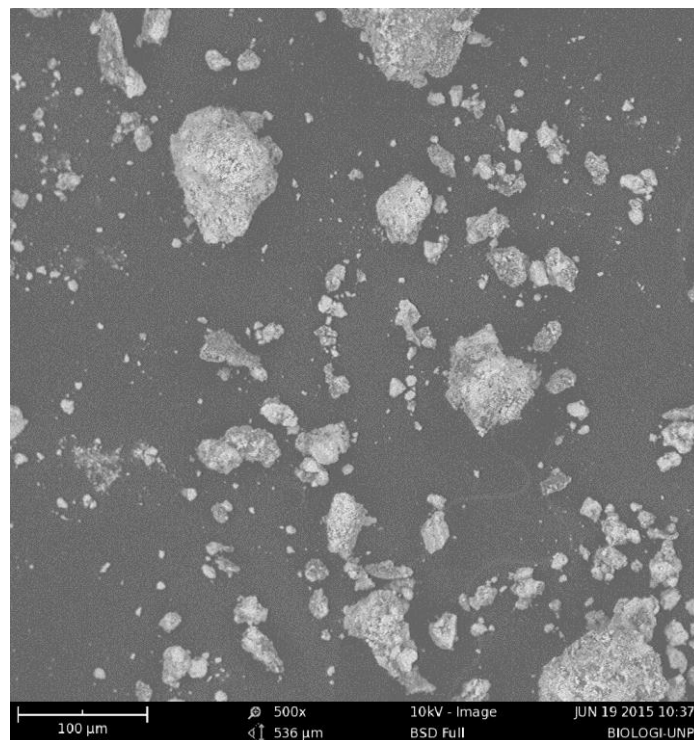
Gambar 52. Foto SEM sampel ZnO menggunakan urea (perbesaran 10000x)

Bubuk ZnO hasil sintesis dianalisis menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan ZnO. Foto SEM untuk sampel bubuk ZnO dengan menggunakan aditif etilen glikol dapat dilihat pada Gambar 47, 48 dan 49. Sedangkan hasil foto SEM sampel ZnO menggunakan aditif urea dapat dilihat pada Gambar 50, 51 dan 52. Dari hasil SEM untuk

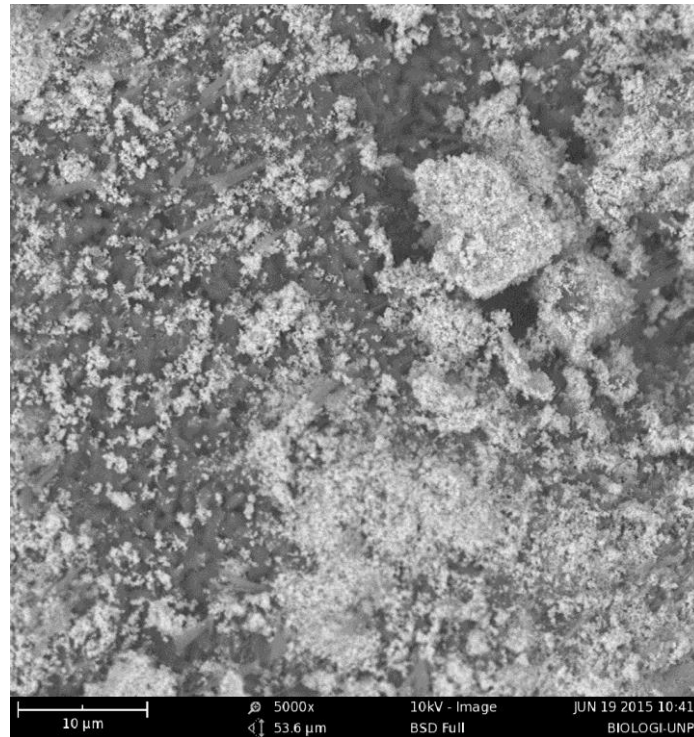
powder ZnO memiliki morfologi yang berbeda dengan menggunakan variasi aditif ini, powder ZnO yang dihasilkan menggunakan etilen glikol berbentuk batang (rod) dan sedikit spheric dengan ukuran homogen (merata). Sedangkan morfologi ZnO menggunakan urea adalah berbentuk dengan ukuran. Etilen glikol adalah aditif yang lebih bagus dalam pembuatan ZnO dibandingkan dengan urea.

Pengaruh suhu kalsinasi

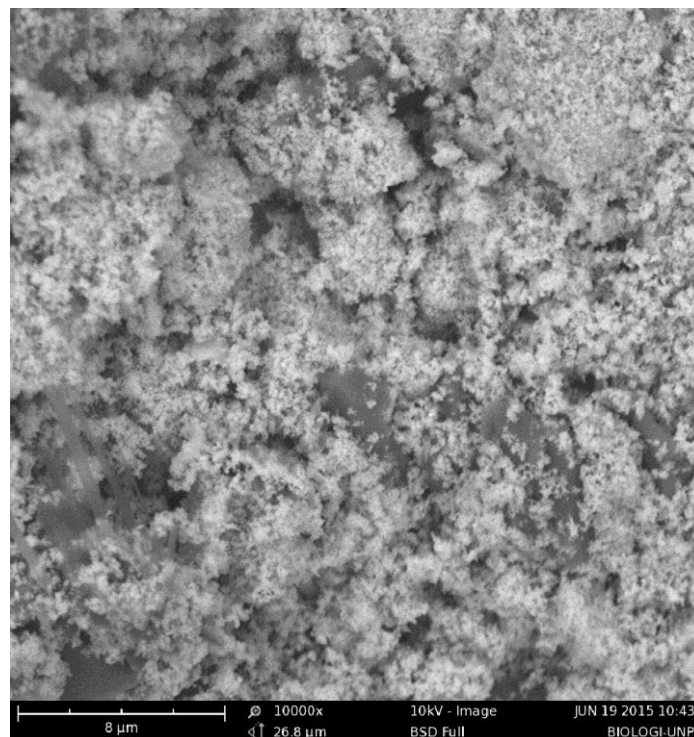
Suhu kalsinasi yang digunakan yakni yakni 400 dan 600 °C.



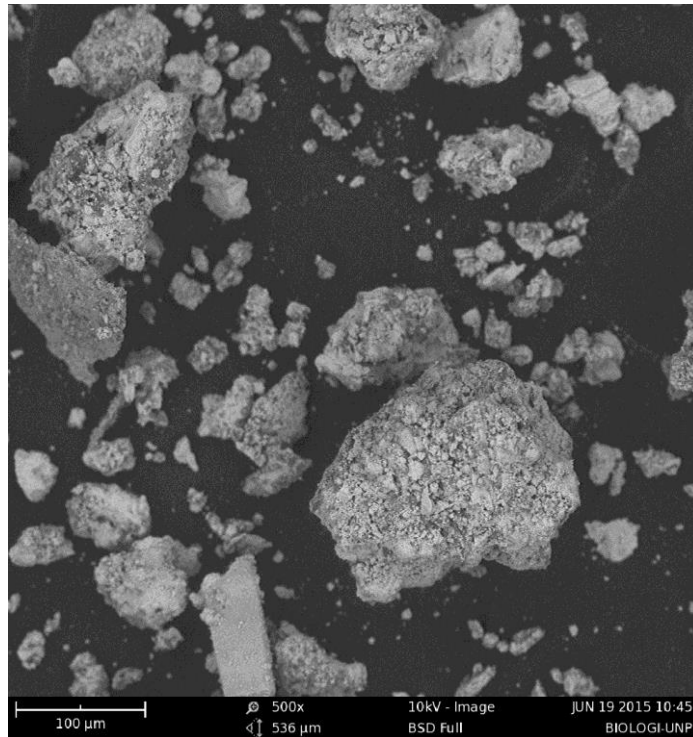
Gambar 53. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 400 °C (perbesaran 500x)



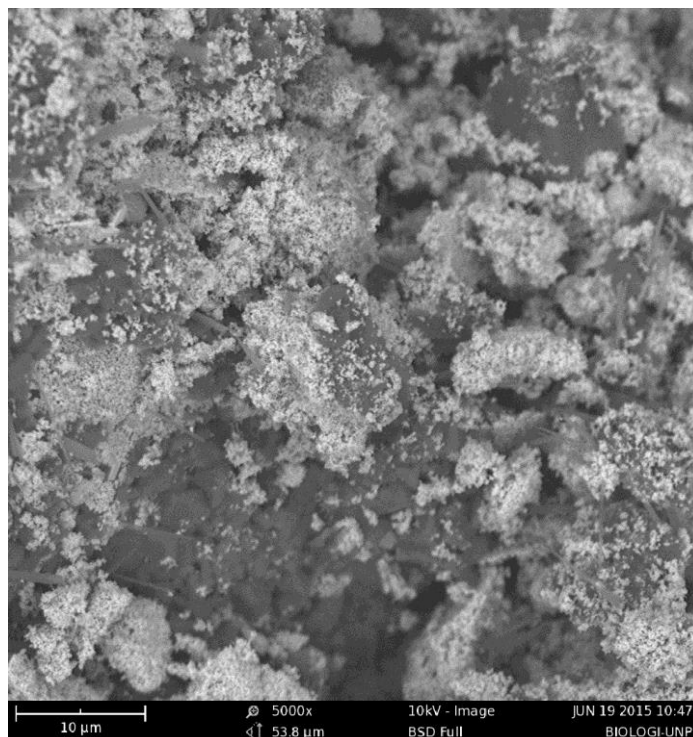
Gambar 54. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 400 °C (perbesaran 5000x)



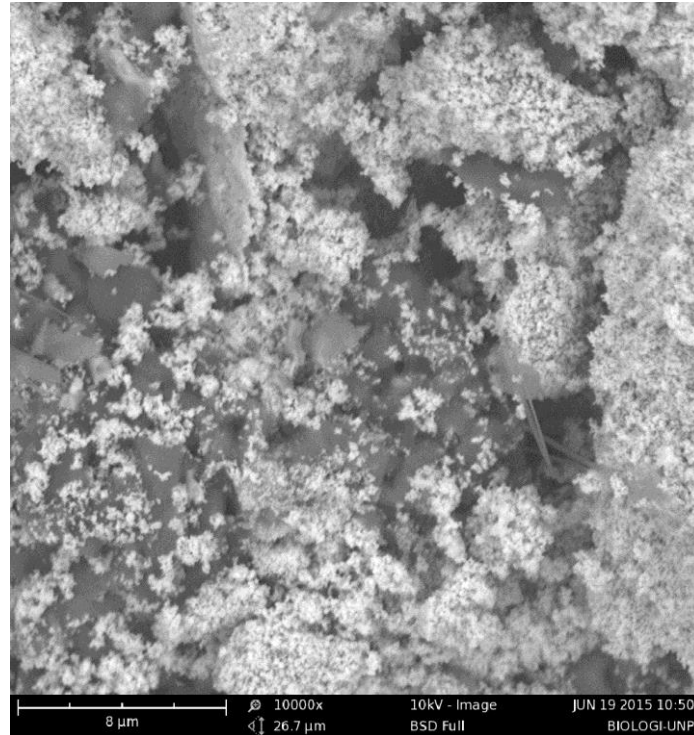
Gambar 55. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 400 °C (perbesaran 10000x)



Gambar 56. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 600 °C (perbesaran 500x)



Gambar 57. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 600 °C (perbesaran 5000x)



Gambar 58. Foto SEM sampel ZnO pada suhu 600 °C (perbesaran 10000x)

Analisis SEM untuk powder ZnO yang disintesis dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan pelarut metanol dan dikalsinasi pada suhu 400 °C dan 600 °C juga dianalisis dengan SEM untuk menentukan morfologi permukaan ZnO yang dihasilkan. Hasil Foto SEM untuk sampel ZnO dengan menggunakan suhu kalsinasi bisa dilihat pada Gambar 53, 54 dan 55 dengan perbesaran yang bervariasi yakni 500x, 5000 x dan 10.000x. Dari hasil foto SEM ini bentuk morfologi permukaan sampel ZnO adalah bentuk bongkahan (bulk) dengan adanya rongga pada permukaannya. Morfologi permukaan agak merata (homogen). Ukuran kristalnya pada permukaannya itu adalah sekitar 1 - 10 μm. Sedangkan morfologi permukaan sampel ZnO yang disintesis pada suhu 600 °C dapat dilihat pada Gambar 56, 57 dan 58.

BAB 6.

RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA

Rencana tahapan berikut yang akan dilaksanakan tahun kedua adalah:

1. Pembuatan *thin film* ZnO melalui metoda *Dip Coating* atau *Chemical Bath Deposition* (CBD) dengan menggunakan prekursor zink nitrat dalam pelarut metanol menggunakan aditif monoetanolamin (MEA), dikeringkan dengan oven pada suhu 90 °C selama 1 jam. Dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 500 °C selama 1 jam.
2. Pembuatan *thin film* ZnO melalui metoda *Dip Coating* atau *Chemical Bath Deposition* (CBD) dengan menggunakan prekursor zink sulfat dalam pelarut ethanol menggunakan aditif monoetanolamin (MEA), dikeringkan dengan oven pada suhu 105 °C selama 1 jam. Dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 500 °C selama 1 jam.
3. Pembuatan thin film ZnO melalui metoda *Dip Coating* atau *Chemical Bath Deposition* (CBD) doped dengan logam Fe dan Ni dan Cu.
4. Melakukan karakterisasi sampel thin film ZnO *undoped* dan *doped* logam Fe, Ni dan Cu dengan menggunakan XRD dan SEM.

BAB 7.

KESIMPULAN DAN SARAN

7.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut:

1. ZnO dapat disintesis dengan menggunakan metoda sol-gel menggunakan zink nitrat heksahidrat, zink asetat tetrahidrat, zink sulfat heksahidrat dan zink klorida sebagai variasi prekursor, metanol sebagai pelarut dan NaOH 2 M sebagai *precipitation agent*.
2. Penggunaan prekursor yang bervariasi mempengaruhi struktur kristal dan ukuran kristal ZnO yang dihasilkan.
3. Bentuk kristal ZnO yang dihasilkan adalah dengan struktur heksagonal (wurtzite)
4. Morfologi powder ZnO dengan precursor zink asetat dihidrat dan zink klorida berbentuk sperik. Morfologi ZnO menggunakan zink sulfat heptahidrat berbentuk nearflower like.
5. Variasi pelarut menghasilkan ZnO dengan impuritas
6. Variasi aditif dengan etilen glikol menghasilkan ZnO dengan ukuran kristalin terkecil
7. Variasi suhu menghasilkan ZnO dengan struktur dan ukuran yang berbeda

DAFTAR PUSTAKA

- Dutta S, Chattopadhyay S, Sarkar A. Role of defects in tailoring structural, electrical and optical properties of ZnO. *Prog Mater Sci* 2009; 54:89–136.
- J.J. Wu., S.C. Liu. Low temperature growth of well-aligned ZnO nanorods by chemical vapor deposition. *Adv. Mater*; 2002; 14: 215–218.
- N. Hongsoth., C. Viriyaworasakul., P. Mangkorntong., N. Mangkorntong., S. Choopun. Ethanol sensor based on ZnO and Au-doped ZnO nanowires; *Ceramics International*; 2008; 34: 823–826.
- Y. Zong., Y. Cao., D. Jia, S. Bao., Y. Lu. Facile synthesis of Ag/ZnO nanorods using Ag/C cables as templates and their gas-sensing properties; *Mater. Lett*; 2010; 64: 243–245.
- X. Wang., J. Song., Z.L. Wang. Nanowire and nanobelt arrays of zinc oxide from synthesis to properties and to novel devices; *Journal of Materials Chemistry*; 2007; 17: 711–720.
- M.S. Arnold., P. Avouris., Z.W. Pan., Z.L. Wang. Field-effect transistors based on single semiconducting oxide nanobelts; *Journal of Physics Chemistry B*; 2003; 107: 659–663.
- H. Jun., H. Seong., K. Cho., B.-M. Moon, S. Kim. Ultraviolet photodetectors based on ZnO nanoparticles; *Ceramics International*; 2009; 35: 2797–2801.
- N. Kumar., A. Dorfman., J.I. Hahm; Ultrasensitive DNA sequence detection using nanoscale ZnO sensor arrays; *Nanotechnology*; 2006; 7: 2875–2881.
- Zhao Z, Lei W, Zhang X, et al: ZnO-Based Amperometric Enzyme Biosensors. *Sensors* 2010, 10:1216–1231.
- B.B. Straumal., A.A. Mazilkin., S.G. Protasova., A.A. Myatiev., P.B. Straumal., E. Goering. Amorphous grain boundary layers in the ferromagnetic nano grained ZnO films; *Thin Solid Films*; 2011; 520: 1192–1194.
- D.C. Kim., W.S. Han., B.H. Kong., H.K. Cho., C.H. Hong. Fabrication of the hybrid ZnO LED structure grown on p-type GaN by metal organic chemical vapor deposition; *Physica B*; 2007; 401-402: 386–390.
- A. Belaidi., T. Dittrich., D. Kieven., J. Tornow., K. Schwarzburg., M. Kunst., N. Allsop., M. Ch Lux-Steiner., S. Gavrilov. ZnO-nanorods arrays for solar cells with extremely thin sulfidic absorber; *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*; 2009; 93: 1033–1036.
- Rasmussen JW, Martinez E, Louka P, Wingett DG: Zinc Oxide Nanoparticles for Selective Destruction of Tumor cells and Potential for Drug delivery Applications. *Expt Opin Drug Deliv*; 2010, 7:1063–1077.
- S. Baskoutas., P. Gabournis., S.N. Yannopoulos., V. Dracopoulos., L. Toth., A. Chrissanthopoulos., N. Bourupoulos. Preparation of ZnO nanoparticles by thermal decomposition of zinc alginate; *Mater. Lett*; 2008; 62: 1890–1892.

- P. Jajarmi. Fabrication of pure ZnO nanoparticles by polymerization method; *Materials Letters*; 2009; 63: 2646–2648.
- Y.S. Lim., J.W. Park., S.T. Hong., J. Kim. Carbothermal synthesis of ZnO nanocomb structure; *Materials Science and Engineering*; 2006; 129 (1): 100-103.
- Manoj Pudukudy., Zahira Yaakob. Facile solid state synthesis of ZnO hexagonal nanogranules with excellent photocatalytic activity; *Applied Surface Science*; 2014; 292: 520-530.
- X. Fang., Y. Bando., U.K. Gautam., T. Zhai., H. Zeng., X. Xu., M. Liao., D. Golberg. ZnO and ZnS nanostructures: ultraviolet-light emitters, lasers, and sensors; *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*; 2009; 34: 190–223.
- P. Banerjee., S. Chakrabarti., S. Maitra., B.K. Dutta; Zinc oxide nano-particles sonochemical synthesis, characterization and application for photoremediation of heavy metal; *Ultrasonics Sonochemistry*; 2012; 9:85–93.
- R. Yousefi., M.R. Muhamad., A.K. Zak. Investigation of indium oxide as a selfcatalyst in ZnO/ZnInO heterostructure nanowires growth; *Thin Solid Films*; 2010; 518: 5971–5977.
- R. Yousefi., M.R. Muhamad., A.K. Zak. The effect of source temperature on morphological and optical properties of ZnO nanowires grown using a modified thermal evaporation setup; *Current Applied Physics*; 2011; 11: 767–770.
- P. Jajarmi. Fabrication of pure ZnO nanoparticles by polymerization method ; *Materials Letters*; 2009; 63:2646–2648.
- R. Song., Y. Liu., L. He. Synthesis and characterization of mercaptoacetic acidmodified ZnO nanoparticles; *Solid State Sciences*; 2008; 10: 1563–1567.
- E. Tang., B. Tian., E. Zheng., C. Fu., G. Cheng. Preparation of zinc oxide nanoparticle via uniform precipitation method and its surface modification by methacryloxypropyltrimethoxysilane; *Chemical Engineering Communications*; 2008; 195: 479–491.
- Wu YL, Tok AIY, Boey FYC, et al: Surface modification of ZnO nanocrystals. *Appl Surf Sci*; 2007, 253:5473–5479.
- F. Bigdeli., A. Morsali. Synthesis ZnO nanoparticles from a new Zinc(II) coordination polymer precursor; *Materials Letters*; 2010; 64: 4–5.
- J. Zhong., J. Li., Z. Xiao., W. Hu., X. Zhou., X. Zheng. Improved photo catalytic performance of ZnO prepared by sol–gel method with the assistance of CTAB; *Mater.Lett*; 2013; 91: 301–303.
- Aneesh, P.M., K.A. Vanaja., M.K. Jayaraj. 2007. *Nanophotonic Materials IV of SPIE proc.* Vol. 6639, pp: 2.
- C.X. Xu, X.W. Sun, B.J. Chen, P. Shum, S. Li, X. Hu. 2004. *J. Appl. Phys* Vol. 95 pp: 661.

- F.Q. He, Y.P. Zhao, 2006. *Appl. Phys. Lett.* Vol. 88, pp: 193113
- Giri, P.K., B. Chetia., Satchi Kumari., Diip K. Singh., P.K. Iyer. 2011. *J. of Nanoscience and Nanotechnology* Vol.11. pp: 1-2.
- G.Yi and M. Sayer. 1991. *Sol-Gel Processing of Complex Oxide Films, Ceramic Bulletin*, Vol. 70, pp: 1281-1287.
- Gyu-Chul Y, Chunrui W. and Won Il P. 2005. *Semicond. Sci. Technol*, Vol. 20, S22.
- Hui Z, Deren Y, Xiangyang M, Yujie J, Jin X and Duanlin Q. 2004. *Nanotechnology* Vol. 15, pp: 622.
- Li W J, Shi E W, Zheng Y Q and Yin Z W, 2001. *J. Mater. Sci. Lett*, vol. 20, 1381
- Lingna W and Mamoun M. 1999. *J. Mater. Chem*, Vol. 9, pp: 2871
- Mackay, K.M., R.A. Mackay, and W. Handerson. 2000. “*Introduction to Modern Inorganic Chemistry*”, 6 th Edition, Neson Thomas Ltd, London.
- Mackenzie, J.D. 1982. “*Glasses from Metal and Glasses from Gel a Comparison*”, *J. Non. Cryst Solids*, pp: 1-10.
- Mackenzie J.D and D.R. Ulrich,. 1984. “*Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics*”. Willey, New York, pp: 15-17.
- M. Guiglielmi and G. Carturan. 1998. Precursor for Sol-Gel Preparation. *J.Non Cryst. Solids*, Vol. 100, pp: 16-30.
- Qiuxiang Z, Ke Y, Wei B, Qingyan W, Feng X, Ziqiang Z, Ning D, Yan S. 2007. *Materials Letters*, Vol. 61, 3890.
- Sakka. 1994. The Current State of Sol-Gel Technology., *J. Of Sol-Gel Science and Technology*. Vol.70., pp: 69-81.
- Shriwas S Ashtaputre., Aparna D., Sonali M, et al. 2005. *Indian Academy of Science*. Vol. 65 No. 4, pp: 615-616
- Sibilia, P. 1996. “*A Guide to Materials Characterization and Chemical Analysis I*”, 2nd ed. Wiley-VCH, USA, pp:143-174.
- Ullmans. 1987. *Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol. A.10, Cambridge, New York, USA, pp: 3-6
- Weller, M.T. 1994. “*Inorganic Materials Chemistry*”. Oxford University Press, Tokyo, pp: 15-25.

West, A.R. 1988. "*Solid State Chemistry and Its Applications*". Jhon Willey and Ltd, New York, pp: 65-75.

Zhong Q P and Matijevic E. 1996. *J. Mater. Chem*, Vol. 3, pp: 443

Zhang J, Sun L D, Yin J L, Su H L, Liao C S and Yan C H. 2002. *Chem. Mater*, Vol. 14, 4172.