

**PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI PADA SINTESIS DAN
KARAKTERISASI Co^{2+} DOPED ZnO DENGAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

*Diajukan kepada Tim Penguji Jurusan Kimia sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)*



OLEH

**YANNA RAHAYU
1301804/2013**

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2018**

PERSETUJUAN SKRIPSI

PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI Co^{2+} *DOPED* ZnO DENGAN METODE SOL-GEL

Nama : Yanna Rahayu
NIM : 1301804
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Februari 2018

Disetujui oleh :

Dosen Pembimbing I



Sherly Kasuma W. N, S.Si, M.Si
NIP. 19840914 200812 2 004

Dosen Pembimbing II



Drs. Bahrizal, M.Si
NIP. 19551231 198903 1 009

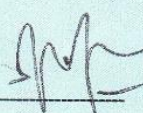
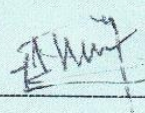
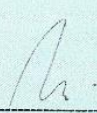
HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

*Dinyatakan Lulus Setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang*

Judul : Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesis dan Karakterisasi Co^{2+} Doped ZnO dengan Metoda Sol-Gel
Nama : Yanna Rahayu
TM / NIM : 2013/1301804
Program Studi : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Februari 2018

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
1. Ketua	: Sherly Kasuma W. N, S.Si, M.Si	
2. Sekretaris	: Drs. Bahrizal, M.Si	
3. Anggota	: Budhi Oktavi, S.Si, M.Si, Ph.D	
4. Anggota	: Prof. Dr. Minda Azhar, M.Si	
5. Anggota	: Hary Sanjaya, M. Si	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Yanna Rahayu
TM / NIM : 2013/ 1301804
Tempat/Tanggal lahir : Ujung Gading, 02 Februari 1995
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Alamat : Jalan Irian, Ujung Gading Kec. Lembah
Melintang, Kab. Pasaman Barat, Padang
No. Hp/ Telpn : 082388680523
Judul Skripsi : Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesis dan
Karakterisasi Co^{2+} Doped ZnO dengan Metode
Sol-Gel

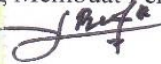
Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi

Padang, Februari 2018
Yang Membuat Pernyataan




Yanna Rahayu
NIM : 1301804

ABSTRAK

Yanna Rahayu (2018) : “Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesis dan Karakterisasi Co^{2+} Doped ZnO dengan Metode Sol-Gel”.

Nanopartikel ZnO doping Co^{2+} telah berhasil disintesis menggunakan metoda sol-gel dengan melarutkan *Zink (II) chlorida* dengan metanol, penambahan cobalt (II) klorida heksahidrat dan MEA disertai pengadukan dan pemanasan dengan memberi pengaruh temperatur yang bervariasi. Variasi konsentrasi dopan yang digunakan 1, 3, 5, dan 7% serta perlakuan lanjut dengan memvariasikan temperatur kalsinasi 400, 500, dan 600 °C selama 4 jam dilakukan untuk mempelajari pengaruhnya terhadap sintesis nanopartikel Co^{2+} doped ZnO. Pengujian sampel dengan FTIR, UV-DRS, XRD dan SEM bertujuan untuk analisis pada sampel. Hasil pengujian FTIR memperlihatkan keadaan gugus fungsi Zn-O dan Zn-O-Co yang bergeser dengan pengaruh temperatur kalsinasi, pengukuran UV-DRS menunjukkan bahwa dengan melakukan pendopingan terhadap ZnO maka nilai *band gap energynya* akan menurun dan diperoleh berkisar 2.3 eV dan 2,4 eV. Analisa XRD selanjutnya dilihat dari puncak yang dihasilkan 2θ , dimana diperoleh ukuran partikelnya 40,36-98,30 nm dengan struktur kristal yang dihasilkan adalah struktur *hexagonal wurzite*. Kemudian dilakukan pengukuran dengan SEM yang bertujuan untuk menentukan bentuk morfologi permukaan dari sampel. Bentuk morfologi memperlihatkan bentuk *spheric* (bulat) dengan ukuran rata-rata kristal 631,7 nm (0,6317 μm), sehingga nanopartikel yang diperoleh ini dapat diaplikasikan pada fotokatalis sebagai katalis dalam degradasi zat warna.

Kata Kunci : Co^{2+} doped ZnO, temperatur kalsinasi, metoda sol-gel, dan wurzite.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, penulis mengucapkan puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah memberi rahmat dan hidayah-Nya berupa segenap dan kesanggupan, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesis dan Karakterisasi Co²⁺Doped ZnO dengan Metode Sol-gel”**.

Penulisan skripsi yang penulis susun selain memenuhi mata kuliah wajib di Program Studi Kimia juga bertujuan sebagai salah satu syarat yang harus dipenuhi untuk menyelesaikan program Strata-1 di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang dan untuk memperoleh gelar sarjana sains (S.Si).

Dalam penyusunan skripsi ini penulis banyak mendapatkan bantuan baik berupa pikiran, bimbingan, dan saran-saran dari berbagai pihak. Maka, dalam kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dan mendukung atas terselesaikannya skripsi ini, yaitu kepada :

1. Ibu Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si selaku pembimbing I.
2. Bapak Drs. Bahrizal, M.Si selaku pembimbing II dan sekaligus Pembimbing Akademik.
3. Bapak Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D dan Ibu Prof. Dr. Minda Azhar, M.Si selaku Dosen Pembahas.

4. Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia, Bapak Harry Sanjaya, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia, dan Bapak Edi Nasra, M.Si selaku Sekretaris Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
5. Bapak/Ibu Staf Pengajar Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
6. Bapak/Ibu PLP Laboratorium Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
7. Kedua orang tua (Bapak dan Ibu) yang selalu memberikan kasih sayang, semangat, dorongan, motivasi, dan arahan sehingga penulis semangat dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Rekan-rekan seperjuangan dalam bangku perkuliahan khususnya di jurusan kimia serta pihak lain yang telah bersedia memberikan bantuan dan dorongan dalam menyelesaikan skripsi ini.
9. Kepada pihak-pihak yang telah memberikan saran dan kritikan terhadap skripsi ini.

Semoga dorongan, arahan, bimbingan, motivasi dan bantuan yang diberikan kepada penulis dibalas oleh Allah SWT dengan balasan yang setimpal, berupa pahala yang berlipat ganda dari Allah SWT.

Kritik dan saran yang sifatnya membangun demi kesempurnaan skripsi ini sangat penulis harapkan, supaya penulis dapat meningkatkan lagi dalam penulisan kedepannya. Penulis berharap skripsi ini bermanfaat bagi kita semua. Akhir kata penulis mengucapkan terima kasih.

Padang, Februari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR GAMBAR.....	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah.....	4
1.3 Batasan masalah.....	5
1.4 Rumusan Masalah.....	5
1.5 Tujuan Penelitian	6
1.6 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 Semikonduktor ZnO (<i>Zink Okside</i>).....	8
2.2 <i>Zinc (II) Chloride</i> (ZnCl_2).....	14
2.3 Cobalt (II) Klorida Hexahidrat ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).....	15
2.4 Metanol	16
2.5 <i>Monoethanolamine</i> (MEA).....	17
2.6 Metode Sol-Gel.....	18
2.7 <i>Spektrofotometer Fourer Transform-Infra Red spectroscopy</i> (FTIR).....	22

2.8	<i>X-Ray diffraction (XRD)</i>	24
2.9	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	26
2.10	Spektrofotometer <i>UV-Diffuse Reflectance (UV-DRS)</i>	27
BAB III METODE PENELITIAN		30
3.1	Waktu dan Tempat.....	30
3.2	Objek Penelitian.....	30
3.3	Variabel Penelitian.....	30
3.4	Alat dan Bahan.....	30
3.4.1	Alat	30
3.4.2	Bahan.....	31
3.5	Prosedur Kerja	31
3.5.1	Sintesis Co^{2+} <i>Doped ZnO</i>	31
3.5.2	Karakterisasi ZnO Murni dan <i>Doped Co²⁺</i>	33
3.6	Rancangan Penelitian.....	36
3.6.1	Desain Penelitian	36
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		37
4.1	Sintesis Nanopartikel Co^{2+} <i>doped ZnO</i>	37
4.2	Karakterisasi Nanopartikel Co^{2+} <i>doped ZnO</i>	41
KESIMPULAN DAN SARAN		55
5.1	Kesimpulan	55
5.2	Saran	56
DAFTAR PUSTAKA		57
LAMPIRAN		61

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur wurtzite ZnO. Atom O ditampilkan sebagai bulatan hitam, dan atom Zn sebagai bulatan hijau	10
2.2 Struktur kristal (a) <i>rocksalt</i> , (b) <i>Zinc blende</i> , dan (c) <i>wurtzite</i>	10
2.3 Konfigurasi elektron cobalt dan cobalt (II)	16
2.4 Struktur geometrimetanol	17
2.5 Skema ilustrasi metode sol-gel	19
2.6 Proses polimerisasi dari sol-gel menjadi gel	20
2.7 Spektrometer FTIR	24
2.8 Diagram alat difraksi sinar-X	25
2.9 Kristal atom dikenai berkas sinar-X	26
2.10 Skema peralatan dari SEM	27
4.1 Proses Pembuatan sol (a) larutan ZnCl ₂ , (b) penambahan %dopannya, dan (c) penambahan MEA dan pendiaman semalam	38
4.2 Spektra nanopartikel ZnO dan Co ²⁺ <i>doped</i> ZnO 3%	42
4.3 Nilai <i>band gap</i> ZnO-Co ²⁺ yang dihasilkan pada konsentrasi dopan dan suhu (a) 3% 400 °C, (b) 3% 500 °C, (c) 3% 600 °C, (d) 5% 400 °C, (e) 5% 500 °C, (f) 5% 600 °C, (g) 7% 400 °C, (h) 7% 500 °C, (i) 7% 600 °C.....	46
4.4 Pola difraksi sinar-X dari nanopartikel Co ²⁺ <i>doped</i> ZnO	49
4.5 Hasil uji SEM nanopartikel Co ²⁺ <i>doped</i> ZnO suhu 600 °C dengan perbesaran 10000x, 20000x, dan 30000x.....	53

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Sifat fisik ZnO	12
2.2 Parameter proses sol-gel	22
3.1 Keterangan dari sampel yang dihasilkan	32
3.2 Desain penelitian nanopartikel Co^{2+} <i>doped</i> ZnO yang dihasilkan	36
4.1 Hasil Pengamatan Sol	38
4.2 Hasil pengamatan gel.....	39
4.3 Hasil Pengamatan Kalsinas Sampel.....	40
4.4 Hasil pengamatan secara visual proses kalsinasi.....	40
4.5 Hasil pengukuran spektra FTIR.....	43
4.6 Nilai bang gap nanopartikel Co^{2+} <i>doped</i> ZnO	47
4.7 Tabel nilai 2θ dan arah bidang dari grafik	50
4.8 Pengaruh temperatur kalsinasi dan konsentrasi Co^{2+} terhadap Ukuran partikel dari Co^{2+} <i>doped</i> ZnO pada puncak tertinggi 2θ	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Sintesis ZnO Doped Co^{2+}	63
2. Perhitungan Pembuatan Larutan Zink (II) Klorida dalam Pelarut Metanol ...	64
3. Perhitungan Zat Aditif untuk Sintesis ZnO Doped Co^{2+}	65
4. Perhitungan Pembuatan Larutan Cobalt (II) Klorida Heksahidrat dalam Pelarut Metanol	66
5. Hasil Pengukuran FTIR dari nanopartikel ZnO doped Co^{2+}	69
6. Hasil pengukuran reflaktan dari nanopartikel ZnO doped Co^{2+} dengan UV-DRS.....	70
7. Hasil pengukuran XRD dan perhitungan Ukuran nanopartikel ZnO doped Co^{2+}	78
8. ICSD-ICDD Nanopartikel ZnO doped Co^{2+}	97
9. Dokumentasi Hasil Penelitian.....	99

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanomaterial merupakan material yang mempunyai ukuran dalam skala nanometer yaitu berkisar antara 1-100 nm (Shahmiri, 2013). Material yang berukuran nano sangat banyak diminati para peneliti (Omri, *et al.* 2014), hal ini disebabkan nanomaterial ini banyak digunakan karena sifat dan strukurnya yang menarik (Hosseinkhani, *et al.* 2011). Perlakuan yang berbeda padapembentukan nanomaterial akan mempengaruhi sifat dan struktur material yang akan disintesis (Ningsih, S.K.W., 2016). Nanomaterial sama halnya dengan nanopartikel, dimana nanopartikel memiliki sifat yang unik, seperti memiliki peningkatan konduktivitas listrik, ketangguhan, keuletan dan sifat mampu bentuk keramik (Ningsih, S.K.W., 2015). ZnO merupakan salah satu suatu nanomaterial atau nanopartikel yang banyak diteliti oleh para peneliti akhir-akhir ini.

Nanopartikel ZnO sangat dibutuhkan karena nanopartikel ZnO merupakan salah satu material semikonduktor logam (Sutanto dan Singgih, 2015) yang memiliki sifat mobilitas elektron lebih tinggi sekitar 60 MeV pada suhu kamar (Firdaus, 2012) dan memiliki celah pita 3,37eV energi lebar (Ma, *et al.*, 2013). Sehingga ZnO memiliki berbagai aplikasi seperti dioda pemancar cahaya, gelombang permukaan filter akustik, kristal fotonik, photodetector, foto dioda, modulator pandu gelombang optik, sensor gas, dan varistor, untuk sel surya (Omri, *et al.*, 2014).

ZnO adalah material fungsional serbaguna yang memiliki morfologi yaitu *nanocombs*, *nanorings*, *nanohelices/nanosprings*, *nanobelts*, *nanowire*, dan *nanocages* (Wang, *et al.*, 2004). Oleh karena itu ZnO memiliki aplikasi yang banyak karena celah pita lebarnya 3,37 eV, energi ikat eksitasi sekitar 60 MeV, stabilitas kimia dan stabilitas termal yang sangat baik (Omri, *et al.*, 2014). Aplikasi nanomaterial ZnO ini sangat bermanfaat dalam optoelektronik, sensor, transduser, fotokatalis dan ilmu biomedis karena material yang ramah lingkungan (Wang, *et al.*, 2004), namun walaupun memiliki aplikasi yang banyak ZnO murni memiliki keterbatasan pada tingkat respon, operasi suhu, selektivitas untuk sensor gas oksida logam dan ukuran partikelnya yang relatif besar menjadikan nilai celah pita yang besar, sehingga dengan nilai celah pita yang besar kurang sesuai jika diaplikasikan pada cahaya tampak (El Basthoh, dkk., 2013; Olimpiani dan Astuti, 2016).

Kelemahan nanopartikel ZnO ini ukuran partikelnya yang relatif besar menjadikan nilai celah pita yang besar, sehingga dengan nilai celah pita yang besar kurang sesuai jika diaplikasikan pada cahaya tampak, baru-baru ini doping dipilih dengan baik sebagai *impurities* yang secara ekstensif diselidiki sebagai suatu teknik yang efektif untuk memodifikasi sifat nanostruktur ZnO (Ghoul, *et al.*, 2015). Doping adalah salah satu teknik yang digunakan untuk menambah sejumlah kecil atom pengotor kedalam struktur kristal semikonduktor, hal ini bertujuan untuk mengoptimalkan sifat dari ZnO (Lestari, 2009). Cu^{2+} , Co^{2+} , dan Fe^{3+} merupakan ion logam transisi (Ciciliati, *et al.*, 2015) yang biasanya digunakan sebagai dopan untuk Zink, selain itu logam transisi Cr, Mn, Ni juga

dapat digunakan (Azam, *et al.*, 2013) dengan sasaran memodifikasi sebagian sifat mereka (Ciciliati, *et al.*, 2015). Cobalt adalah suatu dopan yang paling efektif untuk sifat optik dan magnetik karena keadaan elektronnya melimpah yang memiliki pengaruh sangat kecil terhadap struktur kisi ZnO (Azam, *et al.*, 2013) dan memiliki daya larut yang besar dalam matriksnya (Lima, *et al.*, 2014).

Pada penelitian ini akan disintesis ZnO yang didoping dengan Co^{2+} , karena cobalt dengan bilangan koordinasi +2 lebih stabil daripada +3 (Umiyati, 2009). Pen-doping-an ini selain bertujuan untuk menurunkan suatu nilai celah pita atau bandgap energinya juga berguna untuk memaksimalkan sifat dari nanopartikel ZnO (Olimpiani dan Astuti, 2016). Sintesis Co^{2+} doped ZnO akan dilakukan dengan variasi temperatur kalsinasi, hal ini dikarenakan pada penelitian sebelumnya telah dilakukan sintesis ZnO dengan variasi suhu oleh Omri, *et al.* (2014) dimana semakin tinggi suhu yang digunakan dalam mengkalsinasi nanopartikel ZnO semakin tinggi pula ukuran partikel yang diperoleh (Omri, *et al.*, 2014). Untuk itu penulis tertarik akan mensintesis Co^{2+} doped ZnO dengan memvariasikan temperatur kalsinasinya, sehingga diharapkan ukuran partikel yang diperoleh semakin bagus sehingga dapat memberikan nilai celah pita yang lebih maksimal dan nanopartikel yang diperoleh lebih sesuai jika diaplikasikan.

Sintesis Co^{2+} doped ZnO dapat dilakukan dengan metode sol-gel. Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang menarik dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano, karena semua produk hasil reaksinya akan mengandung nanopartikel atau nanokomposit (Dharma, 2009; Nugroho, 2011). Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa

pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoxi dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis. Gel (*gelation*) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik (Smart, *et al.*, 1995).

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode sol-gel. Karena metoda sol-gel dapat juga dikatakan suatu metoda yang menggunakan suhu rendah untuk mensintesis material (Widodo, 2010), bahan-bahan yang digunakan relatif mudah untuk didapatkan, memiliki kemurnian yang tinggi, dan kehomogenan produk yang berbeda (Lima, *et al.*, 2014).

Berdasarkan uraian diatas, penulis tertarik untuk melakukan penelitian dengan judul **“Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesis dan Karakterisasi Co^{2+} doped ZnO Menggunakan Metode Sol-Gel”**.

1.2 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah yang dipaparkan di atas, maka dapat diidentifikasi masalahnya sebagai berikut.

1. Nanopartikel ZnO memiliki kelemahan yaitu ukuran partikelnya relatif besar dan luas permukaan yang kecil, maka perlu dilakukan modifikasi terhadap ZnO dengan cara mendopingnya dengan Co^{2+} .
2. Dalam sintesis nanopartikel ZnO dipengaruhi oleh temperatur kalsinasi, dan diharapkan ZnO dapat didoping dengan Co^{2+} , sehingga ukuran partikelnya lebih kecil.

3. Rentangan temperatur yang digunakan sebagai pengaruh temperatur kalsinasi dengan metode sol gel.

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan identifikasi masalah di atas penulis membatasi masalah sebagai berikut.

1. Sintesis nanopartikel ZnO-Co²⁺ dilakukan menggunakan metode sol-gel.
2. Sintesis Co²⁺ doped ZnO dilakukan penambahan dopannya dengan konsentrasi 1%, 3%, 5% dan 7%.
3. Konsentrasi prekursor zink (II) klorida yang digunakan adalah 0,25 M.
4. Metanol digunakan sebagai pelarut dan MEA sebagai zat aditif dalam sintesis Co²⁺ doped ZnO.
5. Temperatur yang digunakan berkisar 400°C, 500 °C, dan 600 °C.
6. Nanopartikel Co²⁺ doped ZnO dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk analisis gugus fungsi, XRD untuk menentukan struktur kristal, SEM untuk melihat morfologi permukaan dan UV-DRS untuk menentukan nilai band gap.

1.4 Rumusan Masalah

Berdasarkan pemaparan dari identifikasi masalah dan batasan masalah tersebut, maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut.

1. Apakah Co²⁺ doped ZnO dapat terbentuk melalui proses sol-gel.
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap karakter ZnO yang didoping Co²⁺ dengan metode sol-gel.

3. Bagaimanagugus fungsi, ukuran partikel, struktur kristal dan band gap Co^{2+} doped ZnO yang dihasilkan menggunakan FTIR, XRD, dan UV-DRS.
4. Bagaimana morfologi permukaan Co^{2+} doped ZnO yang dihasilkan menggunakan SEM.

1.5 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini dapat dilihat dari beberapa aspek yaitu :

1. Mempelajari dan memahami sintesis ZnO-Co^{2+} dengan metode sol-gel.
2. Menentukan pengaruh temperatur kalsinasi terhadap sintesis ZnO-Co^{2+} .
3. Menentukan gugus fungsi, ukuran partikel, struktur kristal dan band gap ZnO-Co^{2+} yang dihasilkan menggunakan FTIR, XRD, dan UV-DRS.
4. Menentukan morfologi permukaan ZnO-Co^{2+} yang dihasilkan menggunakan SEM.

1.6 Manfaat Penelitian

Dari pemaparan di atas didapatkan manfaat penulisan dalam proposal ini adalah sebagai berikut.

1. Dapat memberikan informasi tentang pengaruh pembuatan ZnO-Co^{2+} melalui metode sol-gel.
2. Dapat memberikan informasi tentang pengaruh temperatur kalsinasi yang bervariasi terhadap pembuatan ZnO-Co^{2+} melalui metode sol-gel.
3. Dapat memberikan informasi tentang sifat-sifat atau karakterisasi dari ZnO-Co^{2+} dari berbagai instrumen yang digunakan.

4. Dapat memberikan sumber ide dan referensi untuk penelitian selanjutnya serta menambah wawasan pengembangan riset dalam bidang kimia yang berbasis nanoteknologi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sintesis Semikonduktor ZnO (*Zinc Oxide*)

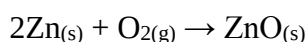
Sintesis merupakan suatu proses pembentukan satu kesatuan dari sekumpulan elemen-elemen yang dapat menyusun suatu materi. Penelitian ini akan mensintesis suatu material yang memiliki sifat semikonduktor. Semikonduktor merupakan suatu material yang memiliki konduktivitas yang berada di antara isolator dan konduktor. Dimana material semikonduktor memiliki pita-pita yang dikenal dengan pita valensi dan pita konduksi (Sutanto dan Singgih, 2015). Material semikonduktor ini juga merupakan material yang berbasis komposit karena memiliki komponen yang aktif sebagai suatu komponen anorganik seperti semikonduktor anorganik seperti logam oksida atau khalkogenik (Rajeshwar, 2001 dalam Nuryeti, 2012). Terbentuknya suatu orbital molekul yang berikatan (bonding) dikenal dengan pita valensi. Sedangkan untuk pita konduksi terbentuk dari molekul yang tidak berikatan (non-bonding). Diantara kedua pita ini terdapat suatu celah yang biasanya disebut dengan celah pita atau lebih dikenal lagi dengan sebutan band gap. Dari pita-pita yang terbentuk diharapkan akan terjadinya eksitasi elektron, sehingga dibutuhkan energi. Dimana energi untuk eksitasi yang melalui celah pita inilah yang disebut energi celah pita. Dengan demikian semakin besar suatu celah pita pada semikonduktor, maka semakin besar pula energi yang dibutuhkan untuk eksitasi (Sutanto dan Singgih, 2015).

Salah satu bahan yang paling sering dipakai dalam bahan semikonduktor yaitu TiO_2 dan ZnO (Surono dan Heri, 2014). Selain TiO_2 dan ZnO juga terdapat

logam oksida MgO dan CaO yang tidak hanya stabil dibawah proses kondisi yang keras tapi juga umumnya dianggap bahan yang aman bagi manusia dan hewan (Rajendran, *et al.*, 2010). Efisiensi fotokatalis ZnO yang lebih tinggi daripada TiO₂ dikarenakan proses penyerapan sinar UV yang kuat dari spektrum matahari (Surono dan Heri, 2014). ZnO merupakan suatu material semikonduktor yang memiliki band gap besar yaitu 3,3 eV, dengan eksitasi energi ikat sebesar 60 meV, dimana band gap ZnO menunjukkan karakteristik *luminescent* pada ultraviolet dekat dan daerah tampak (Kayani, 2015 dan Thangeeswari, *et al.*, 2015), sehingga pada penelitian ini akan digunakan suatu semikonduktor ZnO.

Senyawa anorganik zink oksida memiliki rumus molekul ZnO yang berbentuk bubuk putih jika dingin, kuning jika panas, pahit dan tidak bau. Pelarut air dan alkohol umumnya ZnO ini sulit atau hampir tidak larut, tetapi dalam garam-garam ammonium, asam atau basa dapat larut dan merupakan senyawa yang tidak beracun (Adi, *et al.* 2007).

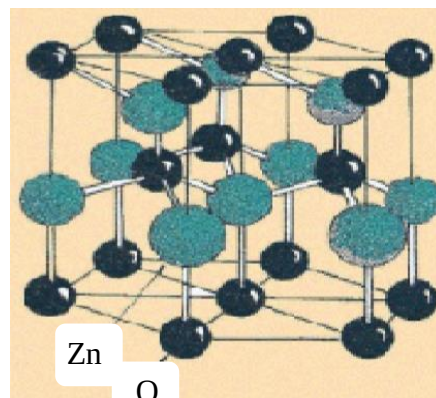
Zink oksida dapat diperoleh dari pembakaran logam Zink di udara atau dekomposisi termal dari zink karbonat menurut persamaan reaksi :



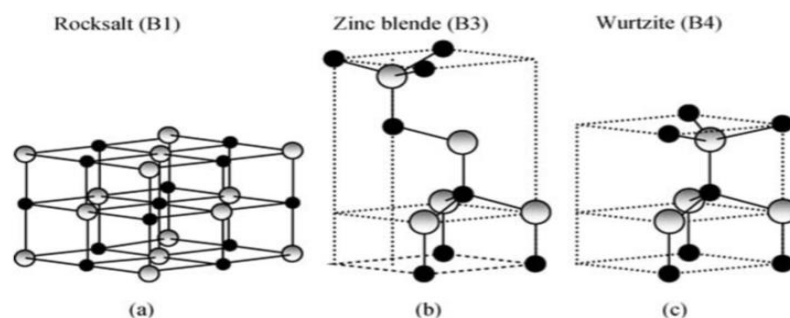
Zink oksida berupa padatan putih dan mempunyai struktur intan dengan jaringan ikatan kovalen. Dalam kaitannya, setiap atom Zink dikelilingi oleh empat atom oksigen dalam geometri tetrahedron, dan demikian juga setiap atom oksigen dikelilingi oleh empat atom zink dalam geometri tetrahedron.

Dengan demikian, ZnO merupakan senyawa Zink yang paling penting. Senyawa ini digunakan sebagai pigmen putih, sebagai filter dalam karet, dan sebagai komponen dalam berbagai glazes, enamels dan antiseptik. Kombinasi dengan kromium (III) oksida digunakan sebagai katalisator dalam pabrik pembuatan metanol (Sudiarto dan Retno, 2010).

Struktur kristal ZnO adalah *Wurtzite* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 merupakan struktur yang paling stabil dan paling banyak dijumpai (Arsyad, 2001). Selain itu material ZnO juga memiliki struktur kristal lain yaitu *Zinc blende* dan *rocksalt*. Bentuk struktur kristal ZnO tersebut dapat juga dilihat pada Gambar 2.2 (Morkoc, *et al.*, 2009).



Gambar 2.1 Struktur *wurtzite* ZnO. Atom O ditampilkan sebagai bulatan hitam, dan atom Zn sebagai bulatan hijau (Shakti dan Gupta, 2010).



Gambar 2.2 Struktur kristal (a) *rocksalt*, (b) *Zinc blende*, dan (c) *wurtzite* (Morkoc, *et al.*, 2009)

Struktur kristal *wurtzite* tersusun atas ikatan tetrahedral antara atom seng dan oksigen. Struktur ini merupakan bentuk paling umum pada karakteristik film tipis seng oksida, hal ini dikarenakan struktur tersebut stabil pada kondisi lingkungan. Parameter kisi a dan c , dengan rasio ideal c/a sama dengan 1,633 nilai merupakan suatu unit heksagonal yang dimiliki oleh struktur *wurtzite* (Morkoc, *et al.*, 2009). Untuk struktur *zinc blende* hanya stabil dengan deposisi pada struktur kubik, sementara struktur *rocksalt* akan terbentuk jika fasa meta stabil pada tekanan tinggi (Coleman, *et al.*, 2006).

Bentuk *zincblende* dari ZnO terbentuk pada waktu pertumbuhan kristal dan mencapai kestabilan ketika membentuk struktur kubus. Bentuk *Roksalt* hanya dijumpai pada tekanan 10 Gpa (Shakti dan Gupta, 2010).

ZnO merupakan senyawa anorganik yang biasanya muncul sebagai bubuk putih. Sifat fisik ZnO ditunjukkan pada Tabel 2.1. Ikatan kimia yang membentuk ZnO adalah batas antara ikatan ion dan ikatan kovalen meskipun lebih dominan ke ikatan ionnya. ZnO memiliki kelarutan yang relatif rendah di dalam air ($1,6 \times 10^{-10}$ g/cm³ atau 2×10^{-6} mol/liter) dan bahkan kelarutannya kurang dalam etanol. ZnO terurai pada suhu 1975 °C (Sutanto dan Singgih, 2015).

Tabel 2.1. Sifat Fisik ZnO

Sifat	Nilai
Struktur kristal	<i>Wurtzite</i> (stabil pada 300 K) <i>Zinc blende</i> <i>Rocksalt</i>
Parameter kisi a_0	0,32495 nm
C_0	0,52069 nm
C_0/a_0	1,60
Kerapatan	5,606 g/cm ³
Titik lebur	1975 °C
Konduktivitas termal	0,6; 1-1,2
Koefisien linier ekspansi(°C)	$a_0 : 6,5 \cdot 10^{-6}$ $c_0 : 3,0 \cdot 10^{-6}$
Konstanta dielektrik relatif	8,656
Indeks bias	2,008; 2,029
Energi gab	3,3eV, direct
Konsentrasi pembawa intrinsik (per cm ³)	10^{16} - 10^{20}
Energi ikat eksitasi	60 meV
Massa efektif elektron	0,24
Mobilitas elektron (T = 300 K)	200 cm ² /V s
Massa efektif hole	0,59
Mobilitas hole (T = 300 K)	5-50 cm ² /V s
<i>Typical impurities</i>	H, Al, In, Ga
<i>Typical defects</i>	<i>Zinc interstitials, oxygent vacancies, Zinc vacancies, complexes</i>

(sumber : Sutanto dan Singgih, 2015).

ZnO merupakan zat padat berupa serbuk heksagonal atau amorf yang putih jika dingin, kuning jika panas, pahit dan tidak berbau (Arsyad, 2001). Dalam ilmu material, seng merupakan suatu logam yang berada pada golongan dua B (II B) dan oksigen merupakan suatu non logam yang berada pada golongan enam A (VI A) jika dilihat dari tabel periodik unsur. Beberapa sifat yang menguntungkan dari semikonduktor ini misalnya transparansi yang baik, mobilitas elektron yang tinggi, dan celah pita yang lebar. Karena memiliki celah pita energi yang lebar maka ZnO transparan terhadap sinar tampak (400-700 nm) (Sutanto dan Singgih, 2015).

Sintesis semikonduktor ZnO telah berhasil disintesis oleh beberapa peneliti, diantaranya adalah Omri, *et al* (2014), yang memberi perlakuan suhu yang divariasikan dalam mensintesis ZnO. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu maka ukuran partikel suatu sampel semakin besar dan nilai celah pitanya semakin kecil. Sintesis semikonduktor ZnO ini dilakukan dengan melarutkan zink asetat dihidrat dengan metanol dan dilakukan pengeringan serta pengkasinasian agar diperoleh suatu bubuk.

Shakti dan Gupta (2010) mensintesis suatu semikonduktor film tipis ZnO dengan mencampurkan zink asetat dihidrat dengan iso-propanol dan dipreparasi pada suhu 400, 500, dan 600. Hasil penelitiannya menunjukkan ukuran partikel meningkat dengan meningkatnya suhu dan band gap yang dihasilkan terlihat konstan atau sedikit mengalami perubahan di suhu 500, serta bentuk morfologi yang dihasilkan adalah *granular*.

Kayani, *et al.*, (2015) juga menunjukkan suatu ZnO dapat disintesis dengan teknik sol-gel menggunakan zink *asetat* dihidrat dan *diethanolamine*, dengan memberikan efek suhu kalsinasi sehingga dapat dipelajari sifatnya.

P. Hosseinkhani, *et al.*, (2011) juga melakukan sintesis ZnO dengan memberi perlakuan terhadap aplikasinya yaitu menentukan efek dari anti bakteri terhadap ZnO melawan bakteri *pathogenik* (*Shigella dysenteriae*). Hasilnya menunjukkan ZnO yang diperoleh berupa struktur heksagonal *wurzite*, konsentrasi 0,5 dan 1% ZnO dapat menghambat pertumbuhan bakteri, dan P. Hosseinkhani, *et al* mengungkapkan bahwa nanokomposit ZnO dapat digunakan dalam *bio-medicalproduct*. Sintesis semikonduktor ZnO juga telah dilakukan modifikasi

dengan melakukan pendopingan terhadap ZnO menggunakan ion logam transisi diantaranya seperti logam Co (Binbin Li, *et al.*, 2014), Fe (Ciciliati, *et al.*, 2015), Ni (Fattah, 2016). Hasilnya menunjukkan suatu semikonduktor ZnO dengan modifikasi pemberian doping dapat meningkatkan karakteristik dari ZnO tersebut. Dalam sintesis semikonduktor ZnO dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu prekursor, pelarut, zat aditif dan suhu.

2.2 Zinc (II) chloride (ZnCl₂)

ZnCl₂ merupakan suatu prekursor yang akan digunakan pada penelitian ini. Prekursor merupakan suatu bahan dasar dalam pembentukan material anorganik dimana akan menghasilkan material baru yang memiliki sifat berbeda dari bahan penyusunnya. Persyaratan umum dari prekursor yang digunakan yaitu harus dapat dan mudah larut dalam medium reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel (Ningsih, S.K.W., 2016), maka dengan demikian digunakanlah ZnCl₂ sebagai prekursor untuk *zink*.

ZnCl₂ merupakan rumus kimia dari senyawa kimia seng klorida yang sangat larut dalam pelarut air. Sifat ZnCl₂ yang hidrokopis dan bahkan *deliquescent* sampel maka harus dilindungi dari sumber kelembaban, termasuk adanya uap air di udara ambien. Seng klorida ini banyak di aplikasikan secara luas dalam pengolahan tekstil, fluks metalurgi, dan sintesis kimia. Simonkolleite, Zn₅(OH)₈Cl₂.H₂O merupakan suatu mineral yang sangat langka karena tidak ada mineral dengan komposisi kimia ini yang sukar diketahui dalam bentuk hidratnya. Nama IUPAC-nya seng klorida; nama lainnya adalah seng (II) klorida, dan Seng diklorida. Menurut Ansar (2014), sifat-sifat dari seng klorida ini adalah :

- a. Rumus molekul : ZnCl_2
- b. Berat molekul : 136,315 g/mol
- c. Penampilan : zat padat putih berbentuk Kristal
- d. Bau : tidak berbau
- e. Densitas : $2,907 \text{ g/cm}^3$
- f. Titik lebur : 292°C ; 558°F ; 1029 K
- g. Kelarutan dalam air : 4320 g/L (25°C)
- h. Kelarutan dalam alkohol : 4300 g/L
- i. Kelarutan dalam pelarut lain : larut dalam etanol, gliserol dan aseton
- j. Geometri koordinasi : tetrahedral, linear dalam fasa gas
- k. Klasifikasi UNI Eropa : berbahaya (Xn); korosif (C); berbahaya bagi lingkungan.

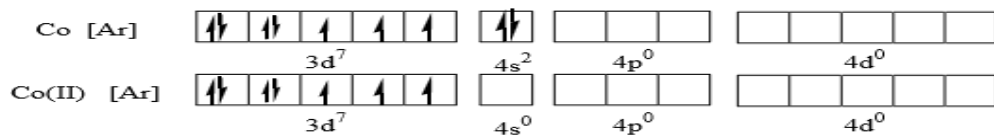
(Jaya, 2014)

2.3 Cobalt (II) Klorida Heksahidrat ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

Cobalt merupakan logam transisi golongan VIII B mempunyai nomor atom 27, massa atom 58,9332 g/mol dan terletak pada periode keempat dalam tabel sistem periodik unsur, berwarna abu-abu seperti baja dan bersifat sedikit magnetis, melebur pada suhu 1490°C . Cobalt mudah larut dalam asam-asam mineral encer dan mempunyai bilangan oksidasi umumnya +2 dan +3 akan tetapi +2 relatif lebih stabil (Umiyati, 2009).

Konfigurasi elektron cobalt adalah $[\text{Ar}] 3d^7 s^0$ seperti disajikan pada gambar

2.3.



Gambar 2.3. Konfigurasi elektron cobalt dan cobalt (II) (Umiyati, 2009).

Cobalt (II) klorida heksahidrat merupakan padatan yang berwarna ungu, dengan rumus molekul $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. sifat-sifat fisika dan kimia dari $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yaitu sebagai berikut :

- | | | | |
|------------------|------------------------|------------------------|---|
| a. Keadaan fisik | : solid | g. Titik beku/meleh | : 87 °C |
| b. Warna | : ungu | h. Flash Point | : tahan api |
| c. Aroma (bau) | : <i>none reported</i> | i. Kelarutan dalam air | : 77 g/100 mL |
| d. pH | : 4,6 @ M larutan | j. Densitas | : 1,924 |
| e. Tekanan uap | : <i>negligible</i> | k. Rumus molekul | : $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ |
| f. Titik didih | : 1048,9 °C | l. Berat molekul | : 237,9196 |

(Material Safety Data Sheet, 2007)

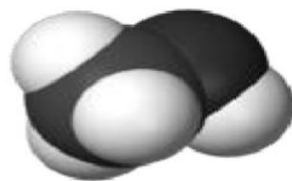
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ini juga digunakan sebagai prekursor untuk dopannya yaitu Co^{2+} , sehingga dopannya inilah yang akan diharapkan dapat terdoping pada semikonduktor ZnO. Tujuan dilakukan pendopingan dengan logam Co adalah untuk meningkatkan konduksi semikonduktor dan meningkatkan aktivitas fotokatalis (Sutanto dan Singgih, 2015).

2.4 Metanol

Metanol atau metil alkohol adalah jenis alkohol yang sangat sederhana berupa cairan yang tidak berwarna, mudah menguap, mudah terbakar (*flammable*),

berbau khas dan bersifat racun (*toxic*). Metanol memiliki rumus kimia CH_3OH dengan massa molekul relatif 32,04 g/mol, densitasnya 0,7918 g/cm, titik lebur - 97°C. Metanol banyak digunakan sebagai bahan bakar, bahan aditif dalam pembuatan etanol di industri sebagai pelarut dan bahan pendingin antibeku.

Metanol dalam penelitian ini digunakan sebagai pelarut yang berguna untuk melarutkan bahan dasar (prekursor) yang digunakan. Pelarut sangat berpengaruh terhadap pembentukan suatu senyawa anorganik. Pelarut metanol merupakan suatu cairan yang dapat melarutkan zat padat dan zat cair sehingga diperoleh suatu larutan yang homogen. Menurut Ningsih, S.K.W (2016) pelarut yang digunakan harus bisa melarutkan reaktan secara cepat dan memiliki titik didih yang tepat, sehingga setelah reaksi terjadi pelarut yang digunakan harus bisa dihilangkan atau diuapkan. Penggunaan pelarut dalam reaksi kimia harus sesuai dengan *asas like dissolves like*, yaitu reaktan yang bersifat non polar dapat larut dalam pelarut non polar, sedangkan reaktan yang polar dapat larut dalam pelarut polar (Ningsih, S.K.W., 2016). Metanol merupakan suatu pelarut polar sehingga dapat larut dalam prekursor peneliti yang memiliki sifat mudah larut dalam alkohol.



Gambar 2.4. Struktur geometri metanol (Ningsih, S.K.W., 2016)

2.5 Monoethanolamine (MEA)

Zat aditif merupakan zat yang ditambahkan ke dalam larutan yang bertujuan untuk menghasilkan material yang sangat homogen. Zat aditif ini berfungsi sebagai penstabil (*stabilization agent*) dan juga sebagai pembantu kelarutan

(*dissolution agent*). Aditif ditambahkan bertujuan untuk mengontrol morfologi produk yang dihasilkan. Selain itu, aditif berperan untuk menghasilkan produk dengan kehomogenan yang tinggi, ukuran partikel yang kecil sehingga luas permukaan besar. Dengan meningkatnya luas permukaan material, dapat meningkatkan reaktivitas material tersebut. Sifat material penyusun sangat mempengaruhi produk yang akan dihasilkan. Sifat tersebut bergantung pada struktur atom, kecacatan, mikrostruktur, dan sifat antar muka yang dikontrol secara termodinamika dan kinetika kimia.

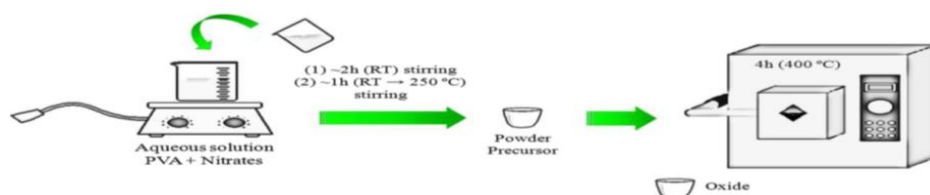
MEA merupakan turunan amonia dimana satu atom hidrogennya digantikan oleh gugus $-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$. MEA mempunyai massa molekul relatif sebesar 61,08 g/mol, massa jenis sebesar 1,09 g/mL, titik didih MEA 171 °C, titik lelehnya 11 °C dan pHnya sekitar 11,8. MEA merupakan cairan putih transparan, bersifat higroskopis, dan berbau khas seperti ammonia. MEA dapat larut dalam air, metanol dan aseton. MEA dapat digunakan sebagai pengemulsi dan pembantu pendispersian berbagai reaksi kimia dalam bidang pertanian, kosmetik, surfaktan, emulsifier dan dalam bidang farmasi. Keunikan dari senyawa tersebut adalah mempunyai gugus hidroksil dan nitrogen sebagai donor elektron. Rumus molekul MEA adalah $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (Ningsih, S.K.W., 2016).

2.6 Metode Sol-Gel

Suatu teknik sintesis dasar yang sangat menarik untuk preparasi temperatur rendah dari yang tidak kristal padat (gelas/kaca dan seperti material gelas/kaca) dan kristal keramik adalah proses sol-gel. Proses sol-gel melibatkan pembentukan suatu sol (perubahan fasa suspensi koloid pada partikel-partikel padat) melalui

reaksi hidrolisis dan polymerisasi dari prekursor yang sesuai; dan pencapaian bentuk gel (Lalena., *et al.*, 2008). Atau metode preparasi yang sering digunakan pada sintesis suatu senyawa nanomaterial berlapis dan berpori biasanya berupa metode sol-gel, interklasi dan inklusi.

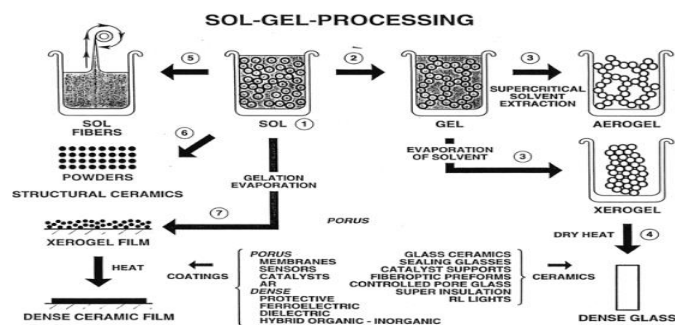
Metode sol-gel merupakan proses pembentukan senyawa anorganik dengan teknik temperatur rendah yang melibatkan transisi dari suatu sistem dengan partikel-partikel mikroskopik yang terdispersi dalam suatu cairan pada fasa suspensi koloid (sol) membentuk fasa yang kontinyu atau material makroskopik (gel) yang mengandung cairan dari suatu larutan prekursor (Fernandez, 2012 dan Wijaya, 2010). Umumnya larutan prekursornya menggunakan logam alkoksida dan klorida logam, karena larutan prekursor ini berfungsi untuk dikontrol proses hidrolisis dan kondensasi tersebut (Widodo, 2010). Sol merupakan suspensi koloid dari partikel dalam liquid, yang memiliki ukuran diameter partikelnya 1-100 nm. Sedangkan gel adalah padatan semi kaku dimana pelarut terkandung di dalam kerangka material koloid atau polimer, dengan demikian 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 (Ningsih, S.K.W., 2016). Ilustrasi metode sol-gel dapat dilihat pada gambar 2.5.



Gambar 2.5. Skema ilustrasi metode sol-gel (Lima, *et al.*, 2014)

Proses Sol-Gel

Hidrolisis dan kondensasi dari prekursor yang merupakan dasar dari kimia sol-gel. Pada proses sol-gel, prekursor dirubah menjadi partikel yang berukuran nano untuk membentuk suspensi koloid atau sol. Nanopartikel koloid ini kemudian berikatan satu dengan yang lainnya melalui proses polimerisasi untuk membentuk gel. Polimerisasi membuat proses difusi kimia terus meningkat kemudian gel tersebut dikeringkan dan dikalsinasi untuk menghasilkan bubuk. Proses polimerisasi dari sol menjadi gel ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6.Proses polimerisasi dari sol-gel menjadi gel (Mark, *et al.*, 2005)

Tahapan proses sol-gel melalui metoda sol-gel sendiri meliputi.

1. Hidrolisis

Pada tahap ini logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, basa, atau netral yang menghasilkan sol koloid. Ligan alkoksi (-OR) dengan gugus hidroksil 9-OH) akan digantikan oleh hidrolisis.

2. Kondensasi

Reaksi kondensasi akan berlangsung jika telah mengalami reaksi hidrolisis. Produk dari intermediet hasil reaksi hidrolisis sangat berperan dalam proses

kondensasi, sehingga nanopartikel diperoleh. Kondensasi dari molekul hidroksida dengan proses eliminasi air membentuk terjadinya struktur gel dari metal hidroksida.

3. Pematangan (*Ageing*)

Setelah reaksi dari hidrolisis dan kondensasi, maka dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *ageing*. Pada proses ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut didalam larutan.

4. Pengeringan

Tahap pengeringan adalah tahap yang terakhir. Pada tahap ini proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi (Veronita, 2015).

Keuntungan Metode Sol-Gel

Keuntungan dari menggunakan metode sol-gel adalah sebagai berikut.

1. Homogenitasnya lebih baik, temperatur rendah, kemurnian lebih baik, hemat energi.
2. Pencemaran rendah, menghindari reaksi dengan container dan kemurnian tinggi.
3. Fase pemisahan cepat, kristalisasi cepat, padatan non kristalin keluar membentuk gelas.
4. Pembentukan fase kristal baru dari padatan non kristal baru.
5. Produk gelas lebih baik ditentukan dengan sifat-sifat gel, produk film spesial.

Kerugian Metode Sol-Gel

Kerugian dari penggunaan metode sol-gel ini adalah sebagai berikut.

1. Material proses cukup mahal, residu butir-butir halus, residu hidroksil.
2. Residu karbon, waktu proses cukup lama. (Mackenzie, 1982)

Parameter Proses Sol-Gel

Tabel 2.2. Parameter proses sol-gel

Tahapan proses	Tujuan proses	Parameter proses
Larutan kimia	Membentuk gel	Tipe prekursor, tipe pelarut, kadar air, konsentrasi prekursor, temperatur dan pH
Aging	Mendiamkan gel untuk mengubah sifat	Waktu, temperatur, komposisi cairan, lingkungan aging
Pengeringan (Drying)	Menghilangkan air dari gel	Metode pengeringan (ovaporative, supercritical, dan freeze drying), temperatur, tekanan, waktu
Kalsinasi	Mengubah sifat-sifat fisik/kimia padatan, sering menghasilkan kristalisasi dan densifikasi	Temperatur, waktu, gas (inert atau reaktif)

(sumber : Widodo, 2010)

2.7 Spektrofotometer Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy (FTIR)

Salah satu metode spektroskopi yang sangat populer digunakan adalah metode spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*), yaitu metoda spektroskopi inframerah modern yang dilengkapi dengan teknik transformasi *fourier* untuk mendeteksi dan menganalisa hasil suatu spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan berupa metode spektroskopi absorpsi, yaitu metoda spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah oleh molekul suatu materi. Absorpsi inframerah suatu materi dapat terjadi jika

dipenuhi dua syarat, yakni kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwall, 1985).

Spektroskopi FTIR merupakan salah satu teknik analitik yang sangat baik dalam proses identifikasi struktur molekul suatu senyawa. Interferometer Michelson adalah komponen utama dalam spektroskopi FTIR yang memiliki fungsi menguraikan (mendispersi) suatu radiasi inframerah menjadi komponen-komponen frekuensi. Penggunaan interferometer Michelson tersebut memberikan keunggulan pada metode spektroskopi FTIR dibandingkan metode spektroskopi inframerah konvensional maupun metode spektroskopi yang lainnya. Dengan demikian, informasi struktur molekul dapat diperoleh secara tepat dan akurat (memiliki resonansi yang tinggi). Salah satu keuntungan menggunakan metode ini adalah dapat mengidentifikasi sampel dalam berbagai fasa baik itu gas, padat maupun cair. Sedangkan kesulitan-kesulitan dari metode ini dapat ditunjang dengan data yang diperoleh menggunakan spektroskopi yang lainnya (Harmita, 2006).



Gambar 2.7. Spektrometer FTIR

Spektroskopi FTIR sama dengan spektroskopi IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optiknya sebelum berkas

sinar inframerah melewati sampel. Frekuensi inframerah biasanya dinyatakan dalam satuan bilangan gelombang (*wavenumber*), yang didefinisikan sebagai banyaknya gelombang per sentimeter. Spektrum inframerah suatu senyawa dapat dengan mudah diperoleh dalam beberapa menit. Sedikit sampel senyawa diletakkan dalam instrumen dengan sumber radiasi inframerah. Spektroskopi secara otomatis membaca sejumlah radiasi yang menembus sampel dengan kisaran frekuensi tertentu dan merekam pada kertas berapa persen radiasi yang ditransmisikan. Radiasi yang diserap oleh molekul muncul sebagai pita pada spektrum (Fannyda, 2014).

2.8 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction atau yang disingkat dengan XRD merupakan salah satu alat yang digunakan untuk karakterisasi material. Sehingga untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel merupakan teknik dari penggunaan XRD. Dengan demikian dasar dari prinsip pendifraksian sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh suatu atom dalam sebuah kisi periodik. Berkas sinar-X tersebut, jika melalui atom yang tersusun secara teratur seperti pada kristal, maka akan terjadi interferensi konstruktif (saling memperkuat) karena memiliki fasa yang sama, sehingga berkas inilah yang disebut berkas difraksi.

Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik, yang akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antara dua 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-atom yang berbeda menyebabkan intensitasnya pun berbeda pula (Silibia, 1996).

XRD merupakan suatu metoda untuk melihat sutu kristal zat padat. XRD dapat menentukan struktur kristal dengan mengukur selisih antara bidang dalam kristalnya. Dasarnya hukum bragg dengan persamaan :

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

Dimana :

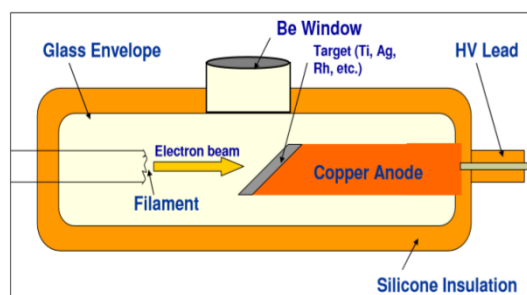
n = orde difraksi (bilangan bulat)

λ = panjang gelombang sinar yang sefasa

d = jarak antar bidang Bragg yang dipilih sebagai bidang hambur

θ = sudut datang terhadap bidang Bragg

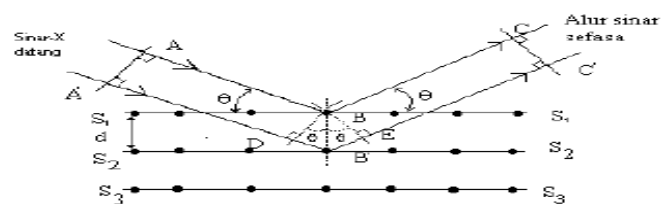
Persamaan ini memberikan hubungan jarak antara bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Sistem, bentuk serta sel satuan dari kristal yang menentukan arah difraksi atau sudut teta dalam kristal. Difraksi sinar-X dapat digunakan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



Gambar 2.8.Diagram alat difraksi sinar-X (Ningsih, S.K.W., 2016)

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.(Weller, 1994)



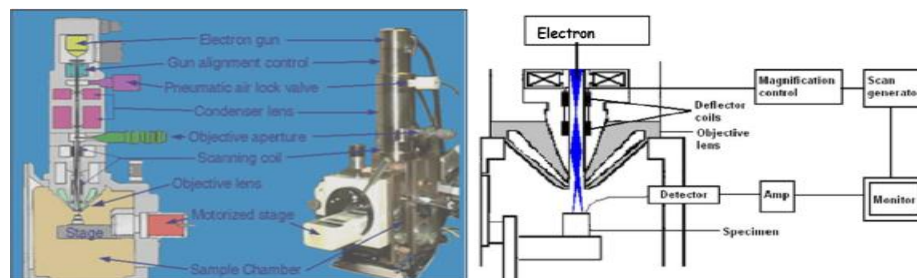
Gambar 2.9. Kristal atom dikenai berkas sinar-X (Veronita, 2015)

Difraksi sinar-X dapat memberikan suatu informasi tentang struktur polimer. Polimer dapat mengandung suatu daerah kristalin yang secara acak bercampur dengan daerah amorf. Difraktogram sinar-X polimer kristalin menghasilkan puncak-puncak yang tajam, sedangkan polimer amorf cenderung menghasilkan puncak yang melebar. Selain itu, dalam sampel polimer pola hambur juga dapat memberikan informasi tentang konfigurasi rantai dalam kristalit, perkiraan ukuran kristalit, dan perbandingan daerah kristalin dengan daerah amorf (derajat kristalinitas) (Rohaeti, 2009).

2.9 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Elektron Microscopy (SEM) adalah suatu metoda analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi permukaan sampel (Ningsih, S.K.W., 2016), dimana mikroskop ini menggunakan hamburan elektron untuk membentuk bayangan yang menerapkan prinsip difraksi elektron dimana prinsip kerjanya sama dengan mikroskop optik (Susanto dan Singgih, 2015). Keuntungan dari alat

ini lebih banyak dari pada mikroskop cahaya, karena bayangan dari SEM menghasilkan elektron yang memiliki resolusi yang tinggi, serta perbesaran yang maksimal meskipun pada jarak yang sangat dekat tanpa memecahkan gambar (Sutanto dan Singgih, 2015). Analisis permukaan pada dasarnya melibatkan radiasi permukaan dengan sumber energi berupa foton, elektron atau ion yang cukup untuk menembus dan menimbulkan beberapa emisi dari permukaan sampel dengan elektron. Menurut West (1984), sangat tingginya tingkat pembesaran sekitar 300.000 kali tanpa merusak material yang diperiksa merupakan salah satu dari keunggulan SEM tersebut (Ningsih, S.K.W., 2016). Dengan demikian, kombinasi dari perbesaran kedalaman jarak fokus, resolusi yang bagus, dan persiapan yang mudah menjadikan SEM merupakan salah satu dari alat-alat yang sangat penting untuk digunakan dalam penelitian khususnya pada sintesis senyawa anorganik pada saat ini (Susanto dan Singgih, 2015).



Gambar 2.10. Skema peralatan dari SEM (Ningsih, S.K.W., 2016; Sutanto dan Singgih, 2015)

2.10 Spektrofotometer UV-Diffuse Reflectance (UV-DRS)

Nilai celah energi (band gap) hasil sintesis material oksida dapat ditentukan dengan menggunakan DR-UVS. Teori Kubelka-Munk merupakan prinsip spektrofotometer UV-DRS, yaitu jika suatu lapisan material dengan ketebalan x , diradiasikan dengan sejumlah energi foton, maka material dengan tersebut akan

ditentukan nilai $h\nu$ pada $F(R) = 0$ yang merupakan nilai energi celah dari material (Sasti, 2011).

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari hasil penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Nanopartikel Co^{2+} *doped* ZnO dapat disintesis dengan metode sol-gel menggunakan bahan dasar ZnCl_2 dan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, metanol sebagai pelarut, dan MEA sebagai zat aditif.
2. Pengaruh suhu terhadap sintesis Co^{2+} *doped* ZnO memberikan pergeseran bilangan gelombang terhadap spektra FTIRnya dan puncak dari O-H semakin noise saat suhu meningkat.
3. Analisa spektra FTIR didapatkan ikatan Zn-O dan Zn-O-Co pada bilangan gelombang $400\text{-}800\text{ cm}^{-1}$, gugus hidroksil diatas 3000 cm^{-1} .
4. Nilai celah pita (band gap energi) dari nanopartikel ZnO- Co^{2+} terhadap temperatur kalsinasi tidak terlalu mempengaruhi karena nilai yang dihasilkan hanya berkisar 2,3 dan 2,4 eV, namun dengan dilakukan pendopingan nilai celah pitanya dapat menurunkan nilai celah pita ZnO.
5. Hasil analisa XRD dipeoleh puncak spesifik ZnO- Co^{2+} yang ditunjukkan pada arah bidangnya, dan ukuran partikelnya semakin besar dengan pengaruh kenaikan suhu serta %dopannya yaitu berkisar antara 40,36-98,30 nm serta memiliki struktur heksagonal *wurzite*.
6. Bentuk morfologi nanopartikel ZnO- Co^{2+} yang diperoleh adalah *spheric* (bulat), dengan ukuran partikel rata-ratanya berkisar 631,7nm.
7. Nanopartikel ZnO doping Co^{2+} yang bagus digunakan pada penelitian ini adalah yang memiliki konsentrasi 3% dan dikalsinasi pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$.

5.2 Saran

Beberapa saran bagi peneliti selanjutnya adalah.

1. Perlu memperhatikan dan mempelajari kesesuaian prekursor dan pelarut yang digunakan dalam sintesis ZnO-Co^{2+} .
2. Dapat mempelajari pengaruh temperatur kalsinasi terhadap nanopartikel dengan memberikan perbedaan dari prekursor dan pelarut yang digunakan.
3. Dapat mengaplikasikan nanopartikel ZnO-Co^{2+} sebagai katalis terhadap degradasi zat warna (fotokatalisis).

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin dan Khairurrijal. 2009. *Karakterisasi Nanomaterial*. Review : Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi. 2(1). ISSN 1979-0880
- Adi, Muhamad., K. Sofjan Firdausi., Wahyu S.B. 2007. *Efek Magneto Optis pada Lapisan Tipis (ZnO)*. Berkala Fisika. 1(10). hal : 31-34. ISSN :1410-9662
- Aini, Haviza. 2009. *Produksi Bioetanol dari Sekam Padi secara Fermentasi dengan Menggunakan Ragi Roti*. Padang : Universitas Negeri Padang
- Arsyad, M. Natsir. 2001. *Kamus Kimia Arti dan Penjelasan Ilmiah*. Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama
- Azam, Ameer., Fahem A., Sami S.H., Zishan H.K., and Numan A.S. 2013. *Fabrication of Co-Doped ZnO Nanorods for Spintronic Devices*. Metals and Materials International. 19(4) : 845-850. doi:10.1007/s12540-013-4027-1
- Chatwall, G. 1985. *Spectroscopy Atomic and Molecule*. Himalaya Publishing House, Bombay
- Ciciliati, Mariani A., Marcela F.S., Daniela M.F., Mauricio A.C.M., Ana A.W.H., and Edgardo A.G.P. 2015. *Fe-Doped ZnO Nanoparticles : Synthesis by a Modified Sol-Gel Method and Characterization*. Journal of Elsevier : Materials Letters. 159. 84-86. doi.org/10.1016/j.matlet.2015.06.023
- Coleman, V.A. and C. Jagadish. 2006. *Basic Properties and Applications of ZnO*. Australia: Departement of Electronic Materials Engineering Australian National University
- Dharma, Hasriardy. 2009. *Sintesis ZnO Nanorods Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Penambahan Polyethylene Glycol (PEG) dan Waktu Tahan Kondensasi Amonia (NH₃)*. Depok : Universitas Indonesia
- El Basthoh, Elvaswer, dan Harmadi. 2013. *Karakterisasi ZnO didoping TiO₂ untuk Detektor LPG*
- Fannyda, Raidatul. 2004. *Pengaruh Ekstrak Daun Medang Perawas (Litsea odorifera Val.) terhadap Tukak Lambung Mus mucus dan Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Spektroskopi FTIR*. Bengkulu : Universitas Bengkulu