

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan nanoteknologi terus dilakukan oleh para peneliti dari dunia akademik maupun dari dunia industri. Para peneliti seolah berlomba untuk mewujudkan karya baru dalam dunia nanoteknologi. Salah satu bidang yang menarik minat banyak peneliti adalah pengembangan metode sintesis nanopartikel. Nanopartikel dapat terjadi secara alamiah ataupun melalui proses sintesis oleh manusia. Sintesis nanopartikel bermakna pembuatan partikel dengan ukuran yang kurang dari 100 nm dan sekaligus mengubah sifat atau fungsinya. Orang umumnya ingin memahami lebih mendalam mengapa nanopartikel dapat memiliki sifat atau fungsi yang berbeda dari material sejenis dalam ukuran besar (*bulk*). (Abdullah, 2008)

Salah satu material yang banyak disintesa menjadi berukuran nano adalah ZnO. Hal ini dikarenakan ZnO memperhatikan sifat optik, akustik dan kelistrikan yang menarik sehingga memiliki sejumlah potensi aplikasi bidang elektronik, optoelektronik dan sensor (Marlina, 2007). Zinc Oxide merupakan materi dengan aplikasi pelapisan antirefleksi, sensor gas, varistors, alat permukaan gelombang akustik, dan elektroluminesens dan fotoluminesens. Bahan keramik semikonduktor yang menarik karena permintaan komersial untuk optoelektronik seperti elektrode konduktivitas transparan, ultraviolet (UV), light emitter dan spin elektron yang merupakan semikonduktor dengan lebar celah energi dan energi ikat pada proses optik. ZnO dalam bentuk nanopartikel ataupun lapisan tipis dapat dengan mudah disintesis menggunakan metoda yang sederhana (tanpa proses sublimasi keadaan vakum) dan bertemperatur relatif rendah dibandingkan dengan jenis metal oksida lainnya.

ZnO memiliki aplikasi yang banyak digunakan dalam masyarakat sekarang ini baik dalam bidang kedokteran, farmasi, kosmetik dan perbaikan gigi. Tetapi banyak hal yang harus lebih diamati dalam ZnO ini selain memiliki

keunggulan, dalam meneliti ZnO ini harus diperhatikan juga bahwa ZnO lebih mudah bereaksi dengan golongan kimia alkali dimana yang paling sering digunakan oleh peneliti sebelumnya yaitu Li, K, dan Na.

Dari sejumlah metode sintesis nanopartikel ZnO, metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini juga merupakan salah satu “*wet method*” karena prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Metode kopresipitasi merupakan proses kimia yang membawa suatu zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Pada metode kopresipitasi material-material dasar diendapkan bersama secara stoikiometris dengan reaktan tertentu. Kopresipitasi merupakan metode yang prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat. (Abdullah, 2008). Untuk mengetahui ukuran nanopartikel alat yang digunakan adalah PSA. Adapun PSA pada penelitian ini menggunakan Laser Diffraction (LAS). Metode ini dinilai lebih akurat bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan (*sieve analyses*), terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer maupun submicron.

Banyak penelitian tentang ZnO, dimana peneliti sebelumnya membuat ZnO dari Zinc acetat dihidrat (1gr) yang dilarutkan dalam etylene glikol (0,35 ml). Pemanasan dilakukan di atas hot plate pada rentang suhu 150°C – 170°C. Pemanasan membutuhkan waktu sekitar 20- 30 menit sampai didapatkan larutan bening dan transparan. Selama proses pendinginan larutan akan berubah fasa menjadi padatan bening (*brittle solid*), yang dapat larut pada 2 ml isopropanol dan setelah larut ditambahkan trietilamine yang dicampur dengan 0,05 ml gliserol. Larutan prekursor yang terbentuk terlihat bening tak berwarna dan dapat bertahan selama 48 jam dalam keadaan tertutup pada suhu ruang. Tahap selanjutnya adalah annealing atau *post-heating* pada suhu 500°C. Peningkatan suhu dilakukan selama 10 jam. Sample dipanaskan pada suhu 500°C selama 15 menit lalu temperatur diturunkan secara alami hingga kembali ke suhu ruang. *Postheating* ini berfungsi

untuk pembentukan kristal dari partikel ZnO. Berdasarkan hasil foto SEM, lapisan ZnO yang tidak mengalami pemanasan memiliki kerapatan perbatasan antar partikel yang sangat besar, sehingga terbentuk poros berukuran besar. ZnO yang terbentuk cenderung menggumpal dan tidak membentuk butiran. Berdasarkan hasil karakterisasi optik dengan menggunakan *spectrometer ocean optic USB2000*, lapisan yang mengalami pemanasan hingga 500°C memiliki tingkat ketransparanan yang tinggi melebihi 98% pada daerah cahaya tampak (386,12 nm), dengan pita energi sebesar 3,21 eV, sedangkan pada tahap *pre-heating* pada suhu 230°C memiliki tingkat ketransparanan sekitar 98% pada daerah cahaya tampak (386,67 nm), dengan pita energi sebesar 3,20 eV. (Aprilia, dkk., 2010: 230-240)

Selanjutnya Alias, dkk., (2010: 231-237) melarutkan 0.2 M $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam methanol (CH_3OH) pada suhu ruang. Larutan kemudian diaduk selama 2 jam dengan menggunakan pengaduk magnet sampai larutan tidak menjadi keruh dan pH nya menjadi 5. Larutan akan berubah menjadi putih susu setelah dititrasi dengan 1,0 M NaOH sehingga pH nya berubah menjadi 6 (kondisi basa). Begitu juga selanjutnya divariasikan dengan larutan NaOH pada pH 7-11. Kemudian larutan tersebut diaduk selama 1 jam dan dibiarkan selama 1 minggu untuk memungkinkan proses sol gel selesai. Selanjutnya endapan putih ZnO dikeluarkan dari mesin pemisah dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 1 jam sehingga hasilnya akan berupa bubuk putih halus. Analisis FESEM menunjukkan bahwa partikel homogen dengan struktur nano yang baik ketika pH meningkat menjadi kondisi basa (pH 9). Nanopartikel ZnO sebagian besar berbentuk bulat dan juga terdapat aglomerasi yang rendah. Ukuran partikel ZnO yang didapat adalah rata-rata sekitar 48.31 nm. Pada analisis XRD, terdapat struktur kristal yang berbentuk heksagonal *wurtzite* dari endapan yang telah dikeringkan menjadi bubuk putih halus ZnO. Puncak yang diamati dari pola intensitas yang dikaitkan dengan struktur kristal heksagonal tersebut yaitu dengan konstanta sel: $a=3,249\text{Å}$ dan $c=5,205\text{Å}$. Pada analisis sifat optiknya, maka diketahui energi gap dari bubuk ZnO yang disintesis dari pH 8 sampai 11 adalah 2,86-3,14 eV. Pada pH 9 memiliki nilai energi gap tertinggi yaitu 3,14 eV.

Sedangkan pada pH 6 dan 7 nilainya tidak terlihat karena partikel masih dalam ukuran yang besar dan menggumpal.

Pada penelitian Winardi, dkk. (2011: 265-269) nanopartikel ZnO dibuat dengan cara melarutkan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Zinc acetate dihidrat) kedalam etanol hingga konsentrasinya 0,1 M. Kemudian larutan tersebut didistilasi pada suhu 80°C disertai dengan pengadukan dengan kecepatan 600 rpm sampai didapatkan larutan yang tersisa sekitar 40% volume mula-mula. $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ dimasukkan kedalam larutan etanol hingga mencapai konsentrasi 0,23 M diikuti dengan pengadukan dengan kecepatan 600 rpm. Kedua larutan tersebut kemudian dicampur dan dilakukan pengadukan pada suhu sekitar 5°C , kemudian didiamkan untuk waktu tertentu sebelum dicampur dengan sol silika untuk *men-trap* partikelnya pada matrik silika. Pada analisis XRD, partikel yang terbentuk adalah kristal ZnO dengan morfologi heksagonal. Konsentrasi $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,15 M menghasilkan peak yang lebih pendek dibandingkan dengan konsentrasi 0,1 M. Ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, semakin optimum kristalinitas dari ZnO yang dihasilkan serta semakin kecil pula ukuran partikelnya. Untuk mengetahui sifat optik dari ZnO dilakukan pengujian menggunakan UV-Vis Spektrofotometer pada panjang gelombang 300-800 nm. Dengan memvariasikan konsentrasi $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ maka terjadi penurunan nilai absorbansi yang sangat tajam dimulai pada panjang gelombang 340-360 nm untuk konsentrasi $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebesar 0,1; 0,15 dan 0,2 M. Akan tetapi absorbansinya mencapai stabil pada saat panjang gelombangnya diatas 360 nm.

Selanjutnya penelitian Mulyanti, dkk., (2010: 298-306) menggunakan ZnAc dalam pelarut alkohol dengan konsentrasi 0,1875M diaduk perlahan-lahan menggunakan pengaduk magnetik dan dipanaskan sampai temperatur 150°C . Setelah larut semua, pengadukan dihentikan dan larutan yang mempunyai pH 5,5 tersebut dipanaskan perlahan-lahan sampai temperatur 200°C hingga terbentuk suspensi koloid berwarna putih susu. Kemudian suspensi dipanaskan pada temperatur 250°C dan 300°C masing-masing selama 30 menit dan 60 menit. Setelah didiamkan selama 24 jam, endapan yang terbentuk dipisahkan dan

dikeringkan. Kemudian menambahkan katalis KOH dengan konsentrasi yang digunakan masing-masing adalah 0,02M dan 0,1M. Selanjutnya, ditumbuhkan pasta ZnO dan lapisan anti refleksi ZnO menggunakan teknik printing dan firing (pemanasan). Dari karakterisasi menggunakan UV-Vis spectroscopy dapat dilihat bahwa film ZnO yang dihasilkan melalui temperatur pemanasan 550°C memiliki harga reflektansi terendah. Dibandingkan dengan harga reflektansi lapisan silikon pada $\lambda = 600 \text{ nm}$, maka lapisan ZnO ini memiliki harga yang lebih rendah 30 %. Oleh sebab itu dapat dikatakan bahwa lapisan ZnO dapat digunakan sebagai lapisan anti refleksi karena dapat mengurangi refleksi silikon sebesar 25%.

Pada penelitian ini penulis akan meneliti tentang nanopartikel ZnO, dimana ZnO memiliki kelebihan dibandingkan dari bahan kimia yang lain. ZnO bisa dioperasikan dalam lingkungan yang keras dan bersuhu tinggi, juga efisiensi quantum yang lebih tinggi, resistansi yang lebih tinggi untuk keadaan radiasi energi tinggi. Tidak seperti oksida logam putih yang lain, ZnO menunjukkan perubahan warna menjadi kuning pada pemanasan dan kembali menjadi putih pada saat pendinginan.

Oleh karena itu dalam penelitian ini, akan dibuat nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode kopresipitasi, dibentuk dari senyawa $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan NH_4OH dengan pelarut etanol. Kemudian dipanaskan pada suhu 120°C dan tekanan 1 atm. Sampel dikarakterisasi dengan menggunakan instrumentasi *Particle Size Analyzer* (PSA), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan UV-Vis Spektrofotometer. Sehingga judul penelitian ini adalah **"Sintesis dan Karakterisasi Sifat Optik Nanopartikel ZnO"**.

1.2. Batasan Masalah

Untuk memberi ruang lingkup yang jelas dalam penelitian ini penulis membatasi cakupan masalah sebagai berikut:

1. Pembuatan nanopartikel ZnO melalui campuran $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan NH_4OH dan etanol sebagai pelarutnya.

2. Karakterisasi morfologi, struktur kristal dan ukuran kristal dari sampel dengan menggunakan SEM, XRD, XRF, PSA serta karakterisasi sifat optik nanopartikel ZnO menggunakan UV-Vis Spektrofotometer.

1.3. Rumusan Masalah

Dari latar belakang masalah yang telah diuraikan di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana cara pembuatan nanopartikel ZnO dengan metode kopresipitasi?
2. Bagaimana morfologi, struktur dan ukuran kristal nanopartikel ZnO dengan menggunakan SEM, XRD, XRF, PSA serta karakterisasi sifat optik nanopartikel ZnO dengan menggunakan UV-Vis Spektrofotometer?

1.4. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui cara pembuatan nanopartikel ZnO dengan metode kopresipitasi.
2. Mengetahui struktur, morfologi dan ukuran kristal dari nanopartikel ZnO dengan menggunakan SEM, XRD, XRF, PSA dengan metode kopresipitasi dan karakterisasi sifat optik nanopartikel ZnO dengan menggunakan UV-Vis Spektrofotometer.

1.5. Manfaat Penelitian

Berdasarkan sifat-sifat sampel yang diperoleh, hasil penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk membuat suatu material atau yang digunakan antara lain untuk:

1. Sebagai material elektroluminisens.
2. Sebagai material sel surya.
3. Sebagai thin film.