

**PENUMBUHAN ZnO NANORODS PADA KACA
PREPARAT TERLAPISI EMAS (Au) TIPIS UNTUK
APLIKASI *SURFACE PLASMON RESONANCE* (SPR)**

Skripsi

**Disusun untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Sains**



**AJENG NOVITA SARI
3225136369**

**PROGRAM STUDI FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA
2017**

PERSETUJUAN PANITIA UJIAN SKRIPSI

PENUMBUHAN ZnO NANORODS PADA KACA PREPARAT TERLAPISI EMAS
(Au) TIPIS UNTUK APLIKASI *SURFACE PLASMON RESONANCE* (SPR)

Nama : Ajeng Novita Sari

No. Reg : 3225136369

	Nama	Tanda Tangan	Tanggal
Penanggung Jawab			
Dekan	: Prof. Dr. Suyono, M.Si NIP.19671218 199303 1 005		23/8/17
Wakil Penanggung Jawab			
Wakil Dekan I	: Dr. Muktiningsih N., M.Si NIP.19640511 198903 2 001		23/8/17
Ketua	: Dr. Mangasi Alion Marpaung, M.Si NIP.19571123 198703 1 002		21/8/17
Sekretaris	: Dr. Widyaningrum Indrasari, M.Si NIP. 19770510 200604 2 001		22/8/17
Anggota			
Pembimbing I	: Prof. Dr. Agus Setyo Budi, M.Sc NIP.19630426 198803 1 002		18/8/17
Pembimbing II	: Prof. Dr. Ratno Nuryadi NIP.19731017 199301 1 001		18/8/17
Penguji	: Dr. Anggara Budi Susila, M.Si NIP. 19601001 199203 1 001		22/8/2017

Dinyatakan lulus ujian skripsi tanggal 15 Agustus 2017

LEMBAR PERNYATAAN

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul **“Penumbuhan ZnO Nanorods pada Kaca Preparat Terlapisi Emas (Au) Tipis untuk Aplikasi *Surface Plasmon Resonance* (SPR)”** yang disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dari Program Studi Fisika Universitas Negeri Jakarta adalah karya ilmiah saya dengan arahan dari dosen pembimbing.

Sumber informasi yang diperoleh dari penulis lain yang telah dipublikasikan yang disebutkan dalam teks skripsi ini, telah dicantumkan dalam Daftar Pustaka sesuai dengan norma, kaidah dan etika penulisan ilmiah

Jika dikemudian hari ditemukan sebagian besar skripsi ini bukan hasil karya saya sendiri dalam bagian-bagian tertentu, saya bersedia menerima sanksi pencabutan gelar akademik yang saya sanding dan sanksi-sanksi lainnya sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Jakarta, Agustus 2017

Yang membuat pernyataan



Ajeng Novita Sari

LEMBAR DEDIKASI

Penulisan ilmiah ini Ajeng dedikasikan untuk Ibu dan Bapak. Terimakasih atas setiap doa, waktu, materi, dan pengorbanan yang sudah Ibu dan Bapak berikan.

Semoga Ibu dan Bapak senantiasa disayang Allah selayaknya Ibu dan Bapak sayang Ajeng. Ibu dan Bapak adalah alasan Ajeng untuk ga akan pernah nyerah, sekaligus manusia terbaik yang pernah dikirim Allah ke Ajeng. Semoga Allah membalas kebaikan Ibu dan Bapak. Aamiin.

ABSTRAK

AJENG. Penumbuhan ZnO *Nanorods* pada Kaca Preparat Terlapis Emas (Au) Tipis untuk Aplikasi *Surface Plasmon Resonance* (SPR). Skripsi. Jakarta: Prodi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, 2017.

Dalam rangka pembuatan struktur divais untuk aplikasi *surface plasmon resonance* telah dilakukan proses penumbuhan ZnO *nanorods* pada permukaan substrat kaca yang terlapis lapisan tipis Au. Proses penumbuhan ZnO *nanorods* ini dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal melalui dua tahapan utama, yaitu proses pembibitan (*seed layer*) dan penumbuhan (*growth*). Proses *seed layer* menggunakan larutan yang terdiri dari *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{O}_2\text{CH}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2$), *Diethylamine* ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}$), dan *Etylene Glycol Monomethyl* ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$) dengan konsentrasi 0.3M, dilanjutkan dengan proses *dip coating* selama 5 menit, proses pengeringan, dan proses *annealing*. Pada proses penumbuhan ZnO, digunakan larutan yang mengandung *Zinc Nitrate Tetrahydrate* ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), *Hexamethylene-tetramine* ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$), dan *Aqua DM* dengan konsentrasi 0.05M. Waktu penumbuhan ZnO divariasikan 3 parameter, yaitu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam, pada suhu 95°C yang diikuti proses *annealing* pada suhu 500°C selama 1 jam. Struktur ZnO dikarakterisasi menggunakan *field emission scanning electron microscopy* (FESEM), *energy dispersive spectroscopy* (EDS), *x-ray diffraction* (XRD), dan *fourier transmission infra red* (FTIR). Hasil FESEM menunjukkan bahwa diameter ZnO *nanorods* yang terbentuk akan semakin besar seiring semakin panjang waktu penumbuhan. Waktu penumbuhan 2 jam dan 4 jam menghasilkan ZnO *nanorods* dengan diameter di bawah 100 nm, di mana ZnO dengan diameter 29 ± 7 nm berhasil ditumbuhkan dengan waktu penumbuhan 2 jam. Berdasarkan hasil EDS dapat diketahui bahwa semakin lama waktu penumbuhan maka persentase Zn semakin meningkat, sementara persentase O menurun. Pada karakterisasi XRD terlihat struktur kristal yang heksagonal dengan semakin meningkatnya intensitas puncak bidang (0,0,2) yang dihasilkan seiring semakin lama waktu penumbuhan. Hal ini mengindikasikan bidang kristal yang semakin searah. Hasil FTIR menunjukkan bahwa absorpsi *infra red* ikatan Zn-O berada disekitar panjang gelombang 540 hingga 544 cm^{-1} . Hasil pengujian SPR menunjukkan bahwa fenomena SPR terkonfirmasi dengan munculnya penurunan reflektansi pada area *total internal reflection*. Namun demikian, perlu menjadi perhatian bahwa waktu penumbuhan ZnO harus diatur dalam waktu penumbuhan yang sangat singkat. Hal ini karena semakin lama waktu penumbuhan akan menghasilkan ZnO *rods* yang besar dan panjang sehingga dapat mengakibatkan ketebalan substrat lebih dari 100 nm. Lapisan ZnO *nanorods* yang tebal berpotensi menghilangkan superposisi antara gelombang sinar datang (laser) dengan gelombang *evanescent* yang dapat berakibat tidak terjadinya fenomena SPR.

Kata kunci : ZnO *nanorods*, hidrotermal, waktu penumbuhan, lapisan tipis Au, SPR

ABSTRACT

AJENG. Growth of ZnO *Nanorods* on Glass Surface Coated with Au Thin Layer for Surface Plasmon Resonance (SPR) Application. Script. Jakarta: Department of Physics, Faculty of Mathematics and Science, State University of Jakarta. 2017.

In order to fabricate device for surface plasmon resonance (SPR) application, ZnO *nanorods* have been synthesized on the surface of glass substrate coated with Au thin layer. Formation of ZnO *nanorods* was done by using hydrothermal method through two main processes, i.e., a formation of seed layer and ZnO growth process. Formation of seed layer was performed by using a solution that consist of *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{O}_2\text{CH}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2$), *Diethylamine* ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}$), and *Etylene Glycol Monomethyl* ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$) with a concentration of 0.3M, followed by a 5-minute dip coating process, drying process, and annealing process. In ZnO growth process, we used a solution containing *Zinc Nitrate Tetrahydrate* ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), *Hexamethylene-tetramine* ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$), and *Aqua DM* with concentration of 0.05M. Growth time were varied into 3 parameters, i.e., 2 hours, 4 hours, and 6 hours, at temperature of 95 ° C followed by annealing at 500 ° C for 1 hour. The structures of ZnO were characterized by *field emission scanning electron microscopy* (FESEM), *energy dispersive spectroscopy* (EDS), *x-ray diffraction* (XRD), dan *fourrier transmition infra red* (FTIR). The FESEM results showed that the size of ZnO *nanorods* will be greater when the growth time is increased. Growth time of 2 hours and 4 hours produced ZnO *nanorods* with diameter less than 100 nm, where ZnO *nanorods* with diameter of 29 ± 7 nm were formed by growth at 2 hours. EDS results showed that longer of growth time produced high composition of Zn and low one of O. In XRD characterization, the hexagonal crystal structure appears, which is indicated by increasing peak intensity of (0, 0, 2) by increasing growth time. This indicates that the direction of rods tends to uniform direction. The FTIR results show that the absorption of *infra red* on Zn-O bond was around the wavelength 540 to 544 cm^{-1} . SPR measurements showed that the SPR phenomenon is confirmed by the decrease of light reflectance in total internal reflection area. However, it should be noted that ZnO growth time should be adjusted in a very short time. This is because the longer growth time will produce large and long ZnO rods, which can lead to thicker ZnO film thickness of greater than 100 nm. The thick layer of ZnO *nanorods* potentially eliminates superposition between the incident light (laser) waves and evanescent waves which can produce the absence of SPR phenomena.

Keywords : ZnO *nanorods*, *hydrothermal*, *growth time*, *thin film Au*, *SPR*

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena telah memberikan karunia-Nya yang berlimpah sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal skripsi yang berjudul **“Penumbuhan ZnO Nanorods pada Kaca Preparat Terlapisi Emas (Au) Tipis untuk Aplikasi Surface Plasmon Resonance (SPR)”**. Penelitian yang ditulis dalam proposal ini tidak lepas dari pihak-pihak yang turut membantu baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Ibu Dr. Widyaningrum Indrasari, M.Si selaku ketua program studi Fisika FMIPA UNJ.
2. Bapak Prof. Dr. Agus Setyo Budi, M.Sc selaku Pembimbing I atas waktu, bimbingan dan saran yang membangun.
3. Bapak Prof. Dr. Ratno Nuryadi selaku Pembimbing II atas waktu, bimbingan, kesabaran, motivasi dan saran yang membangun.
4. Seluruh dosen Jurusan Fisika Universitas Negeri Jakarta yang telah membimbing dan memberikan berbagai ilmu pengetahuan.
5. Kak Rina Dewi Mayasari S.Si, M.Sc selaku pembimbing di laboratorium Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi atas banyak bantuan, bimbingan, kesabaran, motivasi, dan saran yang membangun.
6. Seluruh staf dan karyawan Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi.
7. Teman-teman Fisika 2013 yang telah bersama-sama melewati perkuliahan selama kurang lebih 4 tahun. Terimakasih telah menjadi teman-teman yang sangat baik, saling mendukung, dan saling memberi motivasi.
8. Dan semua pihak yang membantu penulis selama perkuliahan hingga selesai.

Penulis berharap penelitian ini dapat bermanfaat khususnya bagi mahasiswa Jurusan Fisika Universitas Negeri Jakarta. Namun penulis menyadari

akan keterbatasan, kelemahan dalam ilmu pengetahuan dan pengalaman, sehingga penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi penulisan yang lebih baik selanjutnya.

Jakarta, Agustus 2017

Ajeng Novita Sari

DAFTAR ISI

PERSETUJUAN PANITIAN UJIAN SKRIPSI.....	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR DEDIKASI	iii
ABSTRAK.....	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II LANDASAN TEORI.....	5
2.1 Seng Oksida (ZnO)	5
2.2 <i>Surface Plasmon Resonance</i> (SPR)	6
2.3 <i>Field Emission Scanning Electron Microscope</i> (FESEM)	9
2.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	9
2.5 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	10
2.6 Penelitian Relevan	11
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	14
3.1 Tujuan Operasional.....	14
3.2 Waktu dan Tempat Penelitian.....	14
3.3 Alat dan Bahan.....	14
3.4 Metode Penelitian	15
3.5 Diagram Alir Penelitian	16
3.6 Prosedur Penelitian	17

3.6.1	Persiapan Alat dan Sampel.....	17
3.6.2	Pelapisan <i>Seed Layer</i>	18
3.6.3	Penumbuhan ZnO <i>Nanorods</i>	19
3.6.4	Uji Karakterisasi.....	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		22
4.1	Uji Karakterisasi Morfologi Permukaan (FESEM)	22
4.1.1	Morfologi ZnO <i>Nanorods</i> Pada Waktu Penumbuhan 2 Jam...23	
4.1.2	Morfologi ZnO <i>Nanorods</i> Pada Waktu Penumbuhan 4 Jam...25	
4.1.3	Morfologi ZnO <i>Nanorods</i> Pada Waktu Penumbuhan 6 Jam...28	
4.1.4	Analisa Morfologi ZnO <i>Nanorods</i> antara Waktu Penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam.	31
4.1	Uji Karakterisasi <i>Energy Dispersive Spectroscopy</i> (EDS)	32
4.2	Uji Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	35
4.3.1	Struktur Kristal ZnO pada Waktu Penumbuhan 2 Jam.	35
4.3.2	Struktur Kristal ZnO pada Waktu Penumbuhan 4 Jam.	37
4.3.3	Struktur Kristal ZnO pada Waktu Penumbuhan 6 Jam.	40
4.3.4	Analisa Struktur Kristal ZnO <i>Nanorods</i> antara Waktu Penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam.	42
4.3	Uji Karakterisasi <i>Fourrier Transmission Infra Red</i> (FTIR)	43
4.4	Hasil Pengujian <i>Surface Plasmon Resonance</i> (SPR).....	46
BAB V PENUTUP.....		52
5.1	Kesimpulan	52
5.2	Saran	53
DAFTAR PUSTAKA		54
LAMPIRAN.....		56
RIWAYAT HIDUP.....		69

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal ZnO.....	6
Gambar 2.2 Sistem dan Grafik SPR pada Prisma.....	7
Gambar 2.3 Sistem dan Grafik SPR pada Prisma/Au.....	8
Gambar 2.4 Difraksi Sinar-X Kristal Kubus.....	10
Gambar 2.5 Skema Alat FTIR.....	11
Gambar 2.6 Grafik Optimasi Ketebalan Emas.....	13
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian.....	16
Gambar 3.2 Diagram Alir Pelapisan Seed Layer.....	18
Gambar 3.3 Diagram Alir Penumbuhan ZnO <i>Nanorods</i>	19
Gambar 3.4 Sistem Pengujian SPR.....	21
Gambar 4.1 Hasil gambar FESEM dari ZnO <i>nanorods</i> yang terbentuk pada waktu penumbuhan 2 jam.....	23
Gambar 4.2 Histogram persentase frekuensi distribusi ZnO <i>nanorods</i> dengan waktu penumbuhan 2 jam.....	24
Gambar 4.3 Hasil gambar FESEM dari ZnO yang terbentuk pada waktu penumbuhan 4 jam.....	25
Gambar 4.4 Histogram persentase frekuensi distribusi ZnO <i>nanorods</i> dengan waktu penumbuhan 4 jam.....	26
Gambar 4.5 Hasil gambar FESEM dari ZnO yang terbentuk pada waktu penumbuhan 6 jam.....	28
Gambar 4.6 Histogram persentase frekuensi distribusi ZnO <i>nanorods</i> dengan waktu penumbuhan 6 jam.....	29
Gambar 4.7 Hasil FESEM dan histogram persentase frekuensi distribusi.....	31
Gambar 4.8 Perbandingan kandungan komposisi unsur lapisan ZnO.....	33
Gambar 4.9 Hasil grafik dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 2 jam.....	35
Gambar 4.10 Hasil grafik dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 4 jam.....	37

Gambar 4.11 Hasil grafik dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 6 jam	40
Gambar 4.12 Perbandingan hasil grafik uji karakterisasi XRD.....	42
Gambar 4.13 Grafik FTIR yang menunjukkan gugus fungsi yang terbentuk pada lapisan ZnO <i>nanorods</i>	45
Gambar 4.14 Grafik hasil pengujian reflektansi versus sudut datang dari kaca preparat yang ditempelkan pada prisma BK-7	47
Gambar 4.15 Grafik hasil pengujian reflektansi versus sudut datang dari kaca preparat terlapis emas tipis menggunakan sistem Surface Plasmon Resonance (SPR).....	48
Gambar 4.16 Grafik hasil pengujian sampel ZnO menggunakan sistem Surface Plasmon Resonance (SPR)	50

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Tabel frekuensi distribusi ZnO <i>nanorods</i> dengan waktu penumbuhan 2 jam.....	24
Tabel 4.2 Tabel frekuensi distribusi ZnO <i>nanorods</i> dengan waktu penumbuhan 4 jam.....	26
Tabel 4.3 Tabel frekuensi distribusi ZnO <i>nanorods</i> dengan waktu penumbuhan 6 jam.....	29
Tabel 4.4 Persentase kandungan komposisi unsur lapisan ZnO pada sampel	34
Tabel 4.5 <i>Peak list</i> dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 2 jam	36
Tabel 4.6 Tiga puncak tertinggi hasil karakterisasi XRD pasda waktu penumbuhan 2 jam	36
Tabel 4.7 <i>Peak list</i> dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 4 jam	38
Tabel 4.8 Tiga puncak tertinggi hasil karakterisasi XRD pasda waktu penumbuhan 4 jam	38
Tabel 4.9 <i>Peak list</i> dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 6 jam	40
Tabel 4.10 Tiga puncak tertinggi hasil karakterisasi XRD pasda waktu penumbuhan 6 jam	41
Tabel 4.11 Data-data dari tiga puncak tertinggi masing-masing waktu penumbuhan	43
Tabel 4.12 Perbandingan gugus fungsi ZnO yang terbentuk.....	46

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Bahan Penelitian	56
Lampiran 2. Proses Sintesis	57
Lampiran 3. Hasil FESEM ZnO <i>Nanorods</i> Waktu Penumbuhan 2 Jam pada Perbesaran yang Berbeda.....	58
Lampiran 4. Hasil FESEM ZnO <i>Nanorods</i> Waktu Penumbuhan 4 Jam pada Perbesaran yang Berbeda.....	59
Lampiran 5. Hasil FESEM ZnO <i>Nanorods</i> Waktu Penumbuhan 6 Jam pada Perbesaran yang Berbeda.....	60
Lampiran 6. Sebaran Unsur Zn dan O pada Hasil Karakterisasi EDS Waktu Penumbuhan 2 Jam	61
Lampiran 7. Sebaran Unsur Zn dan O pada Hasil Karakterisasi EDS Waktu Penumbuhan 4 Jam	62
Lampiran 8. Sebaran Unsur Zn dan O pada Hasil Karakterisasi EDS Waktu Penumbuhan 6 Jam	63
Lampiran 9. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi ZnAc	64
Lampiran 10. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi DEA	64
Lampiran 11. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi MEA	65
Lampiran 12. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi Endapan ZnAc+DEA+MEA	65
Lampiran 13. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi ZNT	66
Lampiran 14. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi HMT	66
Lampiran 15. Sudut TIR dan SPR pada Grafik.....	67

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring berkembangnya zaman, makin banyak masalah kesehatan yang terjadi di kehidupan sekitar kita, baik akibat dari faktor lingkungan, bahan pangan, ataupun virus dan bakteri. Lingkungan yang kurang baik, biasanya memiliki kualitas udara yang kurang baik pula, dan banyak polutan yang mengisi atmosfer di lingkungan tersebut. Polutan tersebut juga dapat mengontaminasi makanan secara bebas. Polutan yang kemudian menjadi radikal bebas pada umumnya berbentuk gas, dan gas yang paling banyak menyebabkan kerusakan jaringan tubuh salah satunya adalah gas CO (A. Tri, 2004). Saat ini, ilmu pengetahuan dan teknologi yang ada belum cukup mumpuni untuk menanggulangi semua masalah kesehatan tersebut. Untuk pencegahan, manusia perlu mengenali gejala yang ada di dalam tubuhnya agar selalu waspada. Oleh karena itu, salah satu solusi yang efektif dan efisien untuk kebutuhan aplikasi medis adalah dengan dikembangkannya teknologi *bio-sensor* dan *chemical-sensor*.

Bio-chemical-sensor adalah suatu *device* atau perangkat analitik yang memanfaatkan molekul-molekul dan atau meniru cara kerja molekul tersebut. *Surface Plasmon Resonance* (SPR) merupakan salah satu *device* sensor yang potensial untuk digunakan sebagai *bio-sensor* dan *chemical-sensor*. SPR banyak diaplikasikan di berbagai bidang, misalnya untuk monitoring lingkungan, untuk mendeteksi kerusakan pada DNA (Labuda, dkk., 2008), untuk diagnosa medis (Homola, dkk., 2006), untuk menjamin keamanan makanan agar terhindar dari formalin pada teknologi *food safety* (Risma, dkk., 2013), untuk aplikasi mendeteksi gas CO₂ (Ratno dan Rina, 2015), juga untuk mendeteksi *norovirus* (Hiroki, dkk., 2016).

Pada aplikasi SPR untuk mendeteksi gas, umumnya menggunakan lapisan tipis emas (Au), perak (Ag), atau aluminium (Al) yang *dicoating* pada prisma. Pada bidang SPR ini, banyak penelitian menggunakan Au karena memiliki resolusi sensor yang tinggi dan kestabilan kimia yang baik. Terdapat beberapa gas

yang telah berhasil dideteksi dengan SPR, misalnya H₂ (Tobiska, dkk., 2001), alkohol (Manera, dkk., 2004), dan NO_x (Yang, dkk., 2010).

Beberapa penelitian menggunakan lapisan logam oksida sebagai lapisan penangkap objek untuk meningkatkan selektivitas sensor gas pada SPR, misalnya seng oksida (ZnO). ZnO merupakan senyawa semikonduktor golongan II-IV yang mempunyai sifat elektronik dan fotonik penting karena memiliki stabilitas termal dan kimia yang baik, celah energi langsung yang lebar (3,37 eV) pada suhu kamar, dan energi ikatan eksiton yang besar (60 meV) (Neha, dkk., 2011). ZnO merupakan salah satu material yang menjanjikan pada aplikasi sensor gas karena memiliki respon yang sensitif terhadap gas (Ratno dan Rina, 2015). ZnO juga memiliki rentang energi gap yang lebar, bahan bakunya yang melimpah di alam, harga yang terjangkau dan sifatnya yang relatif tidak beracun (Khallaf, dkk., 2009).

Selama ini, gas yang telah dapat dideteksi oleh SPR dengan lapisan ZnO antara lain, H₂S (Tabassum, dkk., 2013), Cl₂ (Tabassum, dkk., 2015), NO₂ (Watanabe, dkk., 2010), *ammonia* (Dinesh, dkk., 2013) dan CO₂ (Ratno dan Rina, 2015). Pada publikasi sebelumnya (Ratno dan Rina, 2015) terlihat bahwa kurva SPR cenderung lebar yang diprediksi karena ketebalan Au lebih besar dari 70 nm (terlalu tebal). Disisi lain, pengaruh struktur ZnO *rods* juga tidak dibahas secara mendetail. Pada penelitian ini dilakukan penumbuhan ZnO *rods* berbasis metode hidrotermal pada lapisan tipis Au setebal 45 nm di atas prisma dengan variasi ukuran dalam rangka untuk aplikasi SPR. Jadi penelitian ini memiliki kebaruan: a. penumbuhan ZnO *rods* pada lapisan tipis Au (45 nm)/prisma, dan b. studi pengaruh variasi ukuran ZnO *rods* pada fenomena SPR.

1.2 Perumusan Masalah

1. Dapatkah dilakukan penumbuhan ZnO *nanorods* di atas lapisan tipis emas dengan metode hidrotermal?
2. Apa saja parameter yang mempengaruhi pertumbuhan ZnO *nanorods* pada substrat kaca dengan lapis tipis emas?

3. Sejauh mana optimasi dari setiap parameter pertumbuhan ZnO *nanorods* pada substrat kaca dengan lapisan tipis emas?
4. Bagaimana bentuk nanopartikel ZnO pada substrat kaca dengan lapisan tipis emas?
5. Dapatkah substrat kaca dengan lapisan tipis emas yang telah ditumbuhi ZnO *nanorods* digunakan pada aplikasi *Surface Plasmon Resonance* (SPR)?

1.3 Batasan Masalah

Penelitian ini memiliki fokus pada penumbuhan ZnO *nanorods* pada kaca preparat dengan lapisan tipis Au dan mempelajari fenomena SPR pada substrat tersebut.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Melakukan panumbuhan ZnO *nanorods* di atas lapisan tipis emas dengan metode hidrotermal.
2. Mengetahui berbagai parameter yang mempengaruhi pertumbuhan ZnO *nanorods* pada substrat kaca dengan lapis tipis emas.
3. Mengetahui parameter optimum dari setiap parameter pertumbuhan ZnO *nanorods* pada substrat kaca dengan lapisan tipis emas.
4. Mengetahui bentuk nanopartikel ZnO pada substrat kaca dengan lapisan tipis emas.
5. Melakukan pengujian SPR terhadap substrat kaca dengan lapisan tipis emas yang telah ditumbuhi ZnO *nanorods*.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Menambah pengetahuan penulis dan pembaca pada bidang material dan sintesis ZnO *rods* untuk aplikasi SPR.
2. Mengetahui proses penumbuhan material ZnO pada skala nanometer pada lapisan tipis Au/prisma.

3. Mengetahui proses investigasi fenomena SPR dari lapisan tipis Au yang ditumbuhi ZnO *nanorods*.
4. Sebagai sumber referensi bagi rekan-rekan yang ingin melakukan pengembangan di bidang yang sama.

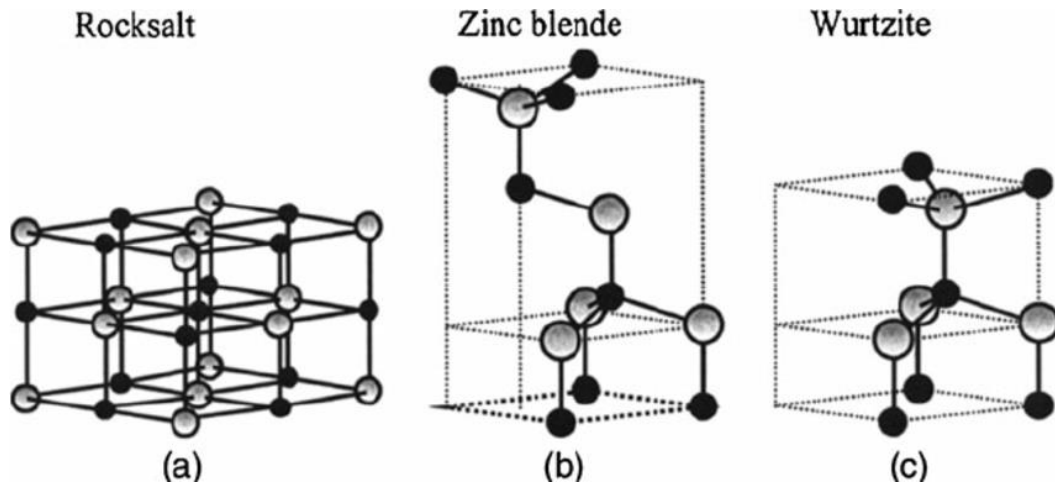
BAB II

LANDASAN TEORI

2.1 Seng Oksida (ZnO)

Seng oksida (*zinc oxide*) atau ZnO merupakan suatu senyawa kimia anorganik oksida logam yang umumnya berupa serbuk. Serbuk seng oksida ini sangat banyak digunakan sebagai bahan aditif pada berbagai produk material seperti plastik, keramik, kaca, semen, karet, pelumas, cat, adesif, hingga perangkat elektronik. Pada struktur kristal, ZnO mempunyai sifat *piezoelectric* dan *thermocromic*. ZnO merupakan salah satu bahan kandidat yang telah menarik perhatian karena memiliki lebar celah pita energi sebesar 3.37 eV dan energi ikat eksitasi 60 meV pada suhu kamar. Luasnya aplikasi dari seng oksida terkait dengan berbagai sifat yang dimilikinya, antara lain harganya yang ekonomis, sensitivitas gas yang baik, aktivitas fotokatalitik, anti bakteri, sifat optis yang dapat direkayasa, kemampuan sebagai katalisator dan sifat *non-toxic* pada konsentrasi yang cukup rendah. Selain itu, ZnO merupakan bahan yang penting untuk laser UV dan *device optoelektronik*, dan juga ZnO memiliki sifat listrik dan optik sehingga banyak digunakan sebagai fotokonduktor, sensor terintegrasi.

Secara kristalografi, seng oksida memiliki tiga jenis struktur kristal, yaitu *rocksalt*, *zincite* atau *zinblende* dan *wurtzite* (lihat gambar 2.1). Seng oksida yang tersedia sebagai mineral di alam memiliki struktur *zincite*. Struktur kristal ini berbentuk *sphalerite* dengan adanya atom Zn di setiap sudut dan bagian tengah sisi (*face centered cubic*, FCC) dan atom O sebagai interstisi di antara empat atom Zn yang berdekatan. Di lain hal, seng oksida yang biasa diproduksi secara komersial merupakan hasil sintesis dan berstruktur *wurtzite*. Struktur ini memiliki bentuk heksagonal dan stabil pada suhu ruang. Berbeda dengan dua struktur kristal lain yang cukup banyak diperoleh, seng oksida dengan struktur *rocksalt* hanya dapat diperoleh pada tekanan tinggi di atas 10 GPa.



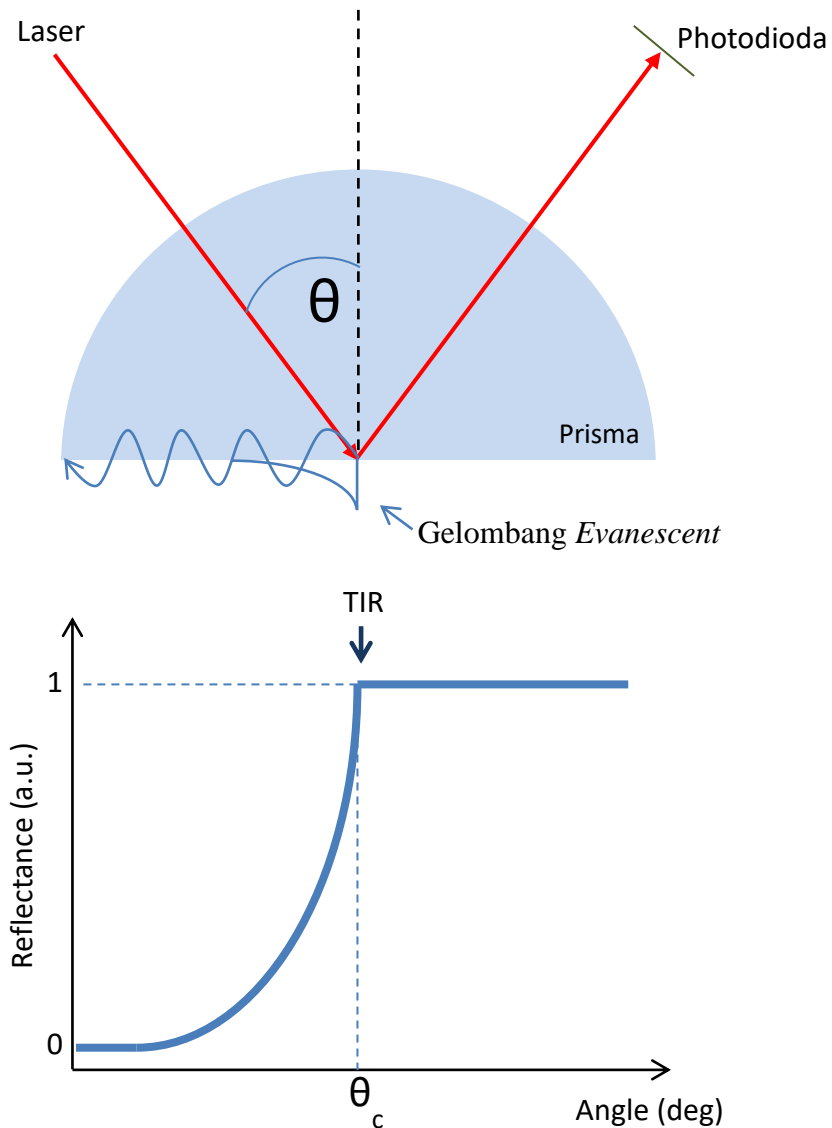
Gambar 2.1 Struktur Kristal ZnO: (a) rocksalt, (b) zincite/zincblende, (c) wurtzite. (American Institute of Physics, 2005)

Keunggulan nanostruktur dari ZnO tidak hanya dilihat dari segi aplikasinya, tetapi juga kelayakan yang dimiliki untuk difabrikasi melalui metode sintesis yang konvensional. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa nanopartikel ZnO dapat difabrikasi melalui berbagai teknik, mulai dari yang konvensional seperti *milling* dan metode kimiawi basah, hingga metode fabrikasi yang cukup kompleks seperti *molecular beam epitaxy* dan *chemical vapor deposition* yang membutuhkan teknologi tinggi. Karena struktur kristal yang dimilikinya, nanopartikel ZnO hasil sintesis stabil pada temperatur ruang.

2.2 Surface Plasmon Resonance (SPR)

Surface plasmon (SP) adalah fenomena terkuantisasinya pergerakan awan elektron konduksi yang bergerak dengan ritme tertentu, pada frekuensi tertentu, dan memiliki energi tertentu. Peristiwa terjadinya SP ditandai dengan fenomena *total internal reflection* (TIR). Di mana TIR terjadi karena sinar datang berpolarisasi-p merambat melalui dua medium yang berbeda, yaitu dari medium yang rapat menuju ke medium yang kurang rapat. Pada sudut tertentu, sinar datang akan dipantulkan seluruhnya oleh prisma dan tidak ada yang dibiarkan. Sehingga intensitas yang terdeteksi oleh *photodiode* memiliki nilai yang sama

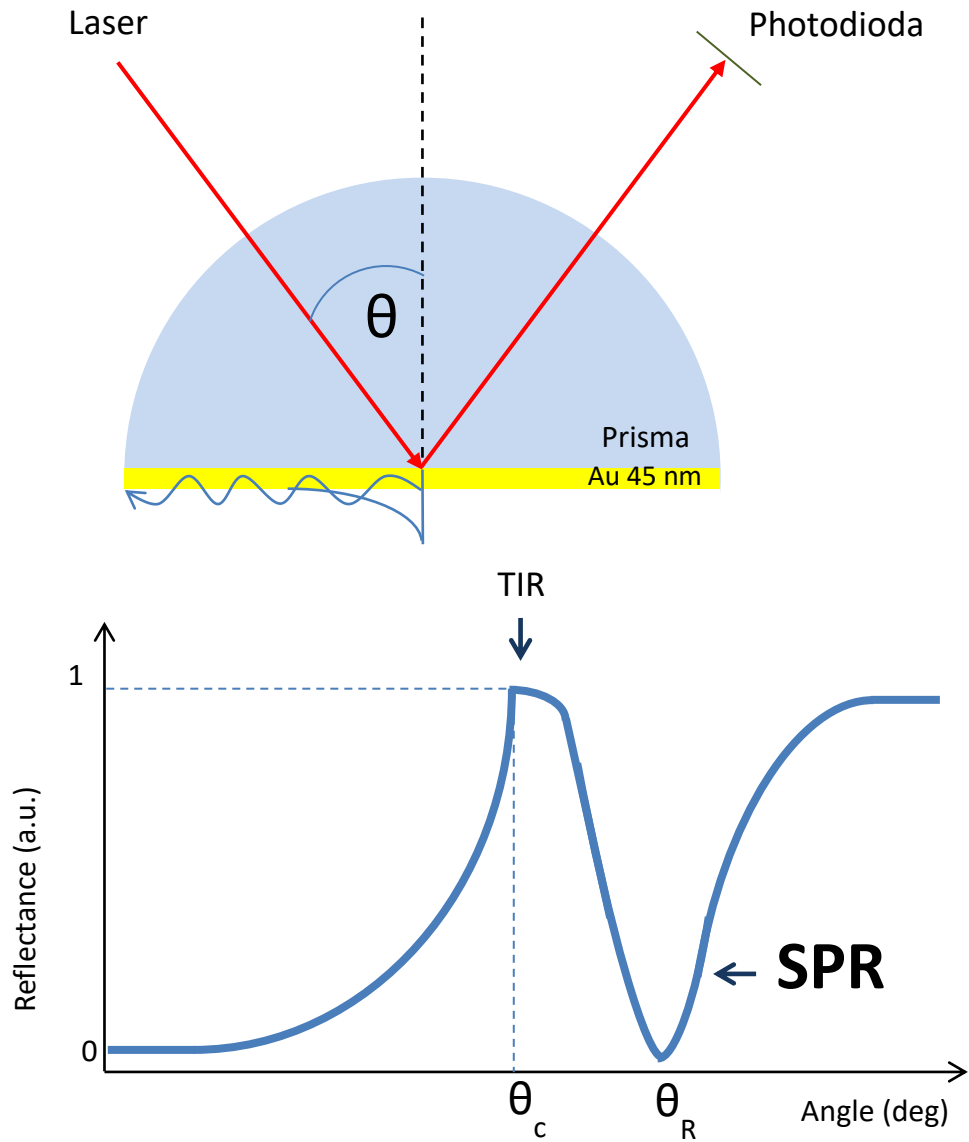
oleh intensitas sinar datang tersebut. Selain fenomena TIR, juga terbentuk gelombang *evanescent* yang berasal dari sinar datang terpolarisasi-p tersebut. Gelombang *evanescent* memiliki ciri khas khusus, yaitu amplitudonya akan meluruh seiring dengan semakin jauhnya gelombang tersebut dari permukaan prisma.



Gambar 2.2 Sistem dan Grafik SPR pada Prisma

Pada prisma yang terlapis logam, pada sudut tertentu gelombang sinar datang akan melakukan superposisi dengan gelombang *evanescent* dan saling menguatkan. Fenomena tersebut ditandai dengan meluruhnya intensitas sinar yang

dideteksi photodioda hingga sangat rendah. Fenomena itulah yang disebut *Surface plasmon Resonance* (SPR). Sudut di mana peluruhan intensitas cahaya berada pada nilai terendah adalah sudut SPR.



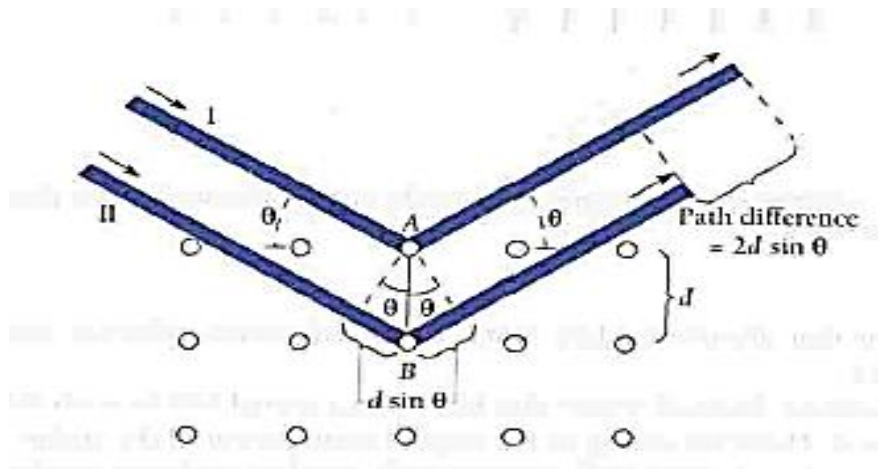
Gambar 2.3 Sistem dan Grafik SPR pada Prisma/Au

2.3 *Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)*

Field Emission Scanning Elektron Microscopy (FESEM) merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan permukaan sampel melalui proses *scan* dengan menggunakan pancaran energi yang tinggi dari elektron dalam suatu pola *scan*. FESEM digunakan untuk mengamati morfologi permukaan, yang bertindak menetapkan secara kualitatif suatu pengamatan fisika yang berhubungan dengan luas permukaan. Sistem alat ini menggunakan elektrostatik dan elektromagnetik yang digunakan untuk mengontrol pencahayaan dan tampilan gambar serta memiliki kemampuan pembesaran objek dan resolusi yang lebih baik dibandingkan mikroskop cahaya. Elektron berinteraksi dengan atom-atom yang membuat sampel menghasilkan sinyal yang memberikan informasi mengenai permukaan topografi sampel, komposisi dan sifat-sifat lainnya.

2.4 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,5 – 2,5 Å. Sinar-X terjadi bila suatu sasaran logam ditembaki oleh berkas elektron yang berenergi tinggi. Bila sinar-X bertemu dengan bahan, sebagian dari sinar-X tersebut akan ditransmisi dan sebagian lagi diserap. Berkas sinar-X monokromatik yang jatuh pada sebuah kristal akan terhambur kesegala arah, tetapi karena keteraturan letak atom-atom pada arah tertentu maka gelombang hambur akan berinterferensi konstruktif sedangkan pada arah yang lain akan berinterferensi destruktif. Menurut Bragg, interferensi konstruktif terjadi bila panjang lintasan yang ditempuh sinar hamburan sejajar adalah kelipatan bilangan bulat dari panjang gelombang (λ). Spektrum pada sinar-X ada yang bersifat kontinu dan ada yang mempunyai puncak-puncak khas, hal ini dipengaruhi pada nilai voltasi yang diterapkan terhadap tabung sinar-X dan tidak bergantung pada jenis sasarnya.



Gambar 2.4 Difraksi Sinar-X Kristal Kubus (Beiser, 2003)

Pola-pola difraksi akan terjadi pada :

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (1)$$

Dengan :

d = jarak antar bidang

θ = sudut difraksi

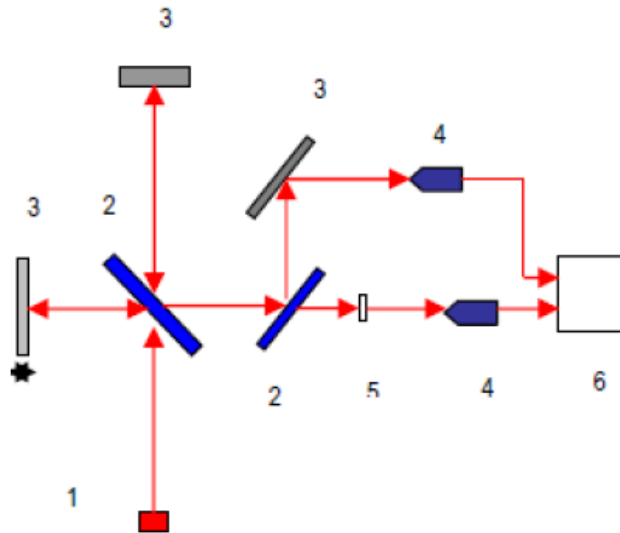
λ = panjang gelombang sinar X yang digunakan

n = orde difraksi

2.5 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra Red (FTIR) merupakan salah satu instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi *fourier* untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak. Selain itu, masing-masing kelompok fungsional menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang unik. Inti spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yaitu alat untuk menganalisis frekuensi dalam sinyal gabungan. Spektrum inframerah tersebut dihasilkan dari pen trasmisian cahaya yang melewati sampel, pengukuran intensitas cahaya dengan detektor dan dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum inframerah yang diperoleh

kemudian diplot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang (μm) atau bilangan gelombang (cm^{-1}).



Gambar 2.5 Skema Alat FTIR (Siti, dkk., 2015)

Keterangan:

1. Sumber Inframerah
2. *Beam Splitter*
3. Kaca Pemantul
4. Sensor Inframerah
5. Sampel
6. *Display*

2.6 Penelitian Relevan

Bio-chemical-sensor adalah suatu *device* atau perangkat analitik yang memanfaatkan molekul-molekul dan atau meniru cara kerja molekul tersebut. *Surface Plasmon Resonance* (SPR) merupakan salah satu *device* sensor yang potensial untuk digunakan sebagai *bio-sensor* dan *chemical-sensor*. SPR banyak diaplikasikan di berbagai bidang, misalnya untuk monitoring lingkungan, untuk mendeteksi kerusakan pada DNA (Labuda, dkk., 2008), untuk diagnosa medis (Homola, dkk., 2006), untuk menjamin keamanan makanan agar terhindar dari formalin pada teknologi *food safety* (Risma, dkk.,2013), untuk aplikasi medeteksi

gas CO₂ (Ratno dan Rina, 2015), juga untuk mendeteksi norovirus (Hiroki, dkk., 2016).

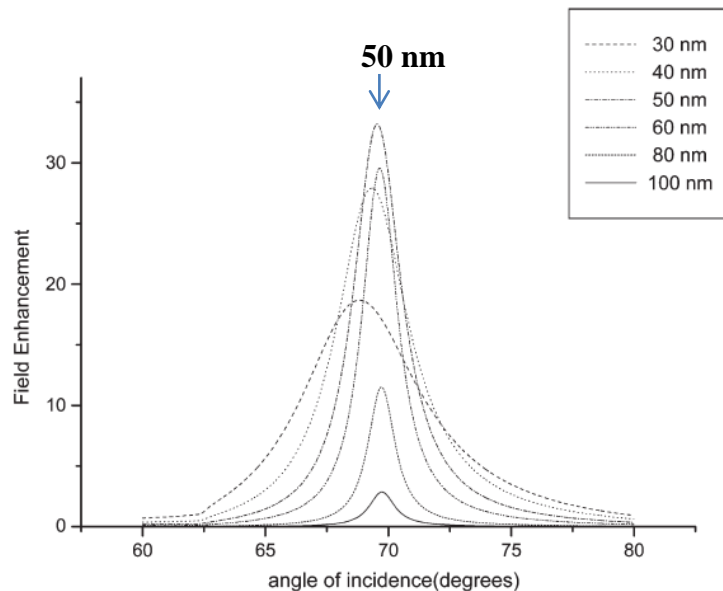
Pada aplikasi SPR untuk mendeteksi gas, umumnya menggunakan lapisan logam. Logam yang digunakan harus mendukung penjalaran SP pada frekuensi cahaya tampak. Oleh karena itu, logam yang paling banyak digunakan untuk sensor berbasis SPR adalah lapisan tipis emas (Au), perak (Ag), atau aluminium (Al) yang *dicoating* pada prisma. Perak dan aluminium menghasilkan lembah pada kurva yang lebih tajam, namun perak mudah teroksidasi, dan secara kimiawi memiliki sifat yang kurang stabil. Pada bidang SPR ini, banyak penelitian menggunakan Au karena memiliki resolusi sensor yang tinggi dan kestabilan kimia yang baik. Terdapat beberapa gas yang telah berhasil dideteksi dengan SPR dengan lapisan emas tipis, misalnya H₂ (Tobiska, dkk., 2001), alkohol (Manera, dkk., 2004), dan NO_x (Yang, dkk., 2010).

Beberapa penelitian menggunakan lapisan logam oksida sebagai lapisan penangkap objek untuk meningkatkan selektivitas sensor gas pada SPR, misalnya seng oksida (ZnO). ZnO merupakan senyawa semikonduktor golongan II-IV yang mempunyai sifat elektronik dan fotonik penting karena memiliki stabilitas termal dan kimia yang baik, celah energi langsung yang lebar (3,37 eV) pada suhu kamar, dan energi ikatan eksiton yang besar (60 meV) (Neha, dkk., 2011). ZnO merupakan salah satu material yang menjanjikan pada aplikasi sensor gas karena memiliki respon yang sensitif terhadap gas (Ratno dan Rina, 2015). ZnO juga memiliki rentang energi gap yang lebar, bahan bakunya yang melimpah di alam, harga yang terjangkau dan sifatnya yang relatif tidak beracun (Khallaf, dkk., 2009).

Pada penelitian sebelumnya, material ZnO yang dilapiskan di atas logam untuk aplikasi SPR terdapat beberapa publikasi, seperti lapisan tipis ZnO setebal 10 nm di atas tembaga (Tabassum, et. al., 2013) dan perak (Tabassum, et. al., 2015). Watanabe dkk. menumbuhkan lapisan tipis ZnO berketebalan 5-7 nm di atas lapisan tipis emas 50 nm (Watanabe, et. al., 2010). Pada penelitian sebelumnya tahun 2015, Ratno dan Rina menggunakan heksagonal ZnO *rods* yang ditumbuhi di atas lapisan tipis emas, dengan ukuran diameter ZnO *rods* 200

nm – 300 nm dan panjang sekitar 3 μm – 5 μm (Ratno dan Rina, 2015). Karena itu kontrol ukuran ZnO secara efektif dapat dilakukan dengan penyesuaian waktu penumbuhan. Dari kontrol waktu penumbuhan, diprediksi memungkinkan penumbuhan ZnO *nanorods* sampai dalam orde kisaran 10 nm.

Selama ini, gas yang telah dapat dideteksi oleh SPR dengan lapisan ZnO antara lain, H₂S (Tabassum, dkk., 2013), Cl₂ (Tabassum, dkk., 2015), NO₂ (Watanabe, dkk., 2010), ammonia (Dinesh, dkk., 2013) dan CO₂ (Ratno dan Rina, 2015). Pada publikasi sebelumnya (Ratno dan Rina, 2015) terlihat bahwa kurva SPR cenderung lebar yang diprediksi karena ketebalan Au lebih besar dari 70 nm (terlalu tebal).



Gambar 2.6 Grafik Optimasi Ketebalan Emas

Berdasarkan buku *Physics of Surface Plasmon Resonance*, dapat dilihat hasil dari penelitian mengenai optimasi ketebalan lapisan emas yaitu: semakin tebal lapisan emas, kurva yang terbentuk akan semakin melebar dan dangkal. Dari kurva diatas, diketahui ketebalan optimum adalah 50 nm, dan akan terbentuk kurva yang ideal (lembah tajam dan tidak melebar). Sedangkan pada ketebalan emas dibawah 50 nm, seperti ketebalan 40 nm dan 30 nm, kurva yang terbentuk akan kembali melebar seiring semakin tipisnya lapisan emas.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tujuan Operasional

Penelitian ini bertujuan melapisi dan menumbuhkan ZnO *nanorods* pada permukaan substrat kaca preparat dan substrat kaca preparat dengan lapisan tipis emas untuk aplikasi *Surface Plasmon Resonance* (SPR).

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari 2017 hingga Agustus 2017 yang dilaksanakan di Laboratorium Nanomaterial dan Laboratorium Sensor di Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, Gedung 224 Puspiptek, Tangerang Selatan.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

- a. Pipet
- b. Pinset
- c. Spatula
- d. Gelas Ukur
- e. Gelas *Beaker*
- f. *Ceramic*
- g. Tenol
- h. Selotip Anti Korosi
- i. *Magnetic* dan *Hotplate Stirrer*
- j. Termometer
- k. Botol untuk Penumbuhan
- l. *Oven*
- m. *Furnace*
- n. Alat Uji Karakterisasi (FESEM dan EDS, FTIR, XRD, SPR).

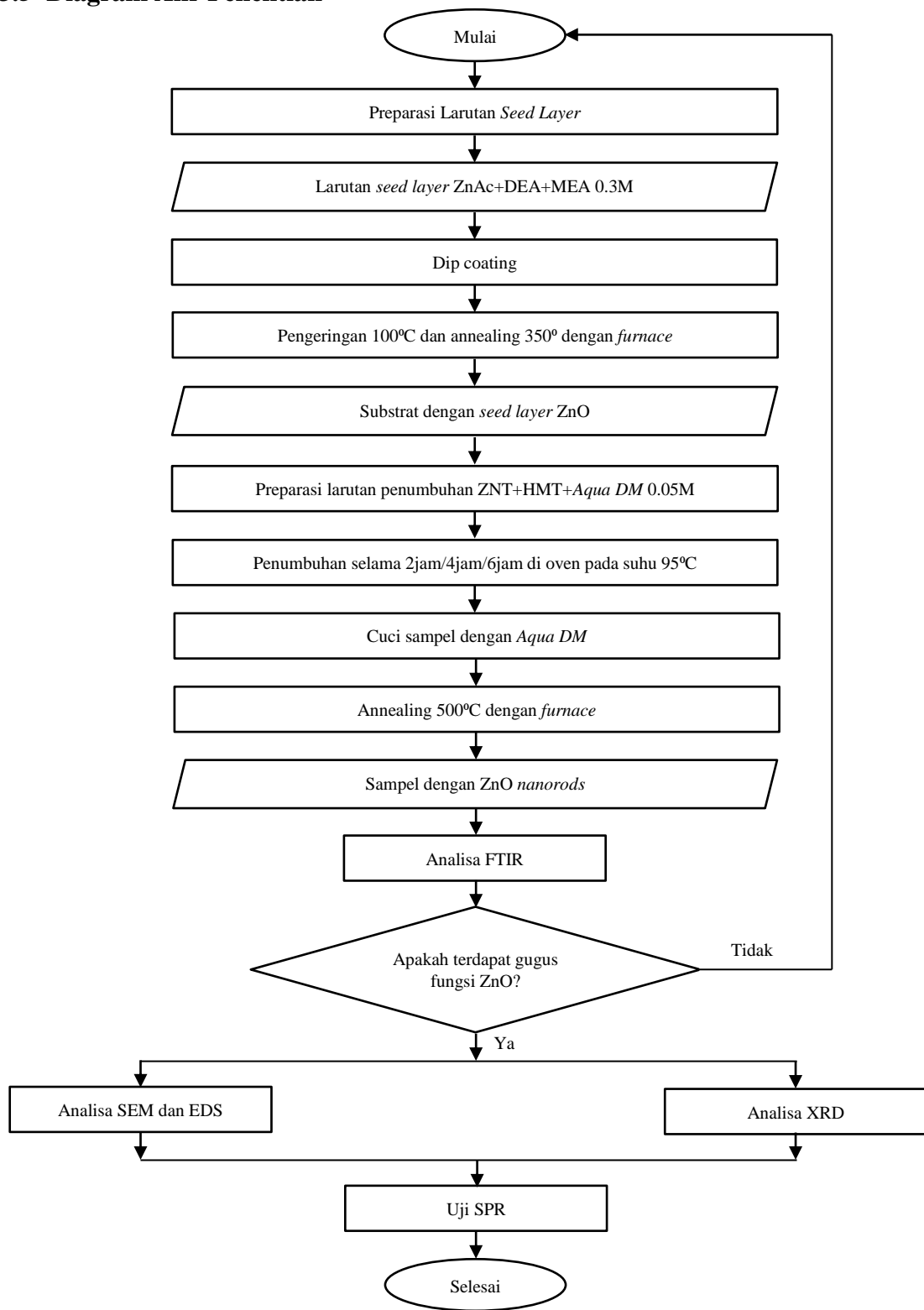
3.3.2 Bahan

- a. *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- b. *Diethanolamine* ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$)
- c. *Monoethanolamine* ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$)
- d. *Zinc Nitrate Tetrahydrate* ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- e. *Hexamethylene-tetramine* ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$)
- f. *Aqua DM*

3.4 Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode eksperimen. Metode eksperimen dilakukan untuk membentuk lapisan tipis ZnO *rods* dengan metode hidrotermal dan mengetahui hasil dari pelapisan dengan pengaruh waktu penumbuhan terhadap morfologi, grafik komposisi unsur, struktur kristal, gugus fungsi dari lapisan yang terbentuk pada kaca preparat dengan lapisan tipis emas. Selanjutnya dipelajari juga pengaruh ukuran ZnO terhadap grafik *Surface Plasmon Resonance* (SPR).

3.5 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.6 Prosedur Penelitian

3.6.1 Persiapan Alat dan Sampel

1. Pencucian Alat

Semua peralatan gelas, serta pipet, spatula, dan termometer harus dicuci terlebih dahulu agar steril ketika dipakai dan tidak terkontaminasi zat lain. Pencucian dilakukan dengan 3 tahap pencucian:

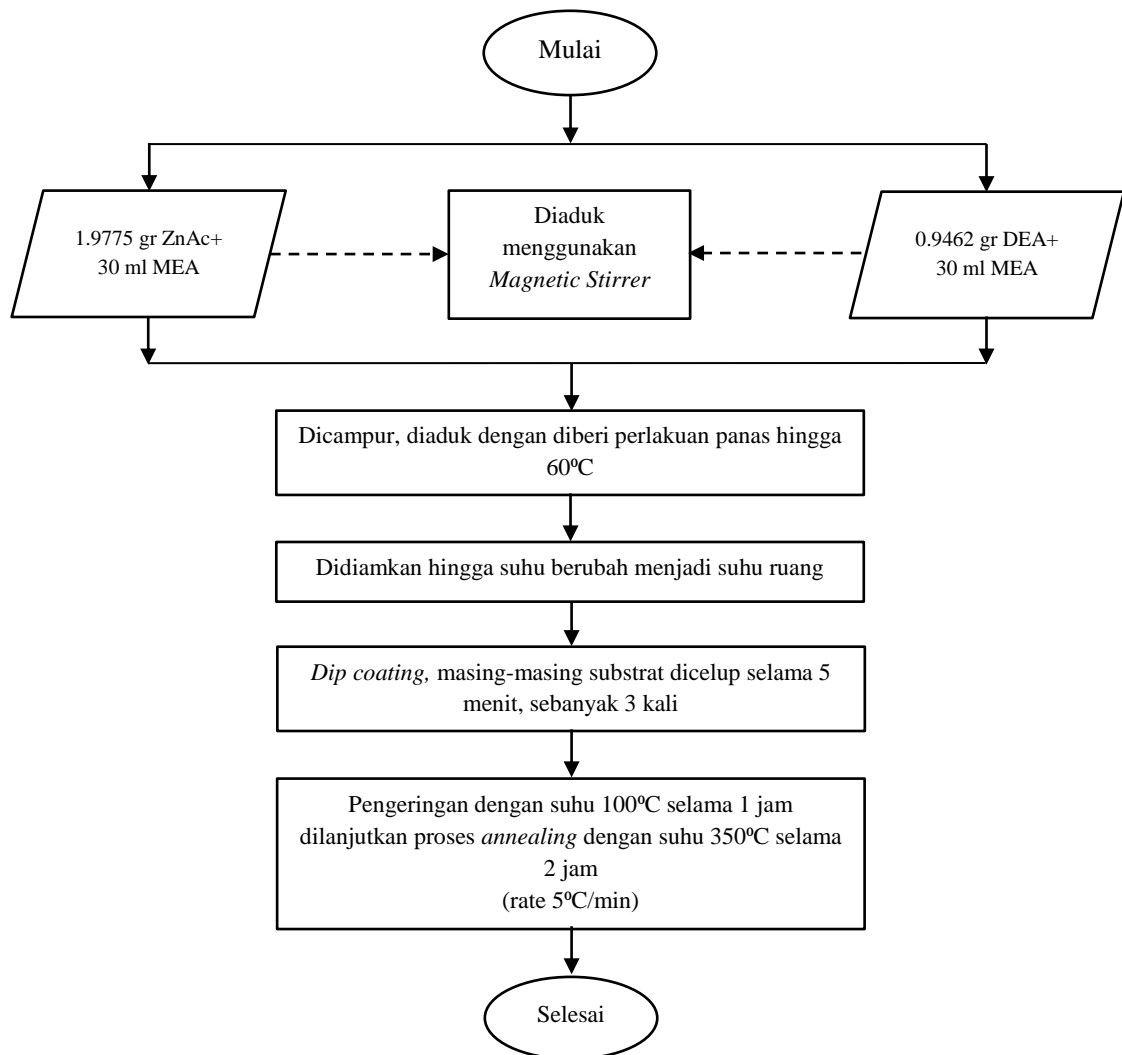
1. Cuci dengan air keran beserta sabun cuci piring, kemudian keringkan semua alat dengan *hairdryer*.
2. Cuci kembali dengan alkohol 96%, keringkan.
3. Terakhir cuci dengan *aqua dm*, dan keringkan.

Semua alat dikeringkan menggunakan *hairdryer* agar tidak ada kadar air yang tertinggal pada alat. Setelah alat selesai dicuci, semua alat ditutup dengan *wrapping plastic*.

2. Preparasi Substrat

Substrat yang digunakan pada sintesis ZnO *nanorods* ini adalah kaca preparat dan kaca preparat dengan lapisan tipis emas yang berdimensi sekitar 2 cm x 2 cm x 0.1 cm, dan tebal lapisan emas sekitar 45 nm. Sebelum substrat digunakan, substrat juga harus dicuci agar tidak terkontaminasi zat lain saat sintesis. Substrat preparat kaca dicuci menggunakan alkohol 96%, dikeringkan, kemudian dicuci kembali menggunakan *aqua dm*, dan dikeringkan kembali. Substrat preparat kaca dengan lapisan tipis emas hanya dicuci menggunakan *aqua dm* dan dikeringkan. Hal ini dilakukan untuk menghindari rusaknya lapisan tipis emas yang terdapat pada preparat kaca tersebut.

3.6.2 Pelapisan *Seed Layer*

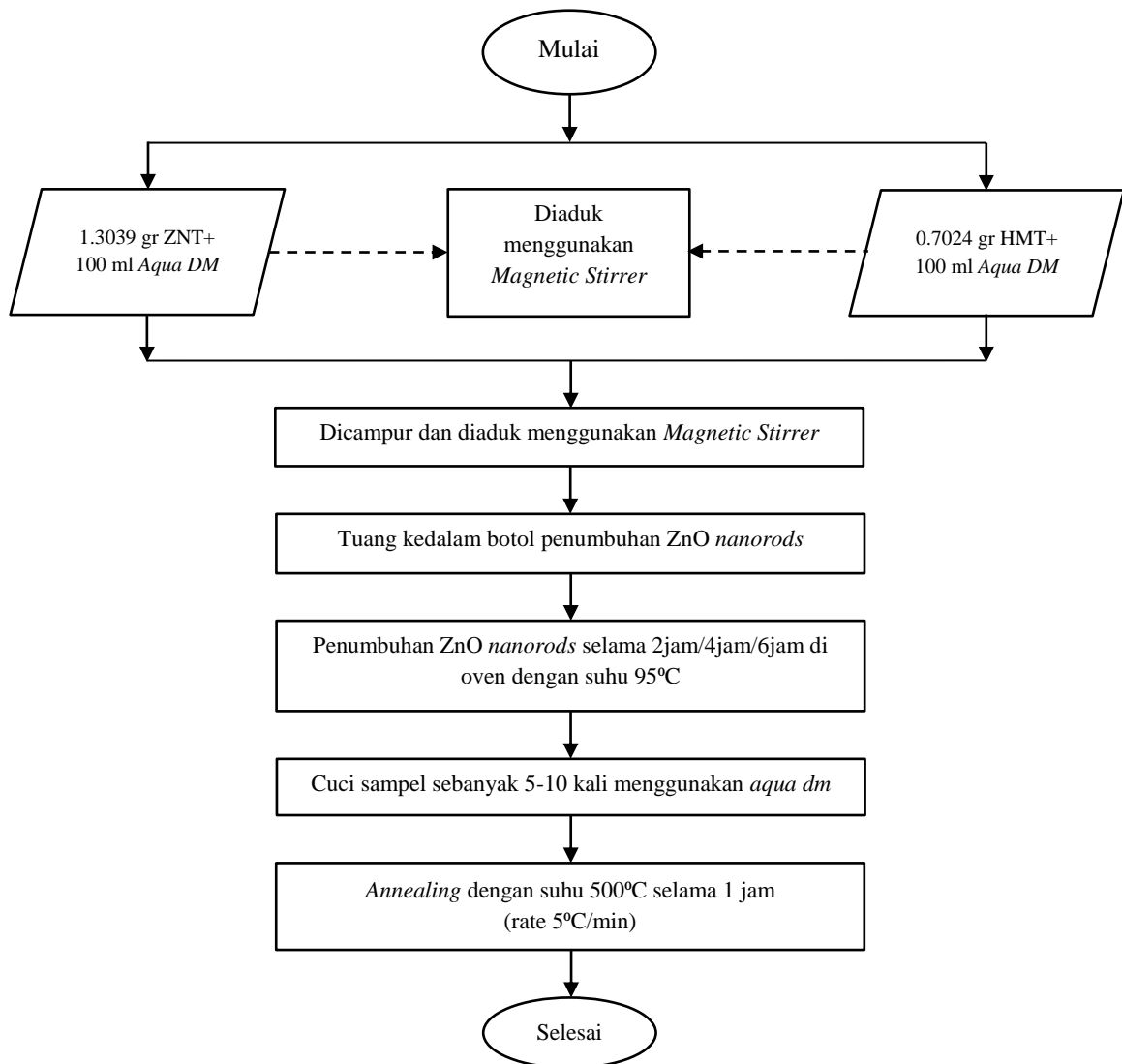


Gambar 3.2 Diagram Alir Pelapisan *Seed Layer*

Dalam persiapan larutan *seed layer*, 1.9775 gr ZnAc dan 0.9462 gr DEA masing-masing dicampurkan dengan 30 ml MEA, kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga larutan menjadi homogen. Setelah masing-masing larutan homogen, kedua larutan tersebut dicampur dan diaduk kembali dengan *magnetic stirrer* dengan diberi perlakuan panas hingga mencapai suhu 60°C. Ketika suhu larutan telah mencapai 60°C, perlakuan panas dihentikan dengan tujuan menurunkan suhu larutan menjadi suhu ruang, sambil terus diaduk dengan *magnetic stirrer*.

Jika suhu larutan telah turun menjadi suhu ruangan, larutan dapat segera digunakan untuk proses *dip coating*. *Dip coating* dilakukan dengan mencelupkan substrat ke dalam larutan secara vertikal selama 5 menit sebanyak 3 kali. Setelah *dip coating*, dilakukan pengeringan sampel menggunakan *furnace* dengan suhu 100°C selama satu jam, dilanjutkan proses *annealing* dengan suhu 350°C selama 2 jam, *ratio* yang digunakan adalah 5°C/menit.

3.6.3 Penumbuhan ZnO Nanorods



Gambar 3.3 Diagram Alir Penumbuhan ZnO Nanorods

Larutan yang digunakan untuk penumbuhan ZnO rods yang telah memiliki *seed layer* terdiri dari 1,3039 gram ZNT dan 0,7024 gram HMT yang masing-masing dicampurkan dengan 100 ml *Aqua DM* dan diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga larutan bersifat homogen. Setelah kedua larutan tersebut homogen, keduanya dicampur dan diaduk kembali menggunakan *magnetic stirrer*.

Jika larutan telah homogen, larutan dapat segera dituang ke dalam botol penumbuhan. Penumbuhan dilakukan dengan variasi waktu, yaitu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam pada suhu 95°C di dalam oven. Setelah waktu penumbuhan telah mencapai masing-masing variasi, keluarkan sampel dari dalam botol penumbuhan, dan cuci dengan *aqua dm* sebanyak 5-10 kali pencucian. Kemudian kembali dilakukan proses *annealing* menggunakan *furnace* dengan suhu 500°C selama satu jam dengan *ratio* sebesar 5°C/menit.

3.6.4 Uji Karakterisasi

1. *Field Emission Scanning Electron Microscopy* (FESEM)

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui morfologi dan ukuran diameter ZnO *nanorods* yang terbentuk pada substrat kaca preparat dengan lapisan tipis emas.

2. *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS)

Dengan dilakukannya uji karakterisasi EDS, dapat diketahui kandungan komposisi unsur yang terbentuk pada lapisan ZnO *nanorods*.

3. *X-Ray Diffraction* (XRD)

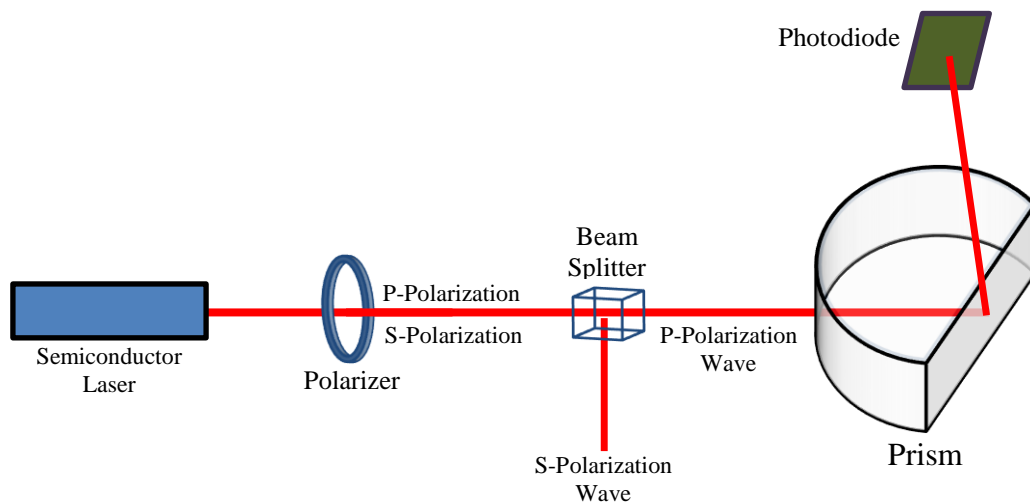
Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dan arah penumbuhan dari ZnO *nanorods* yang terbentuk pada substrat kaca preparat dengan lapisan tipis emas.

4. *Fourrier Transmition Infra Red* (FTIR)

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi dari endapan penumbuhan ZnO *nanorods*.

5. Pengujian dengan Sistem SPR

Pengujian SPR dilakukan dengan menggunakan sistem pada gambar 9 di bawah ini. Sinar laser dari semiconductor laser dilewatkan pada *polarizer*, dan selanjutnya melewati *beam splitter* untuk memisahkan gelombang terpolarisasi *p* dan gelombang terpolarisasi *s*. Gelombang terpolarisasi *p* inilah yang diteruskan menuju prisma *Kretschmann*, sementara gelombang terpolarisasi *s* dibelokkan 90 derajat dari arah datangnya. Gelombang terpolarisasi *p* selanjutnya mengenai permukaan datar prisma dan terpantulkan sebagaimana terlihat di gambar. Pantulan cahaya dari prisma ini (*reflectance light*) ini diukur intensitasnya dengan *photodiode*. Untuk pengukuran grafik SPR, dibuatkan grafik *reflectance light* versus sudut sinar datang.



Gambar 3.4 Sistem Pengujian SPR

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

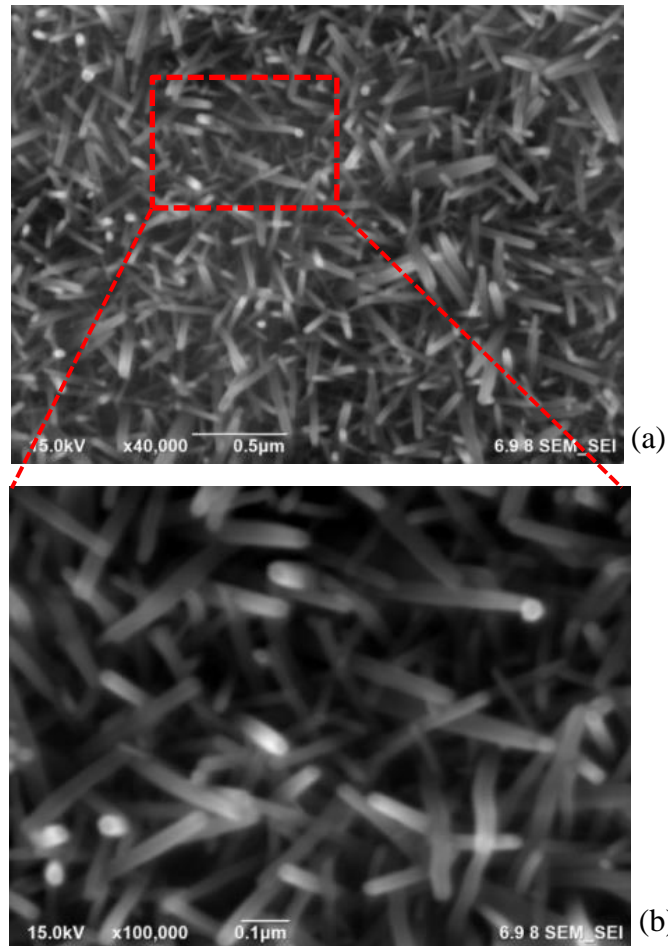
Pada bab ini akan diuraikan mengenai hasil dan pembahasan dari uji karakterisasi yang telah dilakukan untuk mengetahui profil sampel yang telah dibuat, diantaranya karakterisasi morfologi dan kandungan komposisi unsur yang terbentuk pada lapisan ZnO *nanorods*, karakterisasi struktur kristal, karakterisasi gugus fungsi, dan pengamatan profil Surface Plasmon Resonance (SPR) pada kaca preparat dengan lapisan emas tipis yang telah disintesis ZnO dengan metode hidrotermal.

4.1 Uji Karakterisasi Morfologi Permukaan (FESEM)

Struktur ZnO dikarakterisasi menggunakan *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM) yang bertujuan untuk mengetahui morfologi atau permukaan lapisan yang teramati pada substrat dengan perbesaran 10.000x hingga 100.000x dari semula, dengan kelipatan perbesaran per 10.000x. Pada karakterisasi FESEM ini juga akan dilakukan pengukuran diameter ZnO *nanorods* yang terbentuk. Uji FESEM dilakukan secara langsung pada substrat terlapisi Au 45 nm yang telah ditumbuhi ZnO *nanorods*.

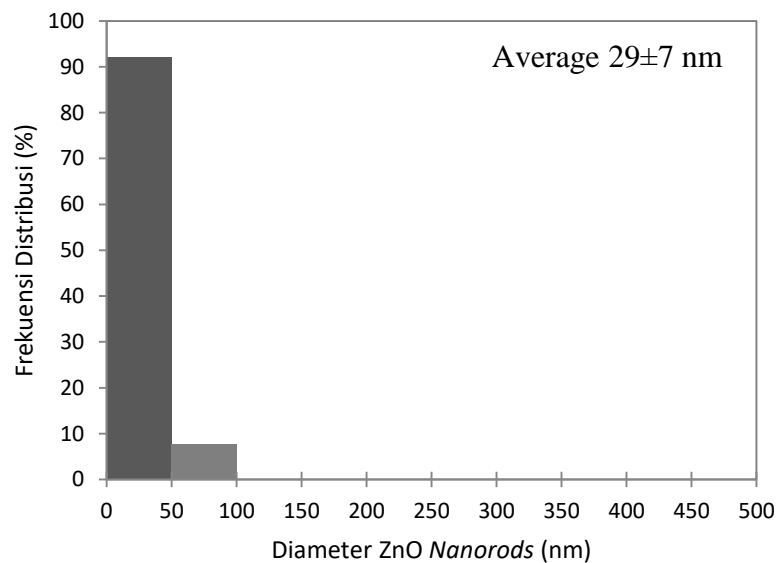
4.1.1 Morfologi ZnO Nanorods Pada Waktu Penumbuhan 2 Jam

Hasil morfologi ZnO pada waktu penumbuhan 2 jam dengan perbesaran 40.000x ditunjukkan oleh gambar 4.1(a).



Gambar 4.1 Hasil gambar FESEM dari ZnO *nanorods* yang terbentuk pada waktu penumbuhan 2 jam, (a) dengan perbesaran 40.000x, (b) dengan perbesaran 100.000x

Terlihat dengan jelas bahwa struktur batang (*rods*) dari material ZnO tumbuh sepanjang permukaan substrat. Selain itu, dapat diamati pada gambar 4.1(a) dan (b) bahwa ZnO *nanorods* yang terbentuk belum seluruhnya memiliki arah penumbuhan yang searah. Banyak ZnO *nanorods* yang tumbuh miring dengan sudut tertentu, dan juga ada ZnO *nanorods* yang tumbuh secara horizontal di atas substrat. Meskipun kurang terlihat jelas, struktur kristal ZnO *nanorods* berbentuk heksagonal dapat dilihat pada gambar 4.1(b).



Gambar 4.2 Histogram persentase frekuensi distribusi ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 2 jam

Tabel 4.1 Tabel frekuensi distribusi ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 2 jam

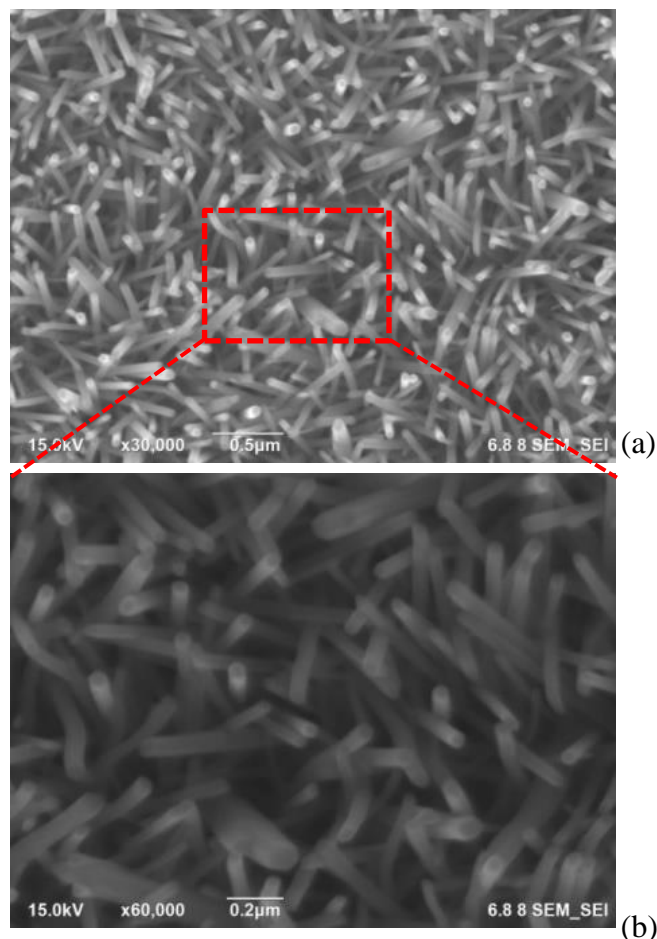
Distribusi Ukuran Diameter ZnO <i>Nanorods</i> (nm)	Frekuensi Distribusi (%)
0-50	92.22222
51-100	7.77778
101-150	0
151-200	0
201-250	0
251-300	0
301-350	0
351-400	0
401-450	0
451-500	0

Untuk mengetahui ukuran dari struktur batang ZnO, dilakukan pengukuran diameter ZnO *nanorods* tersebut. Jangkauan diameter dari struktur ZnO *nanorods* yang terbentuk (lihat tabel 4.1 dan histogram gambar 4.2 yaitu kisaran dari 0 nm hingga 100 nm. Dengan persentase frekuensi distribusi terbanyak pada 0 nm hingga 50 nm, yaitu 92,22%. Sedangkan pada

ukuran diameter 51 nm hingga 100 nm, hanya memiliki persentase frekuensi sebesar 7,78%. Dari hasil yang telah diamati, tidak ada batang (*rods*) ZnO yang memiliki diameter lebih besar dari 100 nm. Pada waktu penumbuhan 2 jam ini, rata-rata ZnO *nanorods* yang dihasilkan sekitar 29 nm dengan standar rata-rata yang telah dihitung adalah senilai 7 nm (29 ± 7 nm). Dari hasil ini jelas terkonfirmasi bahwa batang ZnO yang terbentuk dengan waktu penumbuhan 2 jam memiliki ukuran nanometer (*ZnO nanorods*).

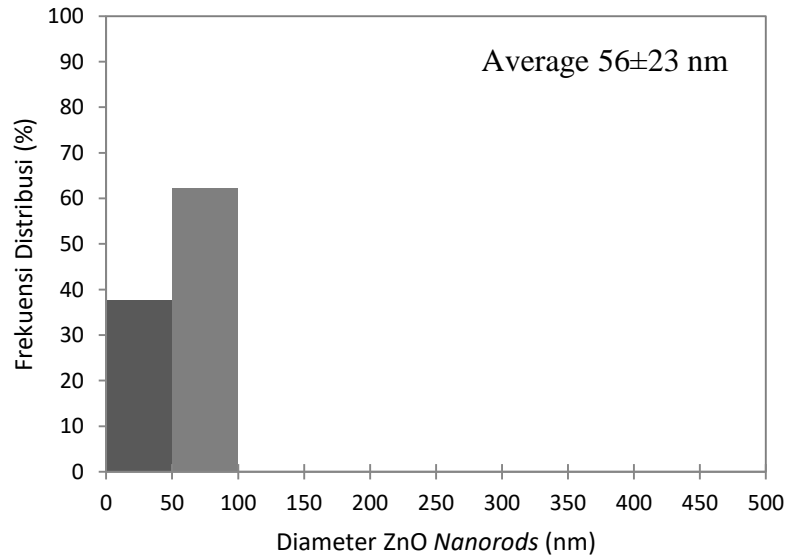
4.1.2 Morfologi ZnO *Nanorods* Pada Waktu Penumbuhan 4 Jam

Hasil FESEM dari ZnO *nanorods* pada waktu penumbuhan 4 jam dengan perbesaran 30.000x ditunjukkan oleh gambar 4.3(a).



Gambar 4.3 Hasil gambar FESEM dari ZnO yang terbentuk pada waktu penumbuhan 4 jam, (a) dengan perbesaran 30.000x, (b) dengan perbesaran 60.000x

Arah pertumbuhan ZnO *nanorods* juga bervariasi, kebanyakan miring dengan kemiringan sudut tertentu. Sebagaimana pada waktu penumbuhan 2 jam, struktur heksagonal ZnO semakin jelas terlihat pada gambar 4.3(b).



Gambar 4.4 Histogram persentase frekuensi distribusi ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 4 jam

Tabel 4.2 Tabel frekuensi distribusi ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 4 jam

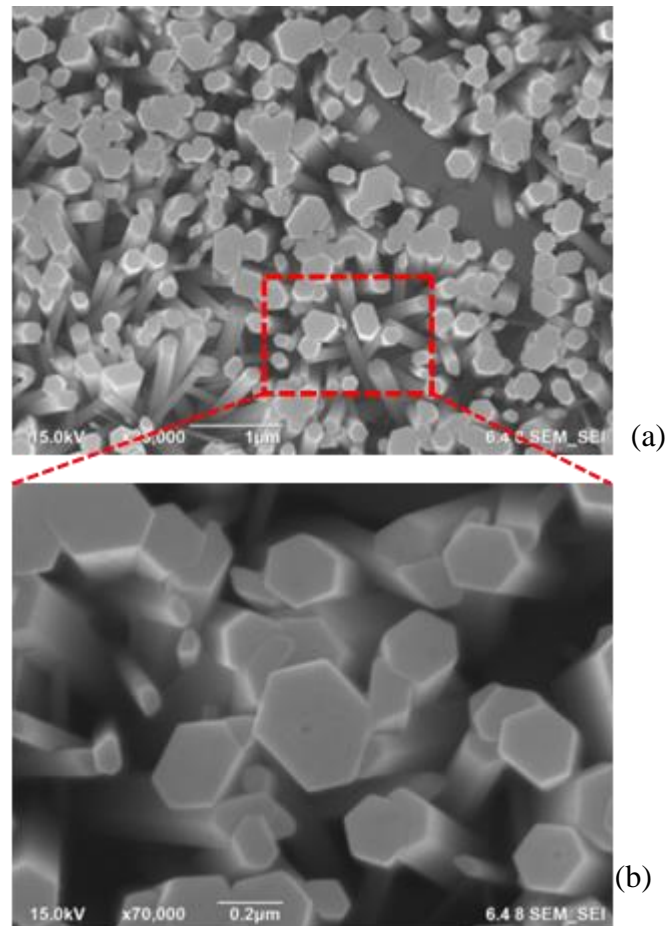
Distribusi Ukuran Diameter ZnO <i>Nanorods</i> (nm)	Frekuensi Distribusi (%)
0-50	37.69231
51-100	62.30769
101-150	0
151-200	0
201-250	0
251-300	0
301-350	0
351-400	0
401-450	0
451-500	0

Dari pengukuran yang telah dilakukan, distribusi ukuran diameter ZnO yang terbentuk dapat dilihat pada tabel 4.2 dan gambar 4.4 histogram, di mana persentase frekuensi distribusi ukuran diameter ZnO terbanyak yaitu

62.30% adalah ZnO *nanorods* dengan diameter sekitar 51 nm hingga 100 nm. ZnO *nanorods* yang terbentuk pada waktu penumbuhan 4 jam ini masih memiliki jangkauan ukuran diameter yang sama dengan ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 2 jam, yaitu dari 0 nm hingga 100 nm. Namun, berbeda dengan waktu penumbuhan 2 jam yang memiliki perbedaan signifikan antara ZnO *nanorods* dengan diameter 0 nm hingga 50 nm dan 51 nm hingga 100 nm, pada waktu penumbuhan 4 jam, ZnO *nanorods* memiliki nilai persentase frekuensi distribusi diameter yang tidak terlalu berbeda jauh. Diameter ZnO *nanorods* yang berukuran 0 nm hingga 50 nm memiliki persentase yang cukup besar, yakni sebesar 37.69%. Rata-rata yang dimiliki oleh ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan ini adalah berkisar 33 nm hingga 79 nm (56 ± 23 nm). Dengan terbentuknya ZnO *nanorods* yang kurang dari 100 nm ini, maka dapat diketahui ZnO yang terbentuk merupakan ZnO *nanorods*.

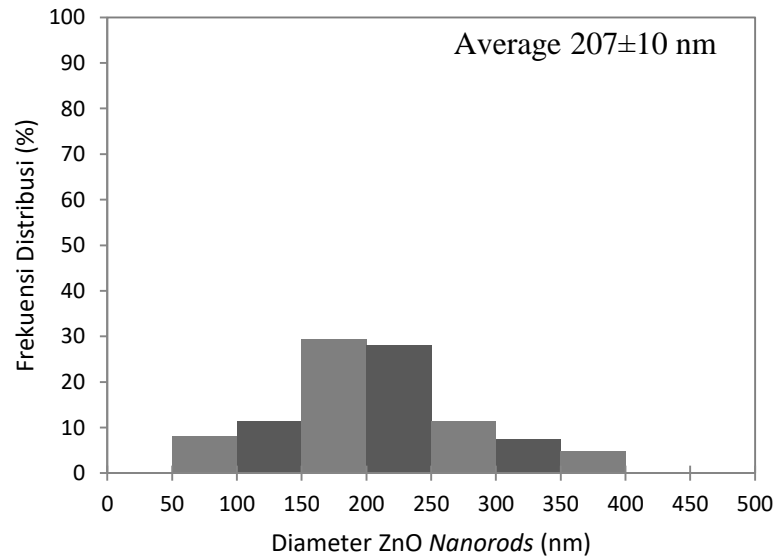
4.1.3 Morfologi ZnO Nanorods Pada Waktu Penumbuhan 6 Jam

Hasil FESEM dari struktur ZnO pada waktu penumbuhan 6 jam dengan perbesaran 20.000x ditunjukkan oleh gambar 4.5.



Gambar 4.5 Hasil gambar FESEM dari ZnO yang terbentuk pada waktu penumbuhan 6 jam, (a) dengan perbesaran 20.000x, (b) dengan perbesaran 70.000x

Dari hasil FESEM di atas, dapat dilihat meski arah penumbuhan ZnO bervariasi, ZnO nanorods yang terbentuk pada waktu penumbuhan 6 jam memiliki formasi yang relatif semakin rapi dan semakin rata dibandingkan dengan ZnO nanorods pada penumbuhan 2 jam dan 4 jam. Hal ini mungkin dikarenakan ZnO nanorods yang terbentuk memiliki diameter yang besar. Selain formasi penumbuhan yang semakin rapi dan rata, struktur heksagonal yang terbentuk terlihat amat jelas pada gambar 4.5(b).



Gambar 4.6 Histogram persentase frekuensi distribusi ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 6 jam

Tabel 4.3 Tabel frekuensi distribusi ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 6 jam

Distribusi Ukuran Diameter ZnO <i>Nanorods</i> (nm)	Frekuensi Distribusi (%)
0-50	0
51-100	8
101-150	11.33333
151-200	29.33333
201-250	28
251-300	11.33333
301-350	7.33333
351-400	4.66667
401-450	0
451-500	0

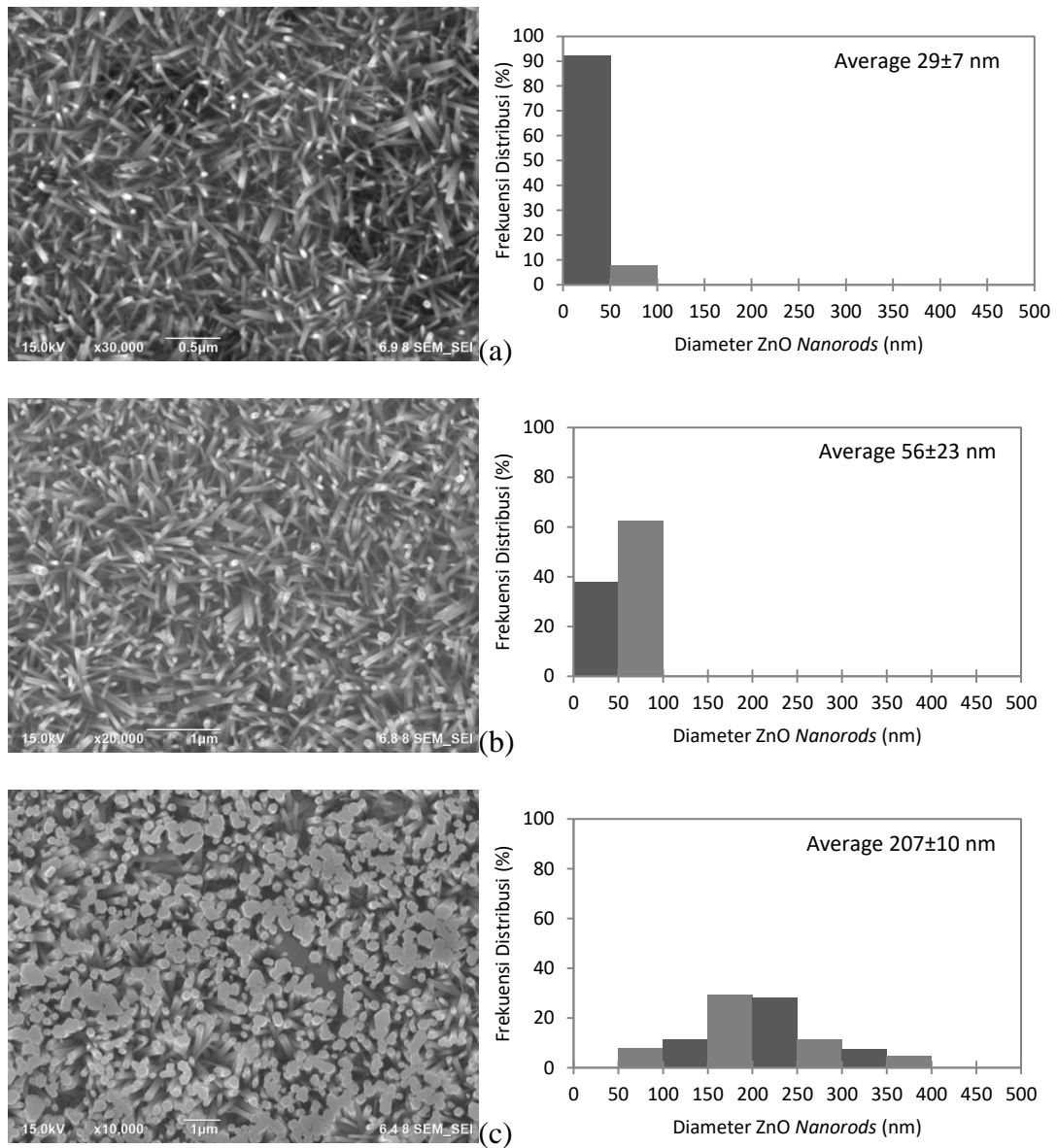
Setelah dilakukan pengukuran terhadap diameter ZnO *nanorods*, teramati perbedaan yang cukup besar antara hasil yang didapatkan pada waktu penumbuhan 6 jam terhadap hasil dari waktu penumbuhan 2 jam dan 4 jam. Berbeda dengan hasil sebelumnya, pada waktu penumbuhan 2 jam dan 4 jam hanya memiliki sebaran diameter antara 0 nm hingga 100 nm, pada

waktu penumbuhan 6 jam ini memiliki distribusi diameter yang lebih bervariasi, yaitu dari 51 nm hingga 400 nm (dapat dilihat pada gambar histogram 4.6 dan tabel 4.3).

Ditemukan persentase frekuensi distribusi diameter yang hampir sama antara diameter 151 nm hingga 200 nm dengan persentase 29.33% dan 201 nm hingga 250 nm dengan persentase 28%. Sehingga rata-rata yang didapatkan sekitar 207 nm, dengan standar rata-rata diameter sebesar 10 nm. Hal ini menunjukkan rata-rata ZnO rods yang terbentuk pada waktu penumbuhan 6 jam kisaran 197 nm hingga 217 nm (207 ± 10 nm). Sedangkan persentase frekuensi distribusi diameter yang terendah senilai 4.67% merupakan ZnO rods yang berdiameter 351 nm hingga 400 nm. Namun, dari gambar histogram 6, dapat diamati ZnO rods yang terbentuk pada waktu penumbuhan 6 jam memiliki distribusi yang cukup merata. Pada waktu penumbuhan 6 jam ini, ZnO yang terbentuk mungkin tidak bisa sepenuhnya disebut dengan ZnO nanorods karena hasil yang terbentuk mayoritas lebih dari 100 nm, walaupun terdapat 8% rods ZnO yang lebih kecil 100nm.

4.1.4 Analisa Morfologi ZnO Nanorods antara Waktu Penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam.

Berikut merupakan hasil perbandingan morfologi ZnO Nanorods antara Waktu Penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam.



Gambar 4.7 Hasil FESEM dan histogram persentase frekuensi distribusi waktu penumbuhan (a) 2 jam, (b) 4 jam, dan (c) 6 jam

Dari hasil ketiga sampel di atas dapat terlihat bahwa semakin lama waktu penumbuhan akan menghasilkan ZnO rods yang semakin rapi dan rata.

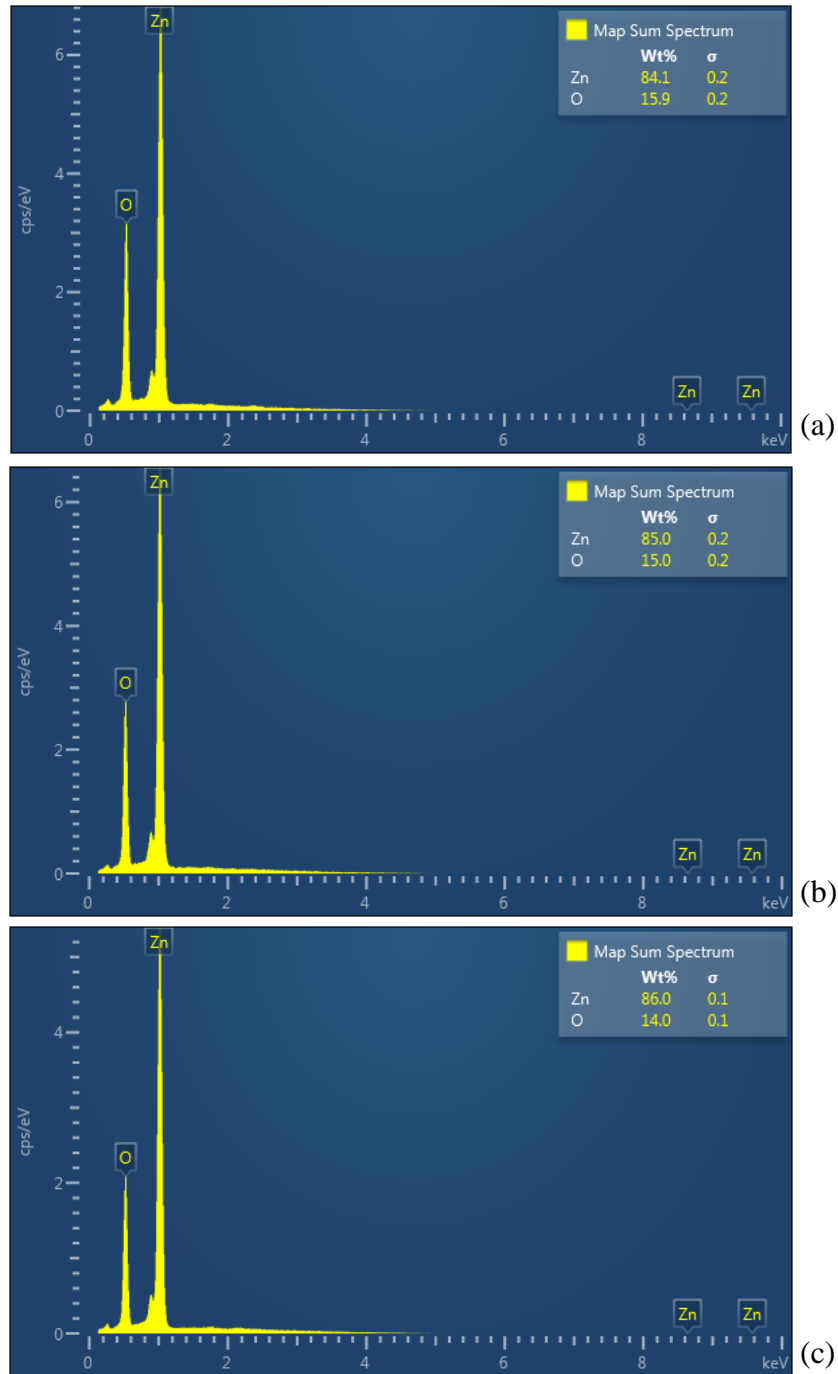
Arah penumbuhan ZnO rods juga semakin teratur. Selain itu, ukuran diameter ZnO nanorods akan semakin besar seiring dengan semakin panjangnya waktu penumbuhan ZnO nanorods tersebut. Sehingga struktur kristal heksagonal yang terbentuk juga semakin jelas terlihat.

Dapat diamati secara langsung pergeseran puncak pada ketiga histogram yang menunjukkan persentase frekuensi distribusi diameter dari masing-masing waktu penumbuhan. Di mana rata-rata dari ketiga sampel tersebut antara lain, (29 ± 7 nm) untuk waktu penumbuhan 2 jam, (56 ± 23 nm) untuk waktu penumbuhan 4 jam, serta (207 ± 10 nm) untuk waktu penumbuhan 6 jam.

Pada waktu penumbuhan selama 4 jam atau kurang menghasilkan ukuran ZnO dalam rentang nanometer (ZnO nanorods). Karena itu kontrol ukuran ZnO secara efektif dapat dilakukan dengan penyesuaian waktu penumbuhan. Dari kontrol waktu penumbuhan, diprediksi memungkinkan penumbuhan ZnO nanorods sampai dalam orde kisaran 10 nm.

4.1 Uji Karakterisasi *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS)

Untuk mengetahui komposisi yang terkandung pada lapisan ZnO nanorods yang terbentuk pada kaca preparat terlapis emas, dilakukan uji karakterisasi *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS). Sama seperti FESEM, pengujian EDS ini dilakukan secara langsung pada substrat terlapis Au 45 nm yang telah ditumbuhi ZnO nanorods. Hasil uji karakterisasi EDS untuk ketiga sampel (waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam) dapat dilihat pada gambar 4.8.



Gambar 4.8 Perbandingan kandungan komposisi unsur lapisan ZnO pada sampel (a) 2 jam, (b) 4 jam, (c) 6 jam

Tabel 4.4 Persentase kandungan komposisi unsur lapisan ZnO pada sampel

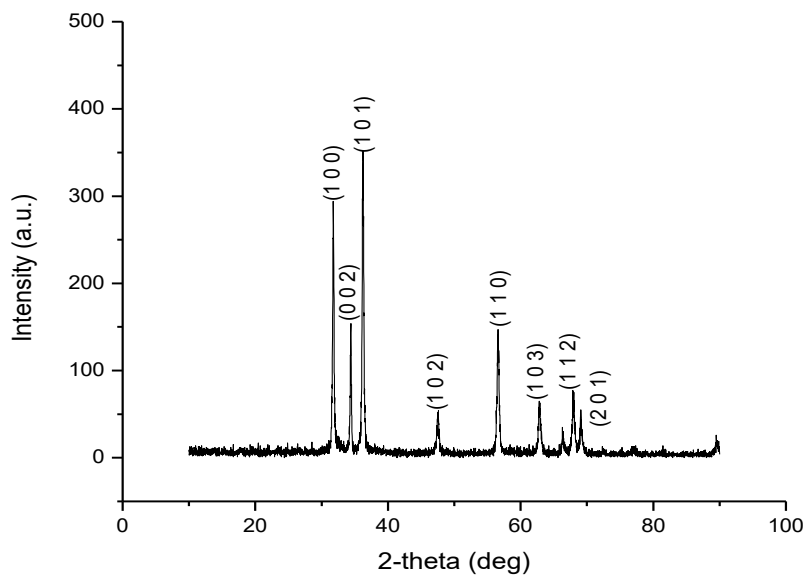
Element	Wt% 2jam	Wt% 4jam	Wt% 6jam	Standard Label
O	15.94	14.97	13.97	SiO ₂
Zn	84.06	85.03	86.03	Zn

Dari grafik dan tabel diatas, dapat dilihat persentase komposisi unsur Zn dan unsur O yang terdapat pada lapisan ZnO yang disintesis dengan metode hidrotermal dengan variasi waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Dengan adanya unsur Zn dan O yang terdeteksi, maka terkonfirmasi bahwa unsur yang terbentuk pada substrat kaca terlapsi emas adalah ZnO. Persentase unsur Zn dan O dari ketiga sampel waktu penumbuhan adalah 100%. Dengan persentase unsur O yang semakin berkurang seiring makin lamanya waktu penumbuhan, yaitu dengan 15,94% untuk waktu penumbuhan 2 jam, 14,97% pada waktu penumbuhan 4 jam, dan pada waktu penumbuhan 6 jam memiliki persentase O sebesar 13,97%. Sebaliknya, unsur Zn yang terbentuk memiliki persentase yang semakin banyak dengan semakin panjangnya waktu penumbuhan, antara lain pada waktu penumbuhan 2 jam menunjukkan 84,06%, sampel dengan waktu penumbuhan 4 jam memiliki persentase Zn senilai 85,03%, serta 86,03% pada waktu penumbuhan 6 jam. Hal ini kemungkinan disebabkan karena semakin lama waktu penumbuhan, lapisan ZnO yang terbentuk akan semakin tebal, dan *rods* yang terbentuk juga akan semakin panjang dan berdiameter besar dibandingkan dengan substrat dengan waktu penumbuhan 2 jam dan 4 jam. Peristiwa ini juga sesuai dengan hasil uji karakterisasi FESEM. Perubahan masing-masing unsur memiliki pola yang relatif sama pada setiap interval waktu penumbuhan 2 jam, yakni sekitar 1%.

4.2 Uji Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi lapisan ZnO menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui arah orientasi pertumbuhan struktur kristal ZnO yang terbentuk pada substrat kaca terlapis emas terhadap pengaruh waktu penumbuhan. Di mana penumbuhan ZnO divariasikan 3 parameter, yaitu waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Sampel yang digunakan untuk uji karakterisasi XRD ini merupakan serbuk endapan ZnO yang terbentuk saat proses penumbuhan ZnO *nanorods*. Larutan tersebut merupakan larutan yang terbuat dari *Zinc Nitrate Tetrahydrate* ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dan *Hexamethylene-tetramine* ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$) yang masing-masing dilarutkan dalam *Aqua DM*, dengan konsentrasi larutan 0.05 M.

4.3.1 Struktur Kristal ZnO pada Waktu Penumbuhan 2 Jam.



Gambar 4.9 Hasil grafik dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 2 jam

Tabel 4.5 *Peak list* dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 2 jam

No	2- <i>theta</i> (deg)	d(Å)	Int (a.u.)	FWHM (deg)	Size (Å)	Hkl
1	31.719	2.8187	222	0.166	518	(1,0,0)
2	34.367	2.6074	92	0.194	449	(0,0,2)
3	36.195	2.4797	240	0.253	344	(1,0,1)
4	47.50	1.9128	34	0.30	298	(1,0,2)
5	56.59	1.6251	98	0.321	294	(1,1,0)
6	62.781	1.4789	37	0.40	245	(1,0,3)
7	66.29	1.4089	20	0.16	617	(2,0,0)
8	67.92	1.3789	47	0.37	268	(1,1,2)
9	69.07	1.3588	31	0.27	369	(2,0,1)

Dari hasil analisa uji karakterisasi XRD dihasilkan beberapa puncak yang terbentuk, dan terdapat tiga puncak tertinggi yang dapat mengindikasikan struktur kristal dari lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 2 jam. Berdasarkan hasil pencocokan, hasil analisis sampel pada waktu penumbuhan 2 jam ini bersesuaian dengan data *International Centre for Diffraction Data (ICDD)* dengan nomor kartu 01-076-0704. Tiga puncak tertinggi tersebut, antara lain:

Tabel 4.6 Tiga puncak tertinggi hasil karakterisasi XRD pada waktu penumbuhan 2 jam

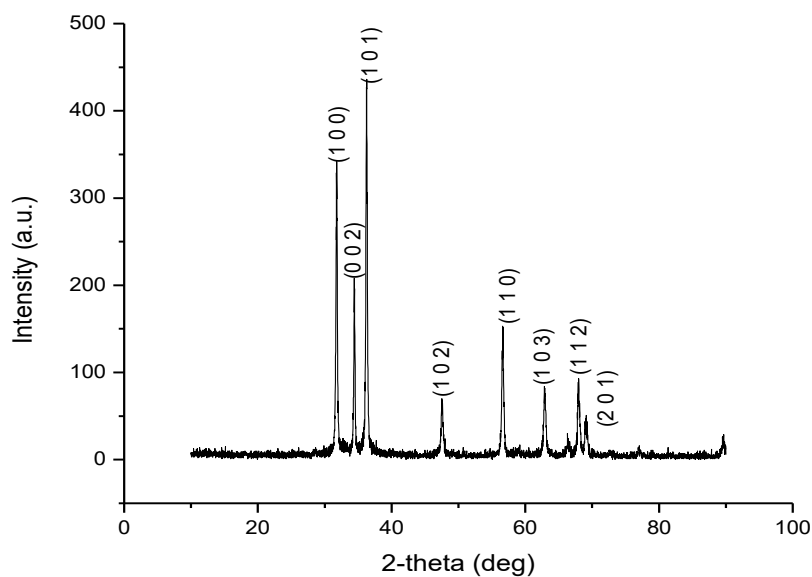
2- <i>theta</i> (deg)	2- <i>theta</i> ref (deg)	<i>d-spacing</i> (Å)	<i>d-spacing</i> ref (Å)	Hkl	hkl ref
36.195	36.2143	2.4797	2.47842	(1,0,1)	(1,0,1)
31.719	31.7360	2.8187	2.81718	(1,0,0)	(1,0,0)
56.59	56.5340	1.6251	1.62650	(1,1,0)	(1,1,0)

Dapat dilihat bahwa, puncak dengan hkl (002) yang semestinya menjadi karakteristik struktur kristal heksagonal bukan merupakan salah satu puncak tertinggi dari hasil analisa XRD diatas. Hal ini sesuai dengan hasil morfologi

FESEM yang menyebutkan bahwa struktur kristal heksagonal belum terlihat begitu jelas pada waktu penumbuhan 2 jam. Namun, pola untuk struktur kristal heksagonal dengan hkl (002) tersebut menempati posisi keempat dari puncak tertinggi, yang memiliki intensitas sebesar 92, pada 2-theta 34.367°. Ukuran kristal yang terbentuk juga sesuai dengan ukuran kristal hasil uji karakterisasi dengan FESEM, yakni masih dalam order nanometer (dapat dilihat pada tabel 4.5).

Di sisi lain, parameter kisi yang didapatkan pada sampel waktu penumbuhan 2 jam, yaitu $a = 3,2526 \text{ \AA}$, $b = 3,2526 \text{ \AA}$, dan $c = 5,2139 \text{ \AA}$. Dengan parameter kisi yang demikian ($a = b \neq c$), adalah salah satu karakteristik lain dari struktur kristal heksagonal, dan hal ini menunjukkan bahwa struktur kristal yang terbentuk merupakan struktur kristal heksagonal.

4.3.2 Struktur Kristal ZnO pada Waktu Penumbuhan 4 Jam.



Gambar 4.10 Hasil grafik dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 4 jam

Tabel 4.7 *Peak list* dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 4 jam

No	2- <i>theta</i> (deg)	d(Å)	Int (a.u.)	FWHM (deg)	Size (Å)	hkl
1	31.792	2.8124	222	0.217	398	(1,0,0)
2	34.453	2.6011	134	0.180	481	(0,0,2)
3	36.268	2.4749	327	0.191	456	(1,0,1)
4	47.53	1.9115	49	0.25	362	(1,0,2)
5	56.554	1.6260	103	0.277	340	(1,1,0)
6	62.91	1.4761	54	0.33	291	(1,0,3)
7	66.443	1.4060	13	0.32	312	(2,0,0)
8	67.94	1.3787	62	0.29	343	(1,1,2)
9	68.987	1.36020	26	0.40	251	(2,0,1)
10	77.02	1.2371	9	0.28	377	(2,0,2)

Berdasarkan data yang didapat dari pengujian pada sampel waktu penumbuhan 4 jam, dihasilkan puncak-puncak tertinggi sebagai ciri struktur kristal dari lapisan ZnO. Setelah mengamati data sampel penumbuhan 4 jam, terkonfirmasi bahwa hasil analisis karakterisasi XRD sesuai dengan data pada nomor kartu 04-008-8197 dalam *International Centre for Diffraction Data* (ICDD). Puncak-puncak yang menjadi ciri struktur kristal tersebut terdiri dari tiga puncak tertinggi, yaitu:

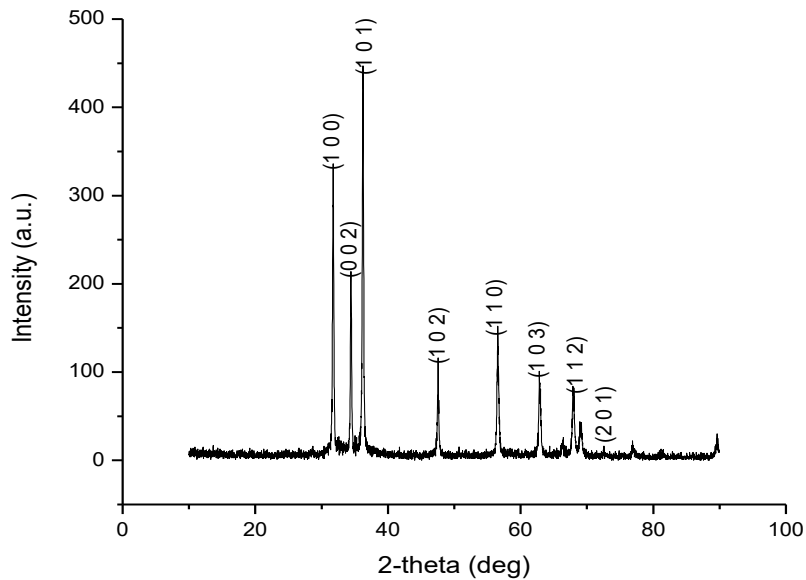
Tabel 4.8 Tiga puncak tertinggi hasil karakterisasi XRD pasda waktu penumbuhan 4 jam

2- <i>theta</i> (deg)	2- <i>theta</i> ref (deg)	<i>d-spacing</i> (Å)	<i>d-spacing</i> ref (Å)	hkl	hkl ref
36.268	36.2521	2.4749	2.47592	(1,0,1)	(1,0,1)
31.792	31.7669	2.8124	2.81451	(1,0,0)	(1,0,0)
34.453	34.4215	2.6011	2.60329	(0,0,2)	(0,0,2)

Dari puncak-puncak tertinggi tersebut, berbeda dengan pada sampel waktu penumbuhan 2 jam, dihasilkan puncak dengan hkl (002). Munculnya puncak dengan hkl (002) ini menandakan bahwa mulai terbentuk struktur kristal heksagonal. Begitu pula dengan hasil gambar FESEM yang menunjukkan *rods* heksagonal yang lebih jelas dari *rods* yang tumbuh pada permukaan substrat dengan waktu penumbuhan 2 jam. Masing-masing puncak tertinggi tersebut memiliki ukuran kristal yang sedikit bervariasi, antara lain: pada puncak tertinggi pertama memiliki ukuran kristal sebesar 45,6 nm, kemudian pada puncak tertinggi kedua ukuran kristalnya adalah 39,8 nm, serta puncak tertinggi ketiga, yang juga mengkonfirmasi bahwa struktur kristal tersebut adalah heksagonal memiliki ukuran kristal 48,1nm. Ukuran kristal tersebut juga menunjukkan bahwa ZnO yang terbentuk adalah ZnO *nanorods*.

Pengujian sampel dengan waktu penumbuhan 4 jam ini menghasilkan parameter kisi sebesar $a = 3,2497 \text{ \AA}$, $b = 3,2497 \text{ \AA}$, dan $c = 5,2056 \text{ \AA}$. Parameter kisi ($a = b \neq c$) semakin menguatkan bahwa struktur kristal ZnO yang terbentuk adalah heksagonal.

4.3.3 Struktur Kristal ZnO pada Waktu Penumbuhan 6 Jam.



Gambar 4.11 Hasil grafik dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 6 jam

Tabel 4.9 *Peak list* dari karakterisasi struktur kristal lapisan ZnO pada waktu penumbuhan 6 jam

No	2- theta(deg)	d(Å)	Int (a.u.)	FWHM (deg)	Size (Å)	hkl
1	31.709	2.8196	225	0.187	462	(1,0,0)
2	34.384	2.6061	144	0.186	466	(0,0,2)
3	36.243	2.4766	322	0.191	458	(1,0,1)
4	47.546	1.9109	61	0.20	457	(1,0,2)
5	56.548	1.6262	104	0.236	399	(1,1,0)
6	62.821	1.4780	74	0.23	418	(1,0,3)
7	66.216	1.4102	12	0.25	401	(2,0,0)
8	67.864	1.3799	63	0.26	382	(1,1,2)
9	68.95	1.3608	27	0.33	305	(2,0,1)
10	76.84	1.2396	6	0.41	257	(2,0,2)

Dari data diatas, dapat diamati terbentuk sepuluh puncak dari hasil uji karakterisasi XRD sampel waktu penumbuhan 6 jam sama seperti pada sampel waktu penumbuhan 4 jam, namun berbeda dengan sampel waktu penumbuhan 2 jam yang hanya menghasilkan sembilan puncak. Berdasarkan pengamatan hasil, diketahui bahwa sampel waktu penumbuhan 6 jam sesuai dengan data *International Centre for Diffraction Data (ICDD)* dengan nomor kartu 01-076-0704. Dari sepuluh puncak yang terbentuk, terdapat tiga puncak tertinggi, diantaranya:

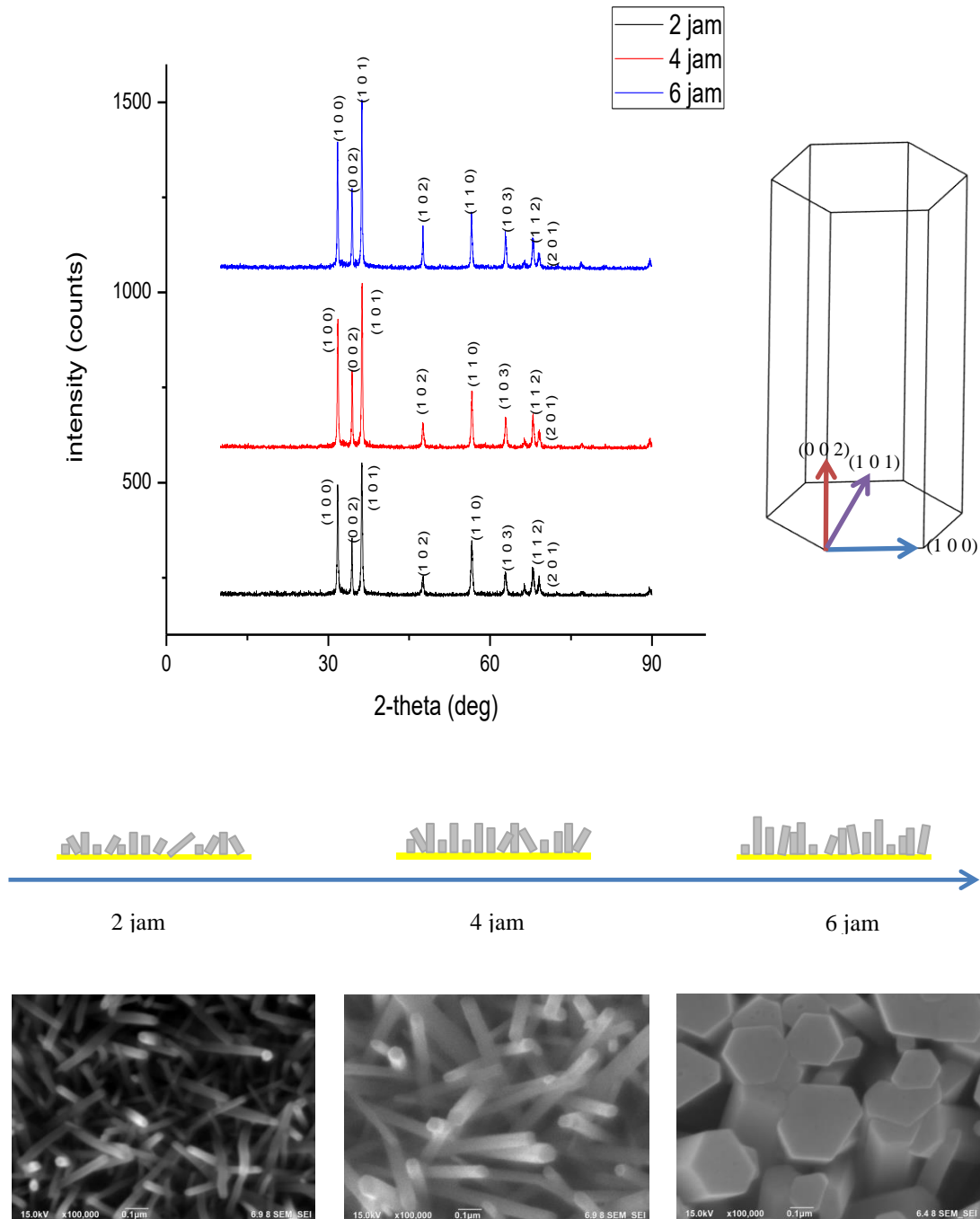
Tabel 4.10 Tiga puncak tertinggi hasil karakterisasi XRD pasda waktu penumbuhan 6 jam

<i>2-theta</i> (deg)	<i>2-theta</i> ref (deg)	<i>d-spacing</i> (Å)	<i>d-spacing</i> ref (Å)	hkl	hkl ref
36.243	36.2143	2.4766	2.47842	(1,0,1)	(1,0,1)
31.709	31.7360	2.8196	2.81718	(1,0,0)	(1,0,0)
34.384	34.3778	2.6061	2.60650	(0,0,2)	(0,0,2)

Dari ketiga puncak tertinggi diatas, seperti sampel waktu penumbuhan 4 jam, sampel waktu penumbuhan 6 jam juga memiliki bidang hkl (002) yang merupakan karakteristik dari struktur kristal heksagonal. Hal ini sebanding dengan hasil uji FESEM yang jelas terlihat jelas bahwa pada substrat dengan waktu penumbuhan 6 jam terbentuk *ZnO rods* dengan struktur kristal heksagonal. Tiga puncak tertinggi tersebut memiliki intensitas masing-masing, antara lain: pada puncak tertinggi pertama intensitasnya senilai 322, pada puncak tertinggi kedua intensitasnya sebesar 225, dan pada puncak tertinggi katika memiliki intensitas 144.

Parameter kisi yang didapatkan pada sampel waktu penumbuhan 6 jam, diantaranya $a = 3,2518 \text{ \AA}$, $b = 3,2518 \text{ \AA}$, dan $c = 5,2047 \text{ \AA}$. Dengan parameter kisi yang demikian ($a = b \neq c$), menunjukkan bahwa struktur kristal yang terbentuk adalah struktur kristal heksagonal.

4.3.4 Analisa Struktur Kristal ZnO Nanorods antara Waktu Penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam.



Gambar 4.12 Perbandingan hasil grafik uji karakterisasi XRD

Tabel 4.11 Data-data dari tiga puncak tertinggi masing-masing waktu penumbuhan

	2 jam	4 jam	6 jam		2 jam	4 jam	6 jam
2- <i>theta</i> (deg)	36.195	36.268	36.243	hkl	(1,0,1)	(1,0,1)	(1,0,1)
	31.719	31.792	31.709		(1,0,0)	(1,0,0)	(1,0,0)
	34.367	34.453	34.384		(0,0,2)	(0,0,2)	(0,0,2)
Size (Å)	344	456	458	Int (a.u.)	240	327	322
	518	398	462		222	222	225
	449	481	466		92	134	144

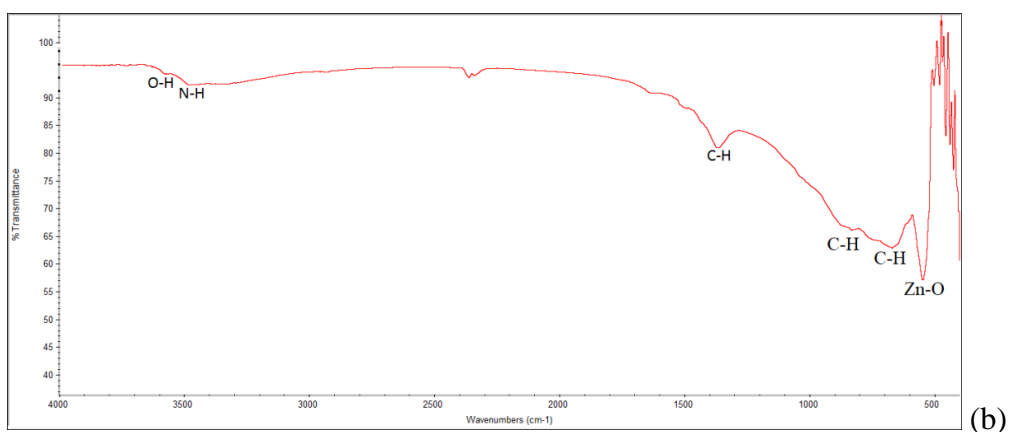
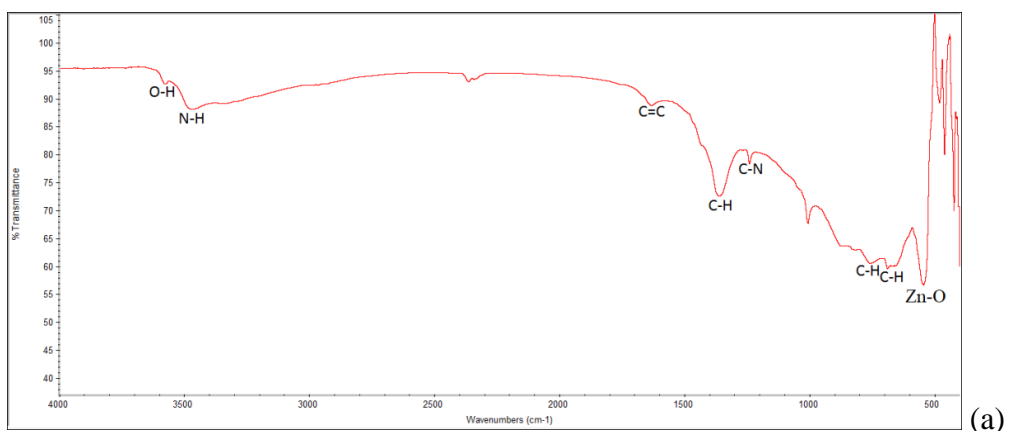
Dari data diatas, dapat dilihat terdapat beberapa perbedaan. Pada sampel waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam, terdapat bidang hkl struktur kristal heksagonal. Begitu pula dengan ukuran kristal yang terdeteksi oleh karakterisasi XRD ini relatif semakin besar. Rata-rata ukuran kristal yang terbentuk pada sampel waktu penumbuhan 2 jam adalah 437 Å, sampel waktu penumbuhan 4 jam memiliki rata-rata ukuran kristal sebesar 445 Å, dan pada sampel waktu penumbuhan 6 jam rata-rata ukuran kristalnya sekitar 462 Å. Menarik juga dilihat kenaikan intensitas bidang (0,0,2) yang menunjukkan struktur kristal heksagonal. Intensitas bidang (0,0,2) meningkat dari 92 untuk waktu penumbuhan 2 jam, pada waktu penumbuhan 4 jam, dan akhirnya 144 pada penumbuhan 6 jam. Ini mengindikasikan struktur kristal heksagonal semakin eksis berdiri tegak dengan arah yang cenderung sama. Hal ini sesuai dengan hasil uji karakterisasi FESEM yang menunjukkan bahwa semakin lama waktu penumbuhan, akan semakin jelas pula struktur kristal heksagonal yang terbentuk, dan juga semakin besar ukuran kristalnya.

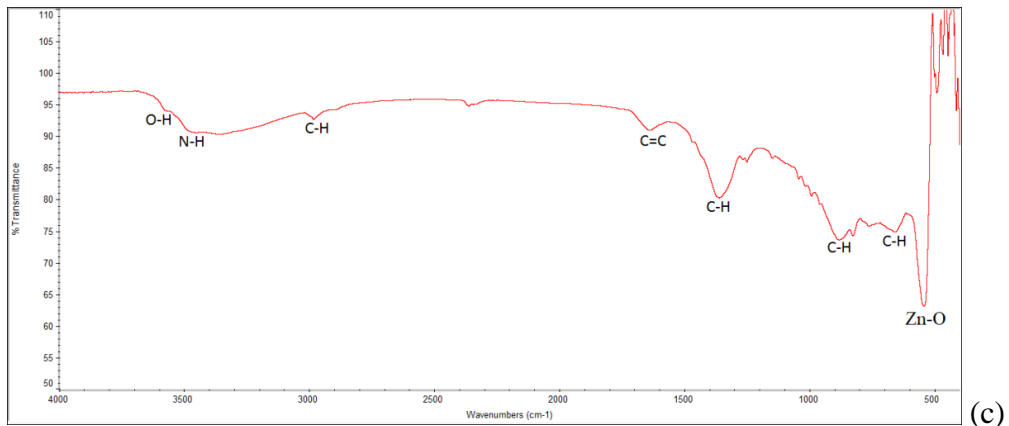
4.3 Uji Karakterisasi *Fourrier Transmission Infra Red* (FTIR)

Untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk pada lapisan ZnO *nanorods* dilakukan uji karakterisasi FTIR. Karakterisasi ini didasarkan pada karakteristik puncak – puncak panjang gelombang dari suatu sampel. Puncak – puncak panjang

gelombang tersebut menunjukkan adanya gugus fungsi tertentu yang ada pada sampel, dikarenakan masing – masing gugus fungsi memiliki puncak karakteristik yang spesifik untuk gugus fungsi tertentu. Karakterisasi FTIR yang dilakukan pengukuran dengan jangkauan panjang gelombang 400 cm^{-1} hingga panjang gelombang 4000 cm^{-1} .

Sampel yang diuji adalah serbuk endapan yang terbentuk pada proses hidrotermal (penumbuhan), di mana pada proses penumbuhan bahan utama yang digunakan adalah *Zinc Nitrate Tetrahydrate* dan *Hexamethylene-tetramine* dengan pelarut *Aqua DM* serta konsentrasi larutan senilai 0.05 M . Substrat ditumbuhkan dalam oven dengan suhu 95° dengan tiga variasi waktu penumbuhan yang berbeda, yaitu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Pada eksperimen ini, sampel diambil dari serbuk endapan ZnO pada saat proses penumbuhan. Perbandingan dari ketiga grafik gugus fungsi pada lapisan ZnO *nanorods* yang terbentuk adalah sebagai berikut:





Gambar 4.13 Grafik FTIR yang menunjukkan gugus fungsi yang terbentuk pada lapisan ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan (a) 2 jam, (b) 4 jam, dan (c) 6 jam

Berdasarkan ketiga grafik diatas, gugus fungsi yang terbentuk tidaklah jauh berbeda antara satu dengan yang lainnya. Gugus fungsi C-H terbentuk pada beberapa panjang gelombang, yaitu sekitar 650 cm^{-1} hingga 690 cm^{-1} , kemudian pada 1355 cm^{-1} hingga 1370 cm^{-1} . Sedangkan pada gelombang $879,80\text{ cm}^{-1}$ ikatan C-H yang terbentuk pada waktu penumbuhan 2 jam terlihat meluruh pada waktu pada waktu penumbuhan 4 jam dan 6 jam. Pada waktu penumbuhan 2 jam dan 6 jam, ikatan C=C terbentuk pada panjang gelombang sekitar 1630 cm^{-1} hingga 1640 cm^{-1} , sedangkan pada waktu penumbuhan 4 jam tidak terdapat ikatan C=C. Pada panjang gelombang sekitar 3440 cm^{-1} hingga 3470 cm^{-1} terbentuk ikatan antara N- dan H. Ikatan hidroksil terlihat meluruh pada saat waktu penumbuhan 4 jam dan 6 jam. Namun, pada waktu penumbuhan 2 jam gugus hidroksil terbentuk di sekitar panjang gelombang $3574,41\text{ cm}^{-1}$.

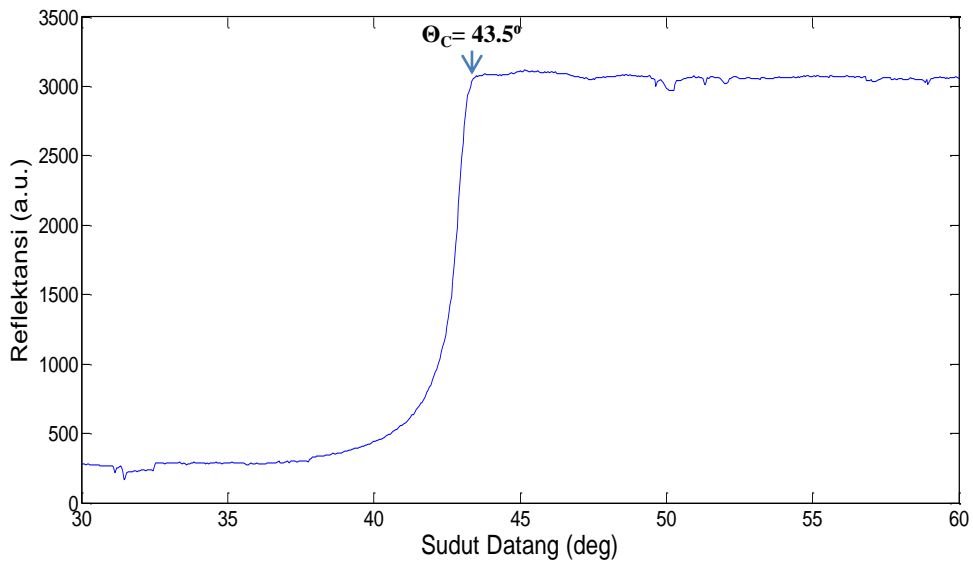
Ikatan ZnO terkonfirmasi terbentuk di sekitar panjang gelombang 540 cm^{-1} hingga 545 cm^{-1} . Meskipun berbeda durasi waktu penumbuhan tetapi nilai gugus fungsi terbentuknya Zn-O tidak jauh berbeda. Berikut perbandingan nilai panjang gelombang antara waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam, dan 6 jam:

Tabel 4.12 Perbandingan gugus fungsi ZnO yang terbentuk

Waktu Penumbuhan	Absorpsi IR ZnO <i>Nanorods</i>
2 Jam	542,77 cm ⁻¹
4 Jam	544,10 cm ⁻¹
6 Jam	540,13 cm ⁻¹

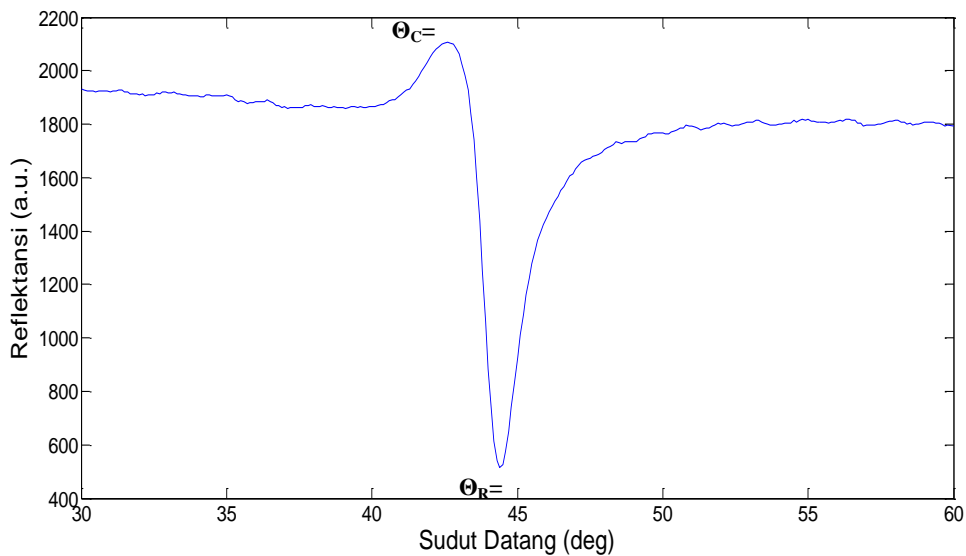
4.4 Hasil Pengujian *Surface Plasmon Resonance* (SPR)

Pengujian sampel dengan sistem *Surface Plasmon Resonance* (SPR) (lihat gambar 3.4) bertujuan untuk melihat karakteristik grafik SPR yang terbentuk dari substrat kaca preparat terlapisi emas yang ditumbuhi ZnO *nanorods*. Grafik yang didapat kemudian bisa menjadi acuan untuk kelayakan sampel diuji ke tahap berikutnya, yaitu pengujian sensor gas berbasis SPR. Sistem SPR yang digunakan terdiri dari laser, polarizer, beam splitter, prisma BK-7, dan photodiode sebagai detektor intensitas cahaya yang terpantul dari prisma (lihat gambar 3.4). Sampel yang diuji meliputi kaca preparat sebagai sampel awal, kaca preparat terlapisi emas tipis 45 nm sebagai referensi, serta sampel kaca preparat terlapisi emas tipis 45 nm yang ditumbuhi ZnO *nanorods* dengan waktu penumbuhan 5 menit, 2 jam, 4 jam serta sampel dengan waktu penumbuhan 6 jam. Masing-masing preparat tersebut ditempelkan pada permukaan datar prisma BK-7 dengan bantuan *immersion oil*.



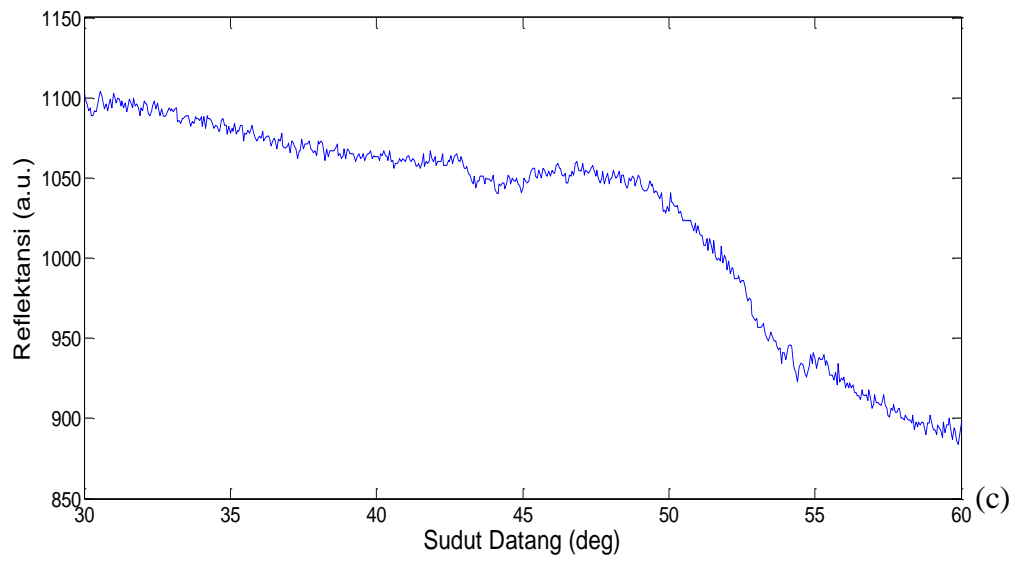
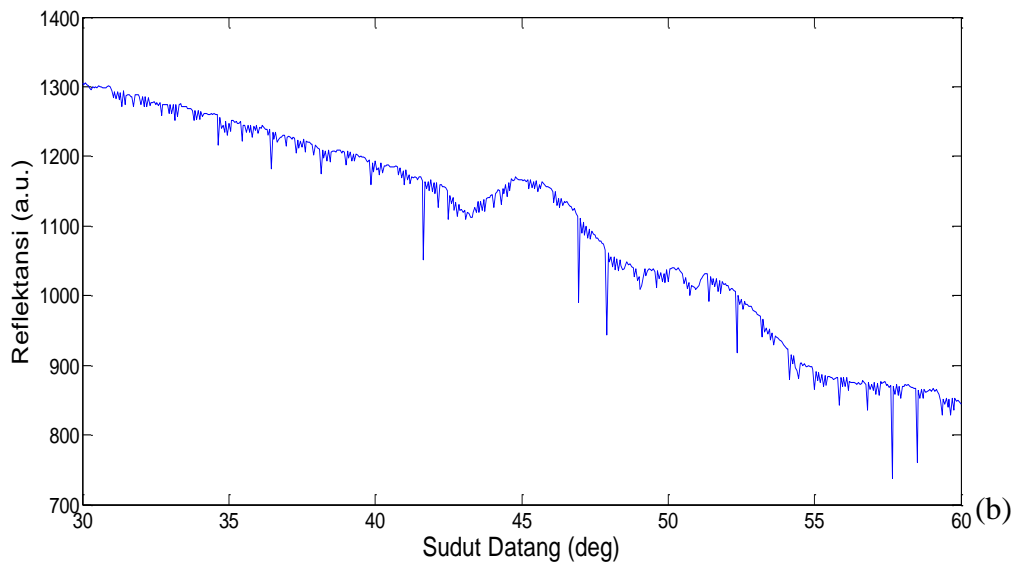
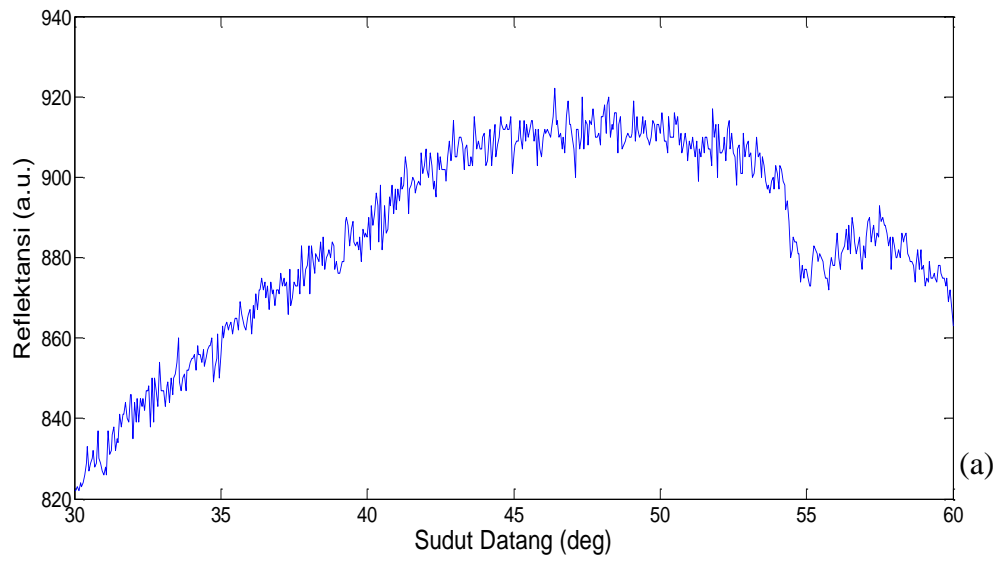
Gambar 4.14 Grafik hasil pengujian reflektansi versus sudut datang dari kaca preparat yang ditempelkan pada prisma BK-7

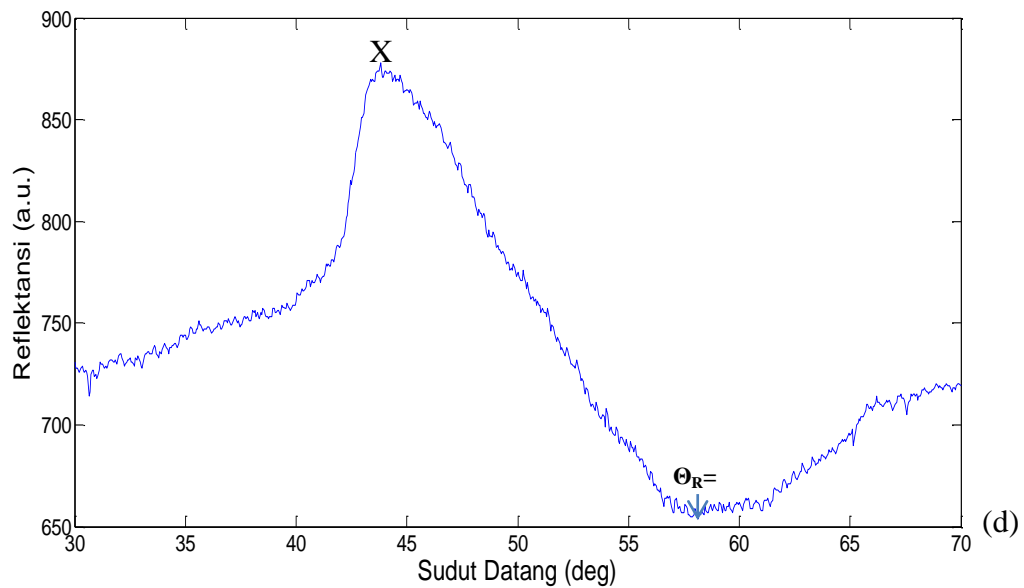
Dari grafik pada gambar 4.14 di atas, dapat dilihat bahwa *total internal reflectance* (TIR) terjadi pada sekitar sudut 43.5° . Fenomena TIR ditandai dengan intensitas pemantulan sinar (dari prisma) yang hampir sempurna, sehingga intensitas cahaya yang masuk ke prisma hampir sama dengan intensitas reflektansi yang diterima oleh *photodiode*. Hal ini terjadi karena indeks bias prisma lebih besar daripada indeks bias udara. Sebagai sampel awal pada pengujian SPR, hasil ini berfungsi sebagai pengonfirmasi bahwa sistem SPR yang digunakan merupakan sistem yang sesuai standar dan optimal serta memiliki hasil yang baik.



Gambar 4.15 Grafik hasil pengujian reflektansi versus sudut datang dari kaca preparat terlapis emas tipis menggunakan sistem Surface Plasmon Resonance (SPR)

Berdasarkan grafik pada gambar 4.15 di atas, terlihat bahwa fenomena TIR mulai terjadi pada sekitar sudut 41.1° hingga sudut 42.6° (θ_c), dilanjutkan dengan penurunan intensitas pada sudut 42.6° dan mencapai intensitas terendah pada sekitar sudut 44.6° (θ_r). Penurunan intensitas reflektansi cahaya tersebut mengindikasikan terjadinya fenomena SPR. Hasil lembah SPR yang optimal ditandai dengan lembah yang lancip dan tidak melebar, seperti gambar 4.15. Penurunan intensitas cahaya tersebut disebabkan karena *surface plasmon* pada permukaan lapisan tipis yang getarannya terstimulasi oleh sinar datang, mengalami resonansi (saling menguatkan) dengan gelombang *evanescent* yang terbentuk saat TIR. Fenomena tersebut yang disebut dengan fenomena SPR. Gambar 4.15 merupakan grafik referensi fenomena SPR untuk kaca terlapis emas tipis 45 nm dengan lapisan ZnO *nanorods*.





Gambar 4.16 Grafik hasil pengujian sampel ZnO menggunakan sistem Surface Plasmon Resonance (SPR) dengan waktu penumbuhan (a) 6 jam, (b) 4 jam, (c) 2 jam, dan (d) 5 menit

Berdasarkan beberapa grafik diatas, dapat diketahui bahwa semakin lama waktu penumbuhan ZnO, grafik yang terbentuk akan semakin tidak teratur (menjauh dari grafik ideal SPR, lihat gambar 4.15). Pada grafik (a), (b), dan (c) pada gambar 4.16, tidak terbentuk grafik SPR, hal ini dikarenakan semakin lama waktu penumbuhan, ZnO *nanorods* yang terbentuk akan semakin besar dan panjang (mencapai lebih dari 100 nm), sehingga membuat permukaan kaca preparat terlapsi emas semakin tebal. Akibatnya, gelombang *evanescent* tidak bisa saling menguatkan dengan panjang gelombang sinar datang (laser). Dengan adanya hal tersebut, tidak akan terjadi fenomena *Surface Plasmon Resonance* (SPR).

Pada grafik (d) (lihat gambar 4.16), terlihat reflektansi yang mengindikasikan fenomena *total internal reflectance* (TIR) (daerah X). Setelah fenomena kenaikan intensitas (TIR) tersebut, terjadi penurunan reflektansi yang menunjukkan indikasi terjadinya fenomena SPR. Meskipun lembah SPR yang terbentuk cenderung melebar (tidak seperti grafik SPR pada gambar 4.15), tetapi masih terlihat jelas indikasi fenomena SPR tersebut. Nilai terendah dari reflektansi tersebut berada

pada sekitar sudut 58.2° yang merupakan sudut SPR. Pada grafik ini, lapisan ZnO *nanorods* yang tumbuh masih relatif pendek dibandingkan grafik (a), (b), dan (c) sehingga fenomena SPR masih bisa terlihat.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik beberapa kesimpulan, antara lain:

1. ZnO *nanorods* telah berhasil ditumbuhkan di atas substrat yang terlapis Au tipis dengan metode hidrotermal.
2. Parameter penting yang mempengaruhi pertumbuhan ZnO *nanorods* diantaranya waktu penumbuhan, temperatur penumbuhan, temperature *annealing*, konsentrasi larutan, dan pengulangan pencelupan pada proses *dip coating*.
3. Optimasi yang telah dilakukan pada penumbuhan ZnO pada substrat kaca terlapis emas setipis 45 nm yaitu pengaturan temperatur penumbuhan yang sudah cukup optimal dan waktu penumbuhan yang lebih singkat, sehingga ZnO yang dihasilkan mencapai ukuran nanometer.
4. ZnO *nanorods* yang dihasilkan telah diuji oleh beberapa karakterisasi dengan hasil sebagai berikut:
 - a. FESEM: ZnO *nanorods* yang terbentuk akan semakin kecil seiring dengan semakin pendeknya waktu penumbuhan. Waktu penumbuhan 2 jam dan 4 jam menghasilkan *rods* diameter < 100 nm.
 - b. EDS: Semakin lama waktu penumbuhan akan menghasilkan unsur Zn yang semakin banyak dan unsur O yang semakin berkurang.
 - c. XRD: Struktur kristal yang terbentuk pada ZnO *nanorods* merupakan struktur kristal heksagonal.
 - d. FTIR: Didapatkan gugus fungsi ZnO pada kisaran 540 cm^{-1} hingga 544 cm^{-1} .
5. Terkonfirmasi fenomena *Surface Plasmon Resonance* (SPR) terjadi pada substrat dengan waktu penumbuhan 5 menit.

5.2 Saran

Untuk menghasilkan penelitian yang lebih baik ke depan, terdapat beberapa saran yang perlu diperhatikan:

1. Mempersingkat waktu penumbuhan untuk mendapatkan ukuran *rods* yang lebih kecil dan pendek, juga dapat menghasilkan profil grafik SPR yang lebih teratur.
2. *ZnO rods* sebagai *sensitive layer* pada aplikasi SPR belum tepat.
3. Jika tetap akan menggunakan ZnO, sebaiknya menggunakan lapisan tipis ZnO nanopartikel.

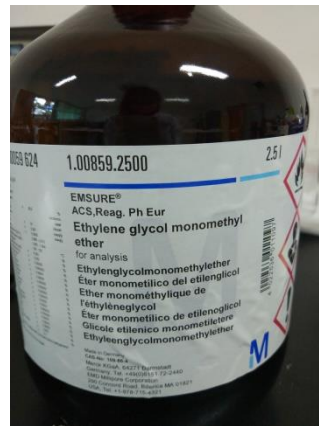
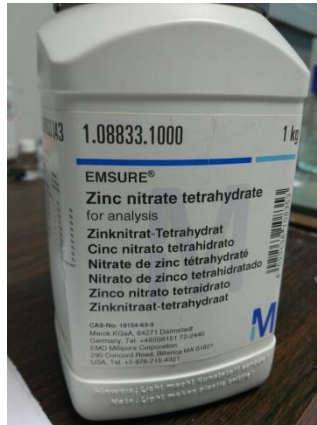
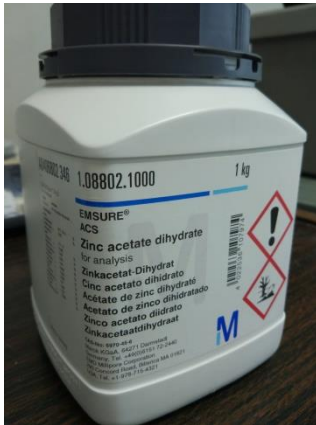
DAFTAR PUSTAKA

- Anam, M. K., Narindra, R., Thoyibi, & Abraha, K. (2013). Deteksi Formalin Menggunakan Surface Plasmon Resonance (SPR) Berbasis Nanopartikel Perak sebagai Pengembangan Awal Teknologi Food Safety. *Indonesian Journal of Applied Physics*, 201.
- Ashiba, H., Sugiyama, Y., Wang, X., Shirato, H., Moriguchi, K. H., Taniguchi, K., et al. (2016). Detection of norovirus virus-like particles using a surface plasmon resonance-assisted fluoroimmunosensor optimized for quantum dot fluorescent labels. *Elsevier*.
- Beiser, A. (2003). *Concepts of Modern Physics, Sixth Edition*.
- Dinesh, V. P., Biji, P., Prasad, A. K., & Tyagi, A. K. (2013). Enhanced ammonia sensing properties using Au decorated ZnO *nanorods*. *IEEE*.
- Mayasari, R. D. (2012). *KAJIAN FENOMENA SURFACE PLASMON RESONANCE (SPR) PADA BIOSENSOR SPR DENGAN MENGGUNAKAN MATERIAL GRAPHENE*. Yogyakarta.
- Nugroho, S. (2016). *PENUMBUHAN MATERIAL ZnO NANOROD PADA SUBSTRAT KACA DAN SUBSTRAT SILIKON DI PUSAT TEKNOLOGI MATERIAL BADAN PENGAJIAN DAN PENERAPAN TEKNOLOGI*. Serpong.
- Nuryadi, R., & Mayasari, R. D. (2015). ZnO/Au-based surface plasmon resonance for CO₂ gas sensing. *Applied Physics A Materials Science and Processing*.
- Rubio, A. S. (2015). *Modified Au-Based Nanomaterials Studied by Surface Plasmon Resonance Spectroscopy*. Madrid: Springer Theses.
- Silviah, S., Widodo, C. S., & Masruroh. (2015). PENGGUNAAN METODE FT-IR (Fourier Transform Infra Red) UNTUK MENGIDENTIFIKASI GUGUS FUNGSI PADA PROSES PEMBALURAN PENDERITA MIOMA.
- Singh, N., Pandey, P., & Haque, F. Z. (2011). Effect of heat and time-period on the growth of ZnO *nanorods* by sol-gel technique. *Elsevier*.

- Tabassum, R., & Gupta, B. D. (2015). Surface plasmon resonance based fiber optic detection of chlorine utilizing polyvinylpyrrolidone supported zinc oxide thin films.
- Tabassum, R., Mishra, S. K., & Gupta, B. D. (2013). Surface plasmon resonance-based fiber optic hydrogen sulphide gas sensor utilizing Cu–ZnO thin films. *PCCP*.
- Tugaswati, A. T. (2003). EMISI GAS BUANG KENDARAAN BERMOTOR DAN DAMPAKNYA TERHADAP KESEHATAN.
- Watanabe, K., Matsumoto, K., Ohgaki, T., Sakaguchi, I., Ohashi, N., Hishita, S., et al. (2010). Development of ZnO-based surface plasmon resonance gas sensor and analysis of UV irradiation effect on NO₂ desorption from ZnO thin films. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 193-196.

LAMPIRAN

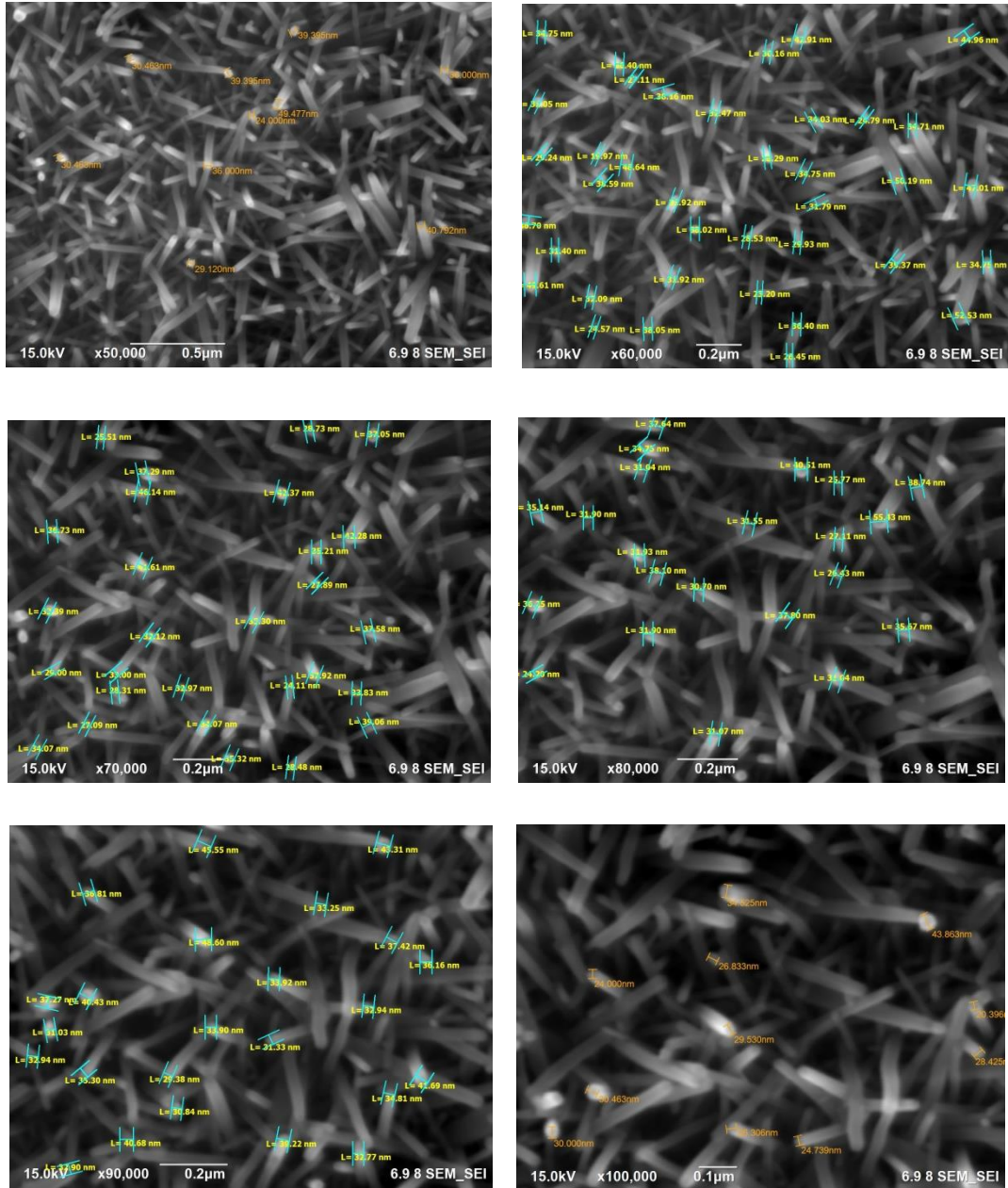
Lampiran 1. Bahan Penelitian



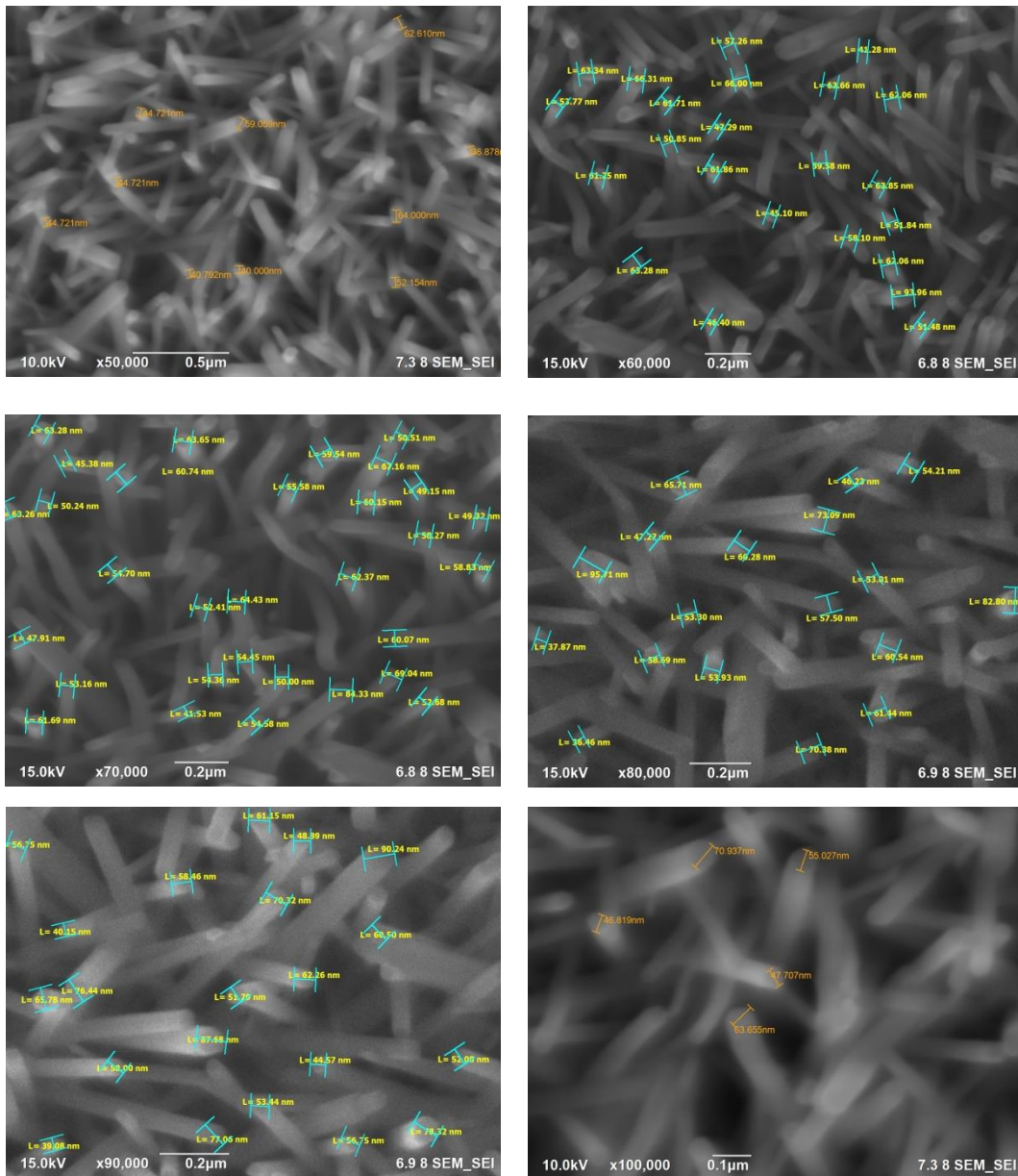
Lampiran 2. Proses Sintesis



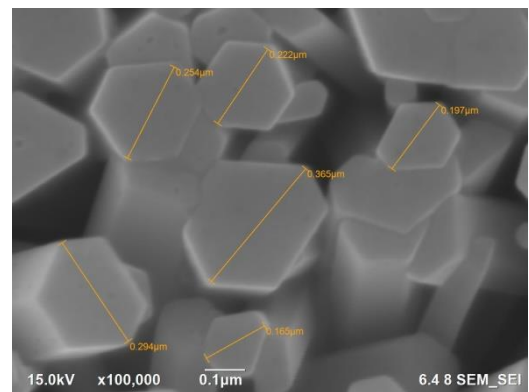
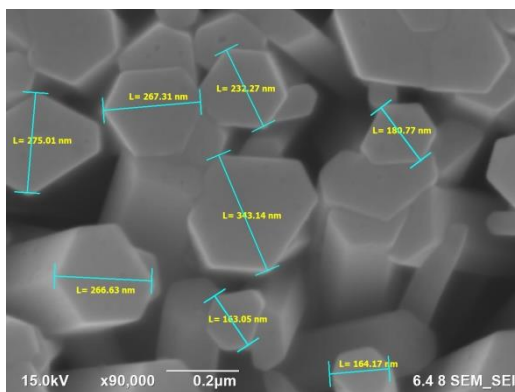
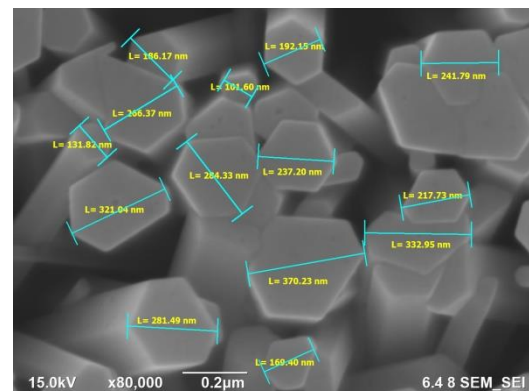
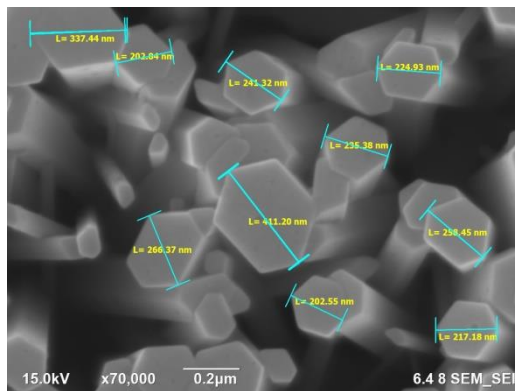
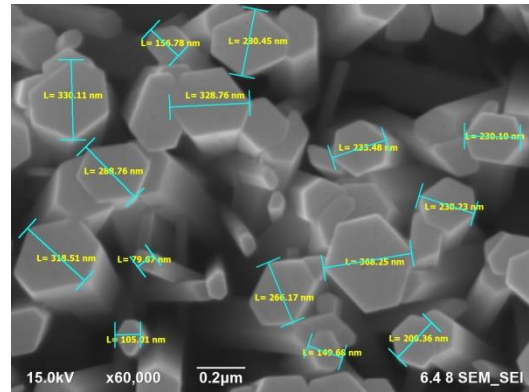
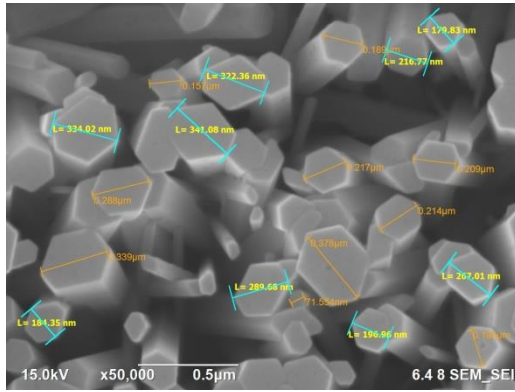
Lampiran 3. Hasil FESEM ZnO *Nanorods* Waktu Penumbuhan 2 Jam pada Perbesaran yang Berbeda



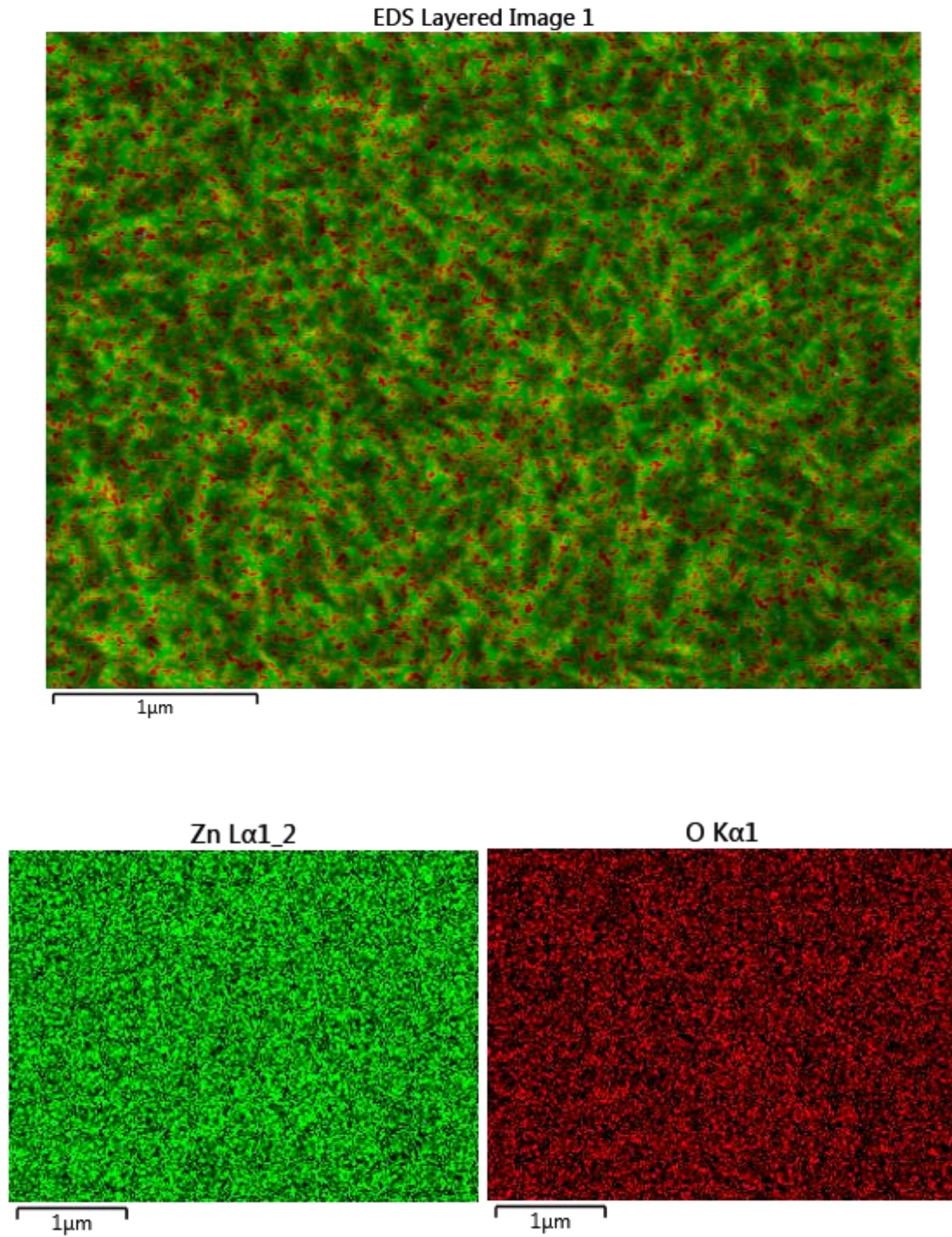
Lampiran 4. Hasil FESEM ZnO *Nanorods* Waktu Penumbuhan 4 Jam pada Perbesaran yang Berbeda



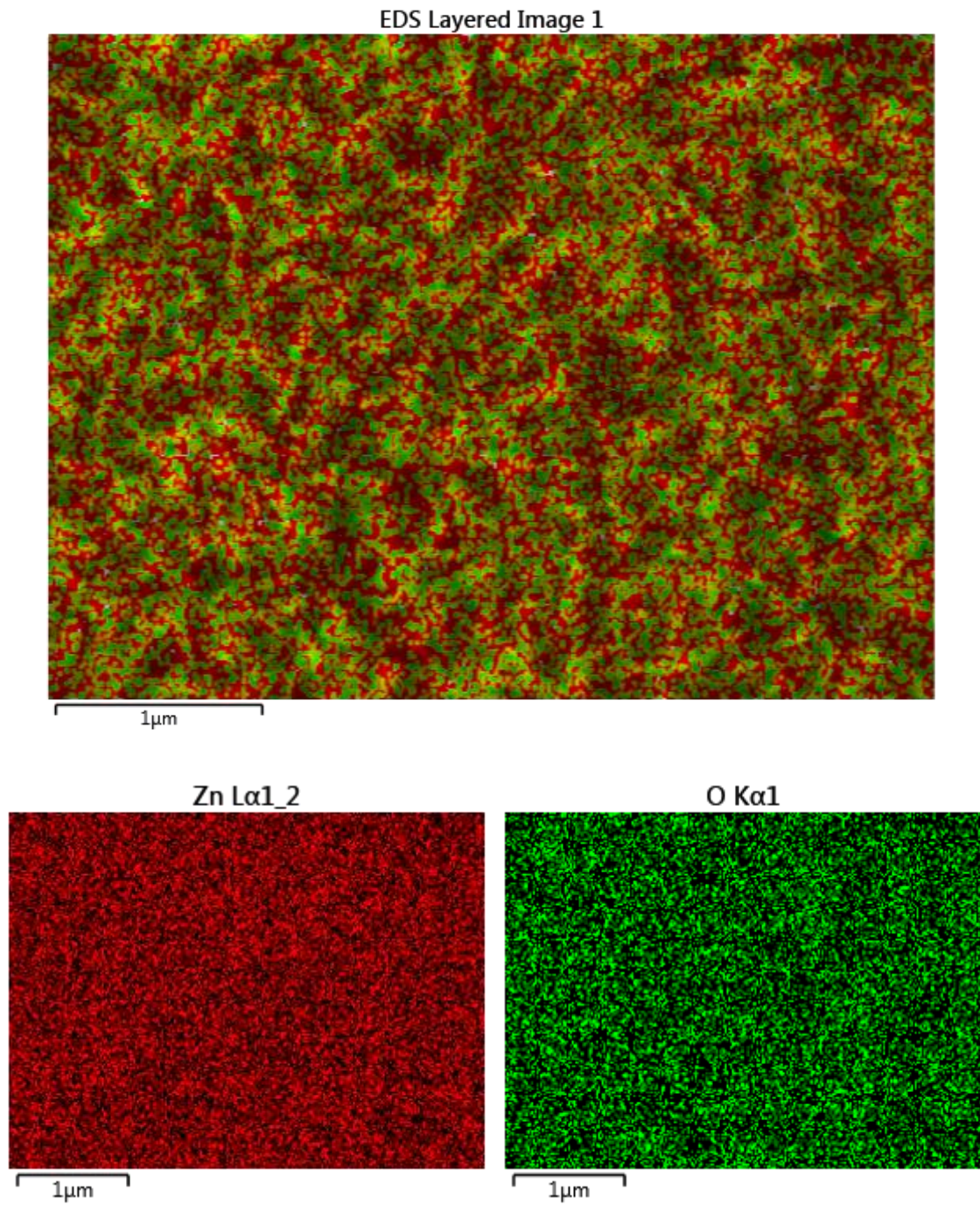
Lampiran 5. Hasil FESEM ZnO Nanorods Waktu Penumbuhan 6 Jam pada Perbesaran yang Berbeda



Lampiran 6. Sebaran Unsur Zn dan O pada Hasil Karakterisasi EDS Waktu Penumbuhan 2 Jam

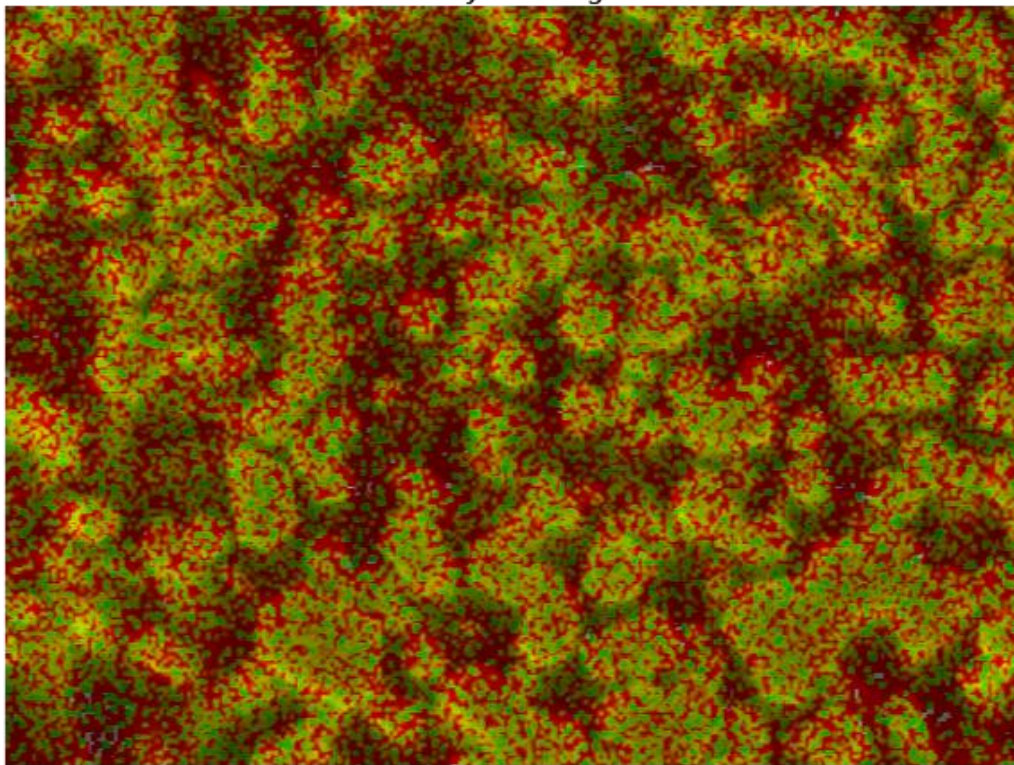


Lampiran 7. Sebaran Unsur Zn dan O pada Hasil Karakterisasi EDS Waktu Penumbuhan 4 Jam



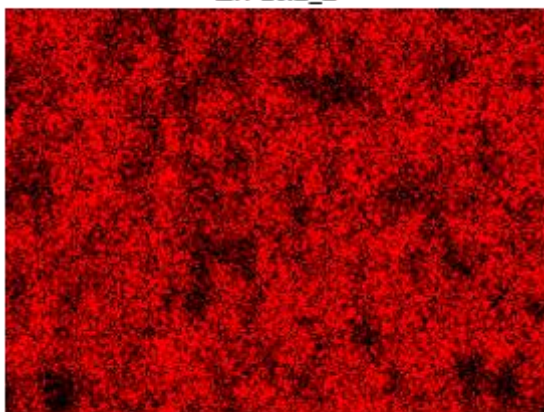
Lampiran 8. Sebaran Unsur Zn dan O pada Hasil Karakterisasi EDS Waktu Penumbuhan 6 Jam

EDS Layered Image 1



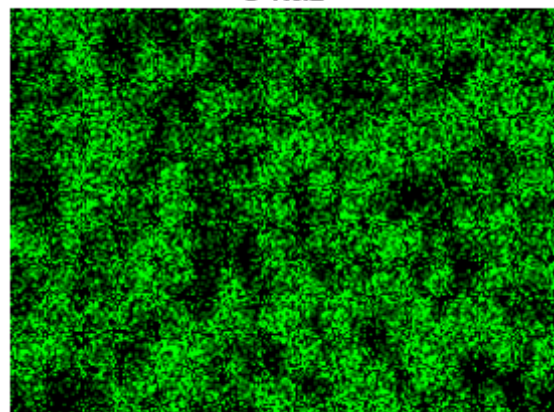
1 μm

Zn Lα1_2



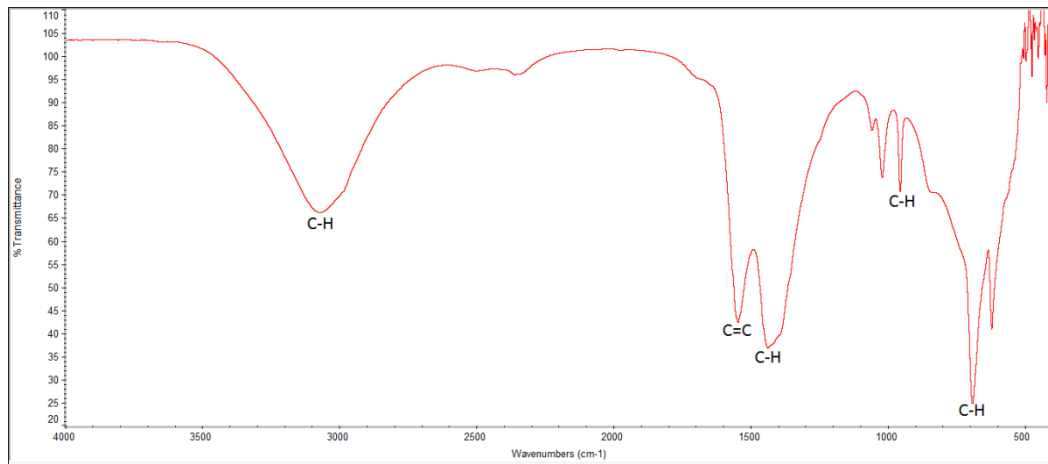
1 μm

O Kα1

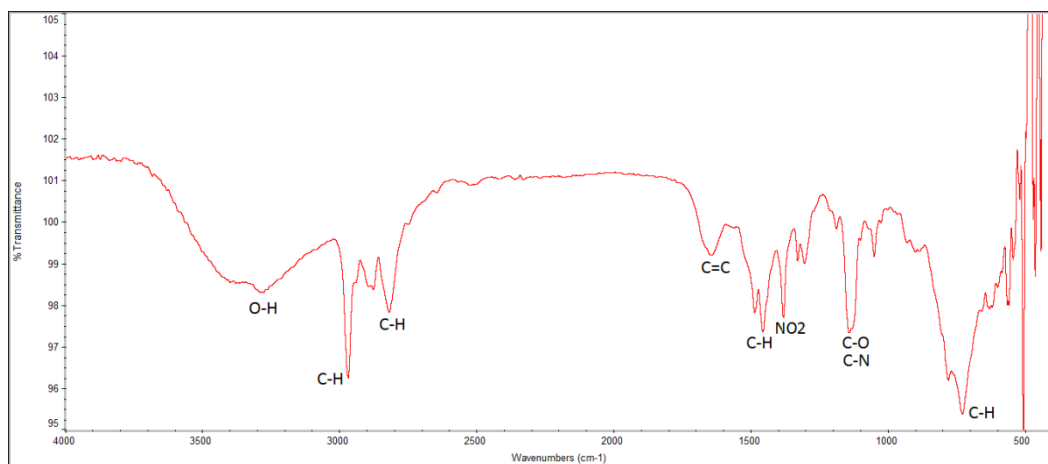


1 μm

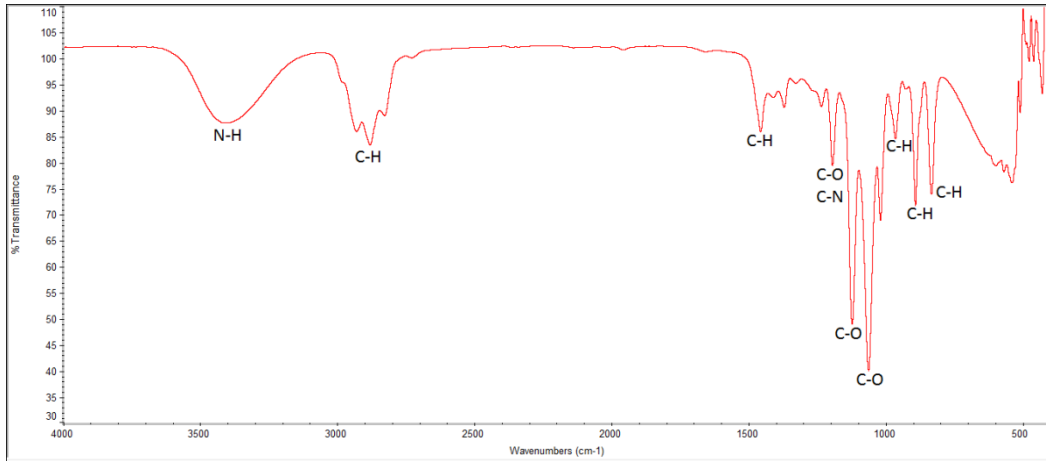
Lampiran 9. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi ZnAc



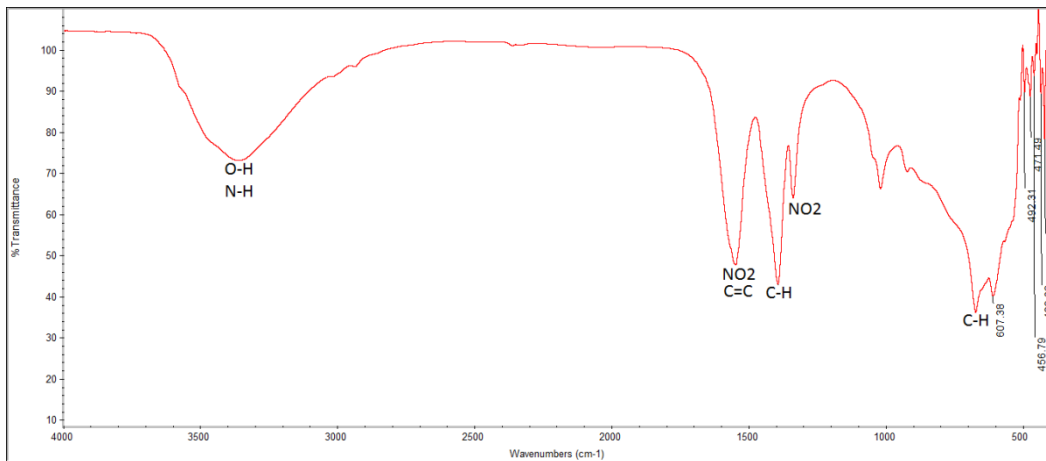
Lampiran 10. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi DEA



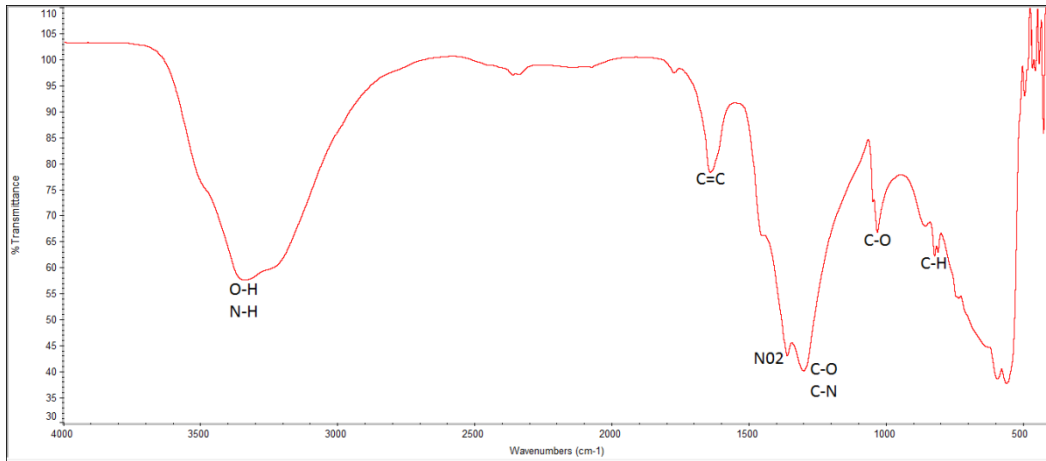
Lampiran 11. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi MEA



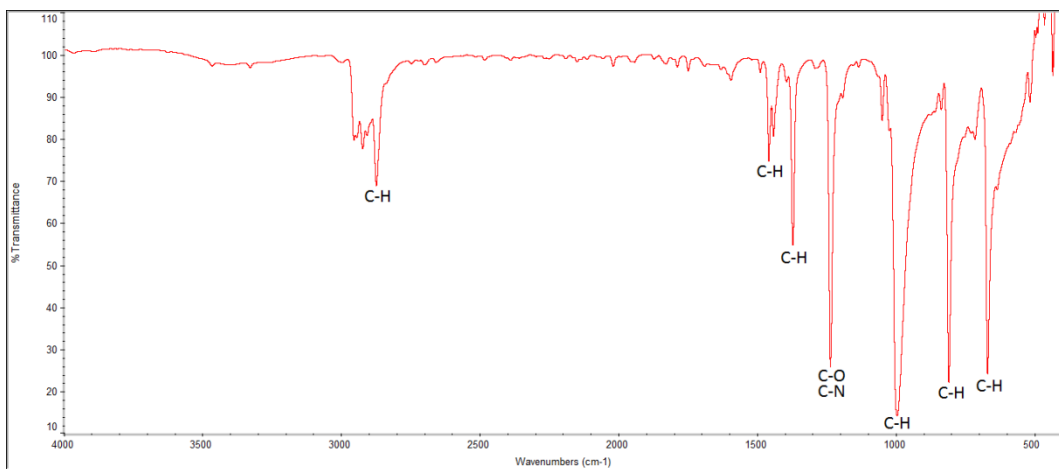
Lampiran 12. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi Endapan ZnAc+DEA+MEA



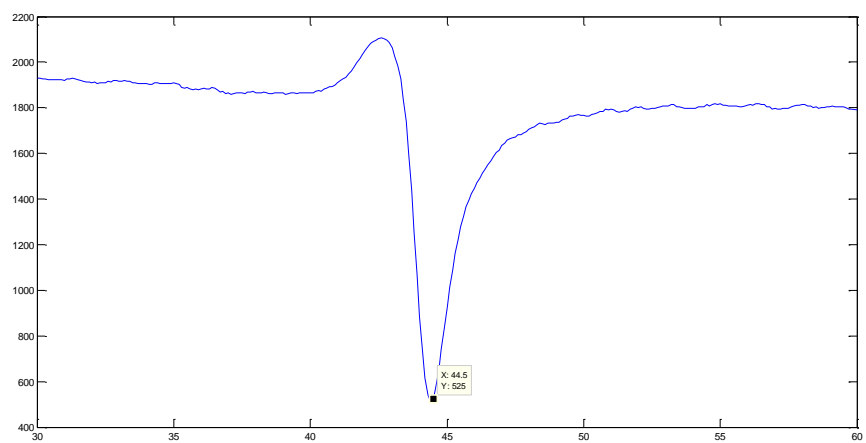
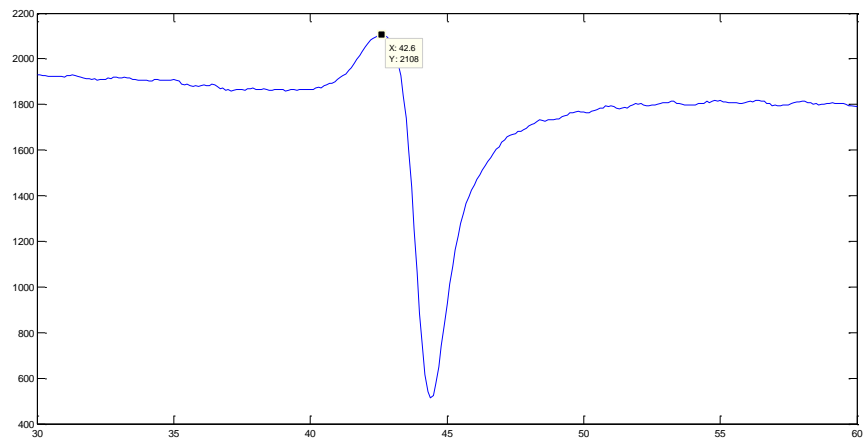
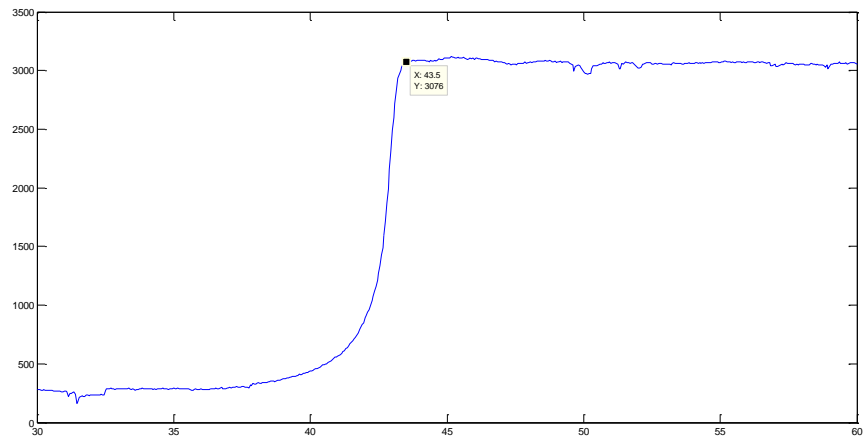
Lampiran 13. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi ZNT

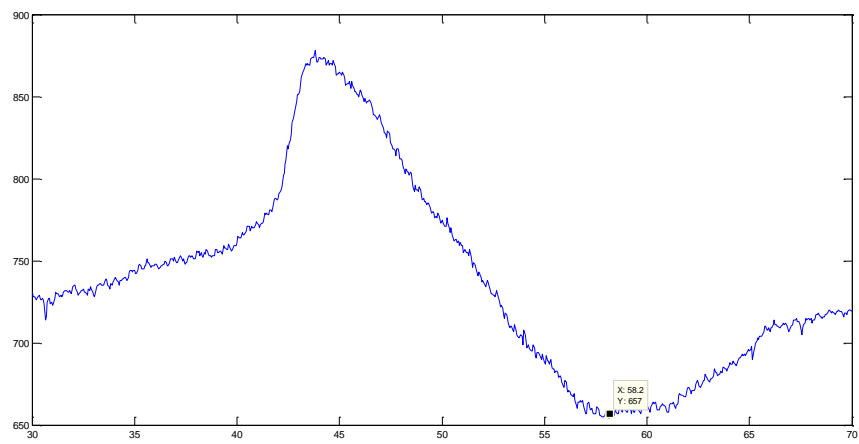
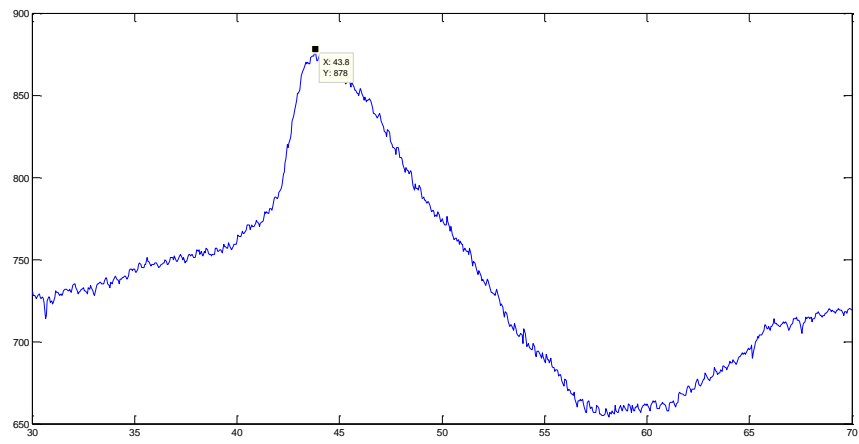


Lampiran 14. Grafik Hasil Karakterisasi FTIR Gugus Fungsi HMT



Lampiran 15. Sudut TIR dan SPR pada Grafik





RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Jakarta pada tanggal 5 November 1995. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara dari Bapak Suyadi dan ibu Sri Widatiningsih.

Tahun 2001-2007 penulis menempuh pendidikan dasar di SDN Kelapa Dua Wetan 02 Pagi, kemudian pada tahun 2007-2010 penulis melanjutkan pendidikan menengah pertama di SMPN 9 Jakarta dan pada tahun 2010-2013 menempuh pendidikan menengah atas di SMAN 58 Jakarta.

Penulis memulai perkuliahan pada tahun 2013 dengan Program Studi Fisika di UNJ, pada tahun 2016 penulis menjadi asisten laboratorium pada Fisika Dasar II. Perkuliahan ditempuh dari tahun 2013 hingga lulus pada tahun 2017 dengan skripsi yang berjudul “Penumbuhan ZnO *Nanorods* pada Kaca Preparat Terlapisi Emas (Au) Tipis untuk Aplikasi *Surface Plasmon Resonance* (SPR)”.