

**PENGARUH KONSENTRASI *Hexamethylene-tetramine*  
(HMTA) TERHADAP GEOMETRI DAN KRISTALINITAS  
NANOROD ZnO YANG DISINTESIS MENGGUNAKAN  
METODE HIDROTERMAL**

**Skripsi**



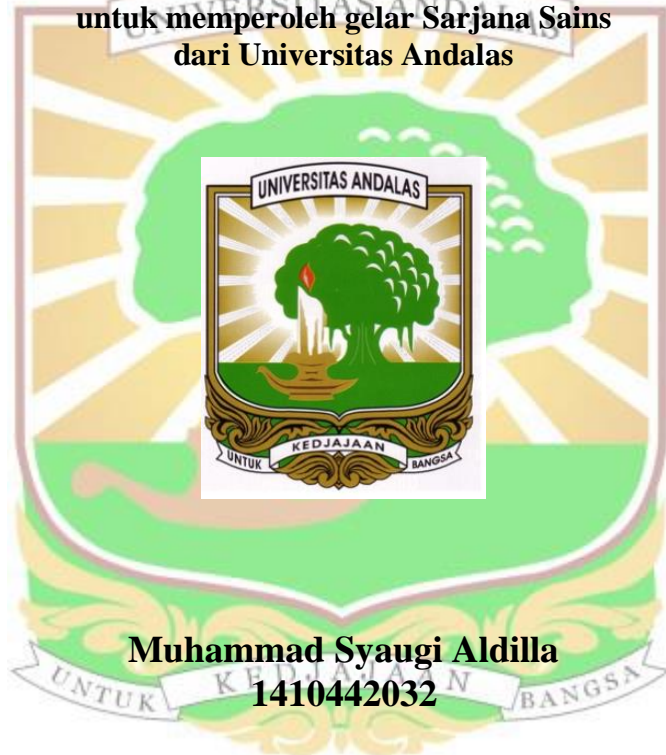
**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG**

**2019**

**PENGARUH KONSENTRASI *Hexamethylene-tetramine*  
(HMTA) TERHADAP GEOMETRI DAN KRISTALINITAS  
NANOROD ZnO YANG DISINTESIS MENGGUNAKAN  
METODE HIDROTERMAL**

**SKRIPSI**

**Karya tulis sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
dari Universitas Andalas**



**Muhammad Syaugi Aldilla  
1410442032**

**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG**

**2019**

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Judul Skripsi : Pengaruh Konsentrasi *Hexamethylene-tetramine* (HMTA) Terhadap Geometri dan Kristalinitas Nanorod ZnO yang Disintesis Menggunakan Metode Hidrothermal

Nama : Muhammad Syaugi Aldilla

Nomor BP : 1410442032

telah disetujui untuk diseminarkan pada 10 April 2019 oleh,

Pembimbing,



Dr. rer. nat. Muldarisnur  
NIP. 197909082002121002

## SKRIPSI

### **PENGARUH KONSENTRASI *Hexamethylene-tetramine* (HMTA) TERHADAP GEOMETRI DAN KRISTALINITAS NANOROD ZnO YANG DISINTESIS MENGGUNAKAN METODE HIDROTHERMAL**

Disusun oleh :

**MUHAMMAD SYAUGI ALDILLA  
1410442032**

**Telah dipertahankan di depan Tim Penguji  
Pada tanggal 30 April 2019**

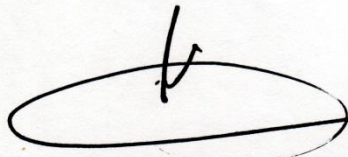
**Tim Penguji**

**Pembimbing**



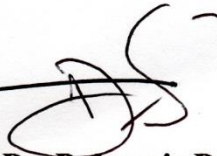
**Dr. rer. nat. Muldarisnur  
NIP. 198103292008011014**

**Penguji I**



**Drs. Alimin Mahyudin, M.Si  
NIP. 196106031989011001**

**Penguji II**



**Dr. Dahyunir Dahlan  
NIP. 196811281995121002**

**Penguji III**



**Mutya Vonnisa, M.Sc  
NIP. 198508122012122001**

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Saya mahasiswa Universitas Andalas yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama Lengkap : Muhammad Syaugi Aldilla  
No.Bp : 1410442032  
Program Studi : S1 Fisika  
Fakultas : MIPA  
Jenis Tugas Akhir : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Andalas hak atas publikasi *online* Tugas Akhir saya yang berjudul:

**Pengaruh Konsentrasi Hexamethylene-tetramine (HMTA)  
Terhadap Geometri dan Kristalinitas Nanorod ZnO Yang  
Disintesis Menggunakan Metode Hidrotermal**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Universitas Andalas juga berhak untuk menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola, merawat, dan mempublikasikan karya saya tersebut di atas selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta. Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di Padang pada tanggal, 22 Mei 2019

Yang menyatakan,



Muhammad Syaugi Aldilla  
1410442032



"So which of the favors of your Lord would you deny?"  
(QS. Ar-Rahman : 13)

Thank you Ayah, Bunda, Dyaky, Rizky and my big family.

Thank you Bapak Mulda, Bapak Arif, staff and lecturers physics department Andalas University.

Thank you PHOTON and HMAFI UNAND.

Thank you genk #1509.

Thank you kawan-kawa Supersmanla '14.

Thank you PSDM BEM KM UNAND kabinet Sinar and Adkesmma BEM KM UNAND kabinet Langkah Hebat.

Thank you kawan-kawan KKN Koto Gadang VI Koto 2017.

and all of you who i couldn't mention one by one, for the part of greatest journey in my life. may Allah give health and repay your kindness, so we can meet again later.

for all of you, i love you 3000.

Muhammad Syanggi Aldilla, S.Si

# **PENGARUH KONSENTRASI *Hexamethylene-tetramine* (HMTA) TERHADAP GEOMETRI DAN KRISTALINITAS NANOROD ZnO YANG DISINTESIS MENGGUNAKAN METODE HIDROTHERMAL**

## **ABSTRAK**

Nanopartikel ZnO telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal dengan kontrol konsentrasi HMTA. HMTA divariasikan dengan perbandingan konsentrasi 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:5. Sampel dikarakterisasi dengan *Scanning Microscope Electron* (SEM) dan *X-ray Diffraction* (XRD). Dari hasil penelitian diperoleh bahwa nanopartikel yang terbentuk berbentuk nanorod dan memiliki kristalinitas yang tinggi dengan fasa *hexagonal wurtzite*. Penambahan konsentrasi HMTA memperkecil ukuran nanopartikel dari  $192,24 \pm 32,16$  nm hingga  $101,95 \pm 19,46$  nm dan memperbesar diameter kristal dengan diameter rata-rata terbesar  $53,9 \pm 3,7$  nm. Besar densitas dislokasi juga berkurang seiring pertambahan konsentrasi HMTA. Hasil penelitian membuktikan bahwa konsentrasi HMTA memberikan peran penting untuk mengontrol kristalinitas dan ukuran nanopartikel.

Kata kunci: nanorod, ZnO, hidrotermal, HMTA, kristalinitas.

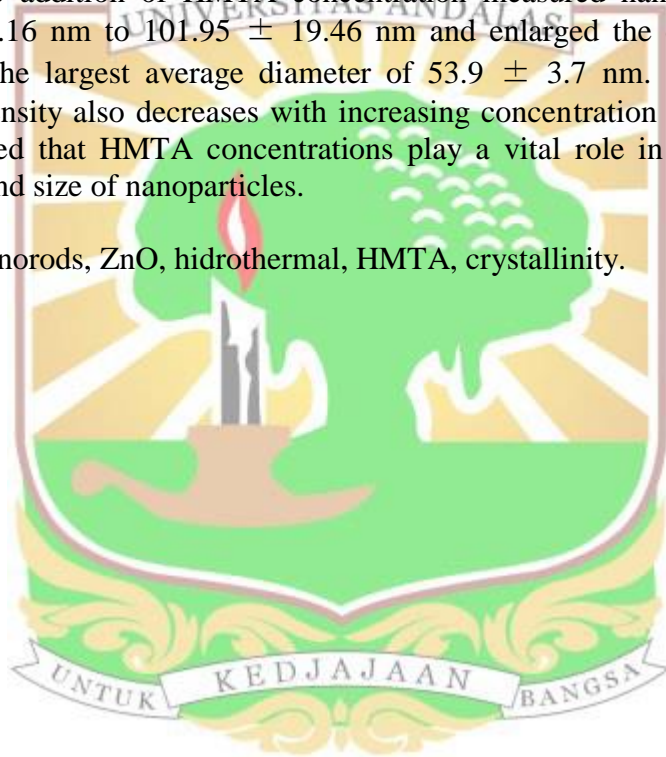


# THE EFFECT OF CONCENTRATION *Hexamethylene-tetramine* (HMTA) ON GEOMETRY AND CRYSTALLINITY OF ZnO NANORODS SYNTHESIS USING HYDROTHERMAL METHODS

## ABSTRACT

ZnO nanoparticles were successfully synthesized using the hydrothermal method with controlled HMTA concentration. HMTA are varied by the ratio 1:1, 1:2, 1:3 and 1:5. Samples are characterized by Scanning Microscope Electron (SEM) and X-ray Diffraction (XRD). The produced sample has obtained nanoparticles formed in the form of nanorods and have high crystallinity with the hexagonal wurtzite structure. The addition of HMTA concentration measured nanoparticles from  $192.24 \pm 32.16$  nm to  $101.95 \pm 19.46$  nm and enlarged the diameter of the crystal with the largest average diameter of  $53.9 \pm 3.7$  nm. The amount of dislocation density also decreases with increasing concentration of HMTA. The results revealed that HMTA concentrations play a vital role in controlling the crystallinity and size of nanoparticles.

Keywords: nanorods, ZnO, hidrothermal, HMTA, crystallinity.





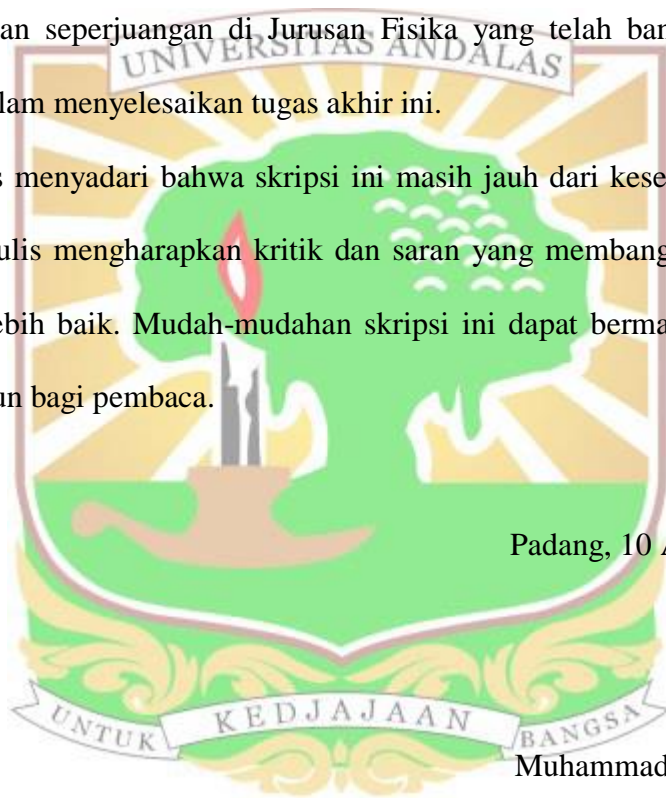
## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Konsentrasi *Hexamethylene-tetramine* (HMTA) Terhadap Geometri dan Kristalinitas Nanorod ZnO Yang Disintesis Menggunakan Metode Hidrotermal”**. Skripsi ini ditulis sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas. Selesaiannya penulisan skripsi ini tidak terlepas oleh bantuan berbagai pihak, oleh karena itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada,

1. Orang tua yang telah membesarkan ananda dengan tulus dan kasih sayang mendidik dan memotivasi penulis selama berlangsungnya perkuliahan.
2. Bapak Dr.rer.nat. Muldarisnur selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktunya dan sabar untuk memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Drs. Alimin Mahyudin, M.Si, Bapak Dr. Dahyunir Dahlan dan Ibu Mutya Vonnisa, M.Sc selaku dosen penguji yang telah memberikan kritikan, arahan serta saran untuk kebaikan karya ini. Sehingga penulis mendapatkan tambahan ilmu yang sangat berharga, karena tanpa masukan dari Bapak dan Ibu karya ini tidak bisa menjadi lebih baik.

4. Ibu Astuti, M.Si selaku dosen penasehat akademik yang telah meluangkan waktunya memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan pendidikan dibangku perkuliahan ini.
5. Bapak Dr. Techn. Marzuki selaku ketua Jurusan Fisika, serta seluruh dosen dan staf pegawai Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
6. Rekan-rekan seperjuangan di Jurusan Fisika yang telah banyak membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, oleh sebab itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun agar skripsi ini menjadi lebih baik. Mudah-mudahan skripsi ini dapat bermanfaat baik bagi penulis maupun bagi pembaca.



Padang, 10 April 2019

Muhammad Syaugi Aldilla

# DAFTAR ISI

	halaman
<b>ABSTRAK</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	iii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	v
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	vii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	ix
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan dan Manfaat Penelitian.....	4
1.3 Ruang Lingkup dan Batasan Masalah .....	4
<b>BAB II LANDASAN TEORI</b> .....	5
2.1 Nanosains.....	5
2.1.1 <i>Nanotubes</i> .....	6
2.1.2 <i>Nanosheets</i> .....	7
2.1.3 <i>Nanorods</i> .....	8
2.2 ZnO.....	9
2.3 <i>Hexamethylene-tetramine (HMTA)</i> .....	11
2.4 Metode Sintesis ZnO .....	12
2.4.1 <i>Physical Vapor Deposition (PVD)</i> .....	13
2.4.2 <i>Wet Chemical</i> .....	15
2.4.3 Hidrotermal.....	17

2.5 X-ray Diffraction (XRD) .....	19
2.6 Scanning Electron Microscope (SEM).....	21
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	24
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian.....	24
3.2 Bahan dan Alat Penelitian .....	24
3.3 Teknik Penelitian.....	25
3.4 Teknik Pengolahan Data.....	26
3.5 Diagram Alir Penelitian.....	27
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	28
4.1 Morfologi dan Geometri Nanopartikel .....	28
4.2 Struktur Kristal Nanorod ZnO .....	32
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	37
5.1 Kesimpulan.....	37
5.2 Saran.....	37
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	38
<b>LAMPIRAN</b> .....	41



## DAFTAR GAMBAR

	halaman
Gambar 2.1 Struktur <i>single-walled</i> dan <i>multi-walled nanotubes</i> .....	6
Gambar 2.2 (a) Struktur <i>nanosheets</i> pada boron nitride, (b) Struktur <i>graphene</i> .....	7
Gambar 2.3 Citra SEM <i>nanorods</i> ZnO .....	8
Gambar 2.4 Struktur kristal ZnO : (a) <i>wurtzite</i> , (b) <i>zinblend</i> , dan (c) <i>rocksalt</i> .....	10
Gambar 2.5 Struktur HMTA .....	12
Gambar 2.6 Skema proses PVD .....	14
Gambar 2.7 Metode Hidrotermal : (a) Skema hidrotermal, (b) Satu set <i>autoclave</i> .....	18
Gambar 2.8 Skema difraksi sinar-x .....	19
Gambar 2.9 (a) Skema peralatan SEM, (b) Skema SEM berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material .....	22
Gambar 3.1 Diagram alir sintesis ZnO <i>nanorod</i> dengan metode hidrotermal .....	27
Gambar 4.1 Citra SEM sampel ZnO yang disintesis dengan konsentrasi HMTA : (a) 5 mM, (b) 10 mM, (c) 15 mM, (d) 25 mM. Perbesaran citra SEM 40.000× .....	28
Gambar 4.2 Diagram konsentrasi HMTA terhadap panjang nanopartikel ZnO	29
Gambar 4.3 Diagram konsentrasi HMTA terhadap diameter nanopartikel ZnO	30
Gambar 4.4 Diagram konsentrasi HMTA terhadap aspek rasio nanopartikel ZnO .....	31
Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X nanorod ZnO dengan konsentrasi HMTA 5 mM, 10 mM, 15 mM dan 25 mM .....	33

Gambar 4.6 Diagram konsentrasi HMTA terhadap diameter kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk..... 34

Gambar 4.7 Diagram konsentrasi HMTA terhadap dislokasi densitas *nanorod* ZnO..... 35



## DAFTAR TABEL

	halaman
Tabel 2.1 Karakteristik ZnO.....	9
Tabel 2.2 Sifat-sifat fisik nanostruktur ZnO.....	10
Tabel 2.3 Karakteristik HMTA.....	12
Tabel 4.1 Perbandingan parameter kristal ZnO untuk setiap sampel.....	33



# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi adalah ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Salah satu bidang nanoteknologi yang banyak diteliti adalah sintesis dan aplikasi nanomaterial. Nanomaterial dapat didefinisikan sebagai material dengan ukuran 1-100 nanometer. Nanomaterial merupakan salah satu topik penelitian yang menarik karena besarnya potensi aplikasi di masa depan. Nanomaterial dapat digunakan untuk piranti elektronika, biomedis, fotovoltaik, sensor, dan masih banyak lagi yang lain..

Selain nanopartikel berbentuk bola yang banyak diteliti, bentuk geometri lainnya seperti : *nanotube*, *nanosheet* dan *nanorod* tidak kalah menarik karena memiliki sifat-sifat yang unik. Sifat listrik, magnetik, mekanik, optik dan kimia nanopartikel lebih unggul dibandingkan sifat partikel berukuran besar (*bulk*). Karakteristik partikel berukuran nano mempunyai keunggulan karena dua alasan : pertama *surface area* yang besar, dimana hal ini dapat meningkatkan reaktifitas kimia dan kekuatan sifat elektrik, dan kedua adalah efek kuantum yang mendominasi bahan dari nanoscale terutama pada pengaruh optikal dan sifat magnetik material (Abdullah, 2009)

Beberapa nanomaterial semikonduktor yang sering dibuat dalam bentuk nanopartikel adalah *titanium dioxide* ( $\text{TiO}_2$ ), *zinc oxide* ( $\text{ZnO}$ ), *copper indium selenium* ( $\text{CuInSe}_2$ ), *cadmium telluride* ( $\text{CdTe}$ ), *galium nitrat* ( $\text{GaN}$ ) dan *zinc*



*selenium* (ZnSe). Dari beberapa material tersebut, ZnO banyak diteliti karena relatif murah, tahan terhadap suhu tinggi dan memiliki resistansi termal tinggi (Nugroho, 2014). ZnO juga merupakan senyawa yang dapat dibuat dalam bentuk satu dimensi (*rod, tube, wire* dan *nail*), dua dimensi (*sheet, hexagon, tower* dan *comb*) dan tiga dimensi (*flower*) (Zhang dkk., 2007).

ZnO adalah material semikonduktor multifungsi dengan energi ikat eksiton yang besar (60 meV) pada suhu ruang, tidak beracun, transparan pada rentang cahaya tampak, serta memiliki karakteristik absorpsi sinar UV yang besar (Yuwono dan Dharma, 2011; Caglar dkk., 2009). Selain itu, ZnO memiliki *band gap* yang lebar yakni 3,3 eV (Pearton dkk., 2004), resistivitas yang tinggi yaitu  $10^{-4} - 10^{12} \Omega\text{cm}$  (Wang dkk., 2005), dan mobilitas elektron yang tinggi sebesar  $200 \text{ cm}^2\text{v}^{-1}\text{s}^{-1}$  (Bacaksiz dkk., 2008). ZnO banyak digunakan sebagai perangkat optoelektronik, seperti : *microwave absorber, light emitting diode* (LED), *optical switches, solar cells, chemical sensors* dan *field effect transistor*.

Berbagai metode dapat digunakan untuk mensintesis nanopartikel ZnO berkualitas tinggi. Secara umum metode tersebut terbagi dua yaitu proses fasa uap (*vapor-phase process*) dan proses kimia basah (*wet chemical process*) (Hu dkk., 2010). Proses fasa uap seperti *spray pyrolysis* (Benramache dkk., 2013), *radio frequency magnetron sputtering* (Nagaraja dkk., 2013) dan *chemical vapor deposition* (CVD) (Zhong dkk., 2012) menghasilkan nanorod ZnO berkualitas tinggi, namun memerlukan peralatan yang rumit dan mahal. Untuk melakukan sintesis dengan proses tersebut dibutuhkan kondisi-kondisi tertentu seperti suhu tinggi ( $\geq 400 \text{ }^\circ\text{C}$ ), tekanan rendah (vakum) dan kontrol kelembaban yang baik.

Kondisi yang cukup rumit ini mengakibatkan sulitnya dilakukan fabrikasi massal nanorod ZnO dengan metode tersebut.

Proses kimia basah seperti sol-gel (Cui dkk., 2013), hidrotermal (Kiomarsipour dan Razavi, 2013), *spin coating* (Karak dkk., 2013), atau *electrodeposition* (Fujimoto dkk., 2013) sekarang ini dianggap lebih menjanjikan untuk fabrikasi nanorod ZnO dalam skala besar. Metode tersebut relatif murah, ramah lingkungan dan dapat dilakukan pada suhu relatif rendah (Zhong dkk., 2012 ; Yang dkk., 2008). Rendahnya suhu proses tersebut seringkali berakibat pada rendahnya kristalinitas nanostruktur ZnO yang dihasilkan. Yuwono dan Dharma (2011) mensintesis nanorod ZnO menggunakan metode sol-gel dengan memvariasikan konsentrasi *Polyethylene Glycol* (PEG) menemukan bahwa panjang dan diameter nanorod meningkat secara linear terhadap suhu 75 °C dari 157–464 nm. PEG sayangnya kurang cocok untuk digunakan pada metode hidrotermal karena mudah menguap.

Metode hidrotermal memungkinkan kontrol atas pertumbuhan kristalit pada suhu rendah dan tanpa memerlukan peralatan canggih dan mahal, sehingga memungkinkan produksi nanorod ZnO dalam skala besar. Polsongkram dkk (2018) menemukan bahwa diameter nanorod ZnO yang dihasilkan menggunakan metode hidrotermal turun secara eksponensial dari 5 µm – 100 nm ketika suhu divariasikan 60 – 95 °C.

*Hexamethylene-tetramine* (HMTA) memang sudah lazim digunakan dalam proses sintesis nanorod ZnO (Feng dkk., 2015). Hingga saat ini belum ada penelitian tentang pengaruh konsentrasi HMTA terhadap geometri dan

kristalinitas nanorod ZnO. Pada penelitian ini nanorod ZnO akan disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan memvariasikan HMTA dan menganalisis pengaruhnya terhadap geometri dan tingkat kristalinitas nanorod ZnO. HMTA dipilih karena berperan sebagai pengontrol larutan prekursor sehingga diharapkan dapat menentukan ukuran dan meningkatkan kristalinitas nanorod ZnO yang dihasilkan.

### 1.2 Tujuan dan Manfaat Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa pengaruh konsentrasi HMTA terhadap ukuran geometri dan tingkat kristalinitas nanorod ZnO. Dari penelitian ini diharapkan didapatkan cara untuk mengontrol ukuran geometri dan kristalinitas ZnO dengan menggunakan variasi konsentrasi pelarut yang tepat.

### 1.3 Ruang Lingkup dan Batasan Masalah

Penelitian ini dibatasi sebagai berikut :

1. Sintesis nanorod ZnO dilakukan menggunakan metode hidrotermal.
2. Rasio konsentrasi *Zinc Nitrate* terhadap HMTA divariasikan 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:5.
3. Sampel dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitas nanorod ZnO dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk melihat morfologi dan ukuran nanorod ZnO.

## BAB II LANDASAN TEORI

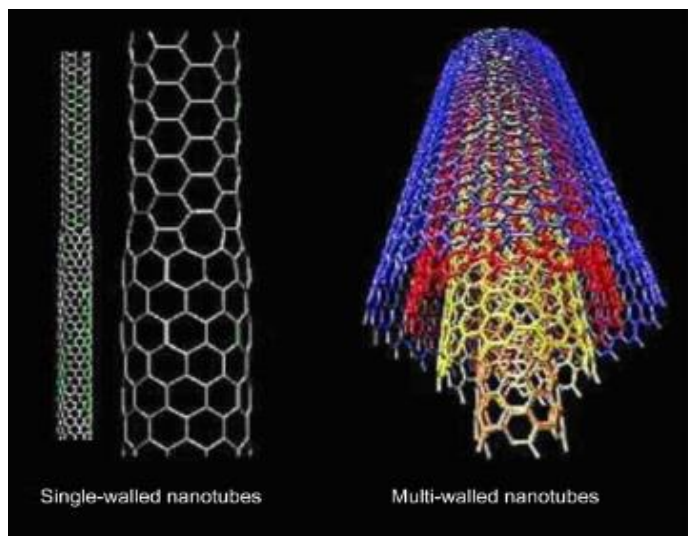
### 2.1 Nanosains dan nanoteknologi

Nanosains dan nanoteknologi adalah ilmu yang mempelajari tentang desain, karakterisasi, produksi dan aplikasi dari struktur, instrumen dan sistem berukuran nanometer (Yuwono dan Dharma, 2011). Dalam terminologi ilmiah, *nano* berarti  $10^{-9}$  (0,000000001), sehingga satu nanometer berarti seper-satu miliar meter. Nanosains dan nanoteknologi bertujuan untuk mengembangkan teknologi berbasis material berukuran nanometer. Material yang memiliki ukuran nanometer memiliki sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dibandingkan material berukuran besar (*bulk*). Disamping itu, nanomaterial dapat pula memiliki sifat yang tidak ditemukan pada material berukuran besar. Sifat material berukuran nanometer dapat dikontrol melalui : ukuran, komposisi kimiawi, fungsionalisasi permukaan dan pengontrolan interaksi antar partikel (Abdullah, 2009).

Riset nanomaterial tidak hanya terbatas pada nanopartikel, tetapi juga nanostruktur. Nanostruktur adalah material yang tersusun atas bagian-bagian kecil dimana tiap-tiap bagian berukuran kurang dari 100 nanometer. Walaupun nanostruktur berukuran besar, sifat bagian-bagian penyusunnya tetap dipertahankan. Material nanostruktur dibagi atas beberapa macam, yaitu : *nanotubes*, *nanosheets* dan *nanorods*.

### 2.1.1 Nanotubes

*Nanotubes* adalah material berbentuk silinder dengan ketebalan kulit silinder kurang dari 100 nm. Contoh yang paling terkenal adalah *carbon nanotube* (CNT) dimana kulit silindernya berupa satu atau beberapa lapis atom karbon (Gambar 2.1). *Nanotubes* lain yang berhasil dibuat adalah boron nitrida (BN) *nanotubes* yang kulitnya terdiri dari beberapa atom boron dan nitrogen.



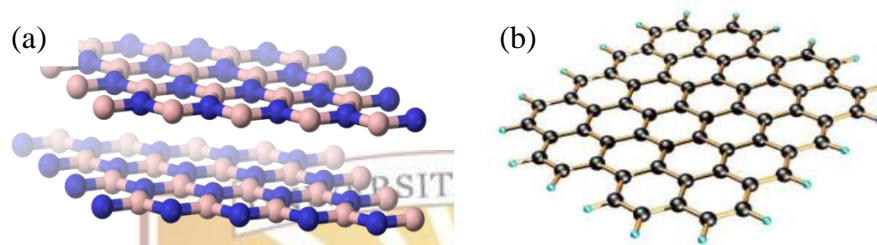
Gambar 2.1 Struktur *single-walled* dan *multi-walled nanotubes*

(Sumber : Dahman, 2017)

CNT dapat dikategorikan lebih spesifik sebagai *nanowire* karena panjangnya jauh lebih besar dari diameternya. Karakteristik khusus dari *nanowire* adalah elektron hanya dapat bergerak dalam satu dimensi saja. Konduktivitas *nanowire* biasanya rendah (dibandingkan material *bulk*) karena terjadinya *edge effect* akibat adanya atom-atom yang tidak terikat secara sempurna atau bahkan tidak terikat sama sekali (*unbounded atom*) di permukaan *nanowire*. Pada CNT, atom-atomnya terikat secara sempurna sehingga tidak ditemukan fenomena *edge effect* ini, akibatnya CNT memiliki konduktivitas sayat tinggi.

### 2.1.2 Nanosheets

*Nanosheet* adalah material berbentuk lembaran dengan ketebalan kurang dari 100 nm. *Nanosheets* memiliki panjang yang hampir sama dengan lebar yaitu dalam orde ratusan nanometer hingga beberapa mikrometer (Gambar 2.2(a)).



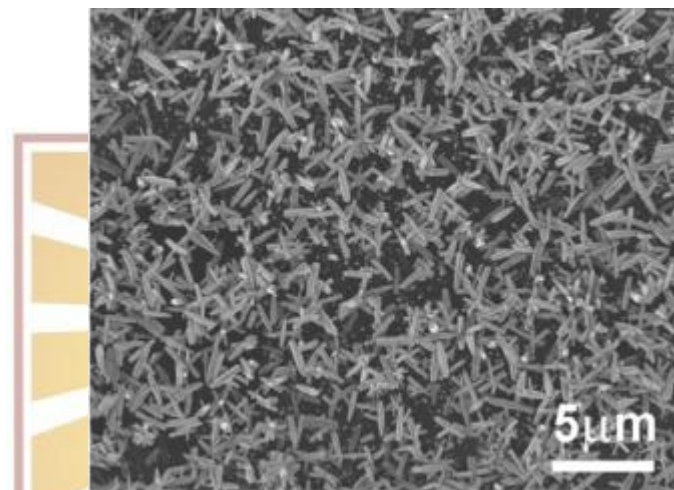
Gambar 2.2 (a) Struktur *nanosheets* pada boron nitride, (b) Struktur *graphene*  
(Sumber : Abdullah, 2009; Fathia, 2018)

Contoh dari *nanosheets* adalah *graphene*. *Graphene* tersusun atas kristal tunggal dengan kisi segi enam (*hexagonal*) dan basis atom karbon. Karakteristik *graphene* sama seperti karbon aktif sehingga susunan kisinya seperti penyaring atau bisa dikatakan mirip lembaran, namun begitu karbon aktif lebih berfungsi sebagai filter cairan berbeda dengan *graphene* yang banyak digunakan karena sifat fisis, mekanik dan elektriknya yang lebih baik dari material lain. Setiap atom karbon pada *graphene* memiliki satu ikatan sigma diantara tiga atom tetangganya sehingga menyebabkan adanya ikatan yang kuat seperti diperlihatkan pada Gambar 2.2(b).

Jarak antara lembar *graphene* dengan lembaran yang lainnya yang atomnya berikatan kovalen antar lembar adalah 0,335 nm, sedangkan jarak antar lembar *graphene* yang sejajar adalah 0,67 nm. Panjang ikatan kovalen rangkap antar atom C pada lembar *graphene* adalah 0,142 nm (Fathia, 2018).

### 2.1.3 Nanorods

*Nanorods* adalah material semacam kawat atau silinder yang memiliki diameter berkisar 1-100 nm. Standar rasio aspek (panjang dibagi dengan lebar) adalah 3-5 seperti pada Gambar 2.3. *Nanorods* biasanya disintesis dari material logam atau semikonduktor.



Gambar 2.3 Citra SEM *nanorod* ZnO  
(Sumber : Polsongkram dkk., 2008)

Nanorod dihasilkan dari proses sintesis kimiawi. Salah satu hal yang sangat diperhatikan dalam pengembangan nanostruktur adalah pengaturan sifat-sifat material melalui modifikasi ukuran nanostruktur. Ukuran nanorod dapat dikontrol dengan memberikan perlakuan spesifik pada saat proses sintesis seperti: metode, temperatur, pH, konsentrasi, dan lain-lain.

Nanorod yang tersusun teratur dan mempunyai dimensi yang sangat kecil sangat potensial untuk meningkatkan sifat fotokatalitik dan efisiensi fotovoltaiik. Selain itu, nanorod juga memiliki aplikasi pada bidang optik, elektronik, piezoelektrik dan sensor.

## 2.2 ZnO

ZnO adalah salah satu semikonduktor golongan II-VI dengan tingkat ionitas berada pada ambang batas antara semikonduktor ionik dan kovalen. ZnO memiliki celah pita energi langsung (*direct band gap*) sebesar 3,3 eV. ZnO memiliki energi ikat eksiton yang kuat yaitu 60 meV, nilai tersebut merupakan yang tertinggi dibandingkan semikonduktor lain. Material dengan energi celah pita yang lebar bersifat transparan terhadap cahaya tampak tetapi menyerap sinar UV. Tabel 2.1 menunjukkan karakteristik ZnO.

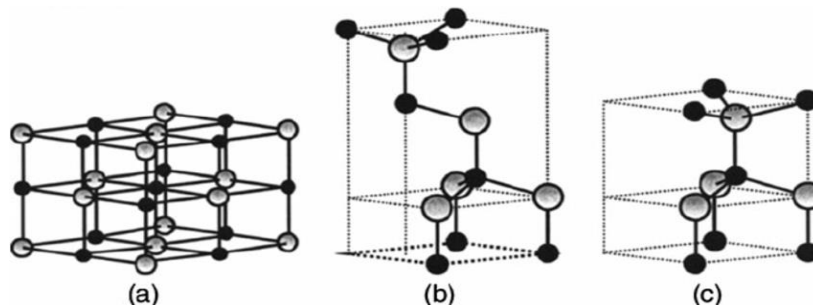
Tabel 2.1 Karakteristik ZnO

Rumus Molekul	ZnO
Massa molar (berat molekul)	81,408 g/mol
Penampilan	Padatan putih
Bau	Tidak berbau
Kepadatan	5,606 g/cm <sup>3</sup>
Titik lebur ( <i>melting point</i> )	1975 °C
Titik didih ( <i>boiling point</i> )	2630 °C
Kelarutan dalam air	0,16 mg/100 ml (30 °C)
<i>Band gap</i>	3,3 eV
Indeks bias	2,0041

(Sumber : Witjaksono, 2011)

Secara umum, ZnO memiliki dua sistem kristal yaitu heksagonal dan kubus. Sistem kristal ZnO heksagonal dikenal sebagai *wurtzite*, sedangkan sistem kubik terbagi menjadi dua yaitu struktur *zinblend* dan *rocksalt* seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.4. *Wurtzite* merupakan truktur yang paling stabil pada suhu ruang. Struktur *zinblend* hanya stabil jika ditumbuhkan pada medium yang memiliki struktur kubik, sedangkan struktur *rocksalt* hanya terbentuk pada tekanan di atas 10 GPa.





Gambar 2.4 Struktur kristal ZnO, (a) *rocksalt*, (b) *zincblende*, dan (c) *wurtzite*  
(Sumber : Rahman, 2011)

ZnO mengalami deformasi plastis pada beban yang cukup rendah, yaitu 4-13 mN dengan jarak *spherical indenter* sebesar 4,2 mm. Nilai kekerasan ( $H$ ) dan Modulus Young ( $E$ ) ZnO berturut-turut adalah sebesar  $5,0 \pm 0,1$  GPa dan  $111,2 \pm 4,7$  GPa. Untuk ZnO polikristalin, nilai  $H$  dan  $E$  yang terukur dalam kisaran 1,5 – 12 GPa dan 40 – 120 GPa. ZnO juga diketahui memiliki kapasitas dan konduktivitas panas yang tinggi dan koefisien ekspansi termal yang rendah (Özgür dkk, 2015). Beberapa sifat-sifat fisis lain dari nanostruktur ZnO dapat dilihat pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Sifat-sifat fisis nanostruktur ZnO

Sifat Fisis	Nilai
Konstanta kisi ( $T = 300\text{K}$ )	$a = b = 0,32$ nm $c = 0,52$ nm
Densitas	$5,61$ g/cm <sup>3</sup>
Titik leleh	2248 K
Konstanta dielektrik relatif	8,66
Energi celah pita	3,37 eV, <i>direct</i>
Energi ikat eksiton	60 meV
Massa efektif elektron	0,24
Mobilitas elektron ( $T = 300\text{K}$ )	$200$ cm <sup>2</sup> /Vs
Massa efektif <i>hole</i>	0,59
Mobilitas <i>hole</i> ( $T = 300\text{K}$ )	5-5- cm <sup>2</sup> /Vs

(Sumber : Fan dan Lu, 2005)

ZnO merupakan *direct semiconductor*, dengan energi minimum pita konduksi berada tepat di atas energi maksimum pita valensi. Hal ini berbeda dengan *indirect semiconductor*. Pada *indirect semiconductor*, energi minimum pita konduksi tidak berada tepat di atas energi maksimum pita energi. Material *direct semiconductor* memiliki absorpsi cahaya yang tinggi dibandingkan *indirect semiconductor* (Goetzberger dan Hoffman, 2005).

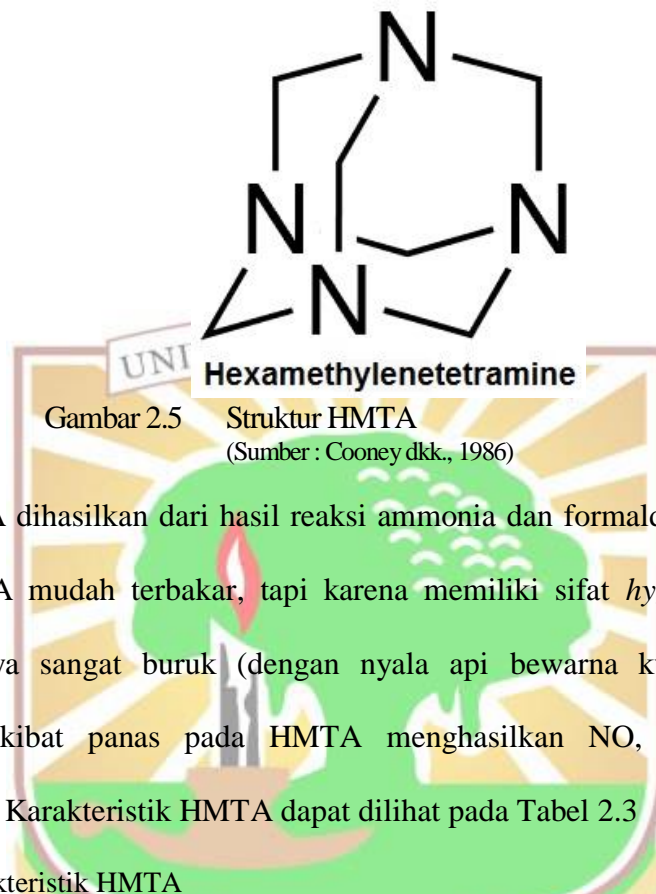
Sifat optis dari suatu semikonduktor dipengaruhi oleh efek intrinsik dan ekstrinsik. Efek intrinsik terjadi pada elektron dalam pita konduksi dan *hole* pada pita valensi, dan juga oleh efek eksitonik yang terjadi karena interaksi Coulomb. Sedangkan efek ekstrinsik terjadi karena adanya cacat atau penambahan *dopant* pada semikonduktor (Özgür dkk., 2015)

Secara natural, ZnO dengan struktur *wurtzite* merupakan semikonduktor tipe-*n*. Sifat elektrik dan optisnya dipengaruhi dua cacat titik (*point defect*) pada strukturnya, yaitu kekosongan oksigen (*oxygen vacancy*) dan cacat intersisi seng (*Zn interstitial*). Cacat pada kristal ZnO dapat ditentukan berdasarkan kondisi tekanan parsial seng ( $p_{O_2}$  dan  $p_{Zn}$ ). *Oxygen vacancy* lebih mudah terjadi pada suasana reduksi kuat dalam suhu tinggi. Sebaliknya *Zn interstitial* akan lebih banyak terjadi ketika kristal terekspos dalam suasana uap Zn berlebih (Özgür dkk, 2015).

### 2.3 Hexamethylene-tetramine (HMTA)

HMTA merupakan senyawa *heterocyclic* organik dengan rumus kimia  $C_6H_{12}N_4$  (Gambar 2.5). Senyawa ini berbentuk kristal berwarna putih, mudah larut pada air atau pelarut organik polar dan tidak berbau. HMTA biasanya

digunakan untuk mensintesis senyawa kimia lain seperti : plastik, obat-obatan dan karet aditif.



Gambar 2.5 Struktur HMTA  
(Sumber : Cooney dkk., 1986)

HMTA dihasilkan dari hasil reaksi ammonia dan formaldehida pada fasa cairan. HMTA mudah terbakar, tapi karena memiliki sifat *hygroscopic* alami pembakarannya sangat buruk (dengan nyala api bewarna kuning-kebiruan). Penguraian akibat panas pada HMTA menghasilkan NO, CO, CO<sub>2</sub> dan formaldehida Karakteristik HMTA dapat dilihat pada Tabel 2.3

Tabel 2.3 Karakteristik HMTA

Rumus Molekul	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub>
Massa molar (berat molekul)	140,186 g/mol
Penampilan	Padatan kristal putih
Kepadatan	1,33 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Kalor pembentukan	28,8 kcal/mol
Kalor pembakaran	1003 kcal/mol
Titik lebur ( <i>melting point</i> )	280 °C
Kelarutan dalam air	0,667 g/mL
Keasaman (pK <sub>a</sub> )	4,89

(Sumber : Dreyfors dkk., 2010)

## 2.4 Metode Sintesis ZnO nanorod

Berbagai metode sintesis struktur nano ZnO telah dikembangkan, diantaranya *high-temperature vapour-phase deposition techniques (physical and*

*chemical vapor-phase deposition*), *laser ablation* dan *solution method*. Metode tersebut memiliki keunggulan dan kelemahan masing-masing. Pemilihan metode untuk mensintesis ZnO nanostruktur didasarkan atas aplikasi yang diinginkan. Pada aplikasi di bidang elektronika dibutuhkan ZnO nanorod yang ditumbuhkan pada substrat yang nantinya akan dilakukan proses litografi. Namun pada aplikasi lain, dibutuhkan ZnO nanorod dalam bentuk yang berbeda. Beberapa metode telah berhasil dalam menciptakan nanostruktur satu dimensi (1D), yaitu *physical vapor deposition* (PVD), sol-gel dan hidrotermal.

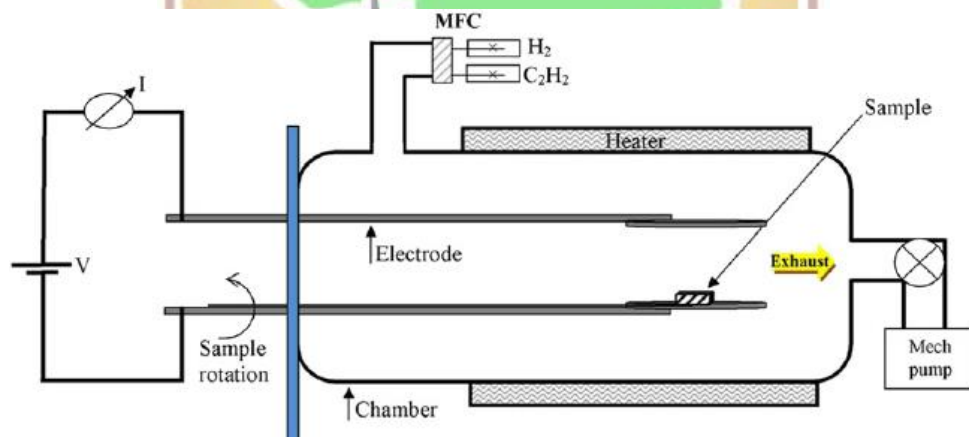
#### **2.4.1 Physical Vapor Deposition (PVD)**

PVD adalah bagian dari *Vacuum coating technology*, yaitu istilah umum yang digunakan untuk mengendapkan lapisan pada permukaan material menggunakan senyawa yang berbeda secara struktur kimia dan sifatnya. PVD melibatkan pembentukan lapisan *coating* pada permukaan material dengan prinsip deposisi atau pengendapan secara fisik partikel-partikel atom, ion atau molekul dari bahan pelapis/*coating*. Terdapat tiga teknik untuk melakukan proses PVD, yaitu :

1. *Thermal evaporation* adalah proses dimana material sumber dipanaskan pada suhu tinggi dan keadaan vakum sehingga atom-atom bisa menguap dan kemudian mengendap pada material yang ingin dilapisi/*coating*.
2. *Sputtering* adalah proses pelapisan yang memanfaatkan ion-ion atau atom argon berenergi tinggi. Benturan atom argon mampu mengeluarkan atom target yang kemudian menuju logam yang akan dilapisi (substrat). Target dan substrat diletakkan saling berhadapan di dalam *chamber*.

3. *Ion plating*, prinsip dasarnya sama seperti proses *evaporation*. Pada proses ini sumber pelapisnya berasal dari kawat yang dijadikan sebagai anoda, sedangkan material yang akan dilapisi akan menjadi katoda. Sumber DC dengan tegangan antara -500 hingga -5000 V, mengakibatkan atom bergerak cepat menuju ke substrat dan menghasilkan lapisan yang rapat dan kuat.

Proses PVD membutuhkan suhu yang tinggi untuk melakukan proses evaporasi pada material dasar untuk disublimkan pada material substrat di bawah pengaruh aliran gas *inert*. Metode ini akan menghasilkan nanostruktur ZnO melalui evaporasi bubuk Zn, atau campuran antara Zn dengan material lain seperti Selenium (Se), maupun campuran antara ZnO dengan grafit, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Skema proses PVD  
(Sumber : Youngjo dkk., 2005)

Pada proses sintesis tersebut, uap dari material basis diarahkan ke substrat dengan bantuan gas argon, atau campuran antara gas argon dengan oksigen dan hidrogen. Metode ini biasanya membutuhkan prekursor seperti *diethyl zinc* ( $Zn(C_2H_5)_2$ ) atau *zinc acetylacetonate hydrate* ( $Zn(C_5H_7O_2) \cdot xH_2O$ ).

Kelebihan dari proses ini adalah: proses dapat dikontrol dengan mudah, temperatur deposisi yang rendah, hasil lapisan yang rapat dan baik. Sedangkan kekurangannya yaitu proses vakum yang membutuhkan biaya yang besar, ukuran komponen yang dapat dilapisi terbatas, serta laju pelapisan yang rendah.

#### **2.4.2 Wet Chemical**

*Wet chemical* atau juga dikenal dengan metode kimia basah merupakan salah satu metode yang banyak digunakan untuk mensintesis nanopartikel. Metode ini dinamakan kimia basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Keistimewaan dari metode kimia basah adalah kemampuan untuk mengontrol mekanisme dan kinetika dari tiap-tiap tahapan reaksi kimia yang terjadi. Dengan kata lain, pengontrolan dan modifikasi setiap tahapan dalam metode kimia basah dapat mempengaruhi bentuk akhir dari material yang dihasilkan. Metode kimia basah dapat dilakukan pada suhu rendah menggunakan peralatan dan proses yang sederhana.

Beberapa metode kimia basah yang umum dilakukan untuk mensintesis nanopartikel adalah kopresipitasi, sol-gel, mikroemulsi, hidrotermal/solvotermal dan *templated synthesis* (menggunakan cetakan). Diantara beberapa metode tersebut metode sol-gel dan hidrotermal merupakan metode favorit, karena menghasilkan ukuran partikel lebih kecil dengan tingkat kristalinitas tinggi, biayanya murah dan menggunakan proses temperatur rendah.

Metode kopresipitasi mensintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu material secara bersama-sama ke dalam wadah yang sama. Beberapa zat umum yang digunakan sebagai pengendap dalam

kopresipitasi adalah hidrosida, karbonat, sulfat dan oksalat. Metode kopresipitasi mempunyai beberapa kekurangan, yaitu : kurang sesuai untuk pembuatan material dengan tingkat kristalinitas yang tinggi, tidak berjalan dengan baik bila reaktannya mempunyai tingkat kelarutan yang berbeda, dan tidak memiliki kondisi sintesis yang universal dalam beberapa pembentukan tingkat oksida logam.

Pada metode sol-gel, sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan, sedangkan gel (*gelation*) adalah suspensi koloid yang cairannya sudah bercampur dengan padatan (berbentuk padat namun masih mengandung air). Metode sol-gel cocok untuk preparasi lapisan tipis dan material berbentuk serbuk. Ada beberapa tahapan dalam sol-gel yaitu :

1. Hidrolisis, prekursor yang digunakan akan dilarutkan dalam alkohol dan akan terhidrolisis dengan penambahan air. Semakin banyak air yang ditambahkan akan mengakibatkan proses hidrolisis semakin cepat sehingga proses gelasi akan semakin cepat. Atas dasar inilah, pada beberapa proses hidrolisis digunakan asam yang berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat proses hidrolisis.
2. Kondensasi, yaitu tahapan transisi dari sol menjadi gel. Molekul-molekul yang mengalami kondensasi akan saling bergabung sehingga menghasilkan molekul gel yang mempunyai kerapatan massa yang besar dan menghasilkan kristal logam oksida.

3. *Aging*, merupakan tahap pematangan dari gel yang telah terbentuk dari proses kondensasi. Proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan.
4. Pengeringan, yaitu proses penguapan pelarut yang digunakan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

#### 2.4.3 Hidrotermal

Hidrotermal adalah sebuah proses merubah struktur kristal dan membentuk material nanostruktur melalui reaksi fase tunggal atau heterogen dalam sebuah media cairan pada suhu diatas 25 °C dan tekanan diatas 100 kPa. Ketika sebuah pelarut (dan zat terlarut) dipanaskan, maka proses sintesis berlangsung pada tekanan saturasi uap tersebut pada suhu dan komposisi larutan.

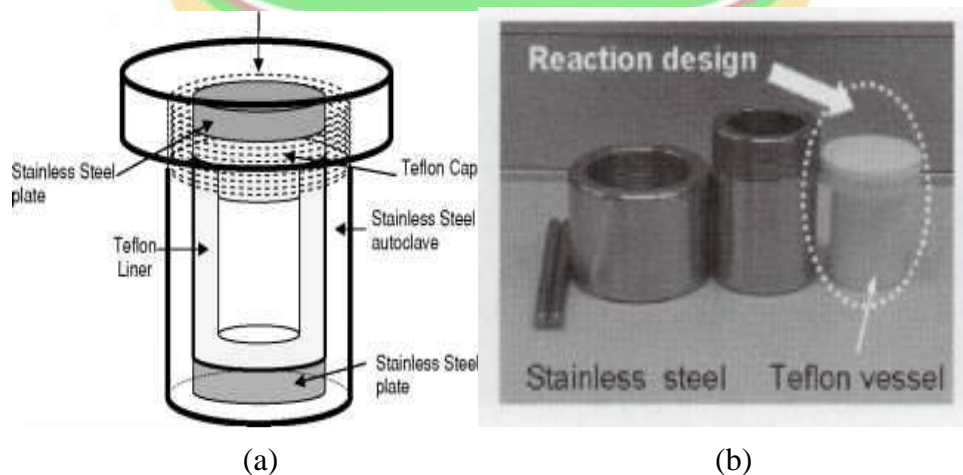
Desain reaktor harus dilakukan sedemikian rupa, sehingga proses reaksi dalam tabung berlangsung maksimum dengan korosi yang minimum. Sintesis bahan melalui metode hidrotermal lebih baik dibandingkan dengan metode-metode konvensional. Bahan keramik dengan berbagai bentuk seperti : bubuk, fiber, *single crystal*, pelapisan logam dengan keramik dapat disintesis. Metode hidrotermal memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode lain antara lain :

- Nanopartikel terbentuk langsung dari larutan.
- Bahan yang terbentuk dapat berupa *anhydrous*, kristal atau amorf, tergantung pada temperatur.
- Ukuran partikel dapat dikontrol melalui suhu hidrotermal.



- Bentuk partikel dapat dikontrol dengan prekursor awal.
- Stoikiometri kimiawi dapat dikontrol dengan volume larutan.
- Bahan yang dihasilkan saat proses *sintering* lebih reaktif dibandingkan metode lain.
- Serbuk yang dihasilkan tidak memerlukan proses penggerusan dan kalsinasi.
- Proses sintesis dapat dilakukan pada suhu rendah.
- Selain preparasi bahan organik dapat juga digunakan untuk preparasi komposit dan hibrid.
- Dapat digunakan untuk preparasi bahan yang memiliki tekanan uap yang tinggi.

Walaupun demikian, metode hidrotermal tetap memiliki beberapa kekurangan, diantaranya membutuhkan pengalaman dalam menggunakannya dan benih atau “*seed*” sangat menentukan bagaimana kristal tumbuh.



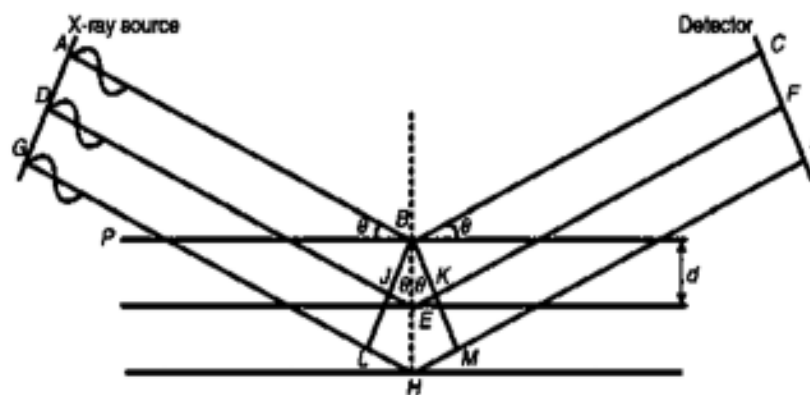
Gambar 2.7 Metode Hidrotermal : (a) Skema hidrotermal, (b) Satu set *autoclave* (Sumber : Adachi dan Lockwood, 2006)

Proses hidrotermal umumnya dilakukan pada *autoclave*, untuk mendapatkan suhu dan tekanan kerja yang sesuai. Bagan umum dari sebuah *autoclave* dapat dilihat pada Gambar 2.7.

*Stainless-steel shell* merupakan bejana yang cukup tebal yang berfungsi untuk menahan tekanan selama proses berlangsung. Sedangkan untuk bejana di dalamnya digunakan dari bahan *inert* berupa unsur karbon.

## 2.5 X-ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan teknik analisis yang digunakan untuk mengetahui fasa kristalin meliputi struktur kristal, ukuran partikel bahan seperti keramik, polimer, komposit dan lain lain. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang ( $\lambda$ ) berkisar antara 10 pm hingga 100 nm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. XRD dapat digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan yaitu dengan membandingkan nilai jarak  $d$  (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar ( $2\theta$ ) yang disebabkan oleh sinar-X yang ditembakkan pada bahan tersebut (Gambar 2.8).



Gambar 2.8 Skema difraksi sinar-X  
(Sumber : Wulandari, 2016)

Analisis menggunakan XRD digunakan untuk menentukan sistem kristal suatu material. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg yaitu nilai dua kali sudut difraksi ( $2\theta$ ) berbanding lurus dengan nilai jarak antar kisinya ( $d$ ) dalam kristal tersebut, sesuai dengan persamaan Bragg (pers. 2.1) :

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \quad (2.1)$$

dengan :

$d_{hkl}$  = jarak antar bidang miller hkl pada kisi kristal

$\theta$  = sudut difraksi

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

Difraksi sinar-X ini hanya akan terjadi pada sudut kristal tertentu dengan pola difraksi yang tertentu juga. Pengukuran secara kuantitatif relatif dapat dilakukan dengan membandingkan jumlah puncak pada sudut-sudut tertentu dengan jumlah tinggi puncak pada sampel standar.

Analisis kristalinitas suatu senyawa dapat digunakan metode Debye-Scherrer, yaitu hubungan antara ukuran kristalit dengan ukuran puncak difraksi sinar-X dapat diaproksimasi dengan persamaan Scherrer (pers. 2.2) :

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.2)$$

dengan :

$D$  = ukuran (diameter) kristalit

$K$  = faktor bentuk (0,89)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

$\theta$  = sudut Bragg

$B$  = pelebaran puncak difraksi sampel

Dislokasi pada kristal merupakan pergeseran atau pergerakan atom-atom di dalam sistem kristal akibat tegangan mekanik yang dapat menciptakan deformasi plastis (perubahan dimensi secara permanen). Besarnya densitas dislokasi dapat diestimasi dengan persamaan (2.3) :

$$\delta = \frac{1}{D^2} \quad (2.3)$$

dengan :

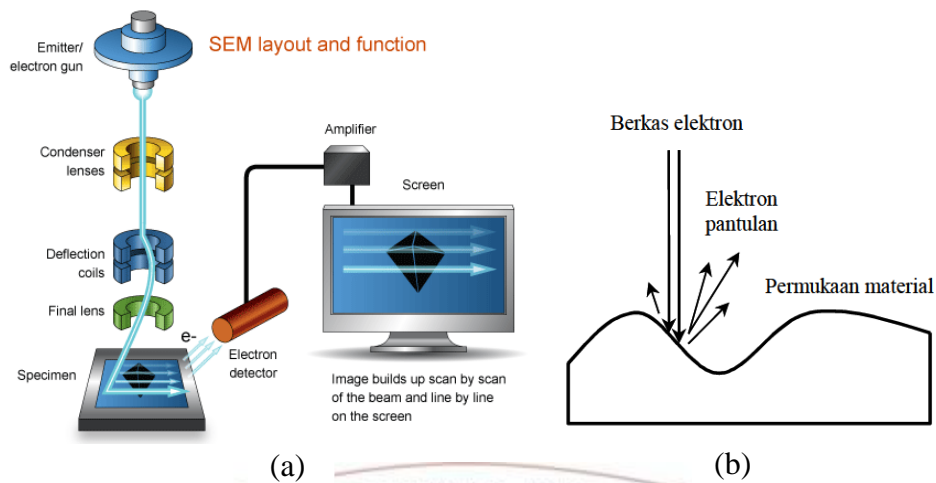
$D$  = diameter kristalit

$\delta$  = densitas dislokasi

Pola difraksi yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif yang bervariasi sepanjang nilai  $2\theta$  tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter, dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikiansangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda.

## 2.6 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Gambar 2.9 memperlihatkan skema peralatan SEM.



Gambar 2.9 (a) Skema peralatan SEM, (b) Skema SEM berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material (Sumber : Abdullah, 2009)

Berkas elektron yang dipancarkan dari *electron gun* difokuskan pada permukaan sampel oleh lensa elektron (*electron lens*). Jumlah total elektron yang mencapai permukaan sampel adalah selisih antara total elektron yang dipancarkan dengan total elektron yang terhalang oleh celah pada jalur berkas. Jumlah elektron yang mengenai sampel per satuan luas ditentukan oleh diameter probe elektron.

Karena bermuatan, maka interaksi elektron dengan sampel merupakan interaksi kuat (interaksi *coulomb*). Ketika berkas elektron mengenai sampel maka terjadi penghamburan oleh atom yang dekat lapisan permukaan sampel. Akibatnya arah gerak elektron berubah dan sebagian energinya hilang.

Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor dalam di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang

dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan. Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra permukaan yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron.



## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Agustus 2018 sampai Maret 2019. Pembuatan sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Universitas Andalas. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) di Laboratorium Material Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang dan *Scanning Electron Microscopy* dilakukan di Laboratorium *Scanning Electron Microscope* Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Bandung

### 3.2 Bahan dan Alat Penelitian

#### 3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan adalah:

1. *Zinc nitrate* [ $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ]
2. *Hexamethylenetetramine* [ $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ ]
3. *Aquades*

#### 3.2.1 Alat Penelitian

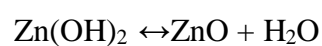
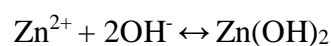
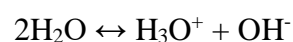
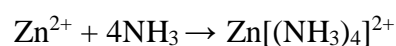
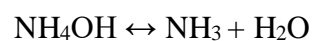
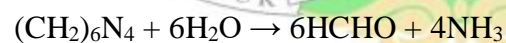
Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah:

1. Gelas ukur, digunakan untuk mengukur larutan
2. Labu erlenmeyer, digunakan sebagai tempat meletakkan sampel
3. Gelas beker, digunakan untuk melarutkan larutan sampel

4. Neraca digital, digunakan untuk mengukur massa dari bahan yang digunakan pada penelitian
5. *Magnetic Stirrer* merek IKA C-MAG HS7, digunakan untuk mengaduk larutan
6. *Oven*, digunakan untuk mengeringkan sampel
7. *Autoclave*, digunakan untuk mensterilkan sampel dengan metode hidrotermal
8. *X-Ray Diffractometer (XRD)*, digunakan untuk menentukan struktur dan ukuran kristal
9. *Scanning Electron Microscope (SEM)*, digunakan untuk mengamati morfologi permukaan sampel serta menentukan dimensi nanorod

### 3.3 Teknik Penelitian

Sintesis *nanorod* ZnO dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal (Polsongkram, 2013). Sehingga, *nanorod* ZnO terbentuk didapatkan dari persamaan kimia sebagai berikut :

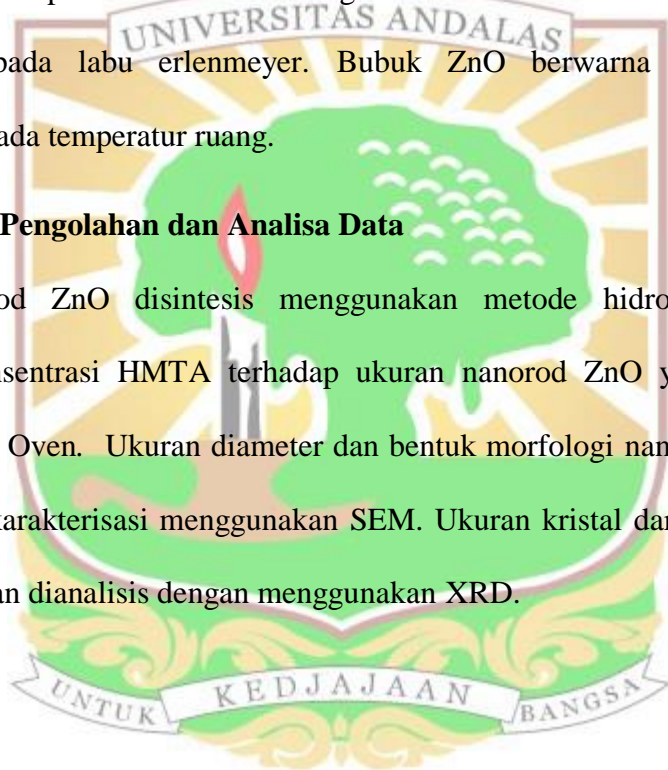




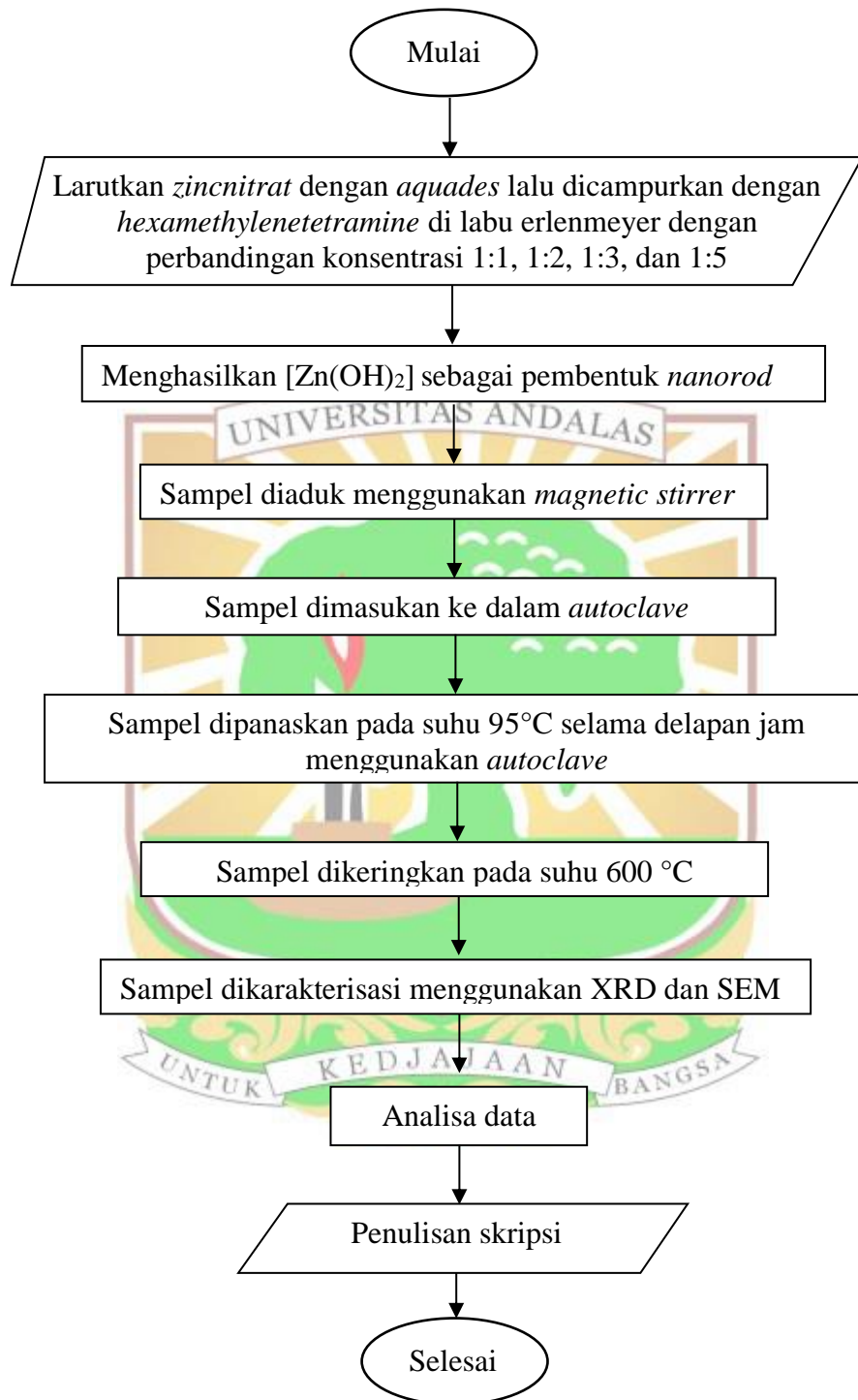
Larutan *zinc nitrate* dan larutan *Hexamethylenetetramine* diaduk menggunakan *magnetic stirrer* di labu erlenmeyer selama 30 menit dengan perbandingan konsentrasi mol larutan masing-masing 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:5. Larutan lalu dimasukkan ke dalam wadah *autoclave* lalu dipanaskan di oven pada temperatur 95 °C selama 8 jam. Kemudian, *autoclave* dibuka setelah mencapai temperatur ruangan. Larutan di dalam *autoclave* dipindahkan ke gelas erlenmeyer. Sampel diamati untuk mengetahui bubuk ZnO berwarna putih yang mengendap pada labu erlenmeyer. Bubuk ZnO berwarna putih tersebut dikeringkan pada temperatur ruang.

### **3.4 Teknik Pengolahan dan Analisa Data**

Nanorod ZnO disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan pengaruh konsentrasi HMTA terhadap ukuran nanorod ZnO yang dihasilkan menggunakan Oven. Ukuran diameter dan bentuk morfologi nanorod ZnO yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan SEM. Ukuran kristal dari nanorod ZnO yang dihasilkan dianalisis dengan menggunakan XRD.



### 3.5 Diagram Alir Penelitian

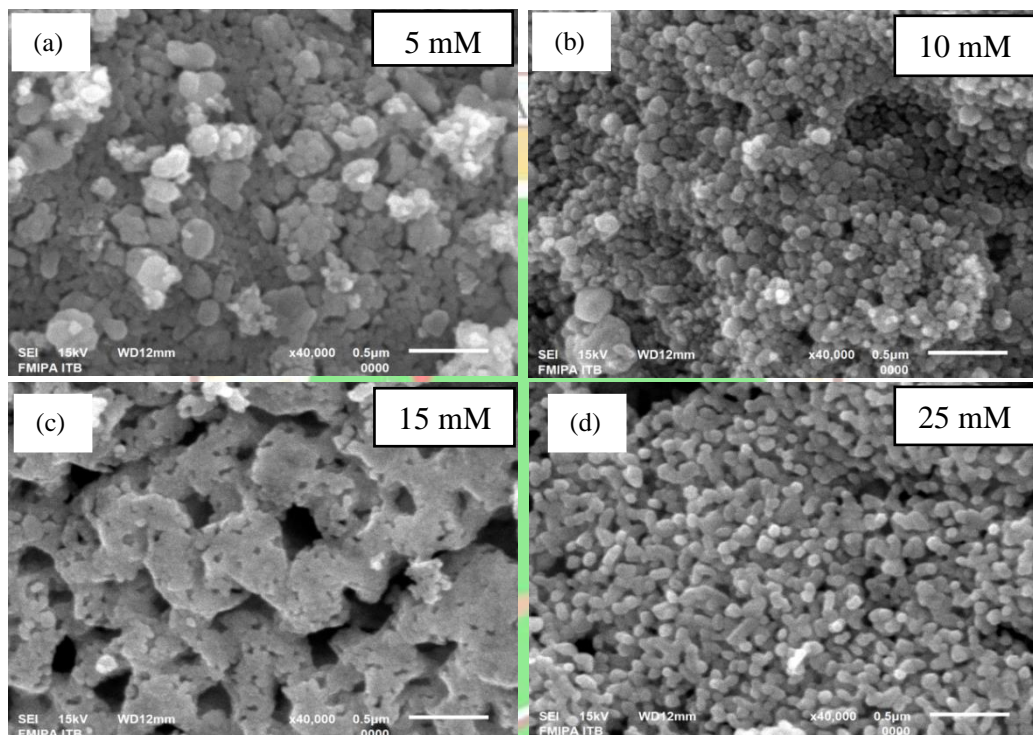


Gambar 3.1 Diagram alir sintesis ZnO *nanorod* dengan metode hidrotermal

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Morfologi dan Geometri Nanopartikel

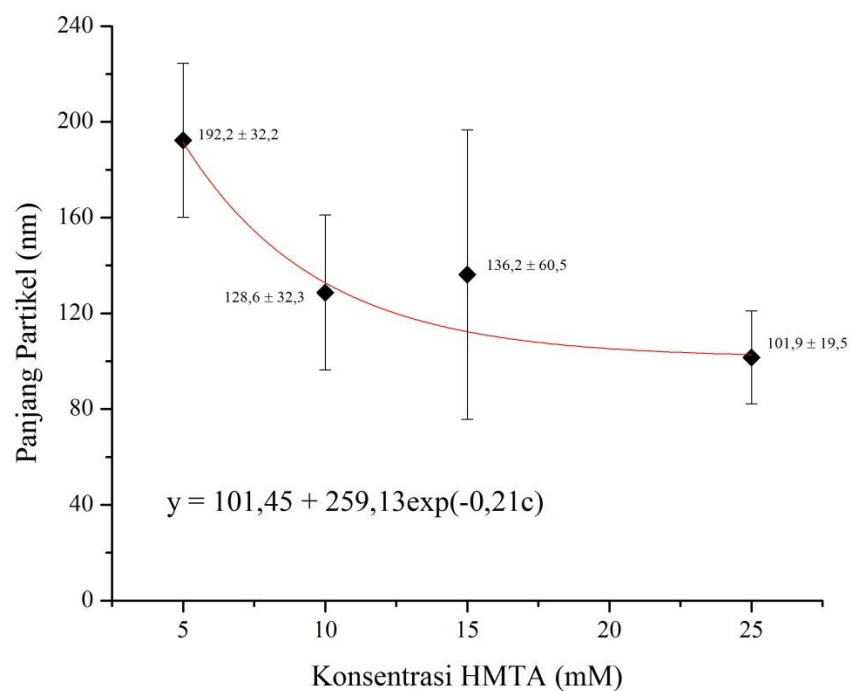
Pengaruh perbandingan konsentrasi HMTA terhadap morfologi dan ukuran nanopartikel ditentukan menggunakan SEM.



Gambar 4.1 Citra SEM sampel ZnO yang disintesis dengan konsentrasi HMTA : (a) 5 mM, (b) 10 mM, (c) 15 mM, (d) 25 mM. Perbesaran citra SEM 40.000×

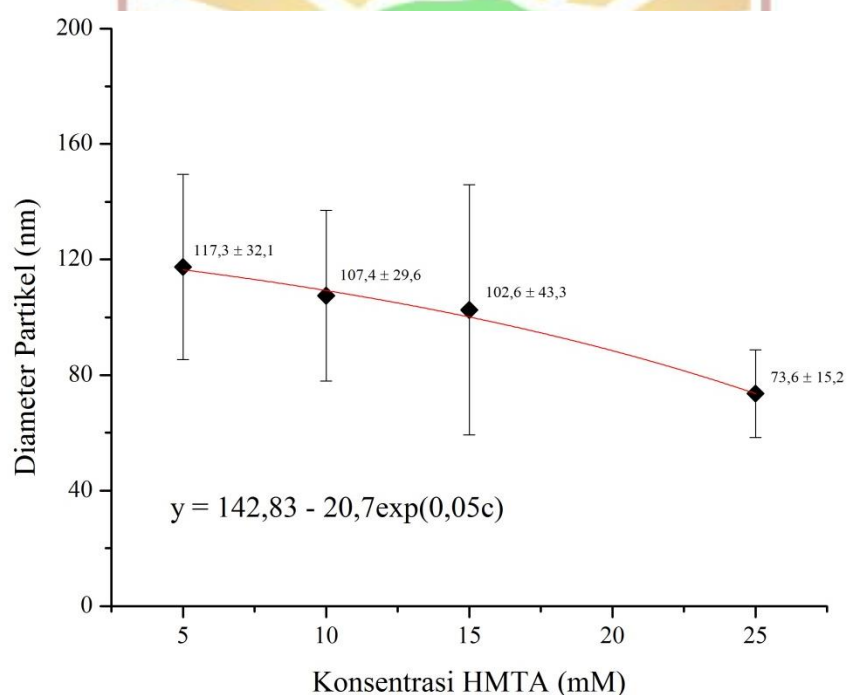
Gambar 4.1 menunjukkan hasil karakterisasi SEM ZnO yang disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan variasi konsentrasi HMTA. Gambar 4.1.a menunjukkan bahwa nanopartikel yang terbentuk masih tidak seragam, hal ini dibuktikan dengan adanya perbedaan ukuran yang signifikan pada nanopartikel yang terlihat pada gambar. Ukuran yang lebih seragam ditunjukkan

pada Gambar 4.1.b. Penambahan konsentrasi HMTA memperlihatkan bahwa mulai terbentuknya nanopartikel dengan ukuran yang lebih seragam. Gambar 4.1.c menunjukkan terjadinya aglomerasi dari sampel yang terbentuk sehingga menyebabkan nanopartikel mempunyai bentuk yang berbeda dari ketiga sampel lainnya. Aglomerasi terjadi akibat sampel dengan konsentrasi 15 mM disintesis terlebih dahulu dibandingkan sampel lainnya, sehingga sampel ini lebih lama tersimpan daripada dibandingkan lainnya. Struktur nanopartikel yang seragam terlihat pada Gambar 4.1.d dengan konsentrasi HMTA yang digunakan yaitu 25 mM (perbandingan konsentrasi 1:5). HMTA dapat masuk ke dalam proses nukleasi ZnO dan menghalangi pembentukan nanorod pada substrat dengan mencegah endapan yang homogen. Saat HMTA dicampurkan maka akan ada bentuk *rod* yang dihasilkan (Feng dkk, 2015).



Gambar 4.2 Diagram konsentrasi HMTA terhadap panjang nanopartikel ZnO

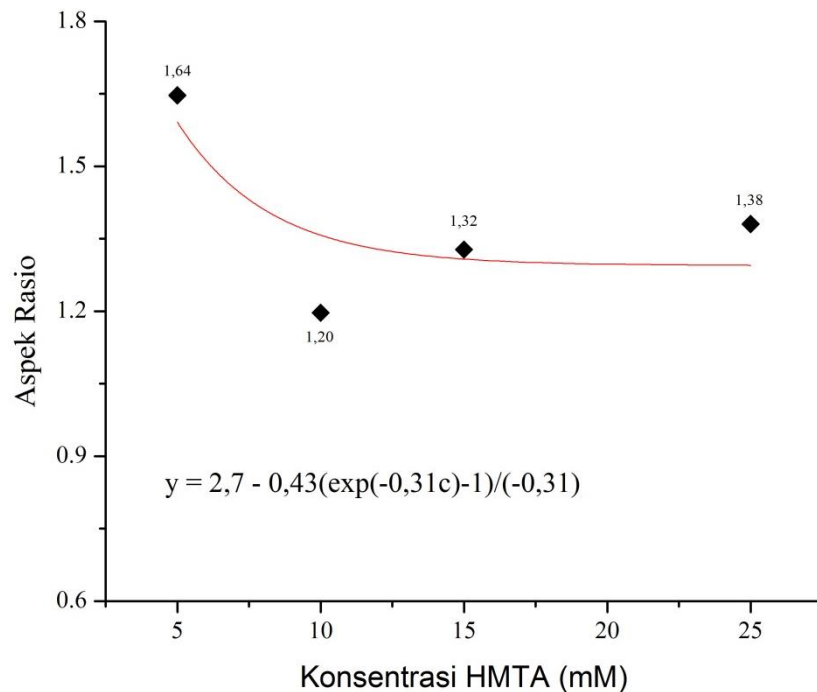
Gambar 4.2 menunjukkan pengaruh konsentrasi HMTA terhadap panjang nanopartikel ZnO yang terbentuk. Panjang nanopartikel ZnO menurun secara eksponensial terhadap konsentrasi HMTA sesuai persamaan  $y = 101,45 + 259,13\exp(-0,21c)$ . Pada konsentrasi 5 mM nanopartikel ZnO yang terbentuk memiliki panjang rata-rata  $192,2 \pm 32,2$  nm. Panjang nanopartikel yang terbentuk berkurang pada konsentrasi 10 mM yaitu  $128,6 \pm 32,3$  nm, kemudian naik sedikit pada konsentrasi 15 mM yaitu  $136,2 \pm 60,5$  nm. Ukuran nanopartikel terkecil didapatkan pada konsentrasi 25 mM yaitu panjang  $101,9 \pm 19,5$  nm.



Gambar 4.3 Diagram konsentrasi HMTA terhadap diameter nanopartikel ZnO

Gambar 4.3 menunjukkan pengaruh konsentrasi HMTA terhadap diameter nanopartikel ZnO yang terbentuk. Diameter nanopartikel ZnO menurun secara eksponensial terhadap konsentrasi HMTA sesuai persamaan  $y = 142,83 - 20,7\exp(0,05c)$ . Pada konsentrasi 5 mM nanopartikel ZnO yang terbentuk

memiliki panjang rata-rata  $117,3 \pm 32,1$  nm. Diameter nanopartikel yang terbentuk semakin berkurang pada konsentrasi 10 mM hingga konsentrasi 25 mM. Ukuran nanopartikel terkecil didapatkan pada konsentrasi 25 mM yaitu panjang  $73,6 \pm 15,2$  nm.



Gambar 4.4 Diagram konsentrasi HMTA terhadap aspek rasio nanopartikel ZnO

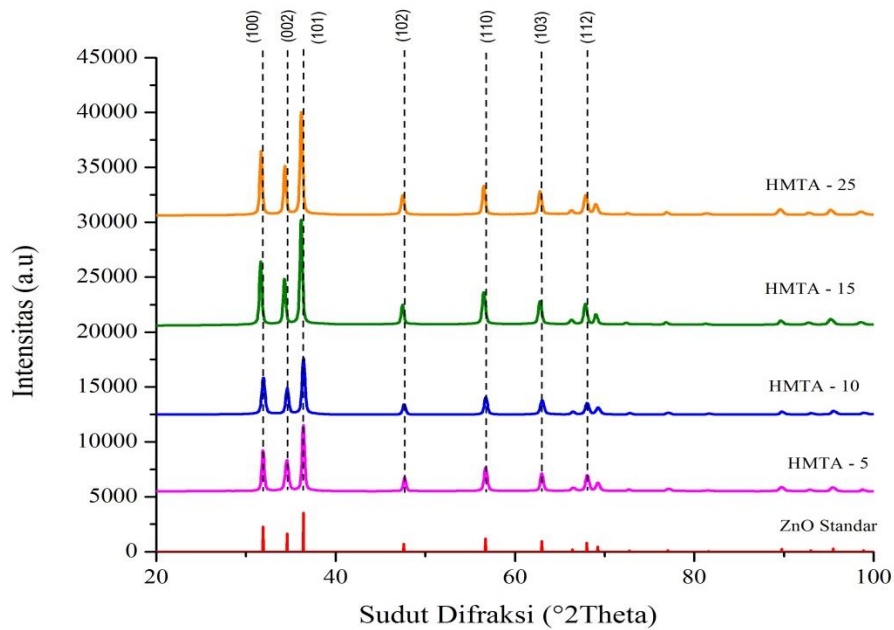
Pada Gambar 4.4 diperlihatkan grafik hubungan antara aspek rasio ukuran nanopartikel ZnO tiap-tiap sampel. Aspek rasio ukuran nanopartikel ZnO menurun secara eksponensial terhadap konsentrasi HMTA sesuai persamaan  $y = 2,7 - 0,43[\exp(-0,31c) - 1]/(-0,31)$ . Semua sampel menunjukkan bahwa aspek rasio yang didapatkan lebih besar dari 1, dengan nilai terbesar pada sampel dengan konsentrasi 5 mM yaitu 1,64 dan nilai terkecil pada sampel dengan konsentrasi 10 mM yaitu 1,20. Aspek rasio yang besar dari 1 ini menunjukkan bahwa nanopartikel yang terbentuk adalah *nanorod*.

Secara umum dapat dilihat bahwa ukuran nanorod ZnO yang terbentuk berbanding terbalik dengan konsentrasi HMTA yang digunakan. Semakin tinggi konsentrasi HMTA, semakin kecil nanopartikel ZnO yang terbentuk. Hal ini disebabkan oleh semakin besar konsentrasi HMTA yang digunakan maka akan memperkecil *template* pembentukan *nanorod* sehingga akan memperkecil ukuran *nanorod* yang dihasilkan. Akan tetapi pada nanorod dengan konsentrasi 15 mM diameter mengalami kenaikan dibandingkan dengan konsentrasi 10 mM hal ini dapat disebabkan oleh adanya aglomerasi pada sampel dengan konsentrasi 15 mM.

#### 4.2 Struktur Kristal Nanorod ZnO

Struktur dan ukuran kristal dari nanopartikel ZnO dapat diketahui menggunakan XRD. Gambar 4.5 adalah difraktogram XRD yang menampilkan puncak-puncak difraksi dari sampel. Pola difraksi dari sampel dibandingkan dengan pola difraksi standar yang dikeluarkan oleh *International Center for Diffraction Database (ICDD)*.

Pola difraksi keempat sampel yang dibandingkan dengan masing-masing pola difraksi standar dari ICDD menunjukkan bahwa sampel yang dihasilkan adalah ZnO. Puncak tertinggi berada pada posisi  $2\theta$  dengan rentang nilai  $36,137^\circ$  -  $36,396^\circ$  seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X nanorod ZnO dengan konsentrasi HMTA 5 mM, 10 mM, 15 mM dan 25 mM

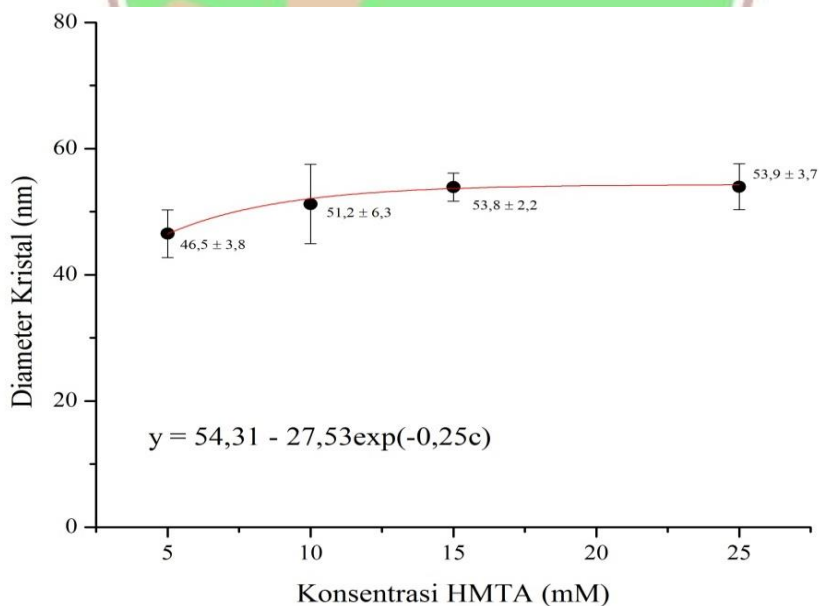
Puncak tertinggi setiap sampel sama, yaitu dihasilkan oleh difraksi bidang Miller dengan indeks (101). Dapat dilihat pada Gambar 4.5 ZnO yang disintesis pada konsentrasi 25 mM memiliki puncak yang lebih tinggi daripada sampel lainnya. Pengaruh konsentrasi HMTA berbanding lurus dengan puncak tertinggi grafik yang dihasilkan, semakin tinggi konsentrasi HMTA pada sampel maka puncak grafik yang dihasilkan pada pola difraksi akan semakin tinggi juga. Artinya kristalinitas ZnO relatif meningkat dengan makin tingginya konsentrasi HMTA.

Tabel 4.1 Perbandingan parameter kristal ZnO untuk setiap sampel

Sampel	$2\theta$ (°)	Sistem kristal	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	$a$ (Å)	$b$ (Å)	$c$ (Å)
HMTA 5	36,396	hexagonal	90°	90°	120°	3,2427	3,2427	5,1948
HMTA 10	36,377	hexagonal	90°	90°	120°	3,2465	3,2465	5,2030
HMTA 15	36,137	hexagonal	90°	90°	120°	3,2568	3,2568	5,2125
HMTA 25	36,157	hexagonal	90°	90°	120°	3,2568	3,2568	5,2125

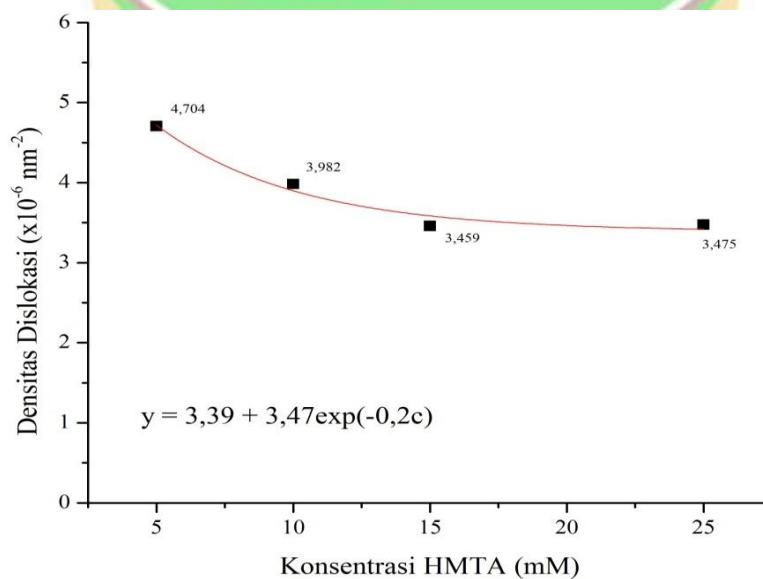


Tabel 4.1 menunjukkan perbandingan parameter kristal ZnO untuk setiap sampel. Pengaruh konsentrasi HMTA tidak merubah sistem kristal masing-masing sampel. Sistem kristal yang terbentuk pada masing-masing sampel adalah *hexagonal wurtzite* berdasarkan parameter kisi  $\alpha = \beta = 90^\circ$  dan  $\gamma = 120^\circ$  lalu besar panjang kisi  $a = b = 3,2 \text{ \AA}$  dan panjang kisi  $c = 5,2 \text{ \AA}$ . Nilai  $a$ ,  $b$ , dan  $c$  pada masing-masing sampel sama untuk konsentrasi 15 dan 25 mM, namun memiliki perbedaan sekitar  $0,01 \text{ \AA}$  terhadap sampel 10 mM dan  $0,02 \text{ \AA}$  terhadap sampel 10 mM. Pada Tabel 4.1 menunjukkan secara relatif puncak tertinggi sedikit bergeser ke kiri. Semakin besar konsentrasi HMTA yang digunakan maka sudut difraksi dihasilkan semakin kecil. Kecilnya sudut ini akan berpengaruh terhadap jarak antar bidang miller  $hkl$  pada kisi kristal ( $d_{hkl}$ ). Besarnya  $d_{hkl}$  berbanding lurus terhadap besar konstanta kisi, sehingga jika  $d_{hkl}$  semakin besar maka jarak antar atom akan semakin besar.



Gambar 4.6 Diagram konsentrasi HMTA terhadap diameter kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk

Gambar 4.6 merupakan diagram konsentrasi HMTA terhadap diameter kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk. Dapat dilihat pada Gambar 4.6 bahwa diameter kristal ZnO yang dihasilkan dipengaruhi oleh konsentrasi HMTA. Secara umum semakin besar konsentrasi HMTA yang digunakan maka diameter kristal dari nanopartikel ZnO yang terbentuk akan semakin besar. Ukuran diameter kristal nanopartikel ZnO naik secara eksponensial terhadap konsentrasi HMTA sesuai persamaan  $y = 54,31 - 27,53\exp(-0,25c)$ . Perbedaan tersebut terjadi karena HMTA akan terurai saat dipanaskan, sehingga akan membentuk formaldehid dan amonia. Amonia akan bereaksi dengan air untuk memproduksi OH<sup>-</sup> yang berperan dapat proses kristalisasi dari ZnO (Feng dkk, 2015). Semakin besar konsentrasi HMTA yang diberikan maka akan memperbesar ukuran kristal yang didapatkan. Ukuran kristal yang dihasilkan keempat sampel lebih kecil dibandingkan dengan ukuran nanorod yang terbentuk, sehingga dapat disimpulkan bahwa keempat sampel yang dihasilkan adalah polikristal.



Gambar 4.7 Diagram konsentrasi HMTA terhadap dislokasi densitas *nanorod* ZnO

Gambar 4.7 merupakan diagram konsentrasi HMTA terhadap dislokasi densitas *nanorod* ZnO yang terbentuk. Secara umum variasi konsentrasi HMTA berbanding terbalik terhadap densitas dislokasi yang terbentuk. Semakin besar konsentrasi HMTA yang digunakan menyebabkan semakin kecilnya nilai dislokasi densitas pada kristal *nanorod*. Ukuran (diameter dan panjang) nanopartikel berkurang dengan konsentrasi HMTA sesuai persamaan  $y = 3,39 + 3,47\exp(-0,2c)$ . Sebaliknya, diameter kristal bertambah dengan konsentrasi HMTA. Artinya jumlah domain di dalam partikel berkurang dengan konsentrasi HMTA. Dengan berkurangnya jumlah domain, batas antara domain (*domain boundaries*) yang tidak lain adalah dislokasi juga berkurang.



## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

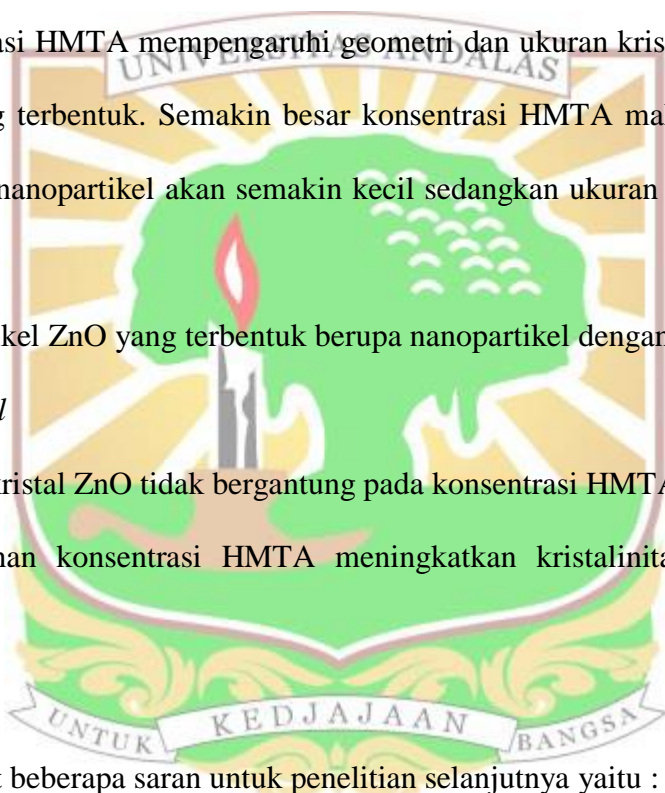
Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Nanopartikel ZnO yang terbentuk memiliki struktur *nanorod*.
2. Konsentrasi HMTA mempengaruhi geometri dan ukuran kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk. Semakin besar konsentrasi HMTA maka panjang dan diameter nanopartikel akan semakin kecil sedangkan ukuran kristal semakin besar.
3. Nanopartikel ZnO yang terbentuk berupa nanopartikel dengan struktur kristal *hexagonal*
4. Struktur kristal ZnO tidak bergantung pada konsentrasi HMTA.
5. Penambahan konsentrasi HMTA meningkatkan kristalinitas nanopartikel ZnO.

### 5.2 Saran

Berikut beberapa saran untuk penelitian selanjutnya yaitu :

1. Menambahkan variasi temperatur sintesis dan lama pendinginan untuk mengamati pengaruhnya terhadap ukuran *nanorod* ZnO.
2. Melakukan karakterisasi menggunakan TEM dan UV-vis untuk mengamati morfologi dan energi gap dari nanopartikel ZnO yang terbentuk.

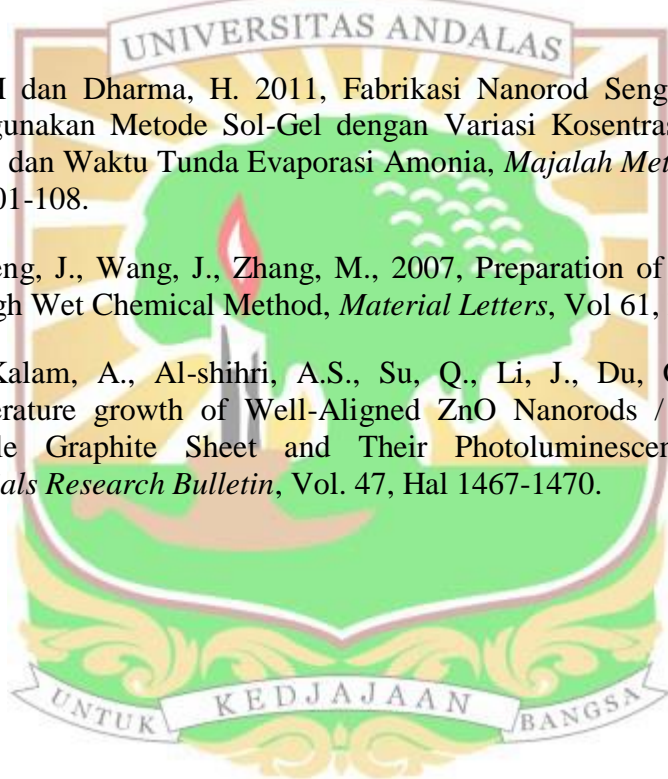


## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M, 2009, *Pengantar Nanosains*, Penerbit ITB, Bandung.
- Adachi, M dan Lockwood, D.J., 2006, *Self-Organized Nanoscale Materials*, Springer, USA.
- Bacaksiz, E., Parlak, M., Tomakin, M., Ozcelik, A., Karakiz, M., Altunbas, M., 2008, The Effect of Zinc Nitrate, Zinc Acetate and Zinc Chloride Precursors on Investigation of Structural and Optical Properties of ZnO Thin Films, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 466, Hal. 447-450.
- Benramache, S., Chabane, F., Benhaoua, B., Lemmadi, F.Z., 2013, Influence of Growth Time on Crystalline Structure, Conductivity and Optical Properties of ZnO Thin Films, *Journal Semiconductor*, Vol. 02001, Hal. 1-4.
- Caglar, Y., Aksoy, S., Ilcan, S., Caglar, M., 2009, Crystalline Structure and Morphological Properties of Undoped and Sn Doped ZnO thin films, *Superlattices and Microstructures*, Vol. 46, Hal. 469-475.
- Cooney, A. P., Crampton, M. R., Golding, P., 1986. The acid-base behaviour of hexamine and its *N*-acetyl derivatives, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, Vol. 6, Hal. 835.
- Cui, L., Wang, G., Zhang, H., Sun, R., Kuang, X., Han, J., 2013, Effect of Film Thickness and Annealing Temperature on the Structural and Optical Properties of ZnO Thin Films Deposited on Sapphire (0001) Substrates by Sol-Gel, *Ceramic International*, Vol. 39, Hal. 3261-3268.
- Dahman, Y, 2017, *Nanotechnology and Functional Materials for Engineers*, Elsevier, Toronto.
- Dreyfors, J.M., Jones, S.B., Sayed, Y., 2010, Hexamethylenetetramine : A review, *American Industrial Hygiene Association Journal*, Vol.11, Hal. 579-585.
- Fan, Z., Lu, G., 2005, Zinc Oxide Nanostructures : Synthesis and Properties, *Journal Nanoscience Nanotechnology*, Vol. 5, No. 10, Hal. 1561-1573.
- Fathia, A., 2018, Sintesis dan Karakterisasi *Graphene Oxide* Terkombinasi Nanopartikel Perak Dalam Fase Cair, *Skripsi*, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.

- Feng, W., Wang, B., Huang, P., Wang, X., Yu, J., Wang, C., 2015, Wet Chemistry Synthesis of ZnO Crystals with Hexamethylenetetramine (HMTA): Understanding the Role of HMTA in the Formation ZnO Crystals, *Material Science in Semiconductor Processing*. Vol. 41, Hal. 462-469.
- Fujimoto, K., Oku, T., Akiyama, T., Suzuki, A., 2013, Fabrication and Characterization of Copper Oxide-Zinc Oxide Solar Cells Prepared by Electrodeposition, *Journal Physics Conference Series*. Vol. 43, Hal. 1-7.
- Goetzberger, A. dan Hoffman, V.U., 2005, *Photovoltaic Solar Energy Generation*, Berlin: Springer.
- Hu, S.H., Chen, Y.C., Hwang, C.C., Peng, C.H., Gong, D.C., 2010, Development of a Wet Chemical Method for Synthesis of Arrayed ZnO Nanorods, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 500, Hal. 17-21.
- Kiomarsipour, N dan Razavi, R.S., 2013, Hydrothermal Synthesis and Optical Property of Scale and Spindle-like ZnO, *Ceramic International*, Vol. 39, Hal. 813-818.
- Nagaraja, K.K., Pramodini, S., Nagaraja, H.S., 2013, Effect of Annealing on The Structural and Nonlinear Optical Properties of ZnO Thin Films Under CW Regime, *Journal Applied Physics D*, Vol. 46. Hal. 055106.
- Nugroho, P., 2004, *Devais Mikroelektronika ZnO*, Teknik Elektro UGM, Yogyakarta.
- Özgür, Ü., Alivov, Y.I., Liu, C., Teke, A., Reshchikov, M.A., Do, S., Avrutin, V., 2015, A Comprehensive review of ZnO Materials and Devices, *Journal Applied Physics*, Vol. 98, No. 4, Hal. 041301.
- Pearton, S.J., Norton, D.P., Ip, K., Heo, Y.W., Steiner, T., 2004, Recent Advances in Processing of ZnO, *Journal of Vacuum Science & Technology B*, Vol. 22, Hal. 932-948.
- Polsongkram, D., Chamninok, P., Pukird, S., Chow, L., Lupan, O., Chai, G., Khallaf, H., Park, S., Schulte, A., 2008, Effect of Synthesis on The Growth of ZnO Nanorods via Hydrothermal Method, *Physica B*, Vol. 403, Hal. 3713-3717
- Rahman, A., 2011, Fabrikasi dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO untuk aplikasi *Dye-Sensitized Solar Cell*, Tesis, Universitas Indonesia, Depok.
- Wang, J., Cao, J., Fang, B., Lu, P., Deng, S., Wang, H., 2005, Synthesis and Characterization of Multipod, Flower-like, and Shuttle-like ZnO Frameworks in Ionic Liquid, *Material Letters*, Vol. 59, Hal. 1405-1408.

- Wang, Z.L., 2004, Nanostructures of Zinc Oxide, *Journal Physics Condens. Matter*, Vol. 16, Hal. 26 – 33.
- Witjaksono, A., 2011, Karakterisasi Nanokristalin ZnO Hasil Presipitasi dengan perlakuan Pengeringan, Anil dan Pasca-Hidrotermal, *Tesis*, Universitas Indonesia, Depok.
- Wulandari, D., 2016, Sintesis dan Karakterisasi ZnO Dengan Metode Solvothermal Sebagai Alternatif Semikonduktor Dalam Dye-Sensitized Solar Cell, *Skripsi*, Surabaya.
- Youngjo, Tak, Kijung, 2005, Controlled Growth of Well-aligned ZnO nanorods using a Novel Solution Method, *J. Phys. Chem*, Vol.109, Hal. 19263-19267
- Yuwono, A.H dan Dharma, H. 2011, Fabrikasi Nanorod Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Kosentrasi Polyethylene Glycol dan Waktu Tunda Evaporasi Amonia, *Majalah Metalurgi*, Vol. 26, Hal. 101-108.
- Zhang, H., Feng, J., Wang, J., Zhang, M., 2007, Preparation of ZnO Nanorods Through Wet Chemical Method, *Material Letters*, Vol 61, Hal 5202-5205
- Zhong, G., Kalam, A., Al-shihri, A.S., Su, Q., Li, J., Du, G., 2012, Low Temperature growth of Well-Aligned ZnO Nanorods / Nanowires on Flexible Graphite Sheet and Their Photoluminescence Properties, *Materials Research Bulletin*, Vol. 47, Hal 1467-1470.



# LAMPIRAN

## LAMPIRAN A

### ALAT DAN BAHAN PENELITIAN

#### A.1 Alat Penelitian



Timbangan Digital



XRD



Furnace



SEM



Hot Plate *Magnetic Stirrer*



*Magnetic Barr*





Spatula



Gelas Kimia



Autoclave

## A.2 Bahan Penelitian



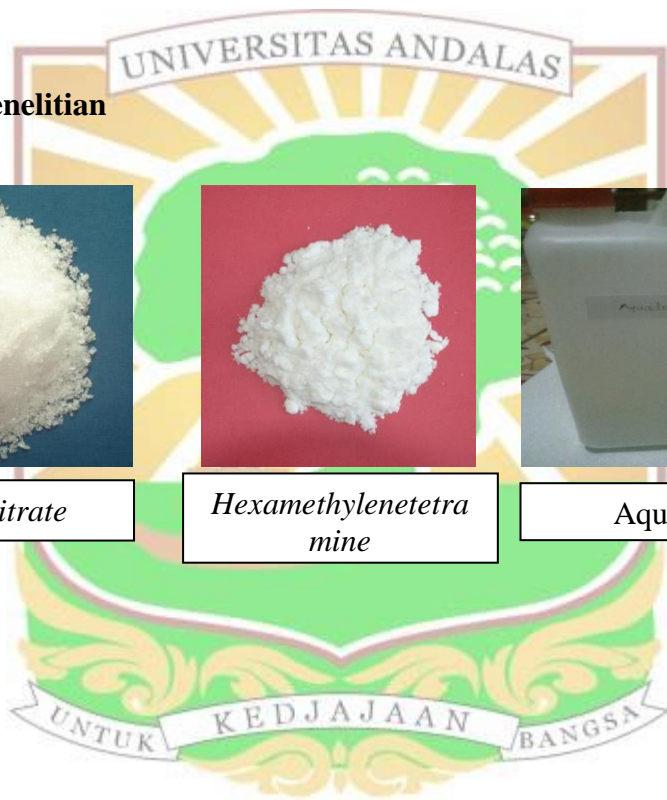
Zinc Nitrate



Hexamethylenetetra  
mine



Aquades



### A.3 Foto Skema Kerja



*zinc nitrat* dan *hexamethylenetetramine* dilarutkan dengan aquades dan divariasikan sesuai konsentrasi



Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama setengah jam dengan kecepatan 2 rpm



Sampel diletakkan dalam teflon dan dimasukkan ke dalam *autoclave*



Sampel dimasukkan ke dalam oven dengan temperatur, yaitu 95 °C, selama 8 jam



Sampel didinginkan pada temperatur ruang. Dan dimasukkan ke dalam *furnace* dengan temperatur 600 °C selama empat jam sehingga sampel berbentuk serbuk

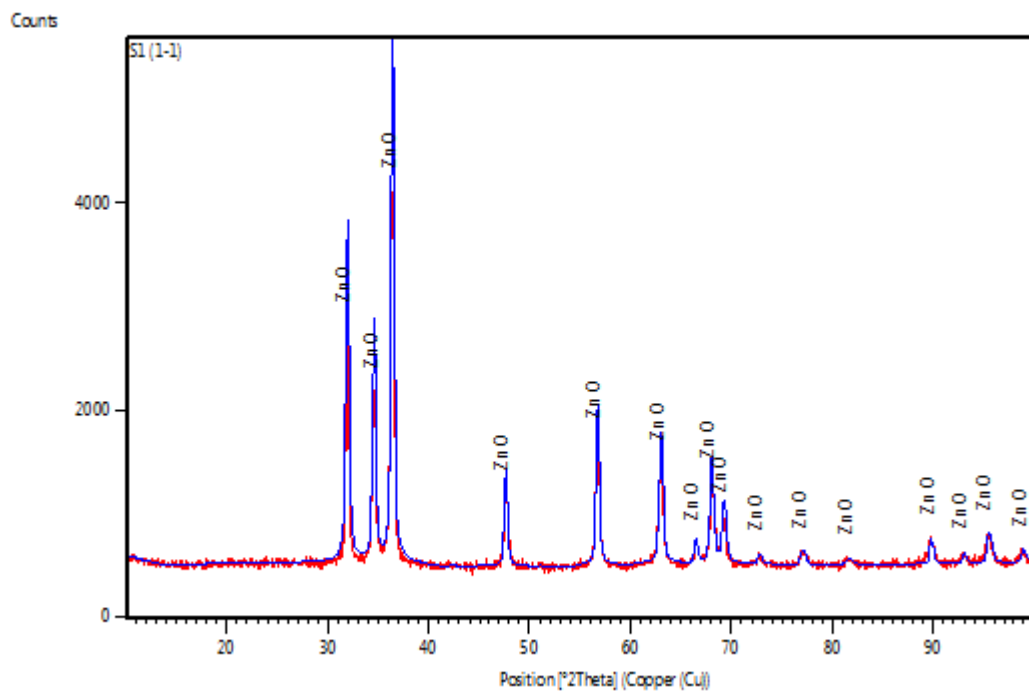
## LAMPIRAN B

### HASIL PENGUJIAN DATA KARAKTERISASI

#### B.1 Hasil Karakterisasi XRD

##### B.1.1 Sampel A (variasi HMTA 1:1)

###### Graphics



###### Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.9311	2263.17	0.4093	2.80280	63.79
34.5816	1612.39	0.3582	2.59381	45.45
36.3967	3547.80	0.3582	2.46852	100.00
47.6140	685.68	0.3582	1.90988	19.33
56.7093	1180.72	0.3582	1.62327	33.28
62.9929	948.56	0.4093	1.47563	26.74
66.4305	186.91	0.3582	1.40737	5.27
68.0017	790.11	0.4093	1.37863	22.27
69.2328	445.78	0.4605	1.35709	12.56
72.7768	83.09	0.4093	1.29950	2.34

77.0567	120.82	0.5117	1.23765	3.41
81.5889	50.07	0.6140	1.17998	1.41
89.7466	240.38	0.3070	1.09269	6.78
93.0023	95.09	0.3070	1.06279	2.68
95.4953	265.58	0.4093	1.04154	7.49
98.8776	117.90	0.4093	1.01478	3.32

### **Pattern List**

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]	Scale Fac.	Chem. Formula
	01-075-0576	88	Zinc Oxide	0.000	0.921	Zn O

### **Name and formula**

Reference code: 01-075-0576

Compound name: Zinc Oxide  
PDF index name: Zinc Oxide

Empirical formula: OZn  
Chemical formula: ZnO

### **Crystallographic parameters**

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P63mc

Space group number: 186

a (Å): 3.2427

b (Å): 3.2427

c (Å): 5.1948

Alpha (°): 90.0000

Beta (°): 90.0000

Gamma (°): 120.0000

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 47.31

Z: 2.00

RIR: 5.53

### **Status, subfiles and quality**

Status: Alternate Pattern

Subfiles: Alloy, metal or intermetallic

Common Phase

Forensic

ICSD Pattern

Inorganic

Pharmaceutical

Pigment/Dye

Quality: Indexed (I)

### **Comments**

ANX: AX  
ICSD collection code: 29272  
Creation Date: 11/20/2008  
Modification Date: 1/19/2011  
ANX: AX  
Analysis: O1 Zn1  
Formula from original source: Zn O  
ICSD Collection Code: 29272  
Minor Warning: No e.s.d reported/abstracted on the cell dimension  
Wyckoff Sequence: b2(P63MC)  
Unit Cell Data Source: Single Crystal.

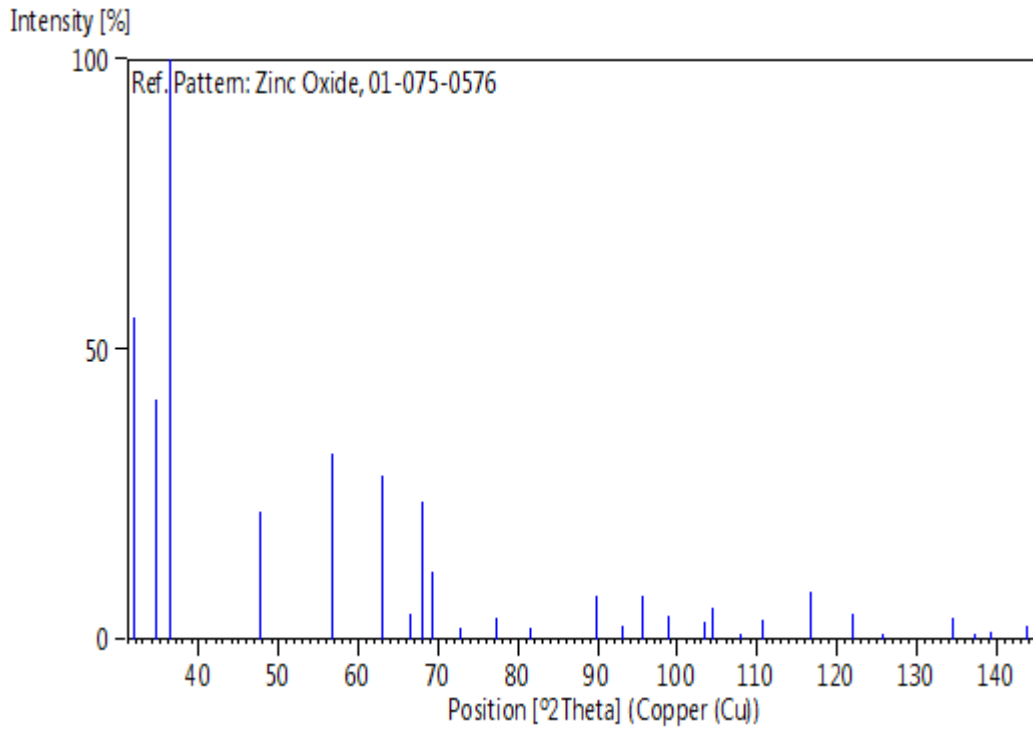
### **References**

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)*  
Structure: Sabine, T.M., Hogg, S., *Acta Crystallogr., Sec. B: Struct. Crystallogr. Cryst. Chem.*, **25**, 2254, (1969)

### **Peak list**

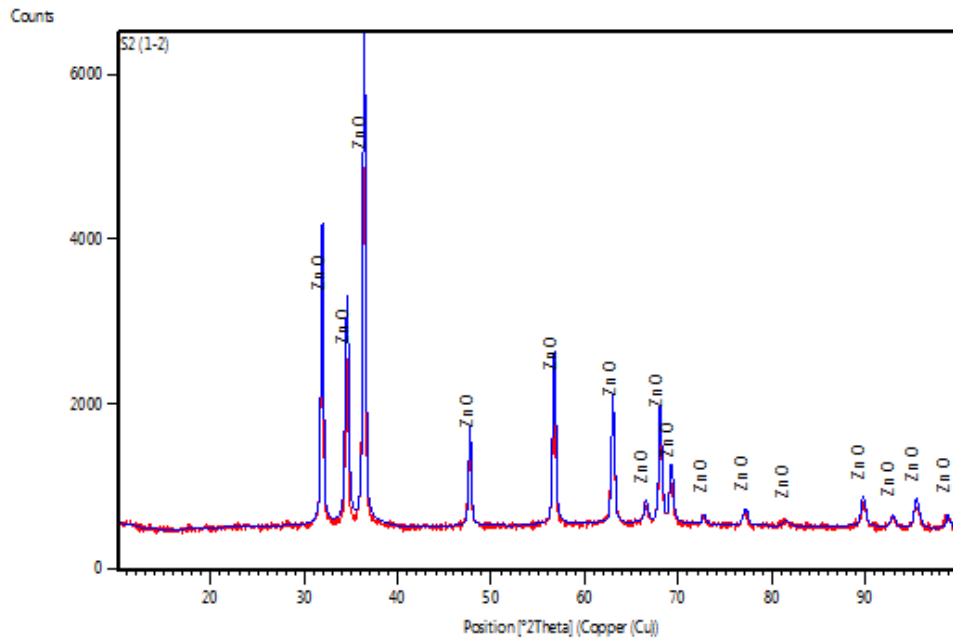
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	0	2.80830	31.840	55.6
2	0	0	2	2.59740	34.503	41.3
3	1	0	1	2.47040	36.337	100.0
4	1	0	2	1.90680	47.654	22.1
5	1	1	0	1.62140	56.730	32.0
6	1	0	3	1.47390	63.017	28.2
7	2	0	0	1.40410	66.543	4.3
8	1	1	2	1.37540	68.119	23.6
9	2	0	1	1.35550	69.260	11.6
10	0	0	4	1.29870	72.759	1.9
11	2	0	2	1.23520	77.162	3.7
12	1	0	4	1.17880	81.606	1.9
13	2	0	3	1.09060	89.871	7.5
14	2	1	0	1.06140	93.061	2.5
15	2	1	1	1.03990	95.590	7.6
16	1	1	4	1.01360	98.922	4.2

### **Stick Pattern**



**B.1.2 Sampel B (variasi HMTA 1:2)**

**Graphics**



## Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.8891	2573.63	0.3070	2.80640	60.62
34.5478	1899.18	0.4093	2.59627	44.73
36.3772	4245.62	0.3070	2.46980	100.00
47.6749	914.12	0.3070	1.90758	21.53
56.6909	1590.09	0.3582	1.62376	37.45
62.9563	1271.07	0.3070	1.47640	29.94
66.4809	204.07	0.4093	1.40642	4.81
68.0221	1131.20	0.3582	1.37827	26.64
69.2031	537.33	0.4093	1.35760	12.66
72.6836	96.26	0.3070	1.30094	2.27
77.1047	152.03	0.5117	1.23700	3.58
81.4297	55.67	0.6140	1.18188	1.31
89.6827	289.46	0.5117	1.09330	6.82
92.8443	113.02	0.5117	1.06419	2.66
95.3958	294.64	0.5117	1.04236	6.94
98.7373	158.25	0.3070	1.01584	3.73

## Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]	Scale Fac.	Chem. Formula
	01-070-8072	93	Zinc Oxide	0.000	0.845	Zn O

## Name and formula

Reference code: 01-070-8072

Compound name: Zinc Oxide

PDF index name: Zinc Oxide

Empirical formula: OZn

Chemical formula: ZnO

## Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal

Space group: P63mc

Space group number: 186

a (Å): 3.2465

b (Å): 3.2465

c (Å): 5.2030

Alpha (°): 90.0000

Beta (°): 90.0000

Gamma (°): 120.0000

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 47.49

Z: 2.00

RIR: 5.57

## Status, subfiles and quality

Status: Diffraction data collected at non ambient temperature  
Alternate Pattern  
Subfiles: Alloy, metal or intermetallic  
Common Phase  
Forensic  
ICSD Pattern  
Inorganic  
Pharmaceutical  
Pigment/Dye  
Quality: Star (S)

## Comments

ANX: AX  
ICSD collection code: 094004  
Creation Date: 11/20/2008  
Modification Date: 1/19/2011  
ANX: AX  
Analysis: O1 Zn1  
Formula from original source: Zn O  
ICSD Collection Code: 094004  
Temperature of Data Collection: 19 K  
Wyckoff Sequence: b2(P63MC)  
Unit Cell Data Source: Single Crystal.

## References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*  
Structure: Yoshio, K., Onodera, A., Satoh, H., Sakagami, N., Yamashita, H., *Ferroelectrics*, **264**, 133, (2001)

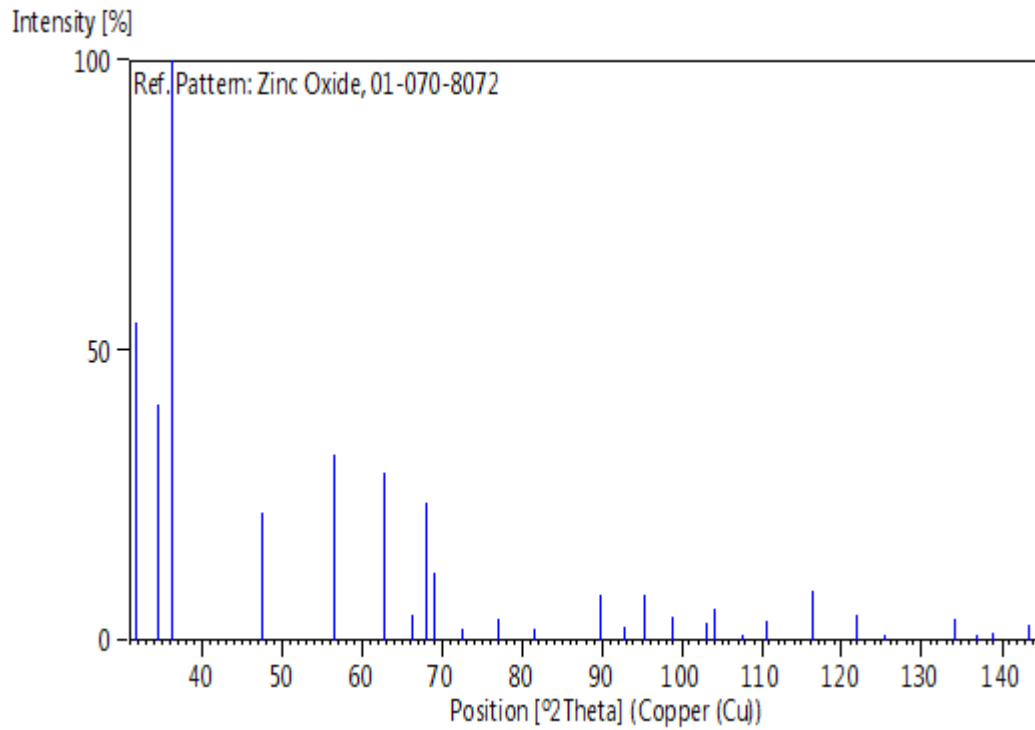
## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2.81160	31.802	55.0
2	0	0	2	2.60150	34.447	40.7
3	1	0	1	2.47350	36.290	100.0
4	1	0	2	1.90950	47.582	21.9
5	1	1	0	1.62320	56.661	32.1
6	1	0	3	1.47610	62.913	28.8
7	2	0	0	1.40580	66.452	4.3
8	1	1	2	1.37720	68.018	23.6
9	2	0	1	1.35710	69.167	11.6
10	0	0	4	1.30080	72.623	1.9
11	2	0	2	1.23680	77.044	3.7
12	1	0	4	1.18050	81.464	1.9
13	2	0	3	1.09210	89.714	7.7
14	2	1	0	1.06270	92.913	2.5



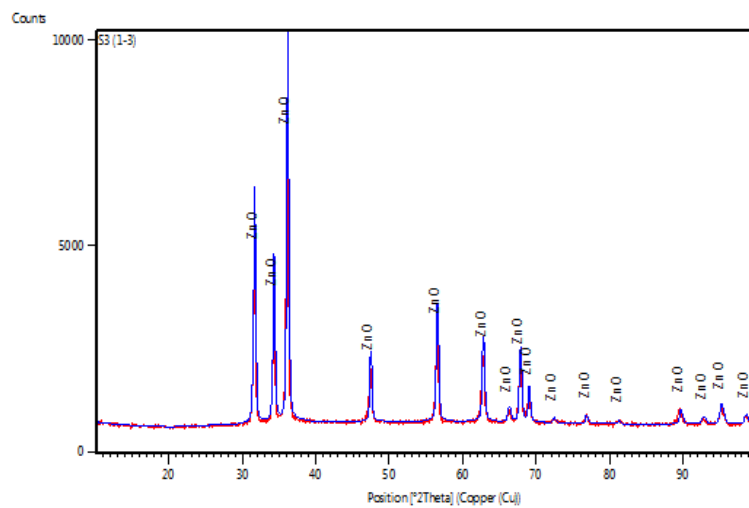
15	2	1	1	1.04120	95.432	7.7
16	1	1	4	1.01510	98.724	4.2

### **Stick Pattern**



### **B.1.3 Sampel C (Variasi HMTA 1:3)**

#### **Graphics**



## Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.6275	4030.66	0.3070	2.82901	59.51
34.2780	2870.81	0.3070	2.61609	42.38
36.1371	6773.55	0.3070	2.48565	100.00
47.4372	1292.73	0.3070	1.91659	19.08
56.4871	2174.75	0.3582	1.62913	32.11
62.7554	1597.54	0.3582	1.48064	23.58
66.2743	286.62	0.4093	1.41031	4.23
67.8095	1451.42	0.3582	1.38207	21.43
68.9947	732.42	0.3070	1.36119	10.81
72.3774	105.25	0.4093	1.30568	1.55
76.8266	188.32	0.3070	1.24079	2.78
81.2284	86.30	0.3070	1.18430	1.27
89.6143	326.40	0.3582	1.09396	4.82
92.6893	152.12	0.5117	1.06556	2.25
95.1646	418.31	0.5117	1.04428	6.18
98.5237	190.61	0.5117	1.01747	2.81

## Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]	Scale Fac.	Chem. Formula
	01-079-0207	86	Zinc Oxide	0.000	0.946	Zn O

## Name and formula

Reference code: 01-079-0207

Compound name: Zinc Oxide  
Common name: Zincite, syn  
PDF index name: Zinc Oxide

Empirical formula: OZn  
Chemical formula: ZnO

## Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P63mc  
Space group number: 186

a (Å): 3.2568  
b (Å): 3.2568  
c (Å): 5.2125  
Alpha (°): 90.0000  
Beta (°): 90.0000  
Gamma (°): 120.0000

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 47.88

Z: 2.00

RIR: 5.26

## **Status, subfiles and quality**

Status: Diffraction data collected at non ambient temperature  
Alternate Pattern  
Subfiles: Alloy, metal or intermetallic  
Common Phase  
Forensic  
ICSD Pattern  
Inorganic  
Mineral  
Pharmaceutical  
Pigment/Dye  
Quality: Star (S)

## **Comments**

ANX: AX  
ICSD collection code: 65121  
Creation Date: 11/20/2008  
Modification Date: 1/19/2011  
ANX: AX  
Analysis: O1 Zn1  
Formula from original source: Zn O  
ICSD Collection Code: 65121  
Temperature of Data Collection: 600 K  
Wyckoff Sequence: b2(P63MC)  
Unit Cell Data Source: Single Crystal.

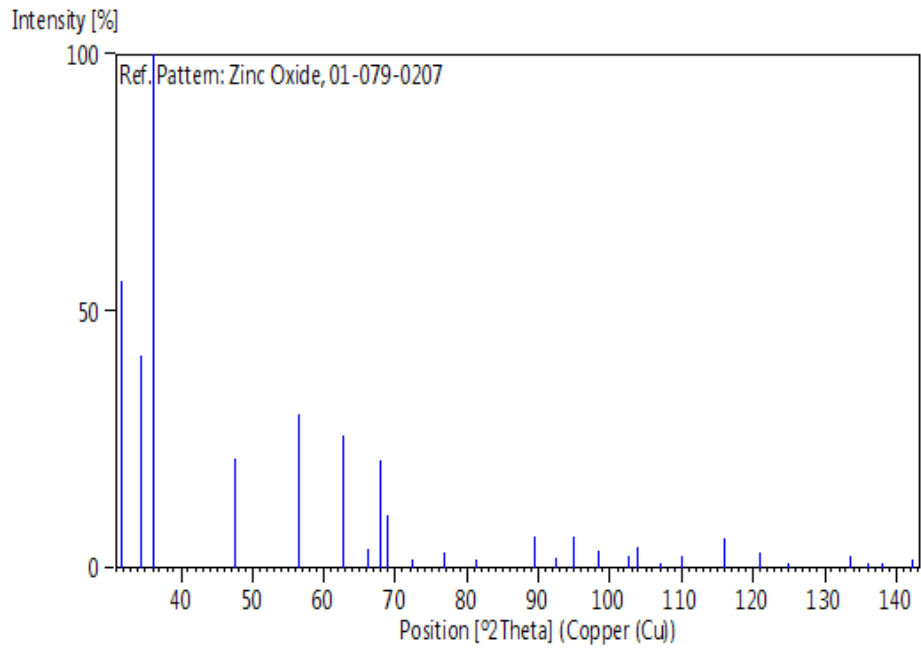
## **References**

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*, (1997)  
Structure: Albertsson, J., Abrahams, S.C., Kvick, A., *Acta Crystallogr., Sec. B: Struct. Sci.*, **45**, 34, (1989)

## **Peak list**

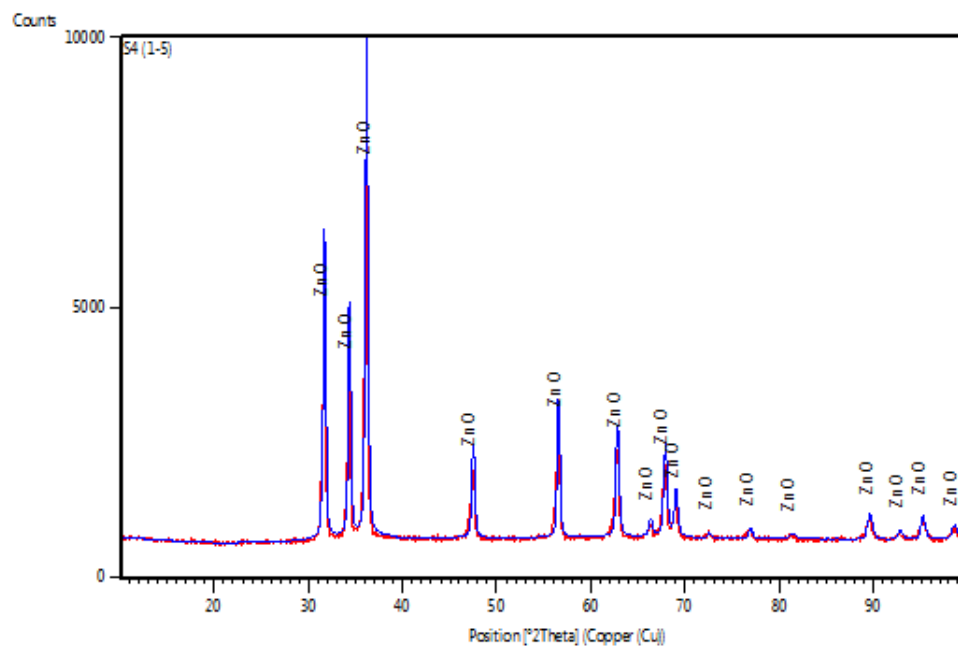
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	0	2.82050	31.699	56.0
2	0	0	2	2.60620	34.383	41.4
3	1	0	1	2.48060	36.182	100.0
4	1	0	2	1.91420	47.458	21.4
5	1	1	0	1.62840	56.464	30.0
6	1	0	3	1.47930	62.761	25.9
7	2	0	0	1.41020	66.218	3.9
8	1	1	2	1.38100	67.805	21.0
9	2	0	1	1.36130	68.924	10.4
10	0	0	4	1.30310	72.474	1.7
11	2	0	2	1.24030	76.787	3.2
12	1	0	4	1.18300	81.255	1.6
13	2	0	3	1.09500	89.412	6.1
14	2	1	0	1.06600	92.540	2.0
15	2	1	1	1.04440	95.047	6.1

## **Stick Pattern**



### **B.1.4 Sampel D (variasi HMTA 1:5)**

#### **Graphics**



## Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.6681	4039.11	0.3070	2.82547	60.84
34.3318	3070.86	0.3070	2.61211	46.25
36.1573	6639.06	0.3070	2.48431	100.00
47.4592	1262.11	0.3582	1.91575	19.01
56.4934	2005.88	0.3070	1.62896	30.21
62.7625	1603.11	0.3582	1.48049	24.15
66.2792	246.40	0.4093	1.41021	3.71
67.8480	1306.57	0.4093	1.38138	19.68
68.9727	679.85	0.4093	1.36157	10.24
72.5152	91.50	0.3070	1.30354	1.38
76.8998	177.62	0.3070	1.23979	2.68
81.3316	77.04	0.7164	1.18306	1.16
89.5339	391.77	0.5117	1.09473	5.90
92.7256	151.85	0.4093	1.06524	2.29
95.1572	389.29	0.4093	1.04434	5.86
98.5167	194.68	0.6140	1.01752	2.93

## Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]	Scale Fac.	Chem. Formula
	01-079-0207	93	Zinc Oxide	0.000	0.992	Zn O

## Name and formula

Reference code: 01-079-0207

Compound name: Zinc Oxide  
Common name: Zincite, syn  
PDF index name: Zinc Oxide

Empirical formula: OZn  
Chemical formula: ZnO

## Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P63mc  
Space group number: 186

a (Å): 3.2568  
b (Å): 3.2568  
c (Å): 5.2125  
Alpha (°): 90.0000  
Beta (°): 90.0000  
Gamma (°): 120.0000

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 47.88

Z: 2.00

RIR: 5.26

## **Status, subfiles and quality**

Status: Diffraction data collected at non ambient temperature  
Alternate Pattern  
Subfiles: Alloy, metal or intermetallic  
Common Phase  
Forensic  
ICSD Pattern  
Inorganic  
Mineral  
Pharmaceutical  
Pigment/Dye  
Quality: Star (S)

## **Comments**

ANX: AX  
ICSD collection code: 65121  
Creation Date: 11/20/2008  
Modification Date: 1/19/2011  
ANX: AX  
Analysis: O1 Zn1  
Formula from original source: Zn O  
ICSD Collection Code: 65121  
Temperature of Data Collection: 600 K  
Wyckoff Sequence: b2(P63MC)  
Unit Cell Data Source: Single Crystal.

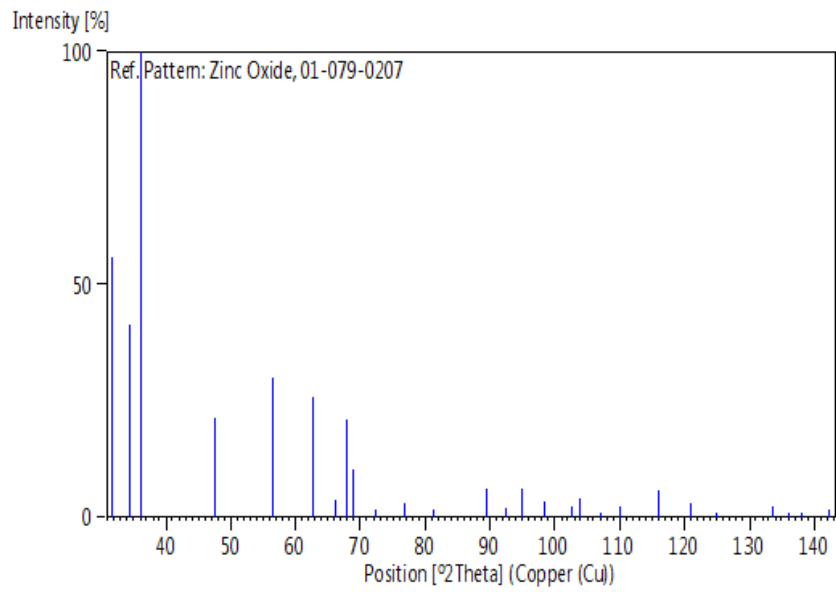
## **References**

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*, (1997)  
Structure: Albertsson, J., Abrahams, S.C., Kvick, A., *Acta Crystallogr., Sec. B: Struct. Sci.*, **45**, 34, (1989)

## **Peak list**

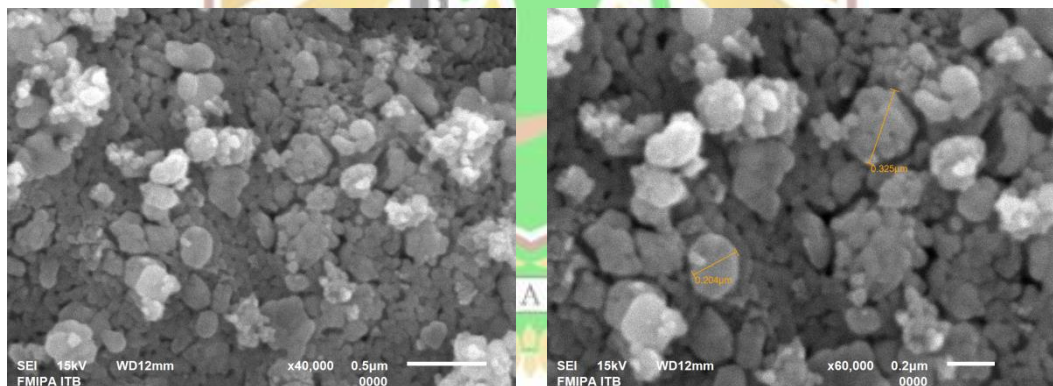
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	0	2.82050	31.699	56.0
2	0	0	2	2.60620	34.383	41.4
3	1	0	1	2.48060	36.182	100.0
4	1	0	2	1.91420	47.458	21.4
5	1	1	0	1.62840	56.464	30.0
6	1	0	3	1.47930	62.761	25.9
7	2	0	0	1.41020	66.218	3.9
8	1	1	2	1.38100	67.805	21.0
9	2	0	1	1.36130	68.924	10.4
10	0	0	4	1.30310	72.474	1.7
11	2	0	2	1.24030	76.787	3.2
12	1	0	4	1.18300	81.255	1.6
13	2	0	3	1.09500	89.412	6.1
14	2	1	0	1.06600	92.540	2.0
15	2	1	1	1.04440	95.047	6.1

## **Stick Pattern**

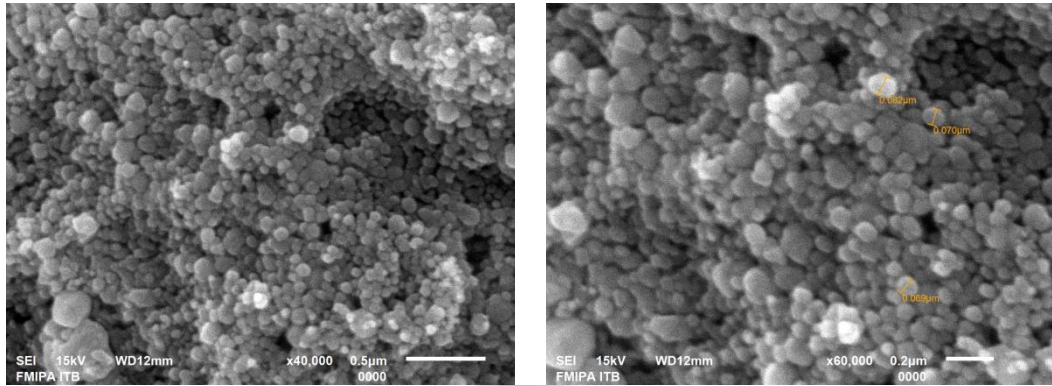


## **B.2 Hasil Karakterisasi SEM**

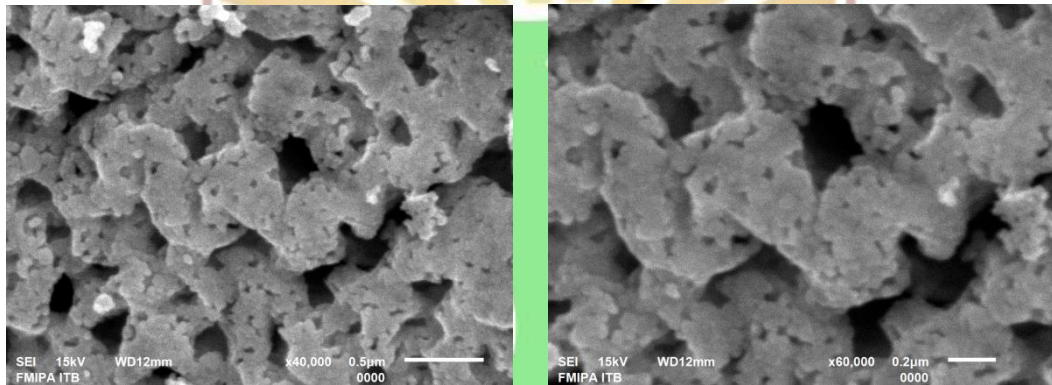
### **B.2.1 Sampel A (variasi HMTA 1:1)**



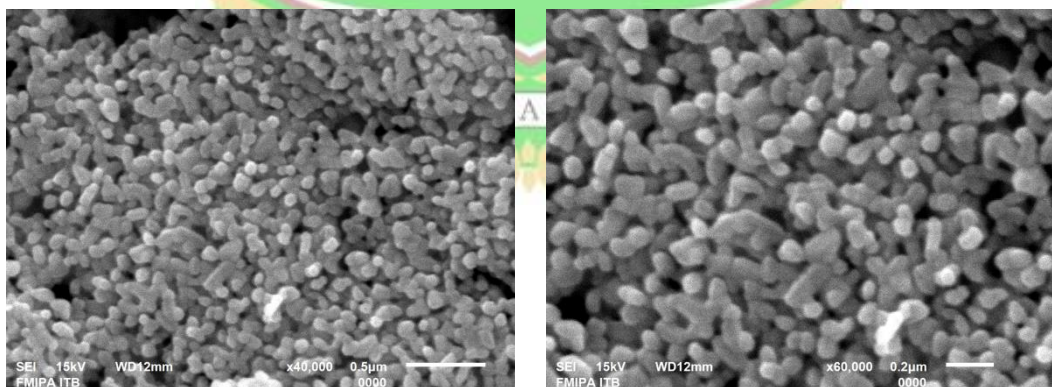
### B.2.1 Sampel B (variasi HMTA 1:2)



### B.2.3 Sampel C (variasi HMTA 1:3)



### B.2.4 Sampel D (variasi HMTA 1:5)





## LAMPIRAN C

### C.1 PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL

#### C.1.1 Perhitungan Ukuran Kristal Sampel A (variasi HMTA 1:1)

$$k = 0,9 \qquad 2\theta = 36.3967^\circ$$

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA} \qquad \theta = 18.19835^\circ$$

$$\text{FWHM} = 0.3582^\circ$$

$$B = \frac{1}{2} \text{ FWHM}$$

$$= \frac{1}{2} (0.3582^\circ)$$

$$= 0.1791^\circ$$

$$B_{\text{rad}} = \frac{B_{\text{teta}} \cdot \pi}{180}$$

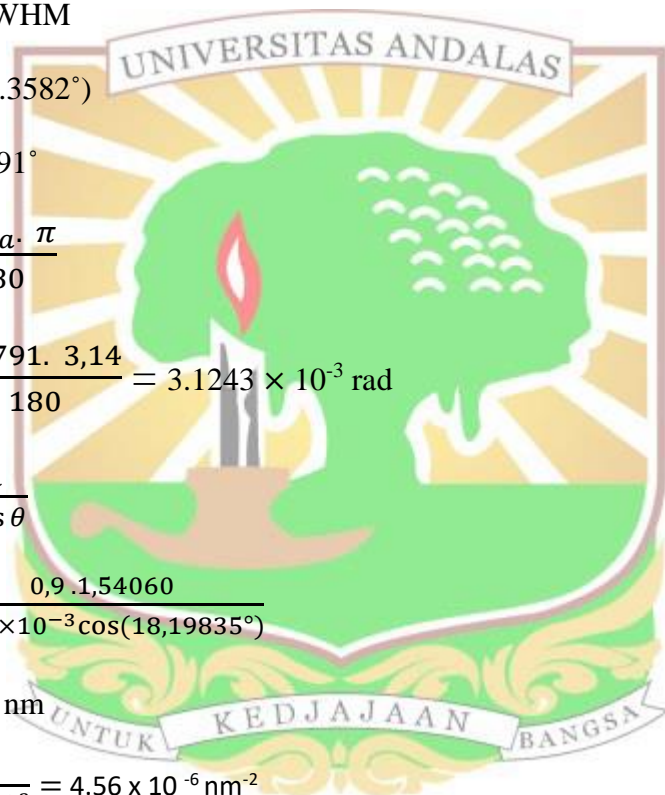
$$= \frac{0,1791 \cdot 3,14}{180} = 3.1243 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 1,54060}{3,12 \times 10^{-3} \cos(18,19835^\circ)}$$

$$= 46,7 \text{ nm}$$

$$\delta = \frac{1}{D^2} = \frac{1}{(46,7)^2} = 4.56 \times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$$



### Standar Deviasi

NO	D (nm)	$\delta$ ( $\times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$ )
1	40.39478448	6.128
2	46.47970691	4.628
3	46.71590149	4.582
4	48.50663295	4.250
5	50.42951416	3.932
Rata-rata	46.50531	4.704
Standar Error	3.767897	

### C.1.2 Perhitungan Ukuran Kristal Sampel B (variasi HMTA 1:2)

$$k = 0,9 \quad 2\theta = 36.3772^\circ$$

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA} \quad \theta = 18.1886^\circ$$

$$\text{FWHM} = 0.307^\circ$$

$$B = \frac{1}{2} \text{ FWHM}$$

$$= \frac{1}{2} (0.307^\circ)$$

$$= 0.1535^\circ$$

$$B_{\text{rad}} = \frac{B_{\text{teta}} \cdot \pi}{180}$$

$$= \frac{0,1535 \cdot 3,14}{180} = 2.67772 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 1,54060}{3,67 \times 10^{-3} \cos(18,1886^\circ)}$$

$$= 54.5 \text{ nm}$$

$$\delta = \frac{1}{D^2} = \frac{1}{(54,5)^2} = 3,983 \times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$$

### Standar Deviasi

NO	$X_i$ (nm)	$\delta$ ( $\times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$ )
1	53.85238514	3.448
2	40.67310823	6.044
3	54.50390902	3.366
4	56.6096201	3.120
5	50.42514517	3.932
Rata-rata	51.21283	3.982
Standar Error	6.29742	

### C.1.3 Perhitungan Ukuran Kristal Sampel C (variasi HMTA 1:3)

$$k = 0,9 \qquad 2\theta = 36.1371^\circ$$

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA} \qquad \theta = 18.06855^\circ$$

$$\text{FWHM} = 0.307^\circ$$

$$B = \frac{1}{2} \text{ FWHM}$$

$$= \frac{1}{2} (0.307^\circ)$$

$$= 0.1535^\circ$$

$$B_{\text{rad}} = \frac{B \cdot \pi}{180}$$

$$= \frac{0,1535 \cdot 3,14}{180} = 2.67772 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 1,54060}{3,67 \times 10^{-3} \cos(18.06855^\circ)}$$

$$= 54.46 \text{ nm}$$

$$\delta = \frac{1}{D^2} = \frac{1}{(54,46)^2} = 3,3708 \times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$$

### Standar Deviasi

NO	$X_i$ (nm)	$\delta$ ( $\times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$ )
1	53.81742471	3.452
2	54.18687194	3.405
3	54.46653237	3.370
4	56.55790617	3.126
5	50.37689131	3.940
Rata-rata	53.88113	3.459
Standar Error	2.229633	

### C.1.4 Perhitungan Ukuran Kristal Sampel D (variasi HMTA 1:5)

$$k = 0,9 \qquad 2\theta = 36.1573^\circ$$

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA} \qquad \theta = 18.07865^\circ$$

$$\text{FWHM} = 0.307^\circ$$

$$B = \frac{1}{2} \text{FWHM}$$

$$= \frac{1}{2} (0.307^\circ)$$

$$= 0.1535^\circ$$

$$B_{\text{rad}} = \frac{B \cdot \pi}{180}$$

$$= \frac{0,1535 \cdot 3,14}{180} = 2.67772 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 1,54060}{3,67 \times 10^{-3} \cos(18.07865^\circ)}$$

$$= 54.46 \text{ nm}$$

$$\delta = \frac{1}{D^2} = \frac{1}{(54,46)^2} = 3,3708 \times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$$

## Standar Deviasi

NO	$X_i$ (nm)	$\delta$ ( $\times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$ )
1	53.82282916	3.451
2	54.19472449	3.404
3	54.46966574	3.370
4	48.47778402	4.255
5	58.7802457	2.894
Rata-rata	53.94905	3.475
Standar Error	3.66137	

## C.2 Perhitungan Ukuran Partikel ZnO

### C.2.1 Ukuran Partikel ZnO variasi HMTA 1:1

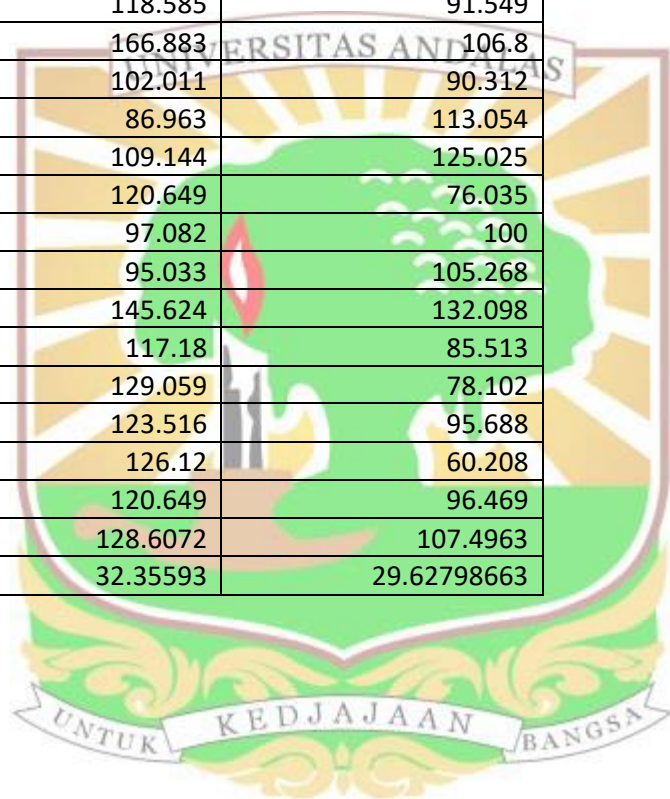
Panjang rata-rata, diameter rata-rata dan standar deviasi

NO	Panjang	Diameter
1	310.695	246.02
2	214.491	148.283
3	167.798	130.024
4	245.459	130.815
5	249.312	138.77
6	246.678	132.853
7	180.017	126.177
8	166.771	103.078
9	166.827	132.311
10	180.087	147.352
11	182.363	101.063
12	358.896	186.82
13	171.501	129.663
14	173.151	157.003
15	235.85	125.819
16	157.52	81.892
17	178.623	148.261
18	77.5	67.546
19	105.03	147.521
20	80.7	76.689
Rata-rata	192.4635	132.898
SD	69.18270831	39.24854173

### C.2.2 Ukuran Partikel ZnO Variasi HMTA 1:2

Panjang rata-rata, diameter rata-rata dan standar deviasi

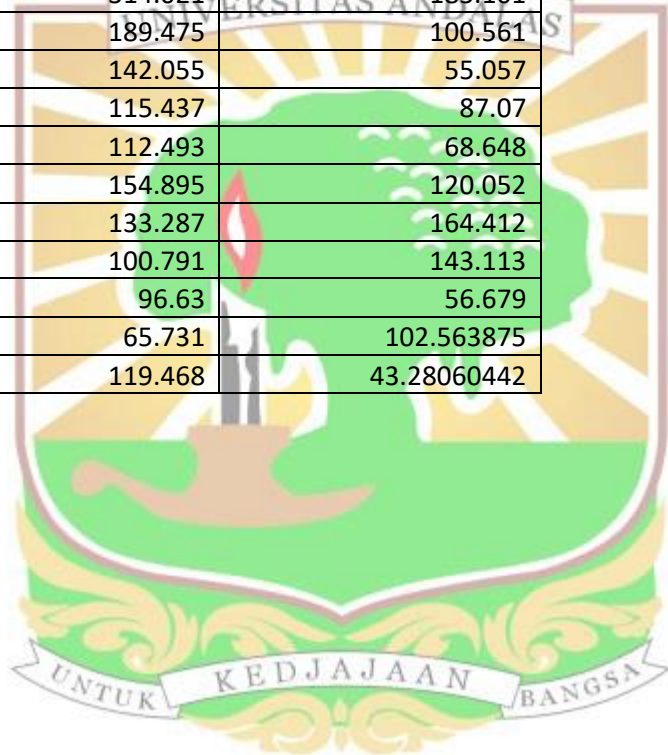
NO	Panjang	Diameter
1	125.549	110.962
2	118.585	126.738
3	128.062	197.041
4	147.585	135.37
5	235.651	135.023
6	158.213	88.671
7	118.585	91.549
8	166.883	106.8
9	102.011	90.312
10	86.963	113.054
11	109.144	125.025
12	120.649	76.035
13	97.082	100
14	95.033	105.268
15	145.624	132.098
16	117.18	85.513
17	129.059	78.102
18	123.516	95.688
19	126.12	60.208
20	120.649	96.469
Rata-rata	128.6072	107.4963
SD	32.35593	29.62798663



### C.2.3 Ukuran Partikel ZnO variasi HMTA 1:3

Panjang rata-rata, diameter rata-rata dan standar deviasi

NO	Panjang	Diameter
1	191.834	91.72
2	90.289	158.922
3	65.731	130.216
4	119.468	50
5	110.212	85.586
6	73.137	52.336
7	168.674	91.549
8	314.021	185.101
9	189.475	100.561
10	142.055	55.057
11	115.437	87.07
12	112.493	68.648
13	154.895	120.052
14	133.287	164.412
15	100.791	143.113
16	96.63	56.679
Rata-rata	65.731	102.563875
SD	119.468	43.28060442



#### C.2.4 Ukuran Partikel ZnO 100 variasi HMTA 1:5

Panjang rata-rata, diameter rata-rata dan standar deviasi

NO	Panjang	Diameter
1	107.616	107.355
2	84.89	70.045
3	92.229	72.672
4	88.353	63.246
5	89.617	75
6	64.377	66.002
7	84.039	77.54
8	95.688	68.648
9	102.956	111.018
10	140.801	67.315
11	122.602	84.595
12	136.221	51.539
13	87.5	91.72
14	95.688	65.622
15	126.738	68.966
16	121.198	72.801
17	101.598	53.502
18	95.197	62.7
19	86.205	66.191
20	107.848	75.166
Rata-rata	101.5681	73.58215
SD	19.46148	15.21979297

