

# Pengaruh Temperatur, Massa Zink, Substrat dan Waktu Tahan Terhadap Struktur dan Morfologi ZnO Hasil Sintesis dengan Metode *Chemical Vapour Transport* (Cvt)

Arisela Distyawan, dan Diah Susanti

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

*e-mail:* santiche@mat-eng.its.ac.id

**Abstrak**—Material Zink Oksida (ZnO) telah berhasil disintesis menggunakan metode *Chemical Vapour Transport* dengan bahan dasar prekursor berupa serbuk Zn yang dipanaskan hingga mencapai temperatur uap dalam furnace horisontal. Adapun variasi yang diberikan dalam penelitian adalah berupa temperatur pemanasan (850, 900, dan 950°C), massa prekursor Zn (0,15, 0,25, dan 0,35g), lama waktu sputtering substrat (90 dan 180 detik), dan waktu tahan khusus untuk mengetahui initial growth ZnO (10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit). Pembentukan Zink Oksida (ZnO) dikonfirmasi melalui data X-RD, dimana telah terbentuk material ZnO dengan struktur hexagonal wurtzite. Berdasarkan data XRD juga diketahui ukuran kristal pada sampel sputtering 90 detik mengalami penurunan bersamaan penambahan massa Zn. Dari hasil pengamatan SEM didapatkan bahwa morfologi permukaan lapisan tipis ZnO terdiri dari berbagai macam bentuk berupa nanoparticle, nanowires, nanorods, dan nanotetrapod. Lapisan ZnO paling tebal sebesar  $\pm 350$  nm pada sampel 950°C-0,15g sputter 90 detik. Semakin tinggi temperatur operasi berdampak peningkatan ukuran partikel. Pengujian FTIR turut menguatkan terbentuknya lapisan tipis di permukaan substrat Alumina. Hal ini didasarkan terjadinya penyerapan vibrasi yang membentuk lekukan pada kisaran area  $509\text{ cm}^{-1}$  dari masing-masing sampel.

**Kata Kunci**—ZnO, *Chemical Vapour Transport*, karakterisasi.

## I. PENDAHULUAN

SALAH satu material yang banyak disintesa dalam bidang material inovatif adalah ZnO. Hal ini dikarenakan ZnO memperlihatkan sifat optik, akustik dan kelistrikan sehingga memiliki sejumlah potensi. Dewasa ini ZnO telah secara luas digunakan pada berbagai macam aplikasi seperti perangkat pyroelektrik, transistor, piezoelektrik, dan sensor, karena ZnO sangat sensitif terhadap gas beracun dan gas mudah terbakar.[1]. Tetapi banyak hal yang harus lebih diamati dalam penelitian ZnO ini selain keunggulan yang dimiliki.

Zinc Oksida (ZnO) merupakan senyawa kimia yang mengandung oksigen dan logam transisi Zinc. Beberapa metode yang dapat dilakukan untuk membuat ZnO antara lain adalah proses hydrothermal, sol-gel, vapour transport, magnetron sputtering dan lain lain.[2]. Salah satu metode yang digunakan, yaitu teknik vapour transport merupakan cara yang cukup baik untuk membentuk ZnO. Proses metode ini dilakukan dengan cara prekursor yang berupa serbuk Zn yang

ditempatkan pada combustion boat dalam tube pada furnace horisontal dipanaskan hingga mencapai temperatur uap dari Zn. Dengan dibantu gas pembawa yang dialirkan, nantinya partikel uap Zn terdeposisi di atas permukaan substrat.[3]. Aliran gas ini juga akan membantu mempercepat proses laju pertumbuhan ZnO, karena pada kondisi lingkungan vakum pertumbuhannya sangat lambat.[4].

Proses CVT terjadi dalam kondisi tube horisontal furnace tertutup hal ini ditujukan agar uap bahan semikonduktor terdeposisi pada permukaan substrat dalam lingkungan gas pembawa inert.[5]. Setelah temperatur berada di atas melting point prekursor barulah gas oksigen dialirkan yang ditujukan untuk membantu proses pertumbuhan kristal bahan semi konduktor pada permukaan substrat. Pada proses ini bahan semikonduktor dideposisikan dalam bentuk uap senyawa semikonduktor yang awalnya terbawa aliran fluida menuju dan terdeposisi pada substrat.

Pemilihan metode CVT, dikarenakan kualitas hasil lapisan tipis (thin film) yang mendekati homogenitas dan karakteristik lapisan tipis ini sesuai dengan parameter yang digunakan untuk proses penelitian. Metode ini juga berpotensi untuk menghasilkan pertumbuhan bahan semikonduktor yang sangat baik. Selain itu metode ini tidak membutuhkan langkah yang cukup panjang selama proses penelitian.

Tujuan utama dalam penelitian ini adalah untuk menganalisa struktur dan morfologi ZnO yang disintesis dengan metode (CVT) beserta pengaruh variasi yang diberikan selama proses sintesis.

## II. METODOLOGI PENELITIAN

### A. Preparasi Alat dan Bahan

Bahan dasar dan alat yang nantinya digunakan pada proses ini antara lain adalah substrat alumina yang disputter Pd/Au selama 90 dan 180 detik, serbuk Zn sebagai prekursor dengan variasi massa sebanyak 0,15g, 0,25g, dan 0,35g menggunakan neraca analitik (Mettler Toledo). Selanjutnya prekursor dituang tepat di tengah *combustion boat* yang kemudian diletakkan substrat alumina  $\pm 3$  mm di atasnya. Serbuk prekursor dan substrat alumina pada *combustion boat* perlu di tempatkan pada posisi yang sesuai. Hal ini nantinya mempengaruhi proses deposisi uap prekursor ke permukaan

substrat alumina yang diharapkan terbentuk secara maksimal.

#### B. Proses Penumbuhan kristal ZnO pada substrat Alumina

Setelah preparasi serbuk prekursor dan substrat alumina yang ditempatkan di *combustion boat* selesai, proses berikutnya dilanjutkan dengan memasukkan *combustion boat* ke dalam tube furnace horisontal. Agar nantinya prekursor mengalami pemanasan sempurna, posisi *combustion boat* harus diletakkan di tengah tube. Udara lingkungan yang berada di dalam tube furnace horisontal akan mempengaruhi proses *chemical vapour transport*, untuk mencegah pengotor lingkungan ikut bereaksi maka dilakukan pemvakuman terlebih dahulu terhadap udara di dalam tube. Menggunakan pompa (vakumbrand) udara dihisap keluar tube sampai tekanan mencapai kurang lebih -70 cm/hg selama 30 menit. Kemudian dialirkan gas Nitrogen ( $N_2$ ) untuk menciptakan kondisi inert di dalam tube furnace horisontal sebesar 1,5 slpm yang dikontrol alirannya menggunakan MFC. Pada tahap ini pompa vakum tetap dihidupkan untuk menjaga sirkulasi udara, namun dengan daya hisap yang sangat rendah agar tube tidak tervakum kembali.

Proses pemanasan menggunakan furnace horisontal dilakukan dengan rate temp sebesar  $30^\circ\text{C}/\text{menit}$  yang dimulai dari temperatur kamar  $\pm 30^\circ\text{C}$  hingga variabel temperatur puncak sebesar  $850^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$ , dan  $950^\circ\text{C}$ , dengan waktu holding selama 40 menit. Pada proses ini gas Nitrogen ( $N_2$ ) dialirkan ke dalam tube agar selama proses pemanasan prekursor tidak bereaksi dengan pengotor. Pada temperatur  $450^\circ\text{C}$  gas Oksigen ( $O_2$ ) mulai dialirkan ke dalam tube furnace horisontal sebesar 0,5 slpm bersamaan dengan gas Nitrogen ( $N_2$ ) yang telah disetting sebelumnya sebesar 1,5 slpm. Campuran gas Nitrogen dan Oksigen ini bertujuan untuk mulai mengoksidasi prekursor yang meleleh. Agar prekursor tidak seluruhnya berikatan dengan Oksigen ( $O_2$ ) atau mengalami oksidasi terlalu dini maka komposisi jumlah Oksigen ( $O_2$ ) lebih sedikit dibanding Nitrogen ( $N_2$ ). Saat temperatur mencapai  $850^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$ , dan  $950^\circ\text{C}$ , prekursor di dalam boat secara bertahap mengalami penguapan dan mulai berikatan sepenuhnya dengan Oksigen ( $O_2$ ). Pertumbuhan dalam lingkungan Oksigen diharapkan akan menghasilkan struktur kristal yang baik dan memiliki karakteristik sesuai yang diharapkan

#### C. Proses Initial Growth ZnO

Pada penelitian tahap ke dua dilakukan untuk mengetahui proses *Initial Growth* kristal ZnO. Sesuai yang ditampilkan pada gambar 3.4 diagram alir di atas, variabel yang diberikan berupa lama waktu holding sebanyak 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit, 50 menit, 60 menit. Serbuk Zn yang digunakan sebanyak 0,35 g yang diletakkan dalam *combustion boat* bersama substrat alumina yang ditempatkan tepat di atas serbuk Zn. Secara keseluruhan prosesnya sama dengan tahap pertama untuk menumbuhkan kristal ZnO pada substrat alumina, yakni aliran gas yang diberikan sebanyak  $N_2 = 1,5$  slpm ditambah  $O_2 = 0,5$  slpm diberikan pada temperatur  $450^\circ\text{C}$ , dan kenaikan temperatur sebesar  $30^\circ\text{C}/\text{menit}$ . Tentunya dari perbedaan waktu tahan yang diberikan pada proses sintesa

ini nantinya diharapkan memberikan gambaran pertumbuhan kristal ZnO pada substrat alumina secara runtut dan jelas.

Sampel yang telah terbentuk dari sintesa tahap pertama yang bertujuan menumbuhkan kristal ZnO pada substrat alumina dan sintesa tahap kedua yang bertujuan mempelajari *Initial Growth* kemudian diuji karakterisasi menggunakan pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### A. Analisa Uji XRD

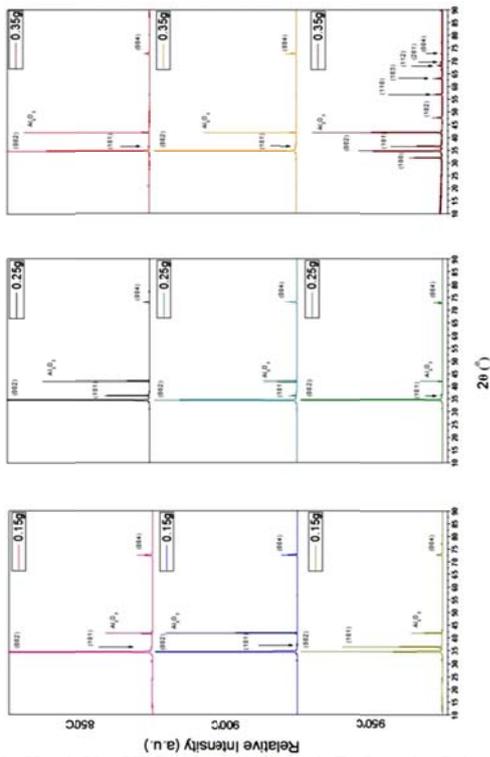
##### 1) Penumbuhan Zink Oksida dengan Proses CVT

Kurva XRD secara umum digunakan untuk menganalisa struktur yang terbentuk sebagai hasil dari proses *chemical vapour transport*. Pengujian XRD dilakukan menggunakan alat PANalytical terhadap sampel hasil penelitian dengan sudut antara  $10^\circ$ - $90^\circ$  dan panjang gelombang sebesar  $1,54056 \text{ \AA}$ .

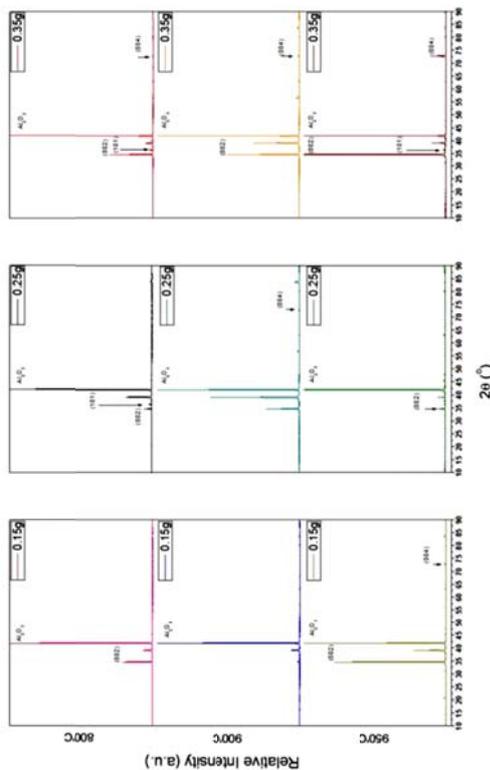
Hasil uji XRD sampel Zink Oksida (ZnO) menunjukkan adanya perubahan berupa tinggi puncak maupun jumlah puncak yang timbul akibat pengaruh variasi massa prekursor sebanyak 0,15g, 0,25g, dan 0,35g dengan temperatur  $850^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$ , dan  $950^\circ\text{C}$  selama 40 menit. Dari hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa grafik yang muncul dariseluruh sampel memiliki kesesuaian struktur kristal yang sama dengan JCPDS nomor 80-0075 yang memiliki struktur kristal heksagonal. Dimana masing masing sampel Zink Oksida (ZnO) yang ditumbuhkan pada substrat alumina yang disputter Pd/Au 90 detik memiliki puncak dominan yang muncul pada sudut  $2\theta = 34,40^\circ$ ,  $36,21^\circ$ , dan  $72,51^\circ$  yang memiliki arah orientasi yakni (002), (101), dan (004). Gambar 1 menunjukkan hasil uji XRD pada kristal yang ditumbuhkan pada substrat yang disputter 90 detik.

Hasil XRD Gambar 2 pada beberapa sampel menunjukkan bahwa telah terbentuk kristal Zink Oksida (ZnO) pada permukaan substrat alumina yang di sputtering Pd/Au selama 180 detik, sesuai dengan JCPDS no 80-0075 yang memiliki struktur heksagonal. Berdasarkan puncak yang terbentuk, sampel yang lain belum mengindikasikan terbentuknya kristal Zink Oksida (ZnO) di permukaan substrat. Dari keterangan *peak list* hasil uji XRD menunjukkan puncak yang muncul memiliki intensitas rendah, bahkan pada masing-masing sampel hanya menunjukkan sedikit puncak yang dominan.

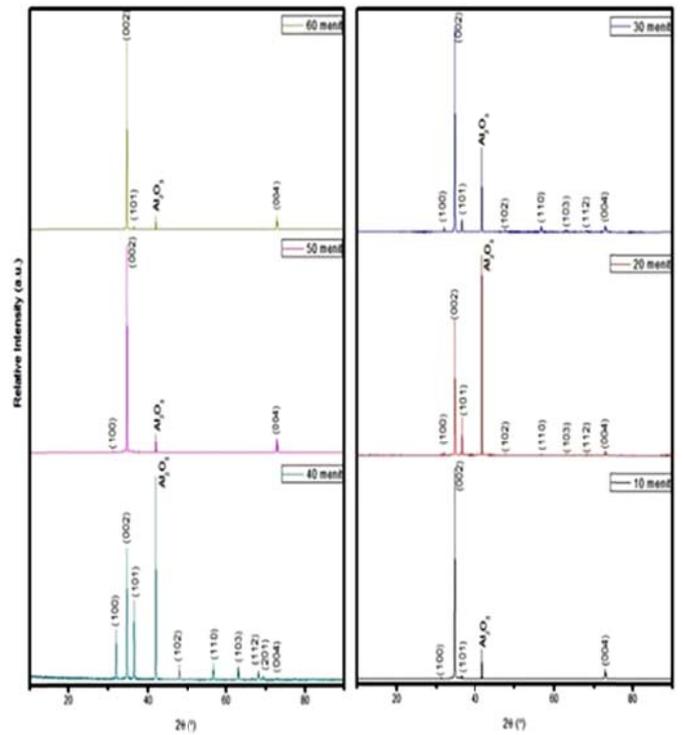
Sampel hasil sintesa pada temperatur  $850^\circ\text{C}$  menggunakan substrat yang disputtering Pd/Au 180 detik menunjukkan peningkatan jumlah puncak difraksi yang terbentuk dengan kenaikan massa Zn. Pada sampel dengan massa Zn 0,15g hanya nampak puncak pada derajat  $34,57^\circ$  tanpa diikuti keberadaan puncak lain yang mengindikasikan kristal ZnO. Pada sampel dengan massa 0,25g setelah diuji XRD menunjukkan puncak kurva pada sudut  $2\theta$   $34,57^\circ$ , dan  $36,36^\circ$  namun intensitasnya lebih rendah dari sampel Zn 0,15g. Puncak pada sudut  $2\theta$   $34,57^\circ$ ,  $36,36^\circ$ , dan  $72,70^\circ$  didapatkan dari hasil uji XRD sampel dengan massa Zn sebanyak 0,35g, ke tiga puncak ini mengindikasikan terbentuknya Zink Oksida (ZnO) sesuai dengan beberapa puncak pada JCPDS no 80-0075 yang memiliki struktur heksagonal yaitu pada sudut  $2\theta = 34,40^\circ$ ,  $36,21^\circ$ , dan  $72,51^\circ$ .



Gambar 1. Hasil Uji XRD Sampel Kristal ZnO pada Substrat yang disputter 90 detik



Gambar 2. Hasil Uji XRD Sampel Kristal ZnO pada Substrat yang disputter 180 detik



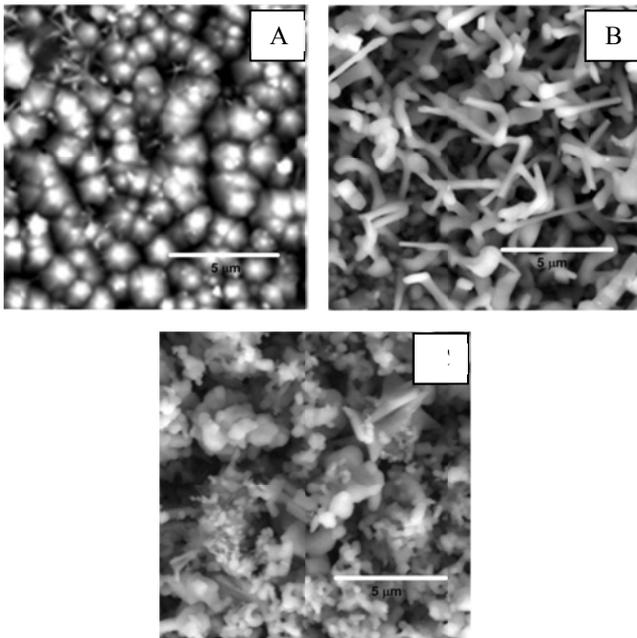
Gambar 3. Uji XRD pada Sampel Initial Growth ZnO

*Growth* yang terjadi pada material ZnO menggunakan media substrat yang disputtering Pd/Au 90 detik dengan Zn 0,35g pada temperatur 950°C. Pemilihan variable pada *Initial Growth* didasarkan dari lapisan ZnO yang terbentuk, kesesuaian puncak difraksi yang timbul dengan kartu JCPDS nomor 80-0075 dan *software* Match! 2. Dari data hasil uji XRD menunjukkan bahwa peningkatan waktu tahan selama 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit pada pemanasan 950°C mempengaruhi puncak difraksi yang terbentuk. Grafik hasil uji XRD pada sampel *Initial Growth* ditunjukkan Gambar 3.

Data grafik yang muncul dari seluruh sampel memiliki kesesuaian struktur kristal yang sama dengan JCPDS nomor 80-0075 yang memiliki struktur kristal heksagonal. Dimana masing masing sampel ZnO yang yang ditumbuhkan pada substrat alumina yang disputter Pd/Au 90 detik memiliki puncak dominan muncul pada sudut  $2\theta = 34.40^\circ, 36.21^\circ,$  dan  $72.51^\circ$  yang memiliki arah orientasi yakni (002), (101), dan (004). Dapat diamati bahwa puncak difraksi yang dominan semakin banyak jumlahnya bersamaan dengan bertambahnya waktu tahan yang diberi, ini terjadi pada waktu tahan 10 hingga 40 menit. Selanjutnya, puncak difraksi berkurang jumlahnya pada waktu tahan selama 50 dan 60 menit.

Intensitas puncak juga mengalami perubahan, jika diperhatikan pada waktu tahan 10 hingga 40 menit telah terjadi penurunan besar intensitas yang terbentuk. Intensitas terendah didapat dari sampel yang diberi waktu tahan selama 40 menit, menunjukkan kristalinitas yang rendah. Hal berbeda terjadi pada sampel dengan waktu tahan 10 menit, data uji XRD dari sampel ini menunjukkan intensitas puncak difraksi paling tinggi dibandingkan sampel lain. Disebutkan bahwa

IV. INITIAL GROWTH ZINK OKSIDA PADA PROSES CVT  
 Penelitian berikutnya dilakukan untuk mengamati *Initial*



Gambar 4. Hasil Uji SEM dari Sampel Penumbuhan ZnO a). Nanoparticle, b). Nanowire, c). Nanotetrapod.

lama waktu tahan yang diberikan pada proses CVT kristal ZnO akan mempengaruhi pertumbuhan kristal itu sendiri.[6].

**B. Analisa Uji SEM**

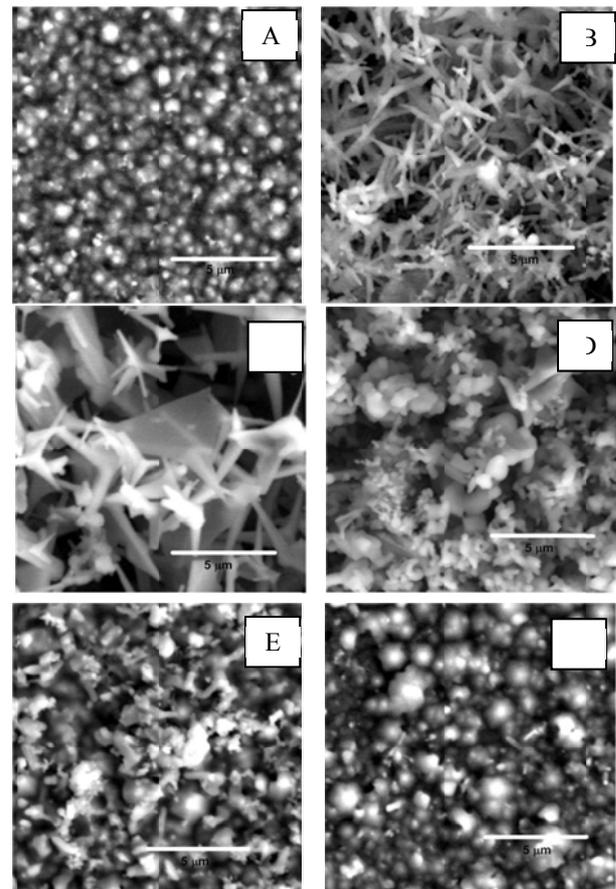
**1) Uji SEM Morfologi Penumbuhan ZnO dengan Proses CVT**

Pengamatan morfologi sampel Zink Oksida (ZnO) dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) FEI. Sampel penumbuhan ZnO disintesis dengan variasi temperatur, massa Zn, dan substrat alumina yang digunakan. Adapun penampakan morfologi yang nampak dari sampel penumbuhan ZnO dikelompokkan dari beberapa bentuk, yaitu: *nanoparticle*, *nanowire*, dan *nanotetrapod*. Gambar 4 menunjukkan hasil uji SEM pada sampel penumbuhan ZnO.

**2) Morfologi Permukaan Initial Growth ZnO Proses CVT**

Pengujian berikutnya dilakukan untuk mengamati morfologi permukaan dari *Initial Growth* material ZnO dengan media substrat yang disputtering Pd/Au 90 detik. Dari data hasil uji SEM menunjukkan bahwa peningkatan waktu tahan selama 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit pada pemanasan 950°C mempengaruhi jumlah kuantitas lapisan *thin film* ZnO yang terbentuk di permukaan substrat. Gambar 5 menunjukkan hasil uji SEM pada sampel *Initial Growth*.

Dari hasil uji SEM sampel *Initial Growth* dapat diketahui bahwa peningkatan waktu tahan mempengaruhi ukuran partikel yang terbentuk. Peningkatan ukuran partikel dan tebal lapisan Zink Oksida secara berurutan terjadi pada sampel waktu tahan 10, 20, 30, dan 40 menit. Selanjutnya, ukuran partikel dan ketebalan lapisan berkurang pada sampel yang disintesis dengan waktu tahan 50 dan 60 menit. Secara jelas ukuran partikel sampel *Initial Growth* dapat diamati pada Tabel 1 dibawah.



Gambar 5. Hasil Uji SEM pada Sampel *Initial Growth* ZnO a). 10 menit, b). 20 menit, c). 30 menit, d). 40 menit, e). 50 menit, f). 60 menit

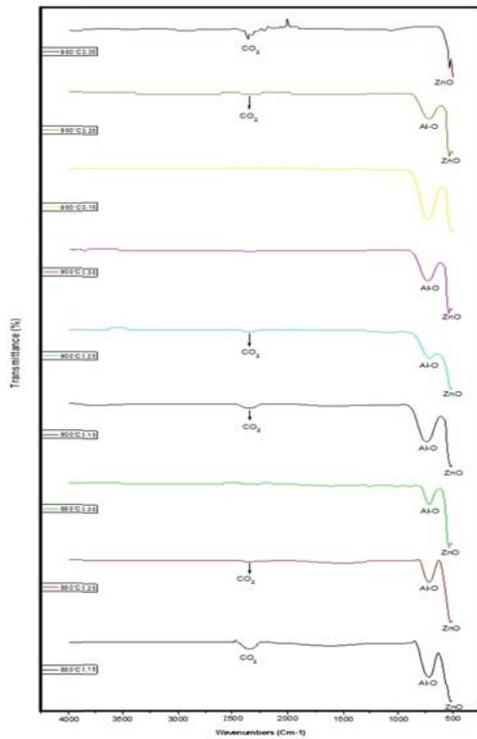
Tabel 1. Ukuran partikel dan tebal sampel *Initial Growth* Zink Oksida (ZnO) di permukaan substrat

No	Holding (menit)	Ukuran Partikel		Bentuk
		Diameter(μm)	Tinggi(μm)	
1	10	0,422-0,964	5,682	nanograins
2	20	0,247-0,504	20,690	tetrapod
3	30	0,382-0,778	20,400	tetrapod
4	40	0,991-1,522	21,270	tetrapod
5	50	0,899-1,035	1,748	nanograins
6	60	0,759-1,357	1,311	nanograins

**C. Analisa Uji FTIR**

**1. Uji FTIR Penumbuhan ZnO dengan CVT**

Uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dihasilkan puncak grafik yang terdeteksi berada pada range wavenumber antara 500-4000  $\text{Cm}^{-1}$ . Pada Gambar 6 di bawah ini menunjukkan penampakan identik antara ke sembilan sampel Zink Oksida (ZnO) di permukaan substrat yang disputter Pd/Au 90 detik. Seperti terlihat pada grafik, pada beberapa sampel terjadi penyerapan vibrasi pada lekukan 2350  $\text{Cm}^{-1}$  yang merupakan bidang vibrasi dari gugus ( $\text{CO}_2$ ) pada

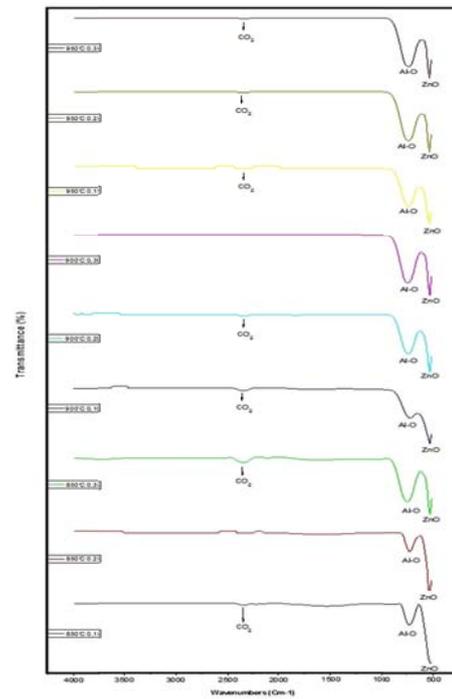


Gambar 6. Hasil Uji FTIR dengan Substrat disputter 90 detik

kisaran  $2380 \text{ Cm}^{-1}$ . [7]. Sampel yang memiliki penyerapan vibrasi pada lekukan  $2350 \text{ Cm}^{-1}$  antara lain adalah pada temperatur  $850^\circ\text{C}$  massa Zn  $0,15\text{g}$  dan  $0,25\text{g}$ ,  $900^\circ\text{C}$  Zn  $0,15\text{g}$  dan  $0,25\text{g}$ , dan  $950^\circ\text{C}$  Zn  $0,25\text{g}$  dan  $0,35\text{g}$ . Penyerapan vibrasi selanjutnya terbentuk di area sekitar  $725 \text{ Cm}^{-1}$  yang merupakan bidang vibrasi dari gugus Al-O. [8]. Vibrasi yang terbentuk pada area ini disebabkan penggunaan material  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang digunakan sebagai substrat tempat pembentukan Zink Oksida (ZnO).

Lekukan yang menandakan penyerapan vibrasi juga terdapat di area  $525 \text{ Cm}^{-1}$  pada sampel  $850^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ ,  $850^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ ,  $900^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ ,  $900^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ ,  $950^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ , dan  $950^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ . Sedangkan untuk sampel yang lain terdapat di area  $540 \text{ Cm}^{-1}$  yaitu  $850^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ ,  $900^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ , dan  $950^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ . Penyerapan vibrasi pada area ini mengindikasikan keberadaan material Zink Oksida (ZnO) yang mengindikasikan material ZnO mulai terbentuk pada area  $509 \text{ Cm}^{-1}$ . [9].

Pada Gambar 7 di bawah ini menunjukkan penampakan identik antara ke sembilan sampel Zink Oksida (ZnO) di permukaan substrat yang disputter Pd/Au 180 detik. Terlihat pada grafik terdapat penyerapan vibrasi serupa dengan menggunakan substrat yang disputter Pd/Au 90 detik. Penyerapan vibrasi dari gugus  $\text{CO}_2$  terdapat pada lekukan  $2350 \text{ Cm}^{-1}$  dari sampel  $850^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ , dan  $900^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ , pada lekukan  $2340 \text{ Cm}^{-1}$  dari sampel  $850^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ ,  $900^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ , dan  $950^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ , selanjutnya pada lekukan  $2330 \text{ Cm}^{-1}$  dari sampel  $950^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ , dan  $950^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ . Namun pada beberapa sampel yang lain belum membentuk lekukan yang menunjukkan gugus  $\text{CO}_2$ . Penyerapan vibrasi berikutnya berlangsung pada area lekukan  $741 \text{ Cm}^{-1}$  pada sampel  $850^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ , pada lekukan  $710 \text{ Cm}^{-1}$  pada sampel  $850^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ , dan  $900^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ , dan selanjutnya pada lekukan  $725 \text{ Cm}^{-1}$  pada



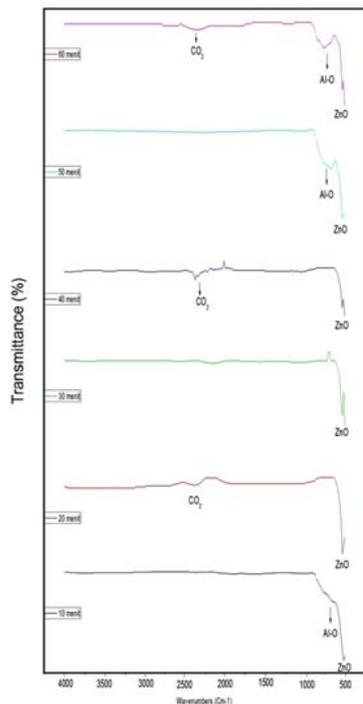
Gambar 7. Hasil Uji FTIR dengan Substrat disputter 180 detik

sampel  $850^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ ,  $900^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ ,  $900^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ ,  $950^\circ\text{C}$ - $0,15\text{g}$ ,  $950^\circ\text{C}$ - $0,25\text{g}$ , dan  $950^\circ\text{C}$ - $0,35\text{g}$ . Dari lekukan pada area tersebut menunjukkan terjadi penyerapan vibrasi yang diakibatkan oleh gugus Al-O pada area sekitar  $750 \text{ Cm}^{-1}$ , karena pengaruh penggunaan substrat  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Lekukan akibat penyerapan vibrasi juga terbentuk pada area  $525 \text{ Cm}^{-1}$ , pada sembilan sampel menggunakan substrat yang disputter 180 detik memiliki lekukan di area tersebut. Penyerapan vibrasi yang menghasilkan lekukan di area ini merupakan indikasi terbentuknya ZnO. Regangan yang terbentuk dari material ZnO dimulai pada sekitar  $509 \text{ Cm}^{-1}$ .

Kemiripan grafik yang terbentuk dari hasil uji FTIR pada sampel Zink Oksida (ZnO) menunjukkan adanya ikatan  $\text{CO}_2$  pada beberapa sampel, baik ditumbuhkan di substrat yang disputter 90 atau 180 detik. Hal ini mengindikasikan adanya pengotor berupa gas  $\text{CO}_2$  yang diadsorpsi oleh permukaan lapisan Zink Oksida (ZnO) yang kemudian menghasilkan penyerapan vibrasi membentuk lekukan yang mengindikasikan terdapatnya ikatan  $\text{CO}_2$  saat pengujian FTIR. Zink Oksida (ZnO) merupakan material yang memiliki sensitifitas tinggi sehingga sangat mudah bereaksi terhadap gas beracun dan mudah terbakar. [10]. Reaksi pengikatan  $\text{CO}_2$  oleh lapisan Zink Oksida (ZnO) :

Diawali adsorpsi spesies Oksigen disekitar lapisan Zink Oksida (ZnO) yang kemudian mengikat elektron dari pita konduktif bereaksi membentuk  $\text{O}^-$ . keberadaan  $\text{O}^-$  dipermukaan ZnO akan meningkatkan resistansi Zink Oksida itu sendiri. Untuk menjaga konduktifitas dan mengembalikan



Gambar 8. Grafik hasil uji FTIR pada sampel *Initial Growth*

elektron yang terlepas, caranya adalah berikatan dengan reduktif gas (CO). Dari ikatan yang terbentuk kemudian mengasilkan senyawa CO<sub>2</sub> yang menempel (adsorpsi) di permukaan lapisan Zink Oksida. CO<sub>2</sub> yang menempel inilah selanjutnya menghasilkan penyerapan vibrasi membentuk cekungan yang mengindikasikan adanya ikatan CO<sub>2</sub> pada material Zink Oksida saat uji FTIR

#### 2) Uji FTIR Sampel *Initial Growth ZnO* pada Proses CVT

Gambar 8 di bawah ini menunjukkan hasil uji FTIR dari sampel *Initial Growth* material Zink Oksida (ZnO). Penyerapan vibrasi menghasilkan lekukan di area 2380 Cm<sup>-1</sup> pada sampel 20 menit, pada area 2360 Cm<sup>-1</sup> pada sampel 40 menit, dan di area 2350 Cm<sup>-1</sup> pada sampel 60 menit.

### V. KESIMPULAN

Material nanopartikel Zink Oksida (ZnO) telah dapat disintesis dengan metode Chemical Vapour Transport (CVT) menggunakan prekursor Zink (Zn) murni, yang dibantu gas Nitrogen dan Oksigen sebagai pengkondisi lingkungan. Dari hasil proses Chemical Vapour Transport diketahui bahwa pada variasi temperatur, massa dan substrat yang diberikan didapatkan struktur kristal heksagonal-wurtzite.

Pada proses Chemical Vapour Transport juga dihasilkan ukuran kristal yang terbentuk sedikit dipengaruhi oleh temperatur pertumbuhan, namun banyak dipengaruhi oleh massa serbuk prekursor Zn. Ketebalan *thin film* Zink Oksida (ZnO) juga bervariasi, mulai ukuran paling tipis ± 10 nm hingga yang paling tebal ± 350 nm.

Dari analisa FTIR didapatkan beberapa ikatan kimia yang terlihat, yaitu ikatan CO<sub>2</sub>, Al-O, dan ZnO. Gugus CO<sub>2</sub> yang timbul merupakan akibat teradsorpsi gas CO<sub>2</sub> dari lingkungan

di permukaan lapisan Zink Oksida. Penggunaan substrat Alumina juga mempengaruhi penyerapan vibrasi yang mengindikasikan ikatan Al-O pada hasil uji FTIR. Dari kurva yang dapat dilihat pada uji FTIR diketahui bahwa keseluruhan sampel memiliki ikatan ZnO.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Hsueh, T.J., Chen Y.W., Chang S.J., Wang S.F., Hsu C.L., Lin Y.R., Lin T.S., Chen I.C., 2007. "ZnO nanowire-based CO sensors prepared on patterned ZnO:Ga/SiO<sub>2</sub>/Si templates". *Sensors and Actuators B* 125, 498–503.
- [2]. Rajabi, M., Dariani R.S., Zad A.I., 2011. "Comparative study of ZnO nanostructures grown on silicon (1 0 0) and oxidized porous silicon substrates with and without Au catalyst by chemical vaportransport and condensation". *Journal of Alloy and Compounds* 509, 4295-4299.
- [3]. Saunders, R.B., McGlynn E., Biswas M., Henry M.O., 2010. "Thermodynamic aspects of the gas atmosphere and growth mechanism in carbothermal vapour phase transport synthesis of ZnO nanostructures". *Thin Solid Films* 518, 4578–4581.
- [4]. Tera-Zaera, R., Martinez-Tomas M.C., Hassani S., Triboulet R., Munoz-Sanjose V., 2004. "Study of the ZnO crystal growth by vapour transport methods". *Journal of Crystal Growth* 270, 711-721.
- [5]. Tong Y.H., Liu Y.C., Dong L., Lu L.X., Zhao D.X., Zhang J.Y., Lu Y.M., Shen D.Z., Fan X.W., 2007. "Growth and optical properties of ZnO nanostructures by vapor transport process". *Materials Chemistry and Physics* 103, 190–194.
- [6]. Ntep, J.M., Hassani S.S., Lusson A., Tromson-Carli A., Ballutaud D., Didier G., Triboulet R., 1999. "ZnO growth by chemical vapour transport". *Journal of Crystal Growth* 207, 30-34.
- [7]. Maciel, A.V., Job A.E., Mussel W.N., Pasa V.M.D., 2012. "Pyrolysis and Auto-gasification of Black Liquor in Presence of ZnO: An Integrated Process For Zn/ZnO Nanostructure Production and Bioenergy Generation". *Biomass and Bioenergy* 46, 538-545.
- [8]. Adamczyk, A., El' zbieta Długo' n., 2012. "The FTIR studies of gels and thin films of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> systems". *Spectrochimica Acta Part A* 89, 11– 17.
- [9]. Senthilkumar, S., Hariharan R., Suganthi A., Ashokkumar M., Rajarajan M., Phitcumani K., 2013. "Synergistic Photodynamic Action of ZnO Nanomaterials Encapsulated *Meso*-tetra (4-Sulfonatophenyl) Prophyrin". *Powder Technology* 237, 497-505.
- [10]. Hsueh, T.J., Hsu C.L., Chang S.J., Chen I.C., 2007. "Laterally grown ZnO nanowire ethanol gas sensors". *Sensor and Actuator B* 126, 473-477.