

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Pengendapan ZnS dalam bentuk lapisan film tipis pada permukaan substrat dilakukan dengan menggunakan metode CBD. Pengendapan dilakukan secara terkontrol dengan cara pembentukan ion kompleks  $\{Zn[NH_3]_4\}^{2+}$ . Kondisi selama proses seperti konsentrasi ion  $Zn^{2+}$ , konsentrasi  $NH_4OH$  dan tiourea  $(NH_2)_2CS$ , temperatur, pH, dan kecepatan pengadukan dibuat konstan. Sedangkan variabel yang digunakan adalah jenis larutan basa alkali (NaOH/KOH) untuk perlakuan awal pada substrat. Analisis dilaksanakan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk memperoleh serapan dari film lapis tipis ZnS. Keberhasilan analisis terlihat dari karakter spektral yang dinyatakan dengan  $\left(\frac{dA}{d\lambda}\right)_{exp} = \left(\frac{dA}{d\lambda}\right)_{lit}$ ,  $\Delta\lambda_{exp} = \Delta\lambda_{lit}$ , dan

$$\lambda_{g(exp)} = \lambda_{g(lit)}.$$

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1 Alat yang digunakan :

1. Gelas Beaker
2. Tabung reaksi
3. Pipet
4. Labu Takar
5. Gelas Ukur

6. Pengaduk magnetik
7. Pemanas (Hot Plate)
8. Spectronic 20 single beam
9. Spektrofotometer UV-Vis double-beam
10. pH meter Orion

### 3.1.2 Bahan yang digunakan :

1.  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  p.a.
2.  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  p.a.
3.  $\text{NH}_4\text{OH}$  p.a.
4. Metanol p.a.
5.  $\text{HNO}_3$  p.a.
6.  $\text{NaOH}$  p.a.
7.  $\text{KOH}$  p.a.
8. Gelas Preparat mikroskop

## 3.2 Cara Kerja

### 3.2.1 Preparasi Larutan

1. Membuat larutan 0,1 M  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Sebanyak 28,74 g kristal  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan ke dalam akuades hingga volumenya menjadi 100 mL, menggunakan labu takar 100 mL.



2. Membuat larutan  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  0,1 M

Sebanyak 0,801 g kristal  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  dilarutkan ke dalam akuades hingga volumenya menjadi 100 mL, menggunakan labu takar 100 mL.

3. Membuat larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  6 M

Sebanyak 45 mL larutan  $\text{NH}_3$  25 % diencerkan dengan akuades hingga volumenya mencapai 100 mL, menggunakan labu takar 100 mL.

3.2.2 Pencucian dan perlakuan substrat gelas preparat mikroskop

1. Gelas preparat dipotong dengan ukuran panjang= 3 cm, lebar= 0,8 cm, tebal= 0,1 cm, kemudian dicuci dengan menggunakan akuades dan metanol, setelah itu direndam dalam larutan  $\text{NaOH}$  0,1 M selama kurang lebih satu malam.
2. Setelah direndam, gelas diangkat dan dicuci dengan menggunakan air biasa
3. Substrat gelas yang sudah bersih kemudian direndam dalam  $\text{HNO}_3$  beberapa saat kemudian diangkat dan dicuci dengan menggunakan akuades kemudian dikeringkan.
4. Prosedur yang sama dilakukan terhadap preparat gelas lainnya menggunakan larutan  $\text{KOH}$  sebagai pengganti larutan  $\text{NaOH}$ .

3.2.3 Pengendapan  $\text{ZnS}$

1. Sebanyak 1 mL  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  0,1 M dimasukkan ke dalam tabung reaksi kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  6 M beberapa tetes untuk memperoleh

pH sebesar 9,3, kemudian dipanaskan dalam penangas air dan diaduk menggunakan magnetik stirrer.

2. Setelah larutan homogen kemudian ditambahkan 1 mL  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  0,1 M dan substrat gelas dilanjutkan proses pengadukan hingga homogen dan proses pemanasan hingga mencapai temperatur  $85^\circ\text{C}$ .
3. Setelah kurang lebih 20 menit dan terlihat substrat gelas terlapisi dengan endapan putih maka substrat tersebut diangkat dan dicuci dengan menggunakan akuades dan dikeringkan dalam desikator.

#### 3.2.4 Analisis

Gelas preparat dengan lapisan film tipis ZnS di atasnya yang telah dikeringkan terlebih dahulu, dianalisis dengan mengukur serapan sampel pada panjang gelombang antara 300-400 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Dari analisis diharapkan didapatkan pola spektra yang sesuai dengan literatur, sesuai dengan tujuan dari penelitian ini.