

BAB III

METODE PENELITIAN

Preparasi lapisan film ZnS pada permukaan plat aluminium dilakukan berdasarkan pada metode EBD. Seng sulfida diendapkan dari ion Zn^{2+} yang direaksikan dengan ion S^{2-} . Plat aluminium dianodisasi terlebih dahulu dalam medium asam hidroklorida sebelum digunakan sebagai substrat pengendapan.

3.1 Penetapan Variabel

Variabel-variabel yang diuji untuk mendapatkan informasi mengenai karakter spektral lapisan film ZnS adalah variabel-variabel kondisi pengendapan. Konsentrasi sumber ion sulfida, $Na_2S_2O_3$, merupakan variabel yang divariasi, sedangkan konsentrasi ion seng, $ZnSO_4$, pH larutan elektrolit, potensial listrik eksternal, temperatur, jarak dan luas permukaan elektroda, serta kecepatan pengadukan merupakan variabel tetap (dikendalikan konstan sepanjang proses).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat

Alat-alat gelas yang digunakan meliputi gelas beaker 100 mL dan 250 mL, gelas ukur 10 mL dan 100 mL, labu takar 100 mL, dan pipet tetes. Selain itu, diperlukan juga peralatan-peralatan lain seperti neraca analitik Mettler AT 200, pH meter digital orion seri 201, termometer, multimeter sanwa YX-360 TR_E, pemanas berpengaduk (desain sendiri), catu daya RC-650, pengatur tegangan (desain sendiri),

seperangkat alat elektrolisis (desain sendiri), XRD-6000 Shimadzu X-Ray Diffractometer, dan Spektrofotometer UV-Vis Reflektans.

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang diperlukan meliputi larutan detergen, NaOH p.a, larutan HNO₃ 65 % p.a, akuades, logam aluminium, batang karbon, larutan HCl 37 % p.a, ZnSO₄.7H₂O p.a, Na₂S₂O₃. 5H₂O p.a, dan larutan NH₄OH 21 % p.a.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi Larutan

1. Membuat larutan NaOH 0,1 M
Sebanyak 0,4 g kristal NaOH dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL.
2. Membuat larutan HNO₃ 0,6 M
Sebanyak 4 mL larutan HNO₃ 65 % diencerkan dengan akuades hingga volumenya 100 mL.
3. Membuat larutan HCl 0,2 M
Sebanyak 1,66 mL larutan HCl 37 % diencerkan dengan akuades hingga volumenya 100 mL.
4. Membuat larutan ZnSO₄.7H₂O 0,1 M
Sebanyak 2,875 g kristal ZnSO₄.7H₂O dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL.

5. Membuat larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,02; 0,06; 0,10; 0,20; dan 0,40 M

Sebanyak 9,928 g kristal $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL. Larutan tersebut digunakan sebagai larutan induk untuk membuat larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,02; 0,06; 0,10; dan 0,20 M dengan cara pengenceran.

3.3.2 Preparasi Plat Aluminium

Plat aluminium dianodisasi terlebih dahulu sebelum digunakan sebagai substrat pengendapan. Sebelum anodisasi, plat aluminium dengan luas permukaan tertentu dicuci terlebih dahulu dengan larutan detergen untuk menghilangkan lemak yang mungkin menempel pada permukaan plat. Selanjutnya, plat dibilas dengan akuades dan direndam dalam larutan NaOH selama lima menit untuk membuat permukaan plat tidak berkilau, kemudian dibilas lagi dengan akuades. Perendaman dilanjutkan dalam larutan HNO_3 selama lima menit untuk menetralkan larutan alkali yang tertinggal dan menghilangkan bercak-bercak (noda) yang ada pada permukaan plat, lalu dibilas dengan akuades. Setelah itu, dilanjutkan dengan anodisasi dalam larutan HCl 0,20 M. Anodisasi dilakukan selama 1 jam di bawah potensial listrik eksternal 0,84 V. Plat aluminium ditempatkan sebagai elektroda kerja dan batang karbon sebagai elektroda bantu. Alumina yang terbentuk dicuci dengan akuades dan dikeringkan.

3.3.3 Preparasi Lapisan Film ZnS pada Permukaan Plat Aluminium

Larutan ZnSO_4 0,10 M dan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan konsentrasi bervariasi dicampurkan dengan perbandingan 1 : 1 (dalam mL) dalam gelas beaker, kemudian

ditambah dengan larutan NH_4OH bertetes-tetes hingga pH menjadi 9,5. Larutan campuran tersebut digunakan sebagai larutan elektrolit. Substrat alumina ditempatkan sebagai elektroda kerja dan batang karbon sebagai elektroda bantu. Elektrolisis dilakukan selama dua jam pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ di bawah potensial listrik eksternal $-0,60\text{ V}$. Sistem diaduk terus-menerus selama proses. Substrat yang telah terlapis endapan dicuci dengan akuades dan dikeringkan.

3.4 Analisis

Uji XRD dan spektrofotometri UV-Vis reflektans digunakan untuk menganalisis hasil yang diperoleh. Analisis dengan XRD digunakan untuk mengidentifikasi alumina hasil anodisasi plat aluminium dan mengetahui keberadaan ZnS yang mengendap pada permukaan substrat alumina, sedangkan spektrofotometer UV-Vis reflektans digunakan untuk menentukan absorbansi endapan ZnS yang mengendap pada permukaan substrat alumina pada tiap variasi konsentrasi tiosulfat dengan rentang panjang gelombang 310 sampai 400 nm, sehingga dapat digambarkan pola spektral lapisan film ZnS.