

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian mengenai preparasi lapisan film ZnS berdasarkan metode EBD dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Diponegoro, Semarang.

3.1 Penentuan Variabel

Preparasi film ZnS dilakukan dengan mengendapkan ion Zn^{2+} yang direaksikan dengan ion S^{2-} pada permukaan substrat alumina. Metode yang diterapkan adalah EBD. Natrium tiosulfat digunakan sebagai sumber ion sulfida.

Variabel-variabel yang diuji untuk mendapatkan pola spektral film sulfida adalah variabel-variabel kondisi pengendapan. Variabel kondisi adalah pH larutan. Sementara variabel kondisi divariasikan, faktor-faktor lain seperti konsentrasi ion logam dan ion sulfida, potensial listrik eksternal, serta temperatur dikendalikan konstan sepanjang proses.

3.2 Peralatan

Selain alat-alat gelas standar seperti gelas beaker 100 mL dan 1L, gelas ukur 10 mL dan 100 mL, labu takar 100 mL, dan pipet tetes, peralatan lain yang diperlukan adalah termometer, pemanas berpengaduk (desain sendiri), pH meter digital Orion Seri 201, multimeter (Sanwa YX-360 TRE), neraca elektrik (Mettler AT 200), catu daya (RC-650), pengatur tegangan (desain sendiri), dan seperangkat alat elektrolisis (desain sendiri). Difraksi Sinar-X (XRD-6000 Shimadzu X-Ray

Diffractionmeter) dan Spektrofotometer UV-Vis Reflektans digunakan untuk analisis hasil.

3.3 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian antara lain plat aluminium, batang karbon, larutan detergen, NaOH (p.a), HNO₃ 65 % (p.a), HCl 37 % (p.a), ZnSO₄.7H₂O (p.a), Na₂S₂O₃.5H₂O (p.a), NH₄OH 21 % (p.a), dan akuades.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan

1. Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

Sebanyak 0,4 g serbuk NaOH dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL menggunakan labu takar 100 mL.

2. Pembuatan larutan HNO₃ 0,6 M

Sebanyak 4 mL larutan HNO₃ 65 % diencerkan dengan akuades hingga volumenya 100 mL menggunakan labu takar 100 mL.

3. Pembuatan larutan HCl 0,2 M

Sebanyak 1,68 mL larutan HCl 37 % diencerkan dengan akuades hingga volumenya 100 mL menggunakan labu takar 100 mL.

4. Pembuatan larutan ZnSO₄.7H₂O 0,1 M

Sebanyak 2,876 g serbuk ZnSO₄.7H₂O dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL menggunakan labu takar 100 mL.

5. Pembuatan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 M

Sebanyak 2,482 g serbuk $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL menggunakan labu takar 100 mL.

3.4.2 Preparasi Substrat Aluminium

Sebelum digunakan sebagai substrat, plat aluminium dengan ukuran tertentu dicuci terlebih dahulu dalam larutan detergen untuk menghilangkan lemak yang menempel pada permukaan logam. Pencucian dilanjutkan dengan perendaman dalam larutan NaOH 0,1 M untuk membuat permukaan aluminium tidak berkilau. Proses selanjutnya adalah perendaman dalam larutan HNO_3 0,6 M untuk menetralkan larutan alkali yang tertinggal dan untuk menghilangkan bercak-bercak yang ada pada permukaan logam. Plat aluminium dibilas dengan akuades lalu dikeringkan. Plat aluminium yang telah bersih dianodisasi selama 1 jam di bawah potensial listrik eksternal 0,84 V menggunakan larutan elektrolit HCl 0,2 M. Pada sistem elektrolisis, plat aluminium dirangkai sebagai elektroda kerja dan batang karbon sebagai elektroda bantu. Lapisan aluminium oksida yang terbentuk dicuci dengan akuades dan dikeringkan.

3.4.3 Preparasi Lapisan Film ZnS

Proses pengendapan ZnS dilakukan dengan mencampurkan larutan seng sulfat 0,1 M dan tiosulfat 0,1 M dalam gelas beaker dengan perbandingan 1 : 1 (dalam mL). pH larutan dibuat bervariasi, yaitu 9,0; 9,2; 9,3; 9,5; dan 9,6 dengan penambahan ammonium hidroksida. Rangkaian elektrolisis disusun dengan plat aluminium teranodisasi sebagai elektroda kerja dan batang karbon sebagai elektroda

bantu. Elektrolisis berlangsung pada temperatur 60 °C selama 2 jam di bawah pengaruh potensial listrik $-0,6$ V. Sistem terus diaduk selama proses. Setelah elektrolisis, aluminium teranodisasi yang telah terlapisi endapan dibilas dengan akuades lalu dikeringkan.

3.5 Metode Analisis

Analisis yang dilakukan meliputi uji XRD dan Spektrofotometri UV-Vis Reflektans. Analisis dengan XRD digunakan untuk mengidentifikasi aluminium oksida hasil anodisasi serta ZnS yang menempel pada permukaan substrat. Analisis dengan Spektrofotometer UV-Vis Reflektans yang dilakukan pada panjang gelombang 300 – 400 nm dengan rentang 5 nm digunakan untuk mengungkapkan absorbansi serta menggambarkan pola spektral lapisan film ZnS pada setiap variasi pH larutan.

