

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Pengendapan ZnS dalam bentuk lapisan film pada permukaan substrat alumina dilakukan dengan variasi pH menggunakan metode CBD. Pengendapan dilakukan secara terkontrol dengan pembentukan ion kompleks  $\{Zn(NH_3)_4\}^{2+}$ . Kondisi selama proses seperti konsentrasi ion  $Zn^{2+}$ , konsentrasi  $NH_4OH$  dan tiourea  $(NH_2)_2CS$ , luas permukaan substrat, temperatur pengendapan, kecepatan pengadukan dan kecepatan alir  $N_2$  dibuat konstan. Sedangkan variabel yang divariasikan adalah pH. Analisis dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Reflektans untuk memperoleh serapan lapisan film ZnS dan FTIR (Bio-Rad Merlin).

#### **3.1 Peralatan**

1. Seperangkat alat gelas untuk preparasi larutan
2. Termometer, untuk mengukur suhu sistem
3. Pemanas berpengaduk (konstruksi sendiri), sebagai hot plate dan stirer
4. pH meter digital Orion seri 201, untuk mengukur pH larutan
5. Multimeter (Sanwa YX-360 TRE), untuk mengukur tegangan
6. Neraca elektrik (Mettler AT 200), untuk menimbang bahan
7. Catu daya (RC-650), sebagai tegangan luar
8. Pengatur tegangan (konstruksi sendiri), untuk mengatur tegangan anodisasi

### 3.2 Bahan-bahan

1. Plat aluminium, sebagai substrat dipotong dengan ukuran tertentu
2. Larutan detergen, sebagai larutan pencuci substrat
3. NaOH p.a (Merck), untuk membuat permukaan aluminium tidak berkilau
4. Larutan HNO<sub>3</sub> 65 % p.a (Merck), untuk menetralkan larutan alkali yang tertinggal dan untuk menghilangkan bercak-bercak yang ada pada permukaan logam
5. Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 97 % p.a (Merck), sebagai larutan elektrolit anodisasi
6. ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O p.a (Merck), sebagai sumber ion Zn<sup>2+</sup>
7. (NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CS p.a (Merck), sebagai sumber ion S<sup>2-</sup>
8. NH<sub>4</sub>OH p.a (Merck), untuk membuat suasana basa
9. Akuades, sebagai pencuci dan pelarut

### 3.3 Prosedur

#### 3.3.1 Preparasi Larutan

1. Pembuatan larutan NaOH 0,1 M  
Sebanyak 0,4 g serbuk NaOH dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 ml. di dalam labu takar 100 mL.
2. Pembuatan larutan HNO<sub>3</sub> 0,6 M  
Sebanyak 4,1795 mL HNO<sub>3</sub> 65 % diencerkan dengan akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL di dalam labu takar 100 mL.
3. Pembuatan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,8 M  
Sebanyak 15,4069 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 97 % diencerkan dengan akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL di dalam labu takar 100 mL.

#### 4. Pembuatan larutan $\text{ZnSO}_4$ 0,1 M

Sebanyak 2,876 g serbuk  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL di dalam labu takar 100 mL.

#### 5. Pembuatan larutan $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$ 0,1 M

Sebanyak 0,801 g serbuk  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  dilarutkan dalam akuades lalu diencerkan hingga volumenya 100 mL di dalam labu takar 100 mL.

### 3.3.2 Preparasi Substrat Aluminium

Plat aluminium dicuci menggunakan akuades kemudian direndam dalam larutan  $\text{NaOH}$  0,1 M selama 5 menit. Setelah direndam, plat aluminium diangkat dan dicuci dengan akuades. Plat aluminium yang sudah bersih kemudian direndam dengan larutan  $\text{HNO}_3$  0,6 M selama 5 menit kemudian diangkat dan dicuci dengan akuades kemudian dikeringkan. Plat aluminium yang telah bersih dianodisasi selama 1 jam pada potensial listrik eksternal 10 V menggunakan larutan elektrolit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2,8 M sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik.

### 3.3.3 Pengendapan $\text{ZnS}$ pada Plat Aluminium Hasil Anodisasi

Larutan  $\text{ZnSO}_4$  0,1 M dan larutan  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  0,1 M dicampur di dalam gelas piala dengan perbandingan 1 : 1 (dalam mL). Harga pH larutan campuran dibuat bervariasi, yaitu 9,0; 9,2; 9,3; 9,5; dan 9,6 dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  beberapa tetes, kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik sampai homogen dan dipanaskan hingga mencapai temperatur 85 °C. Substrat alumina

direndam dalam sistem, sistem terus diaduk dan dialiri gas  $N_2$  selama proses. Setelah 2 jam terlihat substrat terlapisi endapan putih kemudian substrat diangkat dan dicuci menggunakan akuades dan dikeringkan dalam suasana  $N_2$ .

### **3.3.4 Uji Karakteristik**

Uji karakteristik film ZnS pada permukaan substrat dilakukan secara kimiawi memakai asam klorida encer, dengan spektrofotometri UV-Vis reflektans, spektrofotometri FTIR, dan difraksi sinar-X (XRD).