

Pengaruh Suhu *Annealing* Terhadap Sifat Listrik dan Struktur Kristal Lapisan Tipis Nanokomposit PVA/ZnO

1st Ahmad Faris Ramadhan
Fakultas Teknik Elektro
Telkom University
Bandung, Indonesia

ahmadfarisramadhan@student.telkomuniversity.ac.id

2nd Abrar
Fakultas Teknik Elektro
Telkom University
Bandung, Indonesia

abranselah@telkomuniversity.ac.id

3rd Indra Wahyudin Fathonah
Fakultas Teknik Elektro
Telkom University
Bandung, Indonesia

indrafathonah@telkomuniversity.ac.id

Abstrak—Pada penelitian ini dibuat polimer komposit dari polyvinyl alkohol (PVA) dan zink oksida (ZnO) yang dideposisi ke substrat kaca menjadi lapisan tipis polimer nanokomposit PVA/ZnO. Lapisan tipis PVA/ZnO diberi *annealing treatment* dengan suhu 80 - 200°C yang bertujuan untuk mempelajari pengaruh suhu *annealing* terhadap pembentukan polimer nanokomposit pada lapisan tipis beserta sifat listrik dan struktur kristalnya. Karakterisasi kurva I-V telah dilakukan untuk menentukan sifat listrik dan menunjukkan adanya pengaruh suhu *annealing* terhadap konduktivitas. Struktur kristal pada lapisan tipis diuji menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan pola XRD menunjukkan lapisan tipis PVA/ZnO memiliki struktur polikristalin yang ditandai dengan adanya puncak difraksi tajam yang sesuai dengan pola referensi standar dari struktur kristal wurtzite hexagonal ZnO. Photoluminescence spektroskopi menunjukkan peningkatan terhadap intensitas dan pergeseran nilai puncak emisi seiring dengan meningkatnya suhu *annealing*.

Kata kunci—Polimer nanokomposit, PVA/ZnO, suhu *annealing*, sifat listrik, struktur kristal

I. PENDAHULUAN

Polimer nanokomposit terus berkembang beberapa tahun terakhir karena potensinya untuk digunakan dalam berbagai aplikasi seperti sensor, dielektrik, perangkat biomedis, dan lain-lain. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa penambahan zat anorganik ke dalam polimer dapat meningkatkan sifat polimer tersebut sehingga menghasilkan polimer komposit [1]. Polimer nanokomposit merupakan polimer yang mempunyai zat berukuran nano tersebar di dalamnya sehingga muncul sifat baru pada polimer tersebut. Nanopartikel sebagai filler yang tersebar dalam matriks polimer setidaknya memiliki dimensi ukuran yang sama yaitu sekitar 1-100 nm. Sifat mekanik, listrik, optik, struktural, dan

termal dari polimer nanokomposit tersebut dapat diatur berdasarkan jenis nanopartikel yang ditambahkan ke dalam polimer tersebut, salah satunya logam oksida anorganik [2]. Beberapa nanofiller logam oksida anorganik diantaranya yaitu TiO₂, Al₂O₃, SiO₂, ZnO, dan lain-lain. Nanopartikel zink oksida (ZnO) menarik banyak minat para peneliti karena memiliki sifat listrik dan optik yang baik sehingga penggunaannya secara luas dalam berbagai aplikasi industri dan teknologi seperti sensor kimia, film piezoelektrik, dan aplikasi fotovoltaik [3].

Zink Oksida (ZnO) merupakan semikonduktor golongan II-IV tipe-n yang mempunyai celah pita energi yang lebar yaitu 3,4 eV pada suhu ruangan, energi ikat eksiton yang besar 60 meV, absorpsi sinar UV yang baik di panjang gelombang sekitar 200-400 nm, stabilitas kimia yang baik, tidak beracun dan ramah lingkungan, serta material dengan harga relatif murah [1]. Nanopartikel ZnO memiliki karakteristik yang unik yaitu berada dalam fase antara anti-elektrostatik atau konduktif sehingga memiliki sifat-sifat elektrik, magnetik, kimia, dan optik yang baik. Hal ini menunjukkan potensi yang dimiliki ZnO dalam fabrikasi semikonduktor, piezoelektrik, bahan pelindung UV, pelapis polimer, fotokimia, optical waveguides, pemancar laser UV, sensor gas, dan lain-lain.

Berbagai jenis polimer (Polyaniline (PANI), polyvinyl alkohol (PVA), dan lain-lain) yang ditambahkan dengan berbagai jenis nanofiller (TiO₂, ZnO, dan lain-lain) dibuat untuk meningkatkan sifat listrik, struktural, mekanik dan optik dari polimer tersebut. Pada penelitian ini polyvinyl alkohol (PVA) digunakan sebagai matriks polimer karena mempunyai kelebihan seperti sifat termal stabil yaitu dengan adanya perubahan warna pada suhu 100°C, berubah gelap pada suhu di atas 150°C, dan mulai terjadi penguraian pada suhu 200°C, transmisi optik yang tinggi, larut dalam air, dan harga relatif murah [4].

Beberapa penelitian telah mengamati peningkatan sifat listrik dalam nanokomposit PVA berbasis ZnO yang disiapkan dengan berbagai metode. S. Sathish dan kawan-kawan (2015) mengungkapkan bahwa lapisan tipis PVA/ZnO nanokomposit yang diberi *annealing treatment* dengan suhu 50°C - 150°C memiliki struktur polikristalin dan menunjukkan struktur kristal ZnO wurtzit heksagonal, sedangkan sampel tanpa diberi *annealing treatment* memiliki struktur kristal amorph [5]. Pada penelitian Abdillah Faiz (2021) hasil pengujian XRD menunjukkan lapisan tipis PVA/ZnO nanokomposit memiliki struktur semi-kristalin karena puncak-puncak difraksi yang kecil [6]. Pada penelitian Wan Rizti Fadila (2022) ditemukan sampel yang diberi *heat treatment*, ukuran kristal dan kristalinitas mengalami penurunan serta aglomerasi sehingga membentuk partikel yang lebih besar [7].

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dibuat lapisan tipis PVA/ZnO yang akan diberi *annealing treatment* di dalam *nitrogen chamber* dengan suhu $80\text{-}200^{\circ}\text{C}$ untuk mengetahui efek suhu *annealing* terhadap karakteristik struktur kristal yang dapat mempengaruhi sifat listriknya. Diharapkan dengan adanya variasi pada suhu *annealing*, akan didapatkan suhu *annealing* optimal untuk membuat lapisan tipis PVA/ZnO yang memiliki karakteristik dan sifat dari nanokomposit. Selanjutnya sampel akan dikarakterisasi dengan X-ray diffraction (XRD), Scanning electron microscopy (SEM), dan spektroskopi Photoluminescence.

II. KAJIAN TEORI

A. Polimer Nanokomposit

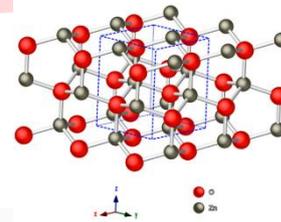
Nanokomposit dapat diklasifikasikan berdasarkan bahan matriksnya yaitu *Ceramic Matrix Nanocomposites* (CMNC), *Metal Matrix Nanocomposites* (MMNC), dan *Polymer Matrix Nanocomposites* (PMNC). Polimer lebih dipilih daripada logam dan keramik karena memiliki kelebihan seperti kepadatan yang rendah, *specific stiffness* yang tinggi, *specific strength* yang tinggi, dan kemudahan fabrikasi. Namun polimer juga memiliki kekurangan seperti konduktivitas listrik yang sangat rendah, sifat mekanik (modulus Young) dan konduktivitas termal yang buruk, dan koefisien ekspansi termal (CTE) yang relatif tinggi [2]. Sifat-sifat ini dapat diperbaiki dengan menambahkan nanopartikel ke dalam matriks polimer sehingga menciptakan polimer nanokomposit.

Polimer nanokomposit adalah campuran dari nanopartikel dan polimer yang memiliki sifat berbeda. Nanopartikel sebagai filler yang tersebar dalam matriks polimer harus tidak larut satu sama lain dan setidaknya memiliki satu dimensi ukuran sekitar 1-100 nm. Sifat listrik, optik, mekanik, dan termal dari polimer nanokomposit tersebut dapat diatur berdasarkan jenis nanopartikel yang ditambahkan ke dalam polimer [2]. Dalam proses sintesis polimer nanokomposit, hal yang penting untuk diperhatikan adalah distribusi nanofiller di dalam matriks polimer. Distribusi nanopartikel yang homogen akan menghasilkan sifat nanokomposit yang lebih baik [8].

B. Zink Oksida

Zink oksida merupakan logam oksida kedua terbanyak setelah besi dan harganya relatif murah, aman, serta dapat dibuat dengan mudah. Sifat fisik dan kimia zink oksida dapat dengan mudah diubah dengan mengubah morfologi menggunakan metode sintesis dan *post treatment* yang berbeda untuk menghasilkan nanopartikel ZnO. Zink oksida merupakan salah satu senyawa anorganik semikonduktor golongan II-IV berbentuk bubuk putih dan tidak larut dalam air. Nanopartikel zink oksida memiliki pita energi sebesar 3,37 eV dan energi ikatan 60 meV yang menjadikan nanopartikel zink oksida memiliki stabilitas kimia, listrik, dan termal yang sangat baik. Nanopartikel zink oksida juga memiliki sifat optik, listrik, dan fotokatalitik. Karena sifat tersebut nanopartikel zink oksida dapat diaplikasikan pada sel surya, fotokatalisis, dan sensor kimia [9].

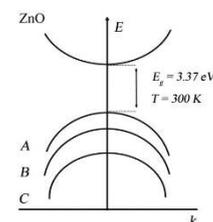
Nanopartikel zink oksida mengkristal dalam struktur tipe wurtzite heksagonal ditunjukkan pada Gambar 1. Struktur tipe wurtzite menyebabkan polarisasi spontan di sepanjang sumbu-c yang sangat mempengaruhi sifat listrik dan optik dari nanopartikel zink oksida.



Gambar 1

Struktur Wurtzite Nanopartikel Zink Oksida [10]

Struktur pita energi nanopartikel zink oksida ditunjukkan pada Gambar 2. Nanopartikel zink oksida memiliki jenis celah pita energi langsung (*direct band gap*), dengan pita konduksi terdiri dari Zn (Zink) orbital 4s dan pita valensi terdiri dari O(Oksigen) orbital 2p [10]. Karena nanopartikel zink oksida memiliki energi ikat eksiton yang tinggi (60 meV) pada suhu kamar, dua kali lipat dari energi termalnya (25,8 meV), menyebabkan nanopartikel zink oksida memiliki kemampuan yang baik dalam penyerapan optik dan luminescence spectra. Energi ikat eksiton nanopartikel zink oksida yang besar menunjukkan bahwa eksiton dapat bertahan pada suhu kamar atau bahkan suhu yang lebih tinggi sehingga sangat menjanjikan dalam aplikasi *light-emitting* [10].



Gambar 2

Struktur Pita Energi ZnO [10]

C. Polyvinyl Alkohol (PVA)

Polyvinyl Alkohol (PVA) adalah polimer sintesis yang biasanya dijumpai dalam bentuk serbuk. PVA mempunyai sifat semikristalin karena adanya ikatan hidrogen antara rantai molekul. Karakteristik mekanik, optik dan listriknya dapat dengan mudah disesuaikan dengan cara didoping nanofiller [4]. Karakteristik fisik dari PVA (densitas,

kristalinitas, kelarutan dalam air, volume molar, derajat polimerisasi) sangat bergantung pada derajat hidrolisis, pengendapan kristal, massa molekul dan kelembaban. Berdasarkan hidrolisis dan massa molekul, berbagai kadar PVA yang tersedia di pasaran memiliki karakteristik titik leleh, viskositas, pH, indeks bias, dan celah pita yang berbeda. PVA memiliki kemampuan untuk membentuk lapisan tipis seragam dengan kualitas optik tinggi yang dapat digunakan sebagai sensor optik. Polimer PVA dipilih karena kelebihanannya seperti transmisi optik yang tinggi, kelarutan dalam air, sifat termal yang stabil, dan sifat non-korosif yang menjadikannya matriks yang baik untuk aplikasi optoelektronik dan berbagai aplikasi lainnya [4].

D. Kristalisasi Polimer

Kristalisasi polimer merupakan proses penyusunan kembali rantai-rantai molekul dari polimer tersebut. Polimer dapat mengkristal pada proses pendinginan dari cair ke padat, peregangan dan penguapan. Kristalisasi dapat mempengaruhi sifat optik, mekanik, termal dan kimia polimer. Pertumbuhan kristal dapat dicapai dengan penambahan segmen rantai polimer dan hanya terjadi untuk suhu di bawah titik leleh T_m dan suhu di atas transisi gelas T_g . Suhu di atas titik leleh dapat menghancurkan susunan rantai molekul dan suhu di bawah transisi gelas polimer terlalu kaku sehingga pergerakan rantai molekul tidak dapat bergerak dengan bebas [11]. dan menjelaskan teori-teori yang berkaitan dengan variabel-variabel penelitian. Poin subjudul ditulis dalam abjad.

III. METODE

A. Diagram Alir Penelitian

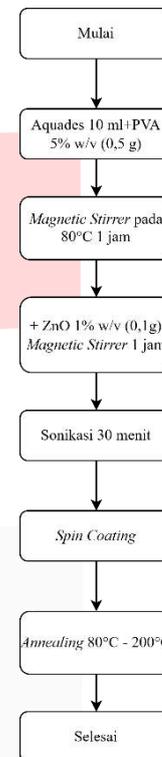
Tahapan yang akan dilakukan dalam penelitian ini untuk dapat membuat sampel lapisan tipis ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3
Diagram Alir Penelitian

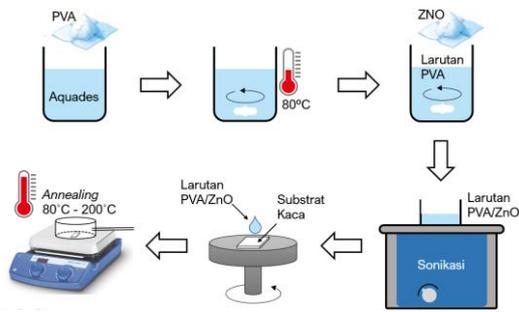
Penelitian dimulai dengan melakukan studi literatur untuk mempelajari teori yang terkait dengan topik penelitian. Sumber literatur diperoleh dari buku, jurnal, dan penelitian-penelitian sebelumnya. Kemudian dilanjutkan dengan memulai pembuatan lapisan tipis PVA/ZnO dengan persiapan alat dan bahan yang diperlukan. Metode spin coating digunakan untuk membuat sampel lapisan tipis

PVA/ZnO ke substrat kaca. Setelah sampel berhasil disintesis, selanjutnya uji karakteristik dilakukan pada sampel lapisan tipis PVA/ZnO untuk mengetahui lapisan tipis PVA/ZnO memiliki sifat nanokomposit dengan berbagai macam pengujian diantaranya uji struktur kristal menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), uji sifat listrik dengan Kurva Arus-Tegangan/Kurva I-V, uji morfologi permukaan menggunakan Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM), dan uji karakteristik sifat optik dengan menggunakan spektroskopi Photoluminescence.

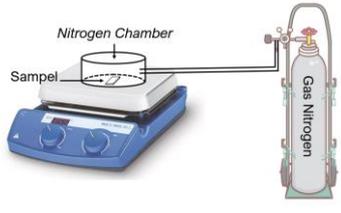


Gambar 4
Diagram Alir Sintesis Lapisan Tipis PVA/ZnO

Tahapan pembuatan lapisan tipis PVA/ZnO ditunjukkan pada Gambar 4 dan Gambar 5. Pertama larutan PVA dibuat dengan menambahkan 5% w/v (0,5 g) PVA kedalam 10 ml aquades. Larutan PVA diaduk menggunakan magnetic stirrer pada suhu 80°C selama satu jam hingga seluruh PVA larut dalam aquades yang ditunjukkan dengan larutan transparan. Kemudian nanopowder ZnO dengan konsentrasi 1% w/v (0,1 g) ditambahkan ke larutan PVA dan diaduk lagi selama satu jam. Selanjutnya dilakukan sonikasi selama tiga puluh menit untuk mendapatkan larutan PVA/ZnO homogen. Setelah larutan PVA/ZnO didapatkan, proses spin coating dilakukan dengan meneteskan larutan PVA/ZnO ke substrat kaca untuk mendapatkan sampel lapisan tipis. Kemudian sampel lapisan tipis akan diberi *annealing treatment* pada *nitrogen chamber* dengan suhu 80°C - 200°C, selama lima menit yang ditunjukkan pada Gambar 6.

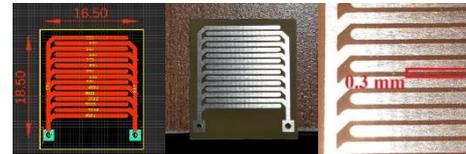


Gambar 5
Proses Pembuatan Lapisan Tipis PVA/ZnO



Gambar 6
Proses Annealing Treatment Pada Lapisan Tipis PVA/ZnO

dirancang terlebih dahulu elektroda printed circuit board (PCB) berbentuk Interdigitated electrodes seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7 dengan menggunakan Autodesk EAGLE. PCB lapisan tipis PVA/ZnO kemudian dihubungkan ke Keithley 2400 yang sudah tersambung dengan laptop untuk dilakukan pengambilan data kurva I-V dengan skematik yang ditunjukkan Gambar 8.



Gambar 7
Rancangan elektroda PCB



Gambar 8
Skematik Pengujian Kurva I-V

B. Alat dan Bahan

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

Tabel 1
Alat

1	Gelas ukur
2	Gelas beaker
3	Timbangan
4	Hot plate
5	Magnetic Stirrer
6	Ultrasonic bath
7	Spin coater
8	Pinset
9	Pipet

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

Tabel 2
Bahan

1	Polyvinyl alkohol (PVA) Sigma Aldrich (87-90% hydrolyzed, average mol wt 30-70)
2	Zink Oksida (ZnO) Sigma Aldrich (ZnO nanopowder <100 nm)
3	Aquades
4	Alkohol
5	Substrat Kaca
6	Petri dish

C. Karakterisasi Sampel

Sampel akan dikarakterisasi dengan Kurva I-V, X-ray diffraction (XRD), Field Emission Scanning electron microscopy (FESEM), dan Photoluminescence spektroskopi.

1. Karakterisasi Sifat Listrik Kurva I-V

Pengujian sampel dengan kurva I-V dilakukan di Lab Material Teknik Fisika Telkom University menggunakan alat Keithley 2400. Sifat listrik dari lapisan tipis dikarakterisasi untuk mendapatkan hasil berupa kurva arus-tegangan atau kurva I-V. Sebelum lapisan tipis dapat diuji sifat listriknya,

2. Karakterisasi Struktur Kristal X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian sampel dengan X-Ray Diffraction (XRD) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Lanjut Bandung – BRIN menggunakan alat D8 Advance Eco (Bruker) Bragg-Brentano Diffraction dengan kondisi pengujian sebagai berikut:

Tabel 3
Kondisi Pengujian XRD

X-ray Source	CuK α
Goniometer radius	280 mm
K α 1 wavelength	1,54060 Å
Two theta (2θ) range	10-80°
Voltage, current	40 kV, 40 mA
Step Size °	0,020°
Filter at detector	Ni 0,02
Time/Step	0,200 s
Sample Stage	X, Y, Z
Optics divergence slit	1 mm
Detector	LYNXEYE XE-T
Room humidity, temperature	50%, 23°C

3. Karakterisasi Morfologi Permukaan Field emission scanning electron microscopy (FESEM)

Pengujian sampel dengan Field emission scanning electron microscopy (FESEM) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Lanjut Cibinong – BRIN menggunakan alat FESEM Thermo Scientific Quattro S.

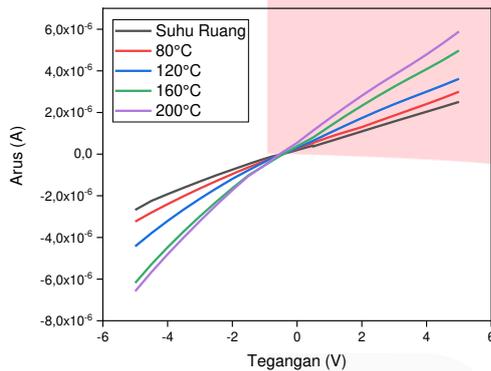
4. Karakterisasi Spektroskopi Photoluminescence

Pengujian sampel dengan Spektroskopi Photoluminescence Laboratorium Integrated Laboratory and Research Center Universitas Indonesia menggunakan alat Horiba MicOS Photoluminescence. Pengujian dilakukan dengan sinar laser uv 325 nm dengan range pengukuran panjang gelombang 350-1000 nm dalam keadaan steady state.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Pengukuran Kurva I-V

Pengukuran sifat listrik dengan kurva I-V dilakukan untuk mendapatkan nilai arus yang dihasilkan oleh sampel lapisan tipis PVA/ZnO sehingga nilai resistansi dari masing-masing sampel dapat diperoleh. Kurva I-V yang dihasilkan dapat menunjukkan apakah sampel bersifat konduktor, semikonduktor atau isolator. Sampel yang sudah dideposisi di PCB dan diberi *annealing treatment* kemudian diukur dengan menggunakan sumber tegangan dari -5 Volt hingga 5 Volt. Hasil mentah dari kurva I-V akan dihitung dengan menggunakan regresi linier agar nilai slope dari masing-masing sampel bisa didapatkan.



Gambar 9 Kurva I-V sampel lapisan tipis PVA/ZnO

Dari kurva I-V pada Gambar 9 dapat diperoleh nilai slope masing-masing sampel yang akan digunakan untuk menghitung nilai resistansinya dengan rumus:

$$R = \frac{1}{m}$$

R : Resistansi (Ω)

m : Slope

Tabel 4 Nilai Resistansi Sampel Lapisan Tipis PVA/ZnO

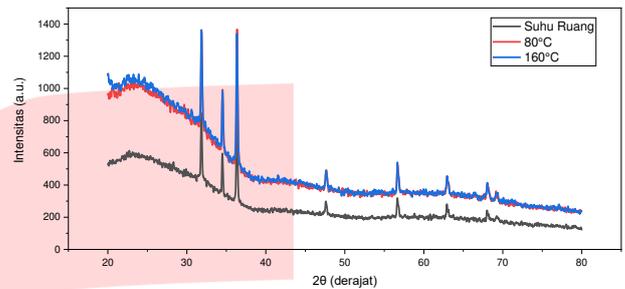
Sampel	Slope	Resistansi (Ω)
Suhu Ruang	$0,495 \times 10^{-6}$	$2,017 \times 10^6$
80°C	$0,601 \times 10^{-6}$	$1,662 \times 10^6$
120°C	$0,776 \times 10^{-6}$	$1,288 \times 10^6$
160°C	$1,069 \times 10^{-6}$	$0,935 \times 10^6$
200°C	$1,202 \times 10^{-6}$	$0,831 \times 10^6$

Terlihat dari Gambar 9 bahwa dengan meningkatnya suhu *annealing*, konduktivitas lapisan tipis PVA/ZnO juga meningkat. Hasil perhitungan nilai resistansi pada Tabel 4 menunjukkan bahwa sampel dengan suhu *annealing* 200°C memiliki nilai resistansi paling kecil yaitu dengan nilai $0,83 \times 10^6 \Omega$. Sedangkan nilai resistansi terbesar terdapat pada sampel suhu ruang dengan nilai resistansi $2 \times 10^6 \Omega$. Hal ini disebabkan karena suhu *annealing* memberikan energi pada struktur kristalit untuk mengorientasikan kembali ke posisi kesetimbangan [5]. Dari kurva I-V terlihat arus yang dihasilkan oleh sampel berada di orde μA dan mempunyai

kurva garis lurus dengan kemiringan positif yang menunjukkan sifat dari resistor ohmic.

B. Hasil X-ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD dilakukan untuk mengamati pengaruh suhu *annealing* terhadap perubahan struktur kristal lapisan tipis PVA/ZnO. Gambar 10 menunjukkan seluruh Pola XRD sampel memiliki puncak difraksi yang sesuai dengan pola referensi standar Powder Diffraction File (PDF) JCPDS 361451 dari struktur kristal wurtzite hexagonal ZnO.



Gambar 10 Pola XRD Lapisan Tipis PVA/ZnO

Sampel yang melalui proses *annealing* memiliki intensitas puncak difraksi lebih tinggi dibandingkan dengan sampel suhu ruangan. Meningkatnya intensitas puncak difraksi disebabkan oleh suhu *annealing* yang memberikan energi pada struktur kristalit untuk kembali mengorientasi ke posisi kesetimbangan [5]. Puncak-puncak difraksi tersebut menunjukkan pembentukan nanokomposit pada lapisan tipis PVA/ZnO yang ditandai dengan meningkatnya kristalinitas lapisan tipis PVA/ZnO dibandingkan kristalinitas PVA murni akibat penambahan ZnO nanofiller [3]. Pola XRD menunjukkan bahwa lapisan tipis PVA/ZnO memiliki struktur polikristalin yang ditandai dengan adanya puncak difraksi tajam yang sesuai dengan pola referensi standar Powder Diffraction File (PDF) JCPDS 361451 dari struktur kristal wurtzite hexagonal ZnO. Lapisan tipis PVA/ZnO memiliki puncak difraksi tajam yang mirip dengan pola XRD ZnO murni menunjukkan bahwa lapisan tipis PVA/ZnO bersifat polikristalin [5].

Ukuran kristal dari nanokomposit yang disintesis dihitung menggunakan persamaan Scherrer :

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta}$$

D : Ukuran kristal rata-rata

K : Konstanta Scherrer (0,9)

λ : Panjang gelombang sinar-X (0,154 nm)

B : FWHM puncak difraksi

θ : Sudut difraksi

Tabel 5 Ukuran Kristal Sampel Suhu Ruang

PVA/ZnO Suhu Ruang		FWHM	D (nm)
hkl	2 θ (derajat)		
(112)	68,027	0,120	176,8626329
(103)	62,975	0,100	174,7702027
(110)	56,697	0,100	144,6308213

(102)	47,621	0,130	90,62795878
(101)	36,317	0,101	97,58044114
(002)	34,459	0,100	96,31162750
(100)	31,830	0,100	93,46797662

Tabel 6
Ukuran Kristal Sampel Suhu Annealing 80°C

PVA/ZnO 80°C		FWHM	D (nm)
hkl	2θ (derajat)		
(112)	68,042	0,119	178,4646776
(103)	62,957	0,149	117,2232452
(110)	56,689	0,122	118,5246638
(102)	47,649	0,100	117,8794944
(101)	36,344	0,111	88,82018534
(002)	34,512	0,100	96,37284405
(100)	31,851	0,106	88,1974088

Tabel 7
Ukuran Kristal Sampel Suhu Annealing 160°C

PVA/ZnO 160°C		FWHM	D (nm)
hkl	2θ (derajat)		
(112)	68,036	0,100	212,3178204
(103)	62,998	0,146	119,7999097
(110)	56,704	0,100	144,6577243
(102)	47,623	0,117	100,7015844
(101)	36,331	0,102	96,64112995
(002)	34,499	0,100	96,35781383
(100)	31,859	0,101	92,5716481

Tabel 8
Ukuran Kristal Rata-Rata Sampel Lapisan Tipis PVA/ZnO

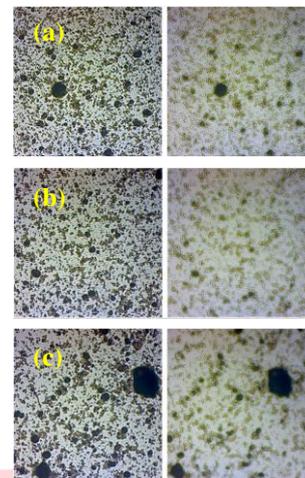
Sampel	Ukuran Kristal Rata-Rata (nm)
Suhu Ruang	124,8
Annealing 80°C	115,0
Annealing 160°C	123,2

Dari Tabel 8 menunjukkan ukuran kristal rata-rata dari sampel lapisan tipis PVA/ZnO. Terlihat bahwa pada awalnya ukuran kristal menurun dari 124,8 nm menjadi 115 nm setelah dilakukan proses *annealing*, tetapi ukuran kristal kembali meningkat dari 115 nm menjadi 123,2 nm seiring dengan meningkatnya suhu *annealing*.

Penelitian serupa pada pengaruh suhu terhadap struktur kristal PVA/ZnO yang telah dilaporkan oleh S. Satihish dan kawan kawan [5] yaitu puncak difraksi tajam yang mirip dengan pola XRD ZnO murni menunjukkan bahwa sampel lapisan tipis PVA/ZnO yang telah berhasil dibuat pada penelitian ini bersifat polikristalin.

C. Hasil Morfologi Permukaan Lapisan tipis PVA/ZnO Mikroskop Optik Dan *Field Emission Scanning Electron Microscopy* (FESEM)

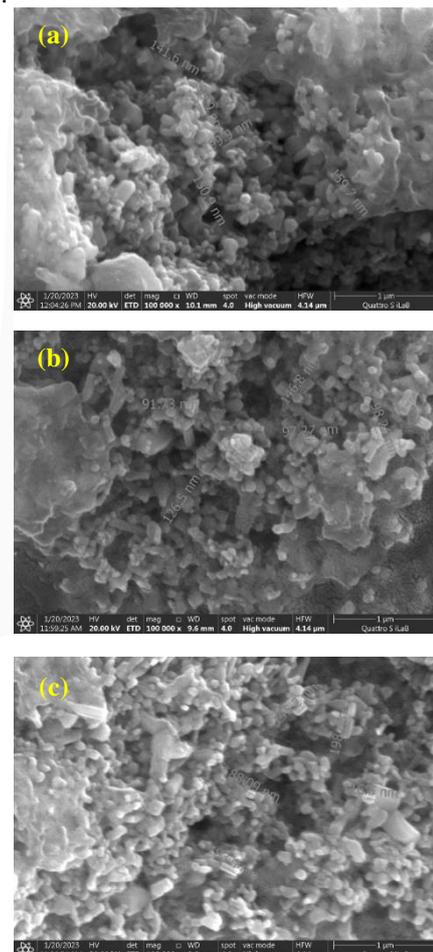
Morfologi permukaan sampel lapisan tipis PVA/ZnO menggunakan mikroskop optik ditunjukkan pada Gambar 11



Gambar 11

Hasil Citra Mikroskop Optik Lapisan tipis PVA/ZnO (a) Suhu Ruang, (b) Suhu Annealing 80°C, (c) Suhu Annealing 160°C

Dari hasil yang didapatkan dengan mikroskop optik pada Gambar 11, terlihat bahwa PVA/ZnO berhasil terdispersi secara merata di atas substrat kaca. Sampel dengan suhu *annealing* 160°C terlihat memiliki titik hitam lebih besar dibandingkan dengan sampel suhu ruang. Hal ini menunjukkan adanya aglomerasi yang disebabkan oleh efek penguapan air dari lapisan PVA dan mengorientasi kembali struktur kristal grain ZnO yang menghasilkan ZnO yang lebih padat [5].



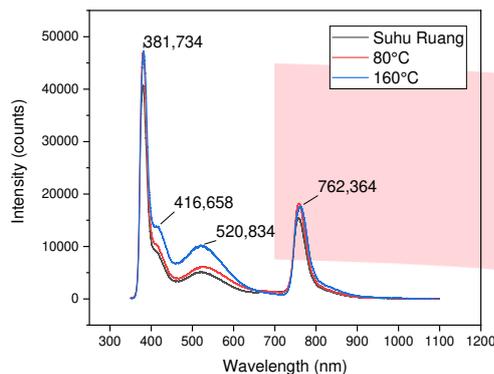
Gambar 12

Hasil Citra FESEM Pada Lapisan tipis PVA/ZnO (a) Suhu Ruang, (b) Suhu Annealing 80°C, (c) Suhu Annealing 160°C

Hasil morfologi permukaan dari lapisan tipis PVA/ZnO dengan menggunakan FESEM ditunjukkan pada Gambar 12. Sampel lapisan tipis dengan suhu *annealing* 160°C terlihat memiliki ZnO nanorods yang lebih tampak dibandingkan dengan sampel suhu *annealing* 80°C maupun sampel suhu ruang.

D. Hasil Photoluminescence

Spektrum emisi photoluminescence untuk lapisan tipis PVA/ZnO dilakukan dengan sinar laser UV 325 nm dengan rentang pengukuran panjang gelombang 350-1000 nm dalam keadaan *steady state* ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13 Spektrum PL Lapisan Tipis PVA/ZnO

Spektrum PL menunjukkan puncak emisi violet pada 381 nm, 416 nm, emisi hijau pada 520 nm, dan emisi merah pada 762 nm. Puncak emisi sekitar 380 nm terjadi akibat adanya rekombinasi radiasi eksiton tepi pita ZnO [3]. Emisi violet disebabkan oleh emisi tepi pita dekat dari celah pita lebar ZnO karena eksitasi dan emisi hijau disebabkan oleh adanya cacat intrinsik akibat kekosongan ZnO [12]. Emisi merah diusulkan karena adanya transisi yang terkait dengan interstisial oksigen [13].

Tabel 9 Nilai Puncak Emisi Spektrum PL

Panjang Gelombang Sekitar 380 nm	
Sampel	Puncak Emisi (nm)
Suhu Ruang	380,002
Annealing 80°C	380,401
Annealing 160°C	381,743
Panjang Gelombang Sekitar 410 nm	
Sampel	Puncak Emisi (nm)
Suhu Ruang	409,979
Annealing 80°C	410,243
Annealing 160°C	416,658
Panjang Gelombang Sekitar 520 nm	
Sampel	Puncak Emisi (nm)
Suhu Ruang	519,473
Annealing 80°C	520,549
Annealing 160°C	520,834
Panjang Gelombang Sekitar 760 nm	
Sampel	Puncak Emisi (nm)
Suhu Ruang	757,487
Annealing 80°C	758,716
Annealing 160°C	762,364

Terlihat dari Tabel 9 bahwa nilai puncak emisi sampel lapisan tipis mengalami pergeseran seiring dengan naiknya suhu *annealing*. Nilai puncak emisi dapat digunakan untuk menghitung nilai band gap dengan rumus:

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

- h : 6,62607015×10⁻³⁴ J.s
- c : 3×10⁸ m/s
- 1 eV : 1,602 × 10⁻¹⁹ J
- λ : Panjang gelombang emisi PL (nm)

Maka didapatkan rumus untuk menghitung nilai band gap sebagai berikut:

$$E = \frac{1240}{\lambda} (eV)$$

Tabel 10 Nilai Band Gap Lapisan Tipis PVA/ZnO

Sampel	Puncak Emisi (nm)	Nilai Band Gap (eV)
Suhu Ruang	380,002	3,263
Annealing 80°C	380,401	3,259
Annealing 160°C	381,743	3,248

Dari Tabel 10 menunjukkan penurunan nilai band gap seiring dengan meningkatnya suhu *annealing*. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh penurunan jumlah cacat pada struktur, penguapan molekul air dari lapisan PVA, dan reorganisasi permukaan lapisan tipis itu sendiri [5]. Dengan demikian, sifat photoluminescence dari lapisan tipis menunjukkan bahwa dapat diaplikasikan dalam organik *light emitting diode* (LED) sebagai lapisan transpor elektron organik [3].

V. KESIMPULAN

PVA/ZnO berhasil dideposisi di atas substrat kaca dan membentuk struktur nanokomposit PVA/ZnO. Berdasarkan hasil pengujian XRD, ditemukan puncak-puncak difraksi yang menunjukkan pembentukan nanokomposit pada lapisan tipis PVA/ZnO ditandai dengan meningkatnya kristalinitas lapisan tipis PVA/ZnO dibandingkan kristalinitas PVA murni akibat penambahan ZnO nanofiller. Pengaruh suhu *annealing* juga ditemukan dari pola XRD yang menunjukkan adanya peningkatan intensitas puncak difraksi seiring meningkatnya suhu *annealing*. Dengan adanya proses *annealing*, suhu dapat memberikan energi pada struktur kristalit untuk mengorientasi kembali ke posisi kesetimbangan yang menyebabkan meningkatnya intensitas.

Diketahui konduktivitas dari lapisan tipis PVA/ZnO meningkat seiring meningkatnya suhu *annealing*. Analisis kurva I-V menunjukkan bahwa sampel dengan suhu *annealing* 200°C memiliki nilai resistansi paling kecil yaitu dengan nilai 0,83 x 10⁶ Ω. Sedangkan nilai resistansi terbesar terdapat pada sampel suhu ruang dengan nilai resistansi 2 x 10⁶ Ω. Hal ini disebabkan karena suhu *annealing* memberikan energi pada struktur kristalit untuk mengorientasikan kembali ke posisi kesetimbangan. Dari kurva I-V terlihat arus yang dihasilkan oleh sampel berada di orde μA dan mempunyai kurva garis lurus dengan

kemiringan positif yang menunjukkan sifat dari resistor ohmic.

REFERENSI

- [1] D. Ponnamma, J. Cabibihan, M. Rajan, . S. S. Pethaiah, K. Deshmukh, J. P. Gogoi, . S. K. Pasha, M. B. Ahamed, J. Krishnegowda, . B. C. A. R. Polu and C. Cheng, "Synthesis, optimization and applications of ZnO/polymer nanocomposites," *Materials Science and Engineering: C*, pp. 1210-1240, 2019.
- [2] R. K. Goyal, *Nanomaterials and Nanocomposites; Synthesis, Properties, Characterization Techniques, and Applications*, CRC Press, 2018.
- [3] R. Kandulna and R. Choudhary, "Concentration-dependent behaviors of ZnO-reinforced PVA–ZnO nanocomposites as electron transport materials for OLED application," *Polymer Bulletin*, p. 75, 2017.
- [4] M. Aslam, M. K. Ali and Z. R. Ali , "Polyvinyl alcohol: A review of research status and use of polyvinyl alcohol based nanocomposites," *Polymer Engineering & Science*, 2018.
- [5] S. S. B. C. S. S. C. K. R. S. K. P. B. D. and R. R. , "Wide Band Gap Transparent Polymer-Inorganic Composite Thin Films by Dip-Coating Method:Preparation and Characterizations," *International Journal of Polymer Analysis*, p. 29–41, 2015.
- [6] A. F. Indratama, Pengaruh Parameter Waktu Spin Coating Terhadap Sifat Listrik Dan Optik Pada Pembuatan Lapisan Tipis Nanokomposit PVA/ZnO, 2021.
- [7] W. R. Fadila, Pengaruh Heat Treatment Pada Sifat Kristal, Listrik dan Optik Nanokomposit ZnO/PVA, 2022.
- [8] B. D. Malhotra and M. A. Ali, "Chapter 5 - Nanocomposite Materials: Biomolecular Devices," in *Nanomaterials for Biosensors*, William Andrew Publishing, 2018, pp. 145-159.
- [9] S. C.B. Gopinath and F. Gang, *Nanoparticles in Analytical and Medical Devices*, Susan Dennis, 2020.
- [10] H. He, "Metal oxide semiconductors and conductors," *Solution Processed Metal Oxide Thin Films for Electronic Applications*, pp. 7-30, 2020.
- [11] L. B. R. B. D. B. GW Becker, *Engineering Thermoplastics*, 1998.
- [12] H. .. N. M. M. K. B. B.W. Shivaraj, "Effect of Annealing Temperature on Structural and Optical properties of Dip and Spin coated ZnO Thin Films," *2nd International Conference on Nanomaterials and Technologies*, 2015.
- [13] K. Hemalatha, K. Rukmani, N. Suriyamurthy and B. Nagabhushana, "Synthesis, characterization and optical properties of hybrid PVA–ZnO nanocomposite: A composition dependent study," *Materials Research Bulletin*, vol. 51, pp. 438-446, 2014.
- [14] A. Mansour, S. Mansour and M. A. Abdo, "Improvement Structural and Optical Properties of ZnO/ PVA Nanocomposites," *IOSR Journal of Applied Physics*, vol. 7, no. 2, pp. 60-69, 2015.
- [15] A. Ul-Hamid, *A Beginners' Guide to Scanning Electron Microscopy*, Springer Nature Switzerland AG, 2018.
- [16] M. Lee, *X-Ray Diffraction for Materials Research: From Fundamentals to Applications*, Apple Academic Press, 2016.
- [17] L. Rodrigues and M. Mota, *Bioinspired Materials for Medical Applications*, Woodhead Publishing, 2016.

- [18] D. Vollath, *Nanomaterials An Introduction to Synthesis, Properties and Applications* Second Edition, Wiley-VCH, 2013.
- [19] F. Adams and C. Barbante, *Comprehensive Analytical Chemistry*, Elsevier, 2015.
- [20] S. Sau, S. Pandit and S. Kundu, "Crosslinked poly (vinyl alcohol): Structural, optical and mechanical properties," *Surfaces and Interfaces*, 2021.
- [21] T. H. Gfroerer, "Photoluminescence in Analysis of Surfaces and Interfaces," *Encyclopedia of Analytical Chemistry*.

