

SINTESIS NANOPARTIKEL PbS MELALUI METODE SOL-GEL DENGAN EDTA SEBAGAI *CAPPING AGENT*

SYNTHESIS OF PbS NANOPARTICLE BY SOL-GEL METHOD USING EDTA AS *CAPPING AGENT*

Bintang Tunjung Sari & Cahyorini Kusumawardani

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi penambahan EDTA terhadap ukuran partikel dan karakter elektronik pada material PbS. Nanopartikel PbS EDTA disintesis dengan metode sol-gel dengan prekursor $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ sebagai sumber Pb dan $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ sebagai sumber S serta EDTA sebagai *capping agent*. Konsentrasi EDTA yang digunakan adalah: 0 mmol; 0,1 mmol; 0,2 mmol; 0,5 mmol dan 1 mmol. Proses sol-gel dilakukan dengan mengaduk setiltrimetil amonium bromida (CTAB), natrium dodesil sulfat (SDS) dan EDTA sampai homogen, kemudian ke dalam campuran ditambahkan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ dan $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ dan diaduk selama 5 menit untuk menghasilkan endapan PbS yang berwarna hitam. Endapan disaring dan dioven pada suhu 120°C selama 3 jam. Pola XRD menunjukkan bahwa struktur PbS adalah kubik, dengan ukuran partikel masing-masing sampel adalah 8,99 nm; 2,36 nm; 12,7889 nm; 12,5650 nm dan 21,8003 nm. Sedangkan hasil karakterisasi dengan UV-Vis menghasilkan nilai energi celah pita untuk PbS/EDTA masing-masing sampel adalah 3,2 eV; 3,3 eV; 2,8 eV; 2,8 eV dan 2,3 eV.

Kata kunci: nanopartikel, sel surya, EDTA, *capping agent*

Abstract

This research aims to determine the effect addition of EDTA to the particle size and to the electronic character PbS. PbS nanoparticles have been synthesis by sol-gel method $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ and $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ as the source Pb and S, respectively and EDTA as a capping agent. The concentration of EDTA solution were : 0 mmol; 0.1 mmol; 0.2 mmol; 0.5 mmol and 1 mmol. Sol-gel method is carried out by stirring a mixture CTAB, SDS and EDTA until homogeneous, then followed by addition of $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ and $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ and stirring for 5 minutes to produce PbS solid. The PbS was filtered and heated in the oven at 120°C for 3 hours. XRD patterns indicate the structure of PbS is cubic, with the size of particles ie. 8.99 nm; 2.36 nm; 12.7889 nm; 12.5650 nm dan 21.8003 nm. While the results of UV-Vis band gap energy generate band gap energy of values 3.2 eV; 3.3 eV; 2.8 eV; 2.8 eV and 2.3 eV.

Key words: *nanoparticle, solar cell, EDTA capping agent*

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi yang sangat cepat serta pertumbuhan jumlah penduduk pada abad ke-21 ini berbanding lurus dengan banyaknya kebutuhan energi. Indonesia mempunyai jumlah penduduk yang sangat banyak mengakibatkan kebutuhan energi yang juga semakin besar. Oleh sebab itu, perlu dilakukan pengembangan energi terbarukan mengingat Indonesia mempunyai potensi yang sangat luar biasa seperti cahaya matahari, air dan panas bumi. Pengembangan energi matahari harus mempertimbangkan faktor trilema, yaitu energi, ekonomi dan lingkungan [1].

Pengembangan energi matahari membutuhkan suatu teknologi yang disebut fotovoltaik yang dapat mengubah energi matahari menjadi energi listrik. Penerapan teknologi fotovoltaik sebagai divais sel surya merupakan salah satu solusi dalam penyediaan energi yang bisa digunakan untuk masa depan.

Pada beberapa tahun terakhir telah dikembangkan sel surya menggunakan bahan semikonduktor tipe-n yang dibuat dari perpaduan antara golongan IV (Pb) dengan golongan VI (Te, S, Se). Untuk membentuk sel surya yang efisien bahan semikonduktor tipe-n hanya memerlukan ketebalan sekitar satu mikron [2].

Yuechao Jiao *et al.* (2011) menggunakan metode baru dalam mensintesis PbS. Campuran *sodium dodecyl sulphate* (SDS) dan *cetyltrimethyl ammonium bromide* (CTAB) digunakan sebagai agen penstabil dan *ethylenediaminetetraacetic acid* (EDTA) digunakan sebagai *dispersant agent* serta digunakan Pb astatat sebagai sumber Pb dan N. Dalam penelitian ini juga dianalisis peran EDTA yaitu dalam pembentukan PbS *quantum dot* dengan ukuran sekitar 3 nm hingga 5 nm [4].

METODE PENELITIAN

Pembuatan Nanopartikel *PbS/EDTA*

PbS disintesis dengan metode sol gel.

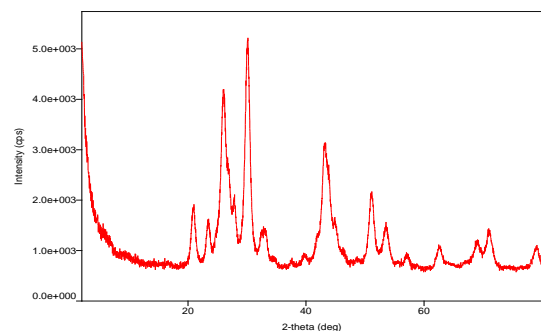
Untuk preparasi bahan yaitu SDS (0,05 mmol, 99,0%), CTAB (0,05 mmol, 99,0%) dan EDTA (0,2 mmol, 99,0%) dilarutkan kedalam 100 ml aquademin yang sebelumnya telah dipanaskan 70°C dengan *magnetic stirrer* selama 3 hingga 5 menit. Setelah itu larutan diukur pH 10 dengan menambahkan NH₄OH bertetes-tetes. Selanjutnya larutan disrirer selama ±15 menit agar homogen. Kemudian menambahkan 10 ml, 0,05 mmol Pb(CH₃COOH) serta 20 ml, 0,025 mmol NH₄S dan distirer selama 20 menit. Setelah homogen campuran dидiamkan hingga mencapai suhu kamar kemudian sentrifuge selama 20 menit. Selanjutnya menyaring dan mengoven selama 2-3 jam pada suhu 120°C. pada sintesis ini dilakukan variasi konsentrasi EDTA dengan variasi : 0 mmol, 0,1 mmol. 0,2 mmol, 0,5 mmol dan 1 mmol.

HASIL DAN DISKUSI

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh hasil sebagai berikut:

1. Hasil Karakterisasi XRD

a. PbS tanpa EDTA



Gambar 1. Difraktogram XRD PbS tanpa EDTA

Pada gambar terlihat adanya puncak-puncak yang tinggi, sempit, dan tajam yang mengindikasikan bahwa partikel tersebut adalah kristal serta memberikan informasi identitas bentuk kristal dari material PbS. Puncak-puncak utama yang nampak yaitu berkisar pada $2\theta = 26,03; 30,076; 43,068; 51,13$ dan $53,62^\circ$. Kelima puncak utama tersebut menandakan bahwa struktur kristal material PbS adalah kubik dan hal ini sesuai dengan data standar JCPDS no. 05-0592, ($a = 5,936 \text{ \AA}$). Ukuran dari kristal dapat ditentukan dengan persamaan *Scherrer* [6], yakni :

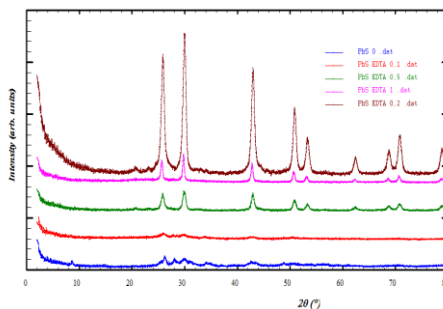
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

Sedangkan parameter kisi dapat diperoleh dengan persamaan sebagai berikut :

$$\sin^2\theta = A (h^2 + k^2 + l^2),$$

$$\text{dengan } a = \frac{\lambda}{2\sqrt{A}}$$

Dan diperoleh ukuran kristal sebesar 7,492 nm dan parameter kisi material PbS sebesar 5,9163 Å [5].



Gambar 2. Difraktogram material PbS dengan variasi penambahan EDTA

Masing-masing difraktogram menunjukkan variasi jumlah penambahan EDTA pada material PbS. Selain itu, Gambar 2 juga menunjukkan adanya puncak difraksi yang khas dari material PbS yang mempunyai puncak difraksi pada $2\theta = 26, 30, 43, 51, 53, 62, 69, 71,$ dan 79 sesuai dengan bidang kristal dari (111), (200), (220), (311), (222), (400), (331), (420), dan (422) yang masing-masing merupakan bidang dari kristal kubik PbS (JCPDS no.

05-0592). Ibrahim Alghoraibi menyatakan bahwa puncak-puncak yang tajam dan dominan menunjukkan material PbS tersebut sangat kristal [3]. Dari hasil perhitungan, diperoleh rata-rata ukuran kristal PbS menggunakan *capping agent* EDTA berturut-turut seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.

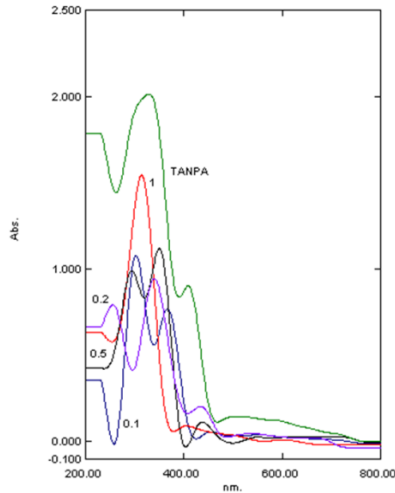
Tabel 1. Data ukuran kristal material PbS

Sampel	D (nm)
EDTA 0	8.992
EDTA 0,1	2.357
EDTA 0,2	12.789
EDTA 0,5	12.565
EDTA 1	20.800

Tabel 2. menunjukkan bahwa ukuran partikel PbS cenderung naik pada setiap kenaikan konsentrasi EDTA. Hal ini berarti bahwa fungsi dari EDTA sebagai *capping agent* adalah memperbesar ukuran partikel.

Sementara itu, nilai parameter kisi material PbS dengan penambahan variasi penambahan EDTA 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 mmol berturut-turut yaitu 5,6561 Å, 5,8308 Å, 5,8378 Å, 5,8549 Å dan 5,8711 Å.

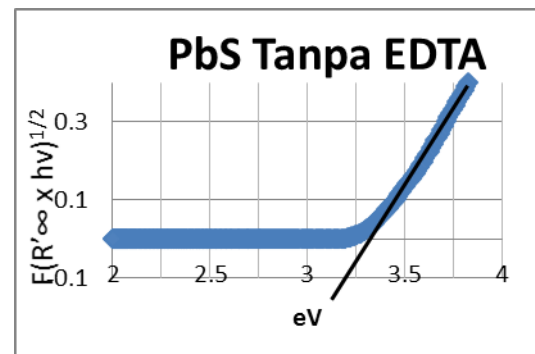
2. Hasil Karakterisasi UV-Vis



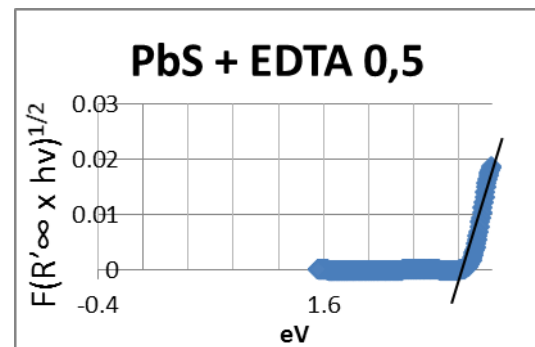
Gambar 3. Spektra Absorbansi

Berdasarkan spektra Gambar 3 terlihat bahwa pada konsentrasi EDTA 0 mmol, material PbS memberikan absorpsi pada daerah UV ($\lambda < 375$ nm). Sementara pergeseran serapan kearah sinar tampak/*visible* terjadi seiring meningkatnya penambahan jumlah variasi *capping agent* yang dilakukan pada lapis tipis PbS. Hal ini berarti telah terjadi peningkatan intensitas serapan optik seiring dengan bertambahnya jumlah *capping agent* yang ditambahkan pada sintesis material PbS yang ditunjukkan oleh adanya serapan pada panjang gelombang yang nilainya lebih besar dari 400 nm. Data Absorbansi juga dapat digunakan untuk menentukan

besarnya energi celah pita dari senyawa yang bersangkutan dengan metode Kubelka-Munk [7], dimana energi celah pita diperoleh dari grafik hubungan antara $h\nu$ (eV) vs $(F(R'_{\infty})/hv)^{1/2}$.



Gambar 4. Grafik perhitungan energi celah pita PbS dengan EDTA 0 mmol



Gambar 5. Grafik perhitungan energi celah pita PbS dengan EDTA 0,5 mmol

Dari Gambar 4 dan 5 tersebut, dapat terlihat perbedaan yang signifikan antara energi celah pita dari PbS dengan EDTA 0 mmol dengan PbS dengan EDTA 0,5.

Grafik pertama menunjukkan nilai dari energi celah pita PbS tanpa EDTA adalah sebesar 3,2 eV. Sedangkan pada grafik kedua, dimana material PbS dengan EDTA 0,5 mmol, memberikan efek penurunan dengan diperoleh nilai energi celah pita sebesar 2,9 eV.

SIMPULAN

1. PbS dengan EDTA sebagai *capping agent* berstruktur kubik.
2. Penggunaan *capping agent* EDTA menunjukkan kecenderungan meningkatkan ukuran partikel dan memperkecil energi celah pita PbS.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Yoshihiro Hamakawa. (1997). Photovoltaics Clean Energy Revolution. *Proc. Of Japan-Indonesia Joint Seminar on Photovoltaic*. P. W-1.
- [2]. Wibeng Diputra. (2007). Simulator Algoritma Pendeteksi Kerusakan Modul Surya pada Rangkaian Modul Surya. *Tesis*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- [3]. Alghoraibi, Ibrahim. (2014). Effect of Deposition Time on the Nanocrystalline PbS Thin Synthesized by Chemical Solution Deposition Method: Structural Characterization. *Internatonal journal ChemTech Research*, 6(5): 2725-2731.
- [4]. Yuechao Jiao, Xiaoyong Gao and Jingxiao Lu. (2011). A Novel method for PbS quantum dot synthesis. *Materials Letters* 72(3): 116-118.
- [5]. Vatrika Anggriana Putri. (2015). Sintesis semikonduktor PbS menggunakan Amilum Sebagai Capping Agent untuk Aplikasi Sel Surya. *Skripsi*. Universitas Negeri Yogyakarta: Jurdik Kimia FMIPA.
- [6]. A.K. Singh, V. Viswanath, V. C. Janu. (2009). Synthesis Effect of Capping Agent, Structural, Optical and Photoluminescence properties of ZnO nanoparticles. *Journal of Luminescence*. 129(2): 14-20.
- [7]. Ardita Nuzulkarnaen Azmi. (2014). Preparasi Senyawa Nanokomposit N-TiO₂/CdS dengan Metode Chemical Bath Deposition. *Skripsi*.

Universitas Negeri
Yogyakarta: Jurdik Kimia
FMIPA.

- [8]. L. Ma Tingli, M. Akiyama, E. Abe & I. Imai. (2005). High-Efficiency Dye-Sensitized Solar Cell Based on a Nitrogen-Doped Nanostructured Titania Electrode, *Nano Letter*, 12 (5): 2543–2547.

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh pembimbing pada tanggal 25 Agustus 2015



Dr. Cahyorini Kusumawardani, M.Si
NIP. 19770723 200312 2 001

Artikel ini telah direview oleh Penguji Utama pada tanggal 25 Agustus 2015



Prof. A. K. Prodjosantoso, Ph.D
NIP. 19601028 198503 1 002

