



TESIS SF 142502

**EFEK DOPAN Mn PADA STRUKTUR, SIFAT OPTIK
DAN KEMAGNETAN ZnO DISINTESIS DENGAN
METODE KOPRESIPITASI**

Pelangi Eka Yuwita
NRP. 11113201012

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015



TESIS SF 142502

**EFEK DOPAN Mn PADA STRUKTUR, SIFAT OPTIK
DAN KEMAGNETAN ZnO DISINTESIS DENGAN
METODE KOPRESIPITASI**

Pelangi Eka Yuwita
NRP. 11113201012

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015



THESIS SF 142502

**THE EFFECT OF Mn DOPANT IN STRUCTURE,
OPTICAL, AND MAGNETISM PROPERTIES OF ZnO
BY COPRECIPITATION METHOD**

Pelangi Eka Yuwita
NRP. 1113201012

SUPERVISOR
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

MAGISTER PROGRAME
STUDY ON MATERIALS
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh :

Pelangi Eka Yuwita
NRP. 1113201012

Tanggal Ujian : 13 Januari 2015
Periode Wisuda : 111

Disetujui oleh:

1. Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
NIP: 19620802 198701 1 001

(Pembimbing)

2. Dr. rer.nat. Triwikantoro, M.Sc.
NIP: 19660114 199002 1 001

(Penguji)

3. Dr. Mashuri, S.Si., M.Sc.
NIP: 19691216 199402 1 001

(Penguji)



Direktur Program Pascasarjana,

Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, M.T
NIP. 19640403 199002 1 001

EFEK DOPAN Mn TERHADAP STRUKTUR, SIFAT OPTIK DAN KEMAGNETANNYA PADA ZnO NELALUI METODE KOPRESIPITASI

Nama mahasiswa : Pelangi Eka Yuwita

NRP : 1113201012

Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, M.Sc

ABSTRAK

Nanopartikel Seng Oksida merupakan material yang banyak dikembangkan dalam teknologi nano saat ini karena memiliki sifat mekanik, elektrik, dan optik yang dapat diaplikasikan diantaranya untuk konversi sel surya, film tipis pelindung UV, dan sensor gas. Untuk menghasilkan material nanopartikel Seng Oksida terdapat banyak cara diantaranya metode kimiawi basah, sol gel, spray pyrolysis, physical vapor deposition, solvothermal, dan hydrothermal (Sul Lee et al., 2008)

Telah dilakukan penelitian sebelumnya mensintesis nanopartikel ZnO dengan metode kopresipitasi. Dalam penelitian ini dilakukan penelitian sintesis dan karakterisasi nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ melalui metode kopresipitasi. Penelitian ini merupakan pengembangan dari penelitian sebelumnya. Penelitian dilakukan dengan menggunakan bahan serbuk Zinc Acetat Dihidrat, serbuk Mn, pelarut HCl, dan agen pengendap NH_4OH . Proses sintesis dengan mencampurkan serbuk Zinc Acetat Dihidrat dan serbuk Mn dengan HCl, kemudian didrying pada suhu $100\text{ }^{\circ}C$ serta dikalsinasi pada suhu $400\text{ }^{\circ}C$ selama 3 jam. Sintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dilakukan dengan variasi doping Mn ($x=0, 0,01, 0,02, 0,03$) pada larutan prekursor. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan pengujian Difraktometer Sinar-X (XRD), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM), UV Vis, dan Scanning Electron Microscopy (SEM). Analisa data XRD dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Match, X'pert High Score Plus (HSP), Rietica, dan Material Analysis Using Diffraction (MAUD).

Kata kunci: sintesis, kopresipitasi, nanopartikel, dan ZnO

THE EFFECT OF Mn DOPANT IN STRUCTURE, OPTICAL, AND MAGNETISM PROPERTIES OF ZnO BY COPRECIPITATION METHOD

Name : Pelangi Eka Yuwita

Student Identity : 1113201012

Advisor : Prof. Dr. Darminto, M.Sc

ABSTRACT

Zinc Oxide Nanoparticles are materials that are developed in the nanotechnology today, because it has mechanical properties, electrical, and optical applicable to such conversion solar cells, thin-film UV protection, and gas sensors. To produce Zinc Oxide nanoparticles materials there are many ways including wet chemical methods, sol-gel, spray pyrolysis, physical vapor deposition, solvothermal, and hydrothermal (Sul Lee et al., 2008)

Previous research has been done to synthesize ZnO nanoparticles by coprecipitation method. Synthesis and characterization $Zn_{1-x}Mn_xO$ nanoparticles by coprecipitation method. This study is an extension of previous research. The study was conducted by using a powder material Dihidrat Zinc Acetate, Mangan powders, solvents HCl, and NH_4OH precipitating agent was stirred for 1h at $48^\circ C$ and then heated in air at $100^\circ C$ and annealed $400^\circ C$. $Zn_{1-x}Mn_xO$ nanoparticle synthesis performed with the variation of Mn doping ($x = 0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) to the solution precursor. Characterization testing performed using X-ray diffraction (XRD), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM), UV Vis and Scanning Electron Microscopy (SEM). XRD data analysis performed using the Match software, X'Pert High Score Plus (HSP), Rietica, and Material Analysis Using Diffraction (MAUD).

Keywords: Synthesis, Coprecipitation, Nanoparticle, ZnO

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT peneliti panjatkan karena hanya berkat rahmat dan hidayah-Nya, tesis dengan judul “Efek Dopan Mn terhadap Struktur, Sifat Optik dan Kemagnetannya pada ZnO melalui Metode Kopresipitasi ” dapat terselesaikan dengan baik dan tepat pada waktu yang telah direncanakan. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Besar Muhammad SAW.

Penelitian ini ditulis dalam beberapa bagian I, Bab II, Bab III, Bab IV dan Bab V. Pada Bab I Pendahuluan terdiri dari latar belakang, rumusan masalah, tujuan, batasan masalah, dan manfaat penelitian. Bab II Tinjauan Pustaka, berisi tentang berbagai teori yang mendukung penulisan penelitian ini. Bab III Metode Penelitian, pada bab ini dibahas semua metode yang dilakukan selama penelitian, Bab IV Analisis dan Pembahasan merupakan analisis hasil penelitian yang terdiri dari data penelitian, serta pembahasan hasil penelitian. Dan bab akhir dari tulisan ini adalah Bab V yaitu Penutup yang didalamnya merupakan Kesimpulan dan Saran.

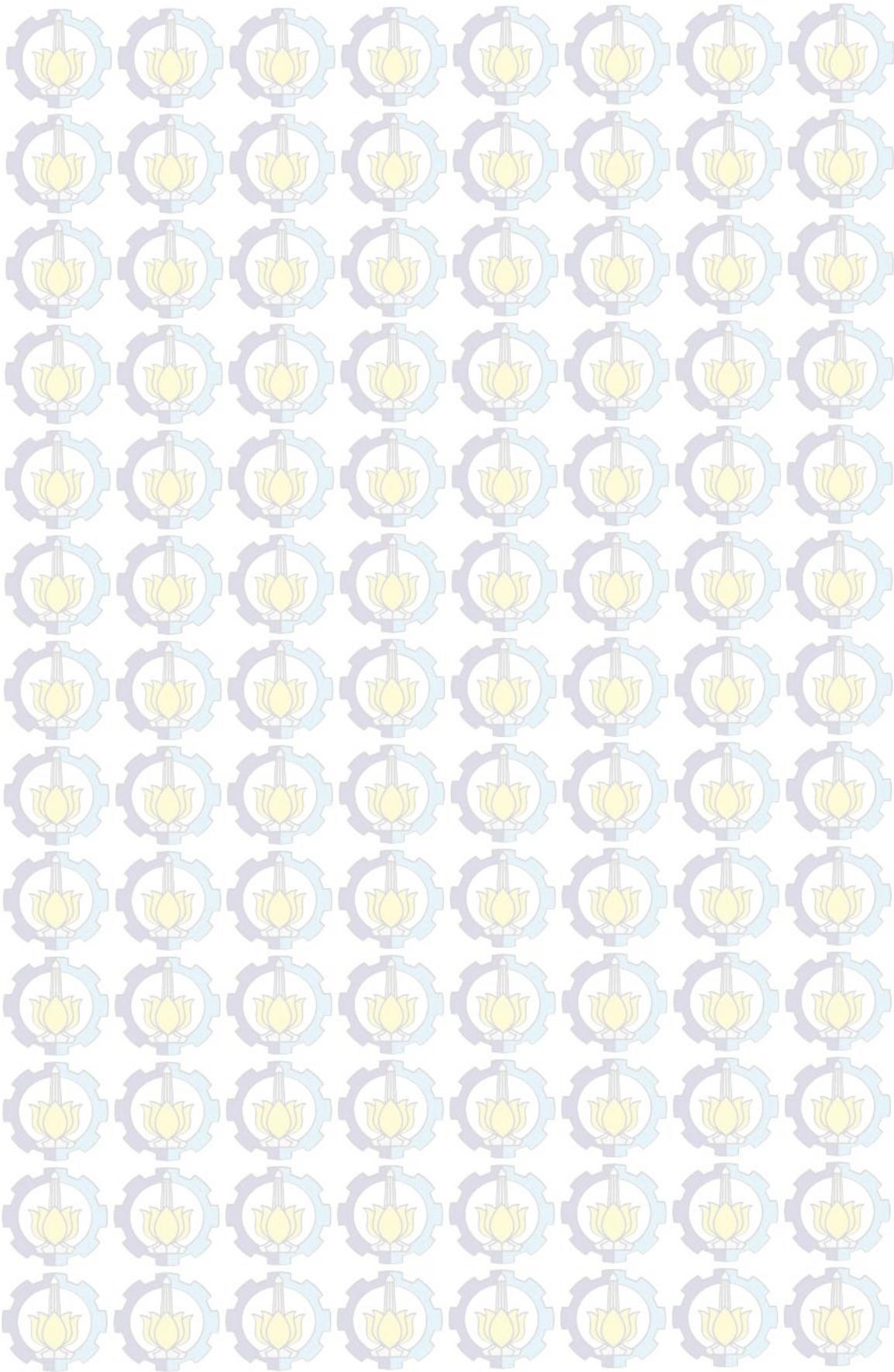
Penulis sangat menyadari bahwa penulisan skripsi ini tidak lepas dari adanya kerja keras, dukungan dan bantuan dari semua pihak. Ucapan terima kasih yang tak terhingga kepada, Bapak Prof. Dr. Darminto, M.Sc, Bapak Dr. rer.nat. Triwikantoro, M.Sc, Bapak Dr. Mashuri, S.Si., M.Sc., dan Ibu Sri Yani Purwaningsih, M.Si, yang bersedia membimbing penulis dalam menyelesaikan tesis ini. Kedua, kepada orang tua penulis, Bapak Suyudi dan Ibu Wiwik Suharti yang tak pernah lelah memberikan nasihat, dukungan serta doa kepada penulis. Ketiga, adik adikku Mentari dan Gilang serta orang special saya Vicky atas dukungannya selama ini. Terakhir ucapan terimakasih sahabat – sahabatku Fiqrotul, Ima, Lingga, Ilmi, dan teman-teman program Pasca Sarjana Fisika ITS angkatan 2013 yang selalu mendukung serta menjadikan tempat untuk memaksimalkan waktu dan pikiran untuk saling melengkapi, memberikan saran, dan kritik yang membangun.

Dengan demikian Penulis mengucapkan terima kasih atas perhatian dan dukungan yang diberikan, semoga menjadi ilmu yang bermanfaat dan tercatat sebagai amalan shaleh. Penulis berharap semoga tesis ini memberikan manfaat

bagi penulis dan pembaca, serta kritik dan saran yang membangun merupakan hal yang sangat diharapkan penulis untuk mewujudkan tesis dan penelitian yang maksimal.

Surabaya, Januari 2015

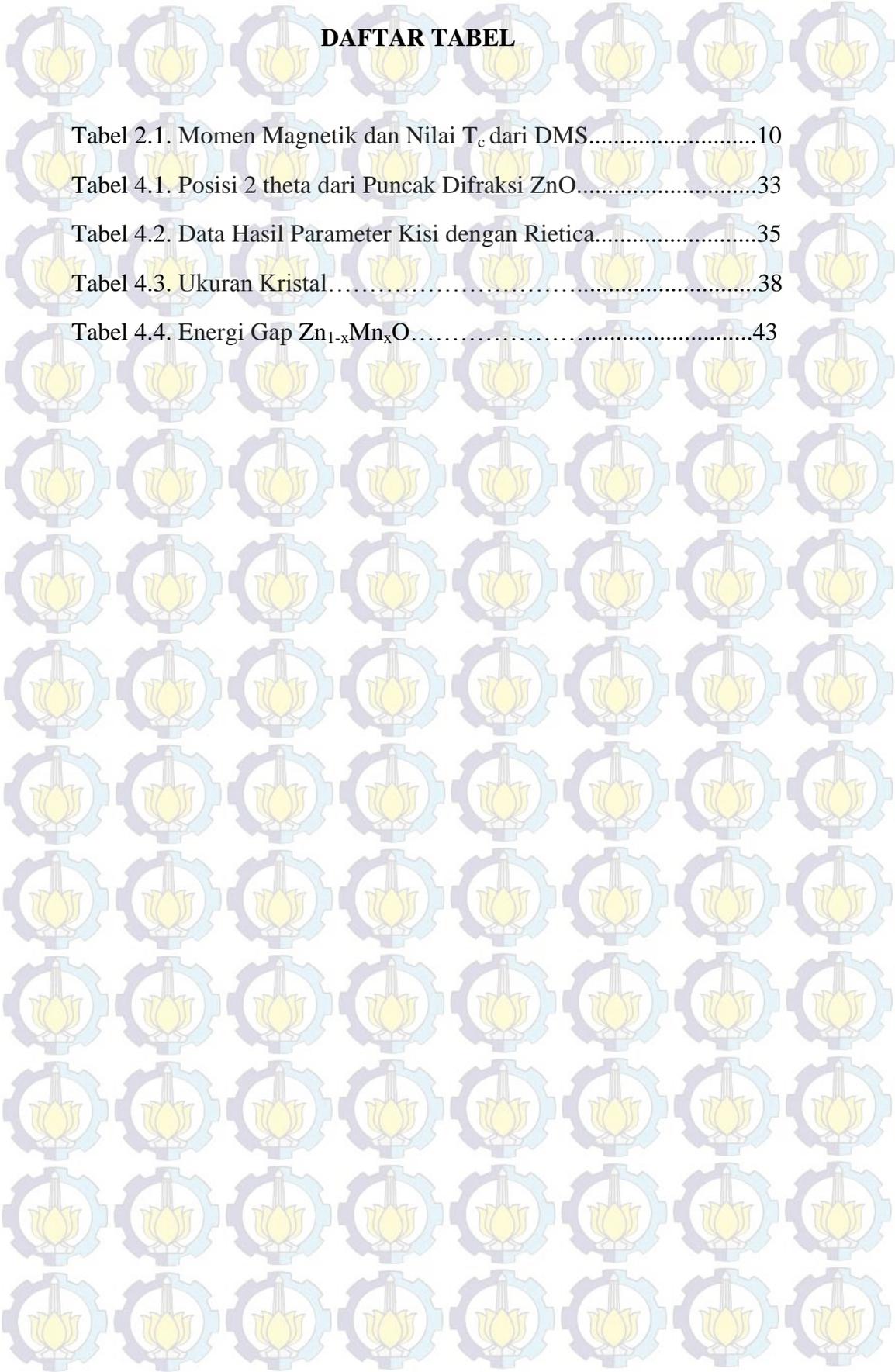
Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	i
ABSTRAK	ii
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Senyawa ZnO.....	5
2.2 Sifat ZnO.....	6
2.2.1 Sifat Mekanik.....	6
2.2.2 Struktur Kristal.....	6
2.3 Nanopartikel ZnO.....	8
2.4 <i>Diluted Magnetic Semiconductor (DMSS)</i>	9
2.5 Metode Kopersipitasi.....	11
2.6 Dopant Mn.....	12
2.7 Diamagnetik, Paramagnetik, dan Ferromagnetik.....	12
2.8 Pengaruh Dopan Mn pada Struktur dan Kemagnetan $Zn_{1-x}Mn_xO$..	17
BAB 3 METODE PENELITIAN	21
3.1 Alat dan Bahan.....	21
3.1.1 Alat.....	21
3.1.2 Bahan.....	21
3.2 Prosedur Kerja.....	21

3.3	Proses Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan Kopresipitasi	22
3.4	Karakterisasi Bahan Uji	26
3.4.1	XRD	26
3.4.2	SEM	27
3.4.3	VSM	27
3.5	Metode Analisis Ukuran Partikel dengan MAUD	28
3.6	Diagram alir Penelitian	30
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN		31
4.1	Hasil Pengujian DSC-TGA	31
4.2	Pola Difraksi XRD $Zn_{1-x}Mn_xO$	32
4.2.1	Pola Difraksi XRD $Zn_{1-x}Mn_xO$ sebelum Kalsinasi	32
4.2.2	Pola Difraksi XRD $Zn_{1-x}Mn_xO$ setelah Kalsinasi	34
4.3	Analisis Ukuran Kristal dengan MAUD	36
4.4	Hasil Uji SEM	39
4.5	Karakterisasi Optik dengan UV-Vis	40
4.6	Sifat Magnetik $Zn_{1-x}Mn_xO$	43
BAB 5 PENUTUP		49
5.1	Kesimpulan	49
5.2	Saran	49
DAFTAR PUSTAKA		51
LAMPIRAN		55

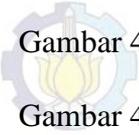
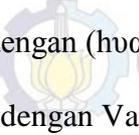
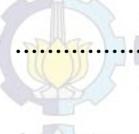
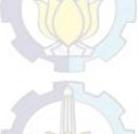


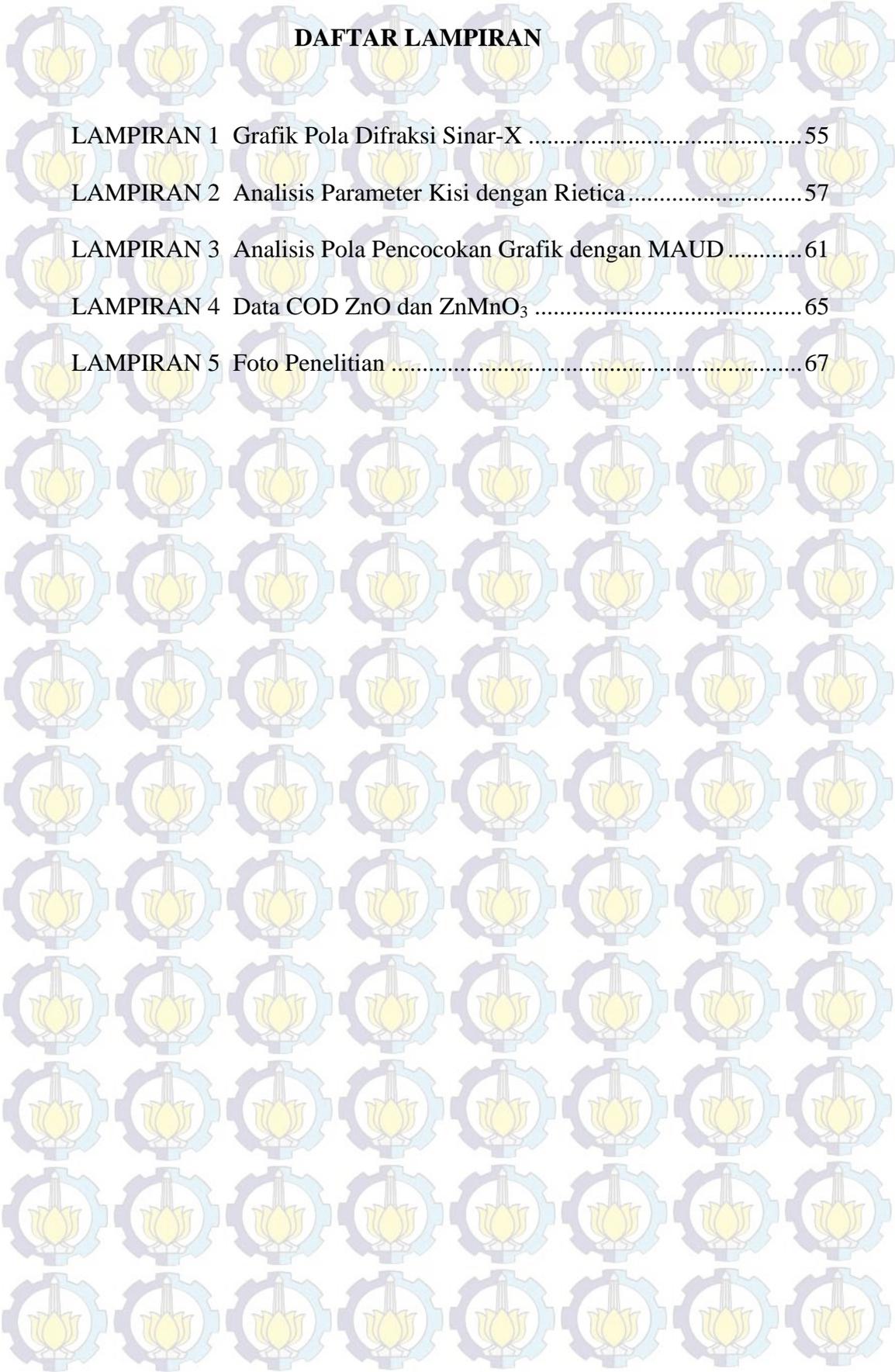
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Momen Magnetik dan Nilai T_c dari DMS.....	10
Tabel 4.1. Posisi 2 theta dari Puncak Difraksi ZnO.....	33
Tabel 4.2. Data Hasil Parameter Kisi dengan Rietica.....	35
Tabel 4.3. Ukuran Kristal.....	38
Tabel 4.4. Energi Gap $Zn_{1-x}Mn_xO$	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal ZnO dengan berbagai bidang.....	7
Gambar 2.2 Struktur <i>Wurtzite</i>	8
Gambar 2.3 Struktur <i>Zinc Blende</i>	8
Gambar 2.4 Skema Magnetik Semikonduktor.....	9
Gambar 2.5 Kurva Histeristis Film Tipis (Zn _{0,99} Mn _{0,01})O.....	19
Gambar 3.1 Desain Alat Sintesis	22
Gambar 3.2 Proses Pelarutan Serbuk.....	23
Gambar 3.3 Larutan Prekursor.....	23
Gambar 3.4 Proses Penyaringan	25
Gambar 3.5 Serbuk ZnO	25
Gambar 3.6 Peralatan XRD	26
Gambar 3.7 Peralatan SEM.....	27
Gambar 3.8 Peralatan VSM	28
Gambar 3.9 Diagram Alir Penelitian	30
Gambar 4.1 Grafik DSC-TGA.....	31
Gambar 4.2 Pola Difraksi Zn _{1-x} Mn _x O sebelum Kalsinasi.....	32
Gambar 4.3 Pola Difraksi Zn _{1-x} Mn _x O setelah Kalsinasi.....	34
Gambar 4.4 Pola Pencocokan degan Rietica	36
Gambar 4.5 Pola Pencocokan degan MAUD.....	37
Gambar 4.6 Garfik Hubungan antara Ukuran Kristal dengan Doping	38
Gambar 4.7 Hasil Uji SEM	39
Gambar 4.8 Grafik Panjang Gelombang dengan Intensitas Arbsobansi.....	40

	Gambar 4.9 Grafik Energi Gap dengan $(h\nu\alpha)^{0.5}$	42
	Gambar 4.10 Grafik Energi Gap dengan Variasi Doping Mn.....	43
	Gambar 4.11 Kurva Magnetisasi $Zn_{1-x}Mn_xO$	44
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		
		



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1	Grafik Pola Difraksi Sinar-X	55
LAMPIRAN 2	Analisis Parameter Kisi dengan Rietica	57
LAMPIRAN 3	Analisis Pola Pencocokan Grafik dengan MAUD	61
LAMPIRAN 4	Data COD ZnO dan ZnMnO ₃	65
LAMPIRAN 5	Foto Penelitian	67

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2009. Pengantar Nanosains. Bandung: Penerbit ITB.
- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, Khairurrijal, 2008. Review Sintesis Nanomaterial. J Nanosains dan Nanoteknologi 1–25.
- Akermi, Mehdi, Nawfel Sakly, Rafik Ben Chaabane, and Hafedh Ben Ouada. “Effect of PEG-400 on the Morphology and Electrical Properties of ZnO Nanoparticles Application for Gas Sensor.” *Materials Science in Semiconductor Processing* 16, no. 3 (June 2013): 807–817.
- Ayouchi, D. Leinen, F. Martin, M. Gabas, E. Dalchiele, J.R. Ramos-Barrado, *Thin Solid Films* 426 (2003) 68-77
- Ben Mahmoud, H.J. Von Bardeleben, J.L. Cantin, E. Chikoidze, A. Mauger, J. *Appl. Phys.* 101 (2007) 013902.
- Callister, J.W.D., 2003. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Chikoidze, Y. Dumont, F. Jomard, D. Ballutaud, P. Galtier, O. Gorochoy, D. Ferrand, J. *Appl. Phys.* 97 (2005) 10D327.
- Coe, M. Venkatesan, C.B Fitzgerald (2005). *Nature Matter*, 4, 173.
- Dang, L.Z. Fan, S.J. Zhao, C.W. Nan, *Mater. Sci. Eng. B* 99 (2003) 386-389
- Damayanti. 2010. Analisis Tingkat Kekristalan Campuran α -Al₂O₃ dan Gelas Amorf. Surabaya: Laporan Tugas Akhir Fisika FMIPA-ITS.
- Duan, Jinxia, Xintang Huang, and Enke Wang. “PEG-assisted Synthesis of ZnO Nanotubes.” *Materials Letters* 60, no. 15 (July 2006): 1918–1921.
- El Ghou, C. Barthou, L. El Mir, J. *Superlattice Microstruct.* 51 (2012) 942.
- El Ghou, C. Barthou, L. El Mir, *Physica E* 44 (2012) 1910.
- El Ghou, C. Barthou, M. Sadoun, L. El Mir *J. Phys. B* 405 (2010) 597.
- El Mir, J. El Ghou, S. Alaya, M. Ben Salem, C. Barthou, H.J. vonBardeleben, J. *Phys. B Condens. Matter* 403 (2008) 1770.
- El Mir, Z. Ben Ayadi, M Sadoun, K. Djessas, H.J vorBardeleben, S. Alaya, J. *Appl. Surf. Sci.* 254 (2007) 570.

Fauzana, B.Z. Azmi, M.G.M Sabri, W.R. Wan Abdullah & M. Hashim (2013). Microstructural and Nonlinear Electrical Properties of ZnO Ceramics with Small Amount of MnO₂ Dopant. *Sains Malaysiana* 42, 1139-1144.

Foner, Simon (1959). "Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer". *Rev. Sci. Instrum.* 30 (7): 548–557

Gu Z.B., Yuan C.S., Lu, Wang, Wu, Zhang, Zhu, Zhu, Chen, J. *Appl. Phys.* 98 (2005) 053908.

Hou, Xianming, Feng Zhou, Bo Yu, and Weimin Liu. "PEG-mediated Synthesis of ZnO Nanostructures at Room Temperature." *Materials Letters* 61, no. 11–12 (May 2007): 2551–2555.

Jung, S.J. An, G.C. Yi, *Appl. Phys. Lett.* 80 (2002) 4561

Karmakar, S.K. mandal, R.M. Kadam, P.L. Paulose, A.K. Rajarajan, T.K. Nath, A.K. Das, I. Dasgupta, G.P. Das, *J. Phys. Rev. B* 75 (2007) 144404.

Kim K. J, Y.R. Park, *J. Appl. Phys.* 8 (2002) 1420.

Kim, M. Yoon, I. W. Park, Y. J. Park, Jong H. Lyou, *J. Solid State Commun.* 129 (2004) 175.

Kim Y.M, Yoon M., PlaceTypeI.W. Park, J.H. Lyou, *Solid PlaceTypeState Commun.* 129 (2004) 175.

Khorsand Zak, W.H. Abd. Majid, M.E. Abrishami, R. Yousefi, R. Parvizi, *J. Solid State Sci.* 14 (2012) 488.

Langford, J.I. Wilson, A.J.C. Okt 1977. Scheherrer after Sixty Years: A Survey and Some New Results in the Determination of Crystallite Size. *J. Appl. Cryst* 11: 102-113.

Lee, K. H. Ko, B.O. Park, *J. Cryst. Growth* 247 (2003) 199-125

Liu, Zhifeng, Zhengguo Jin, Wei Li, and Jijun Qiu. "Preparation of ZnO Porous Thin Films by Sol-gel Method Using PEG Template." *Materials Letters* 59, no. 28 (December 2005): 3620–3625.

Liu, Yang, Zhang Jin, and Bao. "Influence of annealing temperature on structural, optic and magnetik properties of Mn-doped ZnO thin Films prepared by sol-gel method." *Journal of Magnetism and Magnetik Materials* 321 (2009) 3406–3410.

Mera, C. Cordoba, J. Benavidez, O. Paredes, J. Doria, A. Gomez, C. Sanchez, C. Paucar, dan O. Moran (2010). Applicability of the polymeric precursor

method to the synthesis of nanometric single- and multi-layers of $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x=0-0.3$). *Journal of Mater Science*, 45, 5398.

Omri, j. El Ghoul, O.M. Lemine, M. Bououdina, B. Zhang, L. El Mir. " Magnetic and optical properties of manganese doped ZnO nanoparticles synthesized by sol-gel technique." *Journal of Superlattices and Microstructures* 60 (2013) 139-147.

Pratapa, S., 2004. Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X. Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.

Pratapa, S., 2009. Analisis data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld. Surabaya.

Purica, E. Budianu, E. Rusu, M. Danila, R. Gavrilă, *Thin Solid Films* 403-404 (2002) 485-488.

S.W. Jung, S.J. An, G.C. Yi, *Appl. Phys. Lett.* 80 (2002) 4561.

Tauc., F. Abeles ed., "*Optical Properties of Solids*", North-Holland, 1972.

Thongtem, Titipun, Siriprapha Jattukul, Anukorn Phuruangrat, and Somchai Thongtem. "The Effect of H₂O and PEG on the Morphologies of ZnO Nanostructures Synthesized Under Microwave Radiation." *Journal of Alloys and Compounds* 491, no. 1–2 (February 18, 2010): 654–657.

Tian, Zhengrong R., James A. Voigt, Jun Liu, Bonnie Mckenzie, Matthew J. Mcdermott, Mark A. Rodriguez, Hiromi Konishi, and Huifang Xu. "Complex and Oriented ZnO Nanostructures." *Nature Materials* 2, no. 12 (December 2003): 821–826.

Tshabalala, M.A., B.F. Dejene, and H.C. Swart. "Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles Using Polyethylene Glycol (PEG)." *Physica B: Condensed Matter* 407, no. 10 (May 15, 2012): 1668–1671.

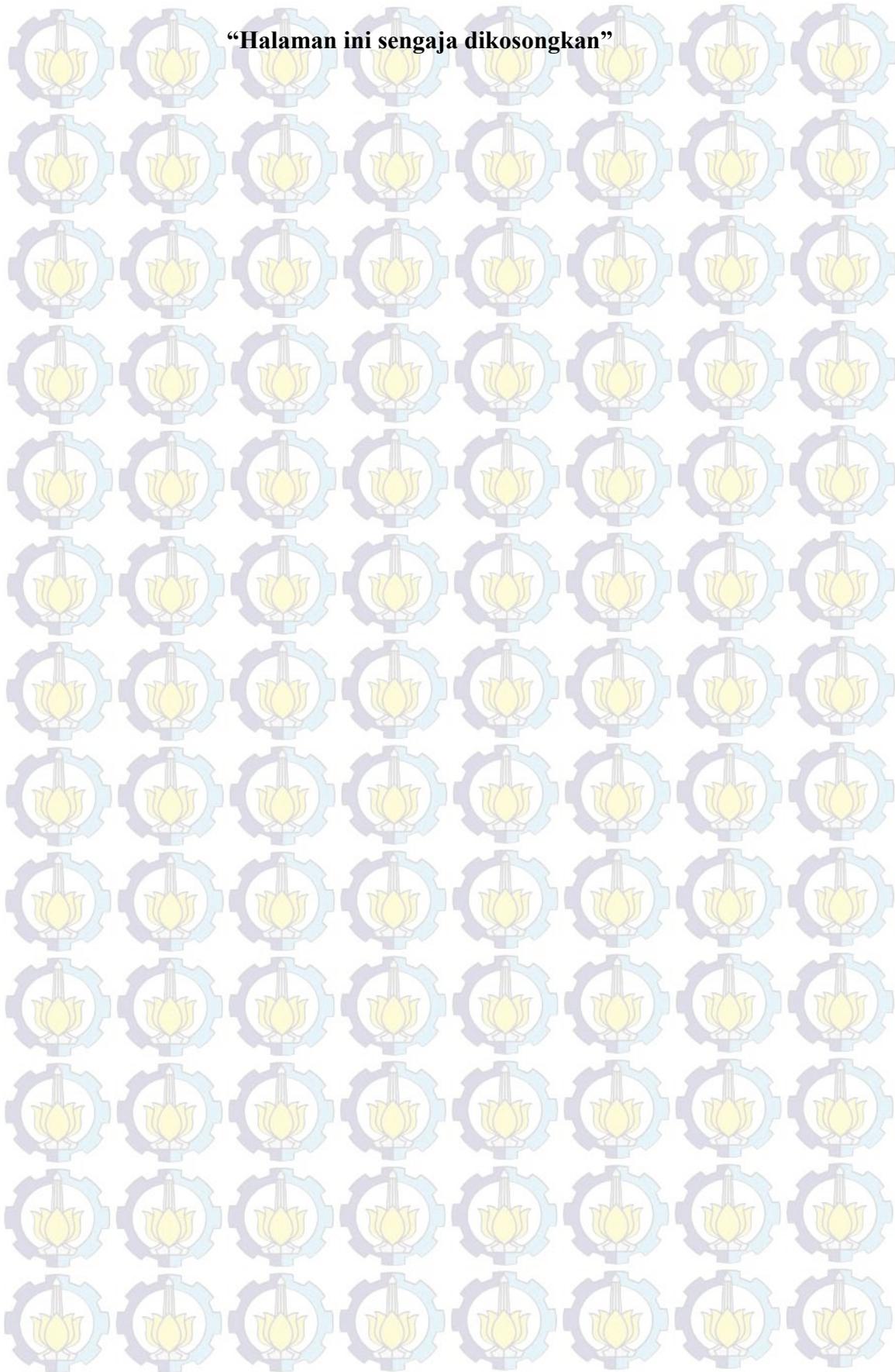
Van Vlack, L.H. 1994. Ilmu dan Teknologi Bahan edisi kelima. diartikan oleh Djaprie, S. Jakarta: Erlangga.

Vidyasagar, C.C., and Y. Arthoba Naik. "Surfactant (PEG 400) Effects on Crystallinity of ZnO Nanoparticles." *Arabian Journal of Chemistry* no. 0. Accessed September 27, 2013.

Yang, H. Chhen, B. Zhao, X. Bao, *J. Cryst. Growth* 263 (2004) 447-453.

Yantiningtyas, D., 2010. Sintesis Serbuk Nano Brucite dengan Metode Kopersipitasi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



RIWAYAT HIDUP



Pelangi Eka Yuwita dilahirkan di Bojonegoro pada tanggal 5 Mei 1990. Anak pertama dari tiga bersaudara pasangan bapak Suyudi S.Pd dan Ibu Wiwik Suharti S.Pd, M.M.

Alamat rumah Ds. Sumberarum RT/RW 21/07, Kec. Dander Kab. Bojonegoro. Pendidikan dasar ditempuhnya di SDN Dander 1, pendidikan menengah pertama ditempuhnya di SMPN 1 Bojonegoro, dan melanjutkan di

SMAN 1 Bojonegoro. Pendidikan selanjutnya di tempuh di jurusan Fisika

Universitas Negeri Malang melalui jalur PMDK prestasi pada tahun 2009. Dan

dilanjutkan dengan menempuh pendidikan Pasca Sarjan jurusan Fisika Institut

Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Selama menempuh kuliah di program

Sarjana penulis pernah menjadi asisten dosen beberapa mata kuliah dan aktif di

berbagai organisasi mahasiswa. Penulis juga pernah menjadi ketua Program

Kreativitas Mahasiswa Penelitian (PKMP) didanai Dikti pada tahun 2013 saat

menempuh program Sarjana. Dan selama menempuh program Pasca Sarjana

penulis pernah mengikuti Seminar Internasioanal sebagai Author yang diadakan

MRS-Id di Bali pada tahun 2014.

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanopartikel Seng Oksida merupakan salah satu dari material nanopartikel semikonduktor yang banyak dikembangkan baru-baru ini. Nanopartikel Seng Oksida banyak dikembangkan dalam bidang teknologi nano karena memiliki sifat mekanik, elektrik, dan optik yang dapat diaplikasikan diantaranya untuk sel surya, katalis, film tipis pelindung UV, sensor gas, dll. Nanopartikel Seng oksida memiliki banyak cara untuk mensintesisnya diantaranya dengan metode kimiawi basah, *sol gel*, *spray pyrolysis*, *physical vapor deposition*, *solvothermal*, dan *hydrothermal* (Sul Lee *et al.*, 2008).

Diluted Magnetik Semiconductors (DMS) banyak menarik perhatian peneliti karena potensi aplikasinya pada perangkat spintronik, diantaranya sebagai *spin-valve* transistor, *spin light-emitting* diode, memori yang tidak mudah menguap, isolator optik, dan sebagainya. Di dalam DMS yang didoping adalah logam transisi II-VI dan III-V (Jung, S.W, 2002). Salah satu material yang menjadi perhatian adalah fase wurtzite seng oksida dengan band gap yang lebar (3,3 eV). Beberapa seng (Zn) dapat disubstitusikan dengan ion mangan (Mn) yang dapat memberikan sifat ferromagnetik (Kim, K.J, 2002, Diaconu, 2005). Dari keseluruhan logam transisi doping Mn pada ZnO memberikan hasil yang paling baik, karena Mn memiliki momen magnetik tertinggi dan memiliki daerah polarisasi yang paling stabil (Khanna, 2003). Seng oksida (ZnO) kristal wurtzite heksagonal, merupakan bahan yang menjanjikan untuk photodetektor, dioda laser biru dan ultraviolet. Banyak dilakukan penelitian untuk menghasilkan sifat ferromagnetik dari seng oksida diantaranya dalam bentuk bubuk dan film tipis. Beberapa penelitian tentang Mn yang didoping pada ZnO dalam bentuk film tipis dengan metode yang berbeda-beda diantaranya dengan PLD, Sputtering, sol-gel, dan sebagainya (Chikoidze, 2005, Ben Mahmoud, 2007, Kim, 2004). Sifat ferromagnetik yang diinginkan masih banyak tinjauan dalam beberapa penelitian. Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi sifat ferromagnetik adalah sifat thermal. Sehingga banyak dilakukan penelitian yang mempelajari pengaruh sifat

thermal terhadap ferromagnetik yang dihasilkan pada bahan seng oksida yang didoping dengan Mn.(Ying Liu *et all.*, 2009).

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Kopresipitasi merupakan metode yang menggunakan suhu rendah dalam prosesnya serta dapat menghasilkan ukuran partikel yang kecil. Sehingga diharapkan dari metode kopresipitasi ini dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen dibandingkan dengan metode *solid state*.

Dalam penelitian kali ini akan dilakukan sintesis $Zn_{1-x}Mn_xO$ melalui metode kopresipitasi. Doping Mn diberikan pada ZnO dengan tujuan untuk melihat pengaruh sifat kemagnetannya. Diharapkan dengan bertambahnya doping Mn yang diberikan akan menghasilkan sifat kemagnetannya meningkat, yaitu ferromagnetik yang diinginkan. Diberikan doping Mn dengan variasi ($x=0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) pada prekursor ZnO. Bahan yang digunakan serbuk Zinc Acetat Dihidrat, serbuk Mn, pelarut HCl, dan agen pengendap NH_4OH . Karakterisasi dilakukan dengan beberapa pengujian yaitu uji difraksi sinar-X (XRD), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM), UV Vis, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil keluaran *X-Ray Diffractometry* dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Match!* untuk identifikasi fasa, MAUD (*Material Analyzing Using Diffraction*) untuk identifikasi ukuran kristal dari fasa di dalam sampel.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana cara mensintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ melalui metode kopresipitasi ?
2. Bagaimana pengaruh variasi dopan Mn terhadap struktur kristal nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$) ?
3. Bagaimana pengaruh variasi dopan Mn terhadap sifat optik nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$) ?

4. Bagaimana pengaruh variasi dopan Mn terhadap sifat kemagnetan nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$) ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan pada perumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ menggunakan metode kopresipitasi dan mengkarakterisasi nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ terhadap pengaruh doping Mn yang diberikan pada struktur serta sifat kemagnetannya.

1.4 Batasan Masalah

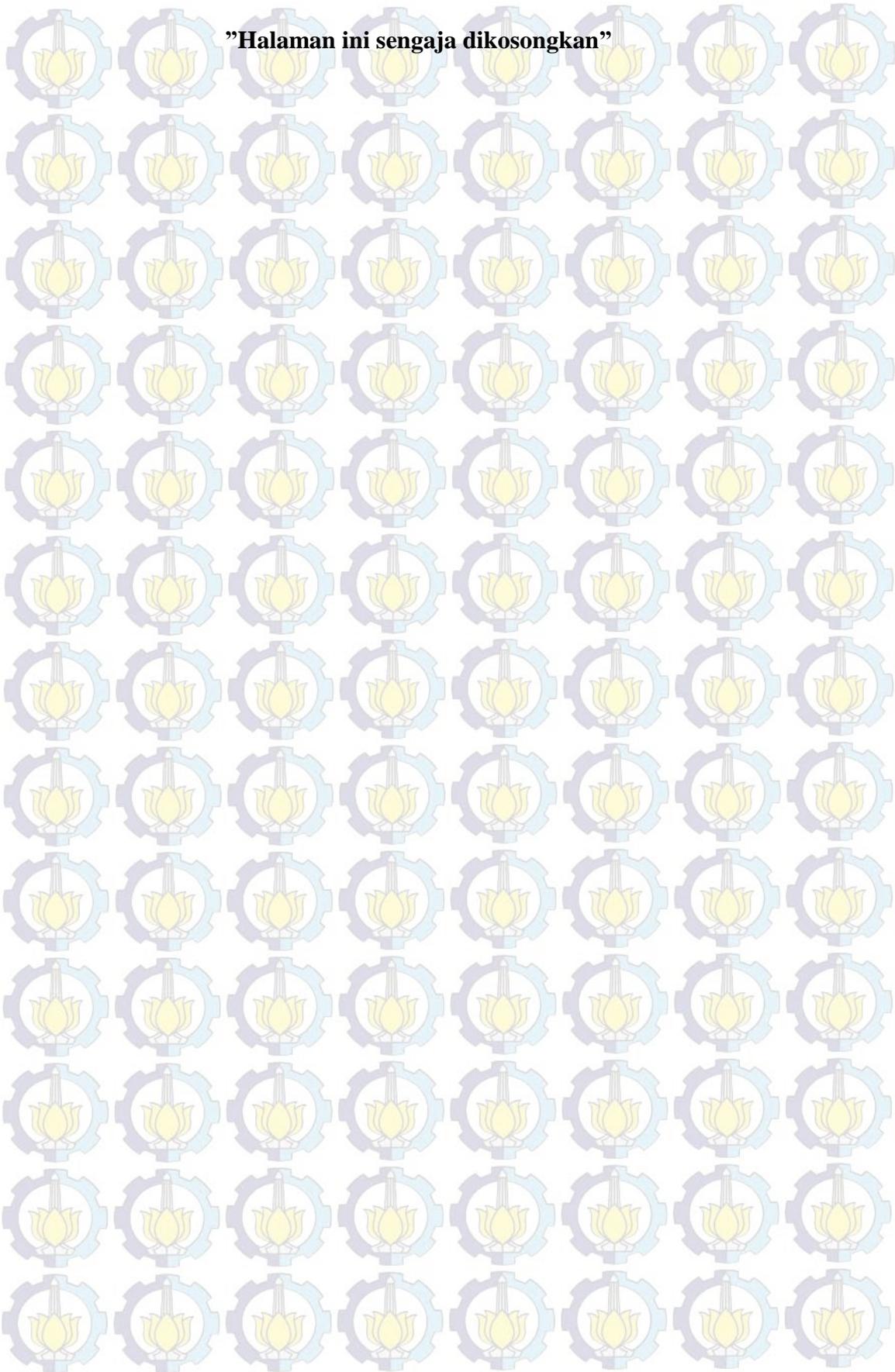
Pada penelitian ini, permasalahan dibatasi pada pembentukan material nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ melalui metode kopresipitasi serta karakterisasi struktur, sifat optik dan kemagnetannya terhadap pengaruh variasi komposisi doping Mn pada nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi tentang bagaimana pengaruh doping Mn terhadap pembentukan fasa $Zn_{1-x}Mn_xO$ berukuran nanopartikel dengan menggunakan metode kopresipitasi.
2. Memberikan informasi tentang bagaimana pengaruh doping Mn terhadap sifat kemagnetan $Zn_{1-x}Mn_xO$ berukuran nanopartikel dengan menggunakan metode kopresipitasi.
3. Menghasilkan paper ilmiah yang memberikan informasi tentang cara mensintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ serta karakterisasinya terhadap variasi komposisi doping Mn melalui metode kopresipitasi.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"



BAB 2 KAJIAN PUSTAKA

2.1 Senyawa ZnO

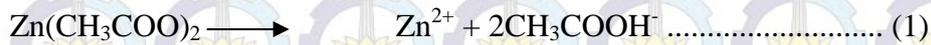
Seng oksida adalah senyawa anorganik dengan rumus kimia ZnO. ZnO terdapat dalam kerak bumi sebagai mineral *zincite*. Namun, ZnO yang digunakan secara komersial diproduksi secara sintesis.

Dalam ilmu material, ZnO adalah semikonduktor dengan besar energi gap 3,3 eV dari golongan unsur pada tabel periodik II-VI kelompok semikonduktor. ZnO sudah digunakan dalam berbagai aplikasi yaitu untuk menyimpan energi atau melindungi jendela dari panas, dan aplikasi elektronik ZnO sebagai *thin-film* transistor dan dioda pemancar cahaya.

Oksida ZnO merupakan bubuk berwarna putih yang hampir tidak larut dalam larutan netral. Ia bersifat amfoter dan dapat larut dalam larutan asam dan basa kuat. Dalam larutan basa lemah yang mengandung ion Zn^{2+} , hidroksida dari seng $Zn(OH)_2$ terbentuk sebagai endapan putih. Dalam larutan yang lebih alkalin, hidroksida ini akan terlarut dalam bentuk $[Zn(OH)_4]_2$. Senyawa nitrat $Zn(NO_3)_2$, klorat $Zn(ClO_3)_2$, sulfat $ZnSO_4$, fosfat $Zn_3(PO_4)_2$, molibdat $ZnMoO_4$, sianida $Zn(CN)_2$, arsenit $Zn(AsO_2)_2$, arsenat $Zn(AsO_4)_2 \cdot 8H_2O$ dan kromat $ZnCrO_4$ merupakan beberapa contoh senyawa anorganik *zinc*. Salah satu contoh senyawa organik yang paling sederhana dari *zinc* adalah senyawa asetat $Zn(COOCH_3)_2$.

Suatu ion (molekul) kompleks terdiri dari suatu atom pusat dengan sejumlah ligan yang terikat pada atom pusat tersebut. Banyaknya ligan yang terikat dengan atom pusat dinyatakan dengan bilangan koordinasi. Dengan memberlakukan hukum aksi massa maka dapat dinyatakan tetapan disosiasi atau tetapan ketidakstabilan kompleks (instabilitas). Semakin tinggi nilai tetapan ketidakstabilan larutan, K_{inst} semakin besar kemungkinan hasil kali kelarutan endapan, maka endapan akan mulai terbentuk.

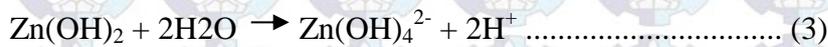
Pembentukan ZnO melibatkan beberapa tahap yaitu *zinc* asetat dipisahkan sebagai berikut :



Salah satu faktor yang berpengaruh dalam proses pengendapan ZnO adalah keasaman medium elektrolit. Pengaturan pH larutan elektrolit dilakukan dengan penambahan amonium hidroksida. Pada proses ini, amonium hidroksida terurai menjadi :



Dengan pencampuran dari kedua bahan di atas, maka dapat terbentuk endapan $\text{Zn}(\text{OH})_2$, kemudian $\text{Zn}(\text{OH})_2$ bereaksi dengan molekul air untuk membentuk pertumbuhan unit $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ dan ion hidrogen (2H^+) sebagai berikut :



2.2 Sifat ZnO

2.2.1 Sifat mekanik

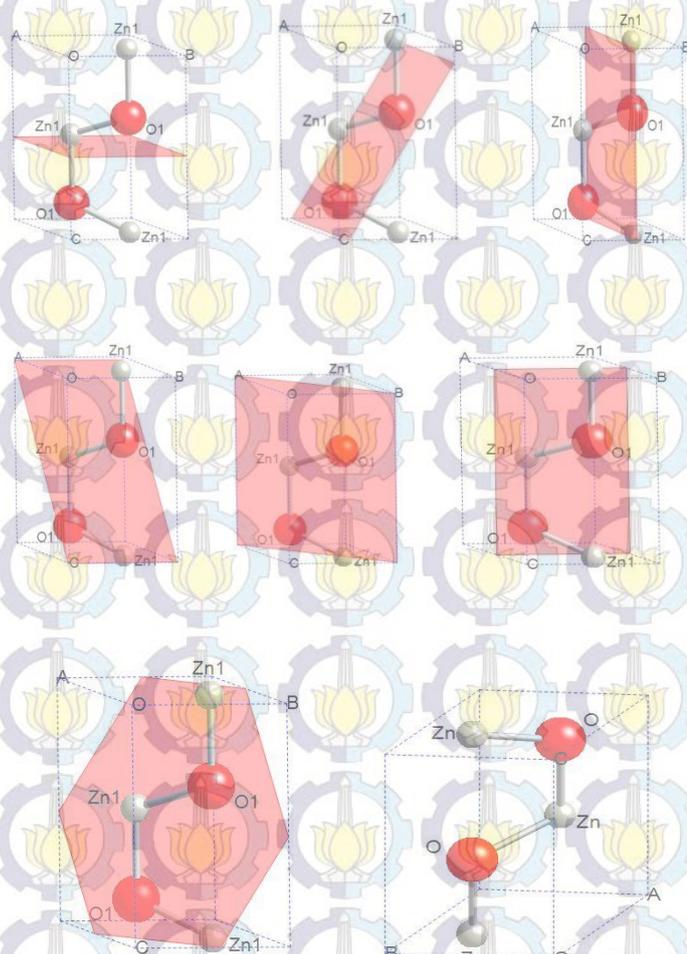
ZnO adalah material yang relatif lunak dengan kekerasan sekitar 4,5 pada skala Mohs. Konstanta elastisnya lebih kecil dari semikonduktor III-V, seperti GaN. Kapasitas panas dan konduktivitas panasnya tinggi, ekspansi termal rendah dan suhu lebur ZnO cukup tinggi yang bermanfaat untuk keramik. Diantara semikonduktor tetrahedral, ZnO memiliki tensor piezoelektrik tertinggi atau setidaknya sebanding dengan GaN dan AlN. Sifat ini membuat bahan ini merupakan teknologi penting bagi banyak aplikasi piezoelektrik, yang membutuhkan elektromekanis dengan kopling yang besar.

2.2.2 Struktur kristal

Semua logam, sebagian keramik, dan beberapa material komponen merupakan bentukan dari susunan atom yang mengatur diri secara teratur dan berulang dalam bentuk tiga dimensi. Kondisi tersebut merupakan ciri dari struktur material padat dalam bentuk kristal. Untuk memudahkan mengetahui pola atom yang senantiasa berulang hingga tak terhingga, maka kristal memiliki sel satuan yang merupakan volum kecil yang berulang dalam kristal.

Pola susunan atom yang terdapat dalam material padat akan membentuk suatu sistem tersendiri. Untuk mengetahui hal tersebut maka bentuk yang muncul akibat susunan atom tersebut dikelompokkan dalam tujuh sistem kristal yaitu

kubik, tetragonal, ortorombik, monoklinik, triklinik, heksagonal, dan rombohedral (Van Vlack, 1994).

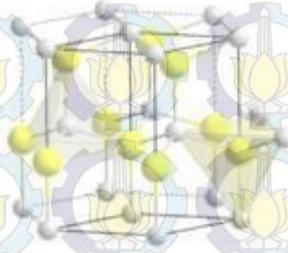


Gambar 2.1 Struktur kristal ZnO dengan berbagai bidang kristal (www.crystallmaker.com)

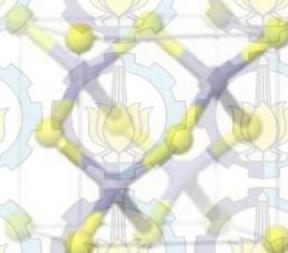
Seng oksida mengkristal dalam tiga bentuk : *wurtzite* heksagonal, *zincblende* kubik, dan jarang diamati kubik *rocksalt*. Struktur *wurtzite* paling stabil dan dengan demikian yang paling umum pada kondisi stabil. Bentuk *zincblende* dapat distabilkan dengan ZnO yang tumbuh pada substrat dengan struktur kisi kubik.

Kisi ZnO heksagonal dan *zincblende* tidak memiliki simetri inversi (refleksi dari kristal relatif pada suatu titik tertentu tidak mengubahnya menjadi dirinya sendiri). Kisi simetri lainnya mempunyai sifat piezoelektrik menghasilkan

blende yang heksagonal. Struktur heksagonal memiliki grup jalur 6 mm (Hermann-Mauguin notasi) atau C_{6v} (Schoenflies notasi), dan kelompok ruang $P6_3mc$ atau C_{6v} . Konstanta kisi $a = 3,25 \text{ \AA}$ dan $c = 5,2 \text{ \AA}$; rasio $c / a \sim 1,60$ dekat dengan nilai yang ideal untuk sel heksagonal $c / a = 1,633$.



Gambar 2.2 Struktur wurtzite (www.crystallmaker.com)



Gambar 2.3 Struktur zincblende (www.crystallmaker.com)

2.3 Nanopartikel ZnO

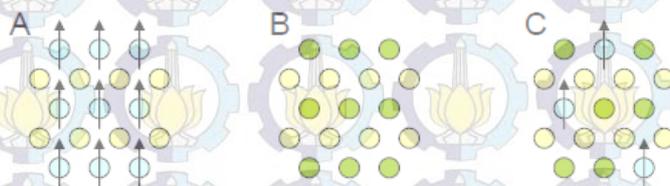
Nanopartikel Seng Oksida merupakan salah satu dari material nanopartikel semikonduktor yang banyak dikembangkan baru-baru ini. Nanopartikel Seng Oksida banyak dikembangkan dalam bidang teknologi nano karena memiliki sifat mekanik, elektrik, dan optik yang dapat diaplikasikan diantaranya untuk sel surya, katalis, film tipis pelindung UV, sensor gas, dll. Nanopartikel Seng oksida memiliki banyak cara untuk mensintesisnya diantaranya dengan metode kimiawi basah, *sol gel*, *spray pyrolysis*, *physical vapor deposition*, *solvothermal*, dan *hydrothermal* (Sul Lee *et al.*, 2008). Pencarian metode baru dalam menghasilkan partikel ZnO berukuran nano sangat penting untuk diteliti dan dipelajari sebagai bahan dasar dalam pembuatan aplikasi-aplikasi tersebut. Beberapa metode yang dilakukan untuk mendapatkan nanopartikel ZnO yaitu dekomposisi termal, *chemical vapor deposition*, *sol gel*, *spray pyrolysis*, dan

presipitasi masih dikembangkan untuk fabrikasi ZnO nanopartikel dengan morfologi dan ukuran yang seragam (Chang Chun Chen, 2008).

ZnO adalah material penting untuk komponen optoelektronik dan laser UV pada temperatur ruangan. ZnO menarik dikembangkan karena memiliki efisiensi yang tinggi sebagai *low-voltage phosphor*. ZnO adalah material yang sukar larut dalam air dan alkohol namun larut dalam asam. Material optoelektronik ini peka terhadap susunan kesempurnaan kristal dan morfologi permukaannya. Efisiensi emisi foton menurun secara cepat dengan naiknya rekombinasi nonradiatif. Kristalinitas film ZnO ditentukan tidak hanya oleh proses pertumbuhan partikel ZnO, tapi juga dipengaruhi oleh dopan, impuritas, surfaktan, dan *surface modifier*. Beberapa metode seperti *hydrothermal* dan *solvothermal* telah digunakan untuk membentuk nanopartikel ZnO. Secara umum spektrum ZnO terdiri dari dua pita, yaitu *Near Band Edge (NBE) excitonic UV emission* dan *defect related deep level emission (DLE)* pada sekitar warna pita hijau-kuning dari 2,9 eV sampai 1,65 eV dan pita ini hampir mengcover keseluruhan jangkauan *visible light* dari spektrum gelombang elektromagnetik (M. A. Tshabalala, 2012).

2.4 Diluted Magnetik Semiconductor (DMS)

Sekarang ini semikonduktor magnetik banyak dipelajari dan dikembangkan. Sifat ferromagnetik pada temperatur ruang yang banyak diharapkan. Sehingga banyak dilakukan penelitian tentang *Diluted magnetik semiconductor (DMS)*. DMS adalah semikonduktor non-magnetik yang memiliki beberapa persen elemen magnetik, biasanya transisi-logam (TM) (lihat gambar 2.4), dan diharapkan tidak hanya mudah terintegral dengan semikonduktor yang ada, tetapi juga terpolarisasi.



Gambar 2.4. Skema (A) Magnetik Semikonduktor (B) Non-Magnetik Semikonduktor (C) Diluted Magnetik Semikonduktor

Penelitian tentang suatu bahan yang memiliki sifat semikonduktor dan ferromagnetik ini sedang banyak dilakukan. DMS dibuat dengan memadukan semikonduktor II-IV. Diantara penelitian yang sudah dilakukan adalah $Zn_{1-x}Mn_xTe$ dan $Cd_{1-x}Mn_xTe$. Penelitian tersebut menghasilkan ferromagnetik yang lemah dan diperlukan penelitian lagi agar sifat magnetik dapat muncul dalam keadaan temperature ruang. Penelitian lain tentang $In_{1-x}Mn_xAs$ dan $Ga_{1-x}Mn_xAs$ yang dapat menghasilkan sifat ferromagnetik pada temperature tinggi. Dan penelitian tentang DMS ini terus dilakukan untuk mendapatkan sifat magnetik pada bahan semikonduktor dalam keadaan temperatur ruang. Memang, baru baru ini ditemukan penelitian tentang bahan semikonduktor oksida yang didoping dengan logam transisi untuk mendapatkan DMS yang diinginkan. Berat semikonduktor oksida yang sangat efisien untuk mewujudkan temperature Curie tinggi. Selain itu, sebagian besar oksida berbasis DMS memiliki lebar band gap ($> 3eV$) yang dapat menambahkan dimensi optoelektronik untuk generasi baru perangkat spintronik. Dalam konteks ini, terobosan baru adalah penemuan RT ferromagnetism di Co : sistem TiO_2 (Matsumoto et al, 2001), yang telah memicu sejumlah besar penyelidikan lain tentang DMS. Tabel 2.1 merupakan ringkasan dari momen magnetik dan nilai T_c yang dilaporkan dari beberapa penelitian tentang film tipis berbasis oksida DMS

Table 2.1. Momen Magnetik dan Nilai T_c dari DMS

Material	Doping (x)	Moment ($\mu_B/3d$ ion)	T_c (K)
TiO_2	Co, 1-2%	0.3	> 300
	Co, 7%	1.4	650 - 700
	V, 5%	4.2	> 400
	Fe, 2%	2.4	> 300
ZnO	Co, 10%	2.0	280 - 300
	V, 15%	0.5	> 350
	Mn, 2.2%	0.16	> 300
	Fe, 5% - Cu, 1%	0.75	550
	Ni, 0.9%	0.06	> 300
SnO_2	Co, 5%	7.5	650
	Fe, 5%	1.8	610
Cu_2O	Co, 5% - Al, 0.5%	0.2	> 300
$In_{1/2}Sn_{1/2}O_3$	Mn, 5%	0.8	> 300

2.5 Metode kopresipitasi

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh.

Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat.

Pada kopresipitasi, material-material dasar diendapkan bersama secara stoikiometri dengan reaktan tertentu. Suatu partikel bulat haruslah berdiameter lebih besar 10^{-6} m agar mengendap dalam larutan sebagai endapan. Metode yang dilakukan adalah dengan tahap pelarutan dengan aquades, pengeringan dan pencucian. Kopresipitasi termasuk rekristalisasi dimana ada tujuh metode dalam rekristalisasi yaitu:

- memilih pelarut,
- melarutkan zat terlarut,
- menghilangkan warna larutan,
- memindahkan zat padat,
- mengkristalkan larutan,
- mengumpul dan mencuci kristal,
- mengeringkan produknya (hasil).

Ada beberapa hal yang dapat dilakukan analisis untuk meminimalkan kopresipitasi bersama endapan kristal. Ion pengotor akan hadir dalam konsentrasi yang lebih rendah selama pengendapan. Bila zat cair didinginkan, gerakan translasi molekul-molekul menjadi lebih kecil dan gaya molekul lebih besar. Hingga setelah pengkristalan molekul mempunyai kedudukan tertentu dalam kristal. Panas yang terbentuk pada pengkristalan disebut panas pengkristalan. Selama pengkristalan temperatur tetap, di sini terjadi kesetimbangan temperatur akan turun lagi pengkristalan selesai. Peristiwa kebalikan dari pengkristalan disebut peleburan (Khairiah, 2011).

2.6 Dopant Mn

Mangan adalah kimia logam aktif, abu-abu merah muda yang di tunjukkan pada symbol Mn dan nomor atom 25. Ini adalah elemen pertama di Grup 7 dari tabel periodic. Mangan merupakan unsur yang dalam keadaan normal memiliki bentuk padat. Massa jenis mangan pada suhu kamar yaitu sekitar 7,21 g/cm³, sedangkan massa jenis cair pada titik lebur sekitar 5,95 g/cm³. Titik lebur mangan sekitar 1519°C, sedangkan titik didih mangan ada pada suhu 2061°C. Kapasitas kalor pada suhu ruang adalah sekitar 26,32 J/mol.K. Mangan memiliki struktur kristal berupa bcc. Mn memiliki sifat magnetik yaitu paramagnetik dan memiliki 5 μ B. Mangan memiliki bilangan oksida yang banyak yaitu 7+, 6+, 5+, 4+, 3+, 2+, 1+, 1-, 2-, 3-. Karena bilangan oksida yang banyak ini memungkinkan mangan ketika digunakan sebagai doping menjadi sedikit susah.

Mangan merupakan logam transisi yang digunakan sebagai doping dalam ZnO. Mangan yang digunakan sebagai doping dalam ZnO memiliki bilangan koordinasi 2+ dan yang memiliki jari-jari ion yang besarnya mendekati jari-jari ion Zn²⁺. Mn²⁺ yang didopingkan dalam ZnO bertujuan untuk melihat pengaruhnya terhadap struktur kristal serta sifat magnetik Zn_{1-x}Mn_xO.

2.7 Diamagnetik, Paramagnetik, dan Ferromagnetik

Ketika materi ditempatkan dalam medan magnet, kekuatan magnetik dari bahan yang elektron tersebut akan terpengaruh. Efek ini dikenal sebagai Hukum Faraday Induksi Magnetik. Namun, suatu bahan dapat bereaksi sangat berbeda dengan kehadiran medan magnet luar. Reaksi ini tergantung pada sejumlah faktor, seperti struktur atom dan molekul material, dan medan magnet bersih terkait dengan atom. Momen magnetik berhubungan dengan atom memiliki tiga asal-usul. Ini adalah gerakan orbital elektron, perubahan dalam gerak orbit yang disebabkan oleh medan magnet luar, dan spin dari elektron. Pada sebagian besar atom, elektron memiliki pasangan. Spin elektron dalam berpasangan memiliki arah yang berlawanan. Jadi, ketika elektron dipasangkan bersama-sama, mereka berputar berlawanan arah dan menyebabkan medan magnet mereka untuk menghilangkan satu sama lain. Oleh karena itu, tidak ada medan magnet bersih.

Bergantian, bahan dengan beberapa elektron berpasangan akan memiliki medan magnet bersih dan akan bereaksi lebih untuk bidang eksternal. Kebanyakan bahan dapat diklasifikasikan sebagai diamagnetik, atau ferromagnetik paramagnetik. Berdasarkan sifat medan magnet atomis, bahan dibagi menjadi tiga golongan, yaitu diamagnetik, paramagnetik dan ferromagnetik. Berikut akan dijelaskan tentang ketiga sifat dari kemagnetan.

Bahan diamagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom atau molekulnya nol, tetapi orbit dan spinnya tidak nol (Halliday & Resnick, 1989). Bahan diamagnetik tidak mempunyai momen dipol magnet permanen. Jika bahan diamagnetik diberi medan magnet luar, maka elektron-elektron dalam atom akan berubah gerakannya sedemikian hingga menghasilkan resultan medan magnet atomis yang arahnya berlawanan. Sifat diamagnetik bahan ditimbulkan oleh gerak orbital elektron sehingga semua bahan bersifat diamagnetik karena atomnya mempunyai elektron orbital. Bahan dapat bersifat magnet apabila susunan atom dalam bahan tersebut mempunyai spin elektron yang tidak berpasangan. Dalam bahan diamagnetik hampir semua spin elektron berpasangan, akibatnya bahan ini tidak menarik garis gaya. Permeabilitas bahan diamagnetik adalah $0 < \mu < \mu_0$. Contoh bahan diamagnetik yaitu: bismut, perak, emas, tembaga dan seng. Bahan diamagnetik memiliki kerentanan lemah untuk medan magnet. Bahan diamagnetik sedikit ditolak oleh medan magnet dan materi tidak mempertahankan sifat magnetik ketika bidang eksternal dihapus. Dalam bahan diamagnetik semua elektron dipasangkan sehingga tidak ada magnet permanen saat bersih per atom. Sifat diamagnetik timbul dari penataan kembali dari orbit elektron di bawah pengaruh medan magnet luar. Sebagian besar unsur dalam tabel periodik, termasuk seng, tembaga, perak, dan emas, adalah diamagnetik. Diamagnetisme adalah sifat suatu benda untuk menciptakan suatu medan magnet ketika dikenai medan magnet. Sifat ini menyebabkan efek tolak menolak. Diamagnetik adalah salah satu bentuk magnet yang cukup lemah, dengan pengecualian superkonduktor yang memiliki kekuatan magnet yang kuat. Semua material menunjukkan peristiwa diamagnetik ketika berada dalam medan magnet. Oleh karena itu, diamagnetik adalah peristiwa yang umum terjadi karena pasangan elektron, termasuk elektron inti di atom, selalu menghasilkan peristiwa

diamagnetik yang lemah. Namun, kekuatan magnet material diamagnetik jauh lebih lemah dibandingkan kekuatan magnet material feromagnetik ataupun paramagnetik. Material yang disebut diamagnetik umumnya berupa benda yang disebut 'non-magnetik', termasuk di antaranya air, kayu, senyawa organik seperti minyak bumi dan beberapa jenis plastik, serta beberapa logam seperti tembaga, merkuri, emas dan bismut. Contoh diamagnetik sempurna adalah Superkonduktor. Ciri-ciri dari bahan diamagnetik adalah:

- Bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom/molekulnya adalah nol.
- Jika solenoida dirasukkan bahan ini, induksi magnetik yang timbul lebih kecil.
- *Contoh:* Bismuth, tembaga, emas, perak, seng, garam dapur.

Bahan paramagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom/molekulnya tidak nol, tetapi resultan medan magnet atomis total seluruh atom/molekul dalam bahan nol (Halliday & Resnick, 1989). Hal ini disebabkan karena gerakan atom/molekul acak, sehingga resultan medan magnet atomis masing-masing atom saling meniadakan. Bahan ini jika diberi medan magnet luar, maka elektron-elektronnya akan berusaha sedemikian rupa sehingga resultan medan magnet atomisnya searah dengan medan magnet luar. Sifat paramagnetik ditimbulkan oleh momen magnetik spin yang menjadi terarah oleh medan magnet luar. Pada bahan ini, efek diamagnetik (efek timbulnya medan magnet yang melawan medan magnet penyebabnya) dapat timbul, tetapi pengaruhnya sangat kecil. Permeabilitas bahan paramagnetik adalah $0 < \mu < \mu_0$, dan susceptibilitas magnetik bahannya $0 < \chi < \chi_0$. Contoh bahan paramagnetik: aluminium, magnesium, mangan, wolfram dan sebagainya. Bahan diamagnetik dan paramagnetik mempunyai sifat kemagnetan yang lemah. Perubahan medan magnet dengan adanya bahan tersebut tidaklah besar apabila digunakan sebagai pengisi kumparan toroida. Bahan paramagnetik ada yang positif, kerentanan kecil untuk medan magnet. Bahan-bahan ini sedikit tertarik oleh medan magnet dan materi yang tidak mempertahankan sifat magnetik ketika bidang eksternal dihapus. Sifat paramagnetik adalah karena adanya beberapa elektron tidak berpasangan, dan dari penataan kembali elektron orbit disebabkan oleh medan

magnet eksternal. Paramagnetisme adalah suatu bentuk magnetisme yang hanya terjadi karena adanya medan magnet eksternal. Material paramagnetik tertarik oleh medan magnet, dan karenanya memiliki permeabilitas magnetis relatif lebih besar dari satu (atau, dengan kata lain, susceptibilitas magnetik positif). Meskipun demikian, tidak seperti ferromagnet yang juga tertarik oleh medan magnet, paramagnet tidak mempertahankan magnetismenya sewaktu medan magnet eksternal tak lagi diterapkan.

Ciri-ciri dari bahan paramagnetik adalah:

- Bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom/molekulnya adalah tidak nol.
- Jika solenoida dimasuki bahan ini akan dihasilkan induksi magnetik yang lebih besar.
- *Contoh:* aluminium, magnesium, wolfram, platina, kayu

Penelitian mengenai struktur, sifat optik, dan sifat magnet dari sampel lapisan tipis $Zn_{1-x}Mn_xO$ pernah diteliti oleh Tiwari dkk yang menggunakan metode PLD dengan substrat *sapphire*. Dari spektrum absorbansi yang ditampilkan pada publikasi tersebut, dapat diketahui bahwa ketika konsentrasi Mn pada sampel meningkat, *absorbation edge* yang teramati bergeser pada nilai energi yang lebih tinggi. Untuk sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan x sebesar 0,01 didapatkan beda pita energi (E_g) sebesar 3,3 eV dan terus meningkat mencapai 3,65 eV ketika konsentrasi Mn $x= 0,25$. Kemudian pengujian magnetik menggunakan SQUID menunjukkan paramagnetik. Berdasarkan literatur Dagotto, Tiwari dkk menduga bahwa sifat paramagnetik dari sampel miliknya timbul karena momen magnetik dari masing-masing Mn *cluster* tersusun acak dan saling menghilangkan satu sama lain.

Bahan ferromagnetik adalah bahan yang mempunyai resultan medan atomis besar (Halliday & Resnick, 1989). Hal ini terutama disebabkan oleh momen magnetik spin elektron. Pada bahan ferromagnetik banyak spin elektron yang tidak berpasangan, misalnya pada atom besi terdapat empat buah spin elektron yang tidak berpasangan. Masing-masing spin elektron yang tidak berpasangan ini akan memberikan medan magnetik, sehingga total medan magnetik yang dihasilkan oleh suatu atom lebih besar. Medan magnet dari

masing-masing atom dalam bahan ferromagnetik sangat kuat, sehingga interaksi diantara atom-atom tetangganya menyebabkan sebagian besar atom akan mensejajarkan diri membentuk kelompok-kelompok. Kelompok atom yang mensejajarkan dirinya dalam suatu daerah dinamakan domain. Bahan ferromagnetik sebelum diberi medan magnet luar mempunyai domain yang momen magnetiknya kuat, tetapi momen magnetik ini mempunyai arah yang berbeda-beda dari satu domain ke domain yang lain sehingga medan magnet yang dihasilkan tiap domain saling meniadakan. Bahan ini jika diberi medan magnet dari luar, maka domain-domain ini akan mensejajarkan diri searah dengan medan magnet dari luar. Semakin kuat medan magnetnya semakin banyak domain-domain yang mensejajarkan dirinya. Akibatnya medan magnet dalam bahan ferromagnetik akan semakin kuat. Setelah seluruh domain terarahkan, penambahan medan magnet luar tidak memberi pengaruh apa-apa karena tidak ada lagi domain yang disearahkan. Keadaan ini dinamakan jenuh atau keadaan saturasi. Permeabilitas bahan ferromagnetik adalah $0\mu\mu \gg \gg$ dan suseptibilitas bahannya $0 \gg \gg m\chi$. contoh bahan ferromagnetik : besi, baja, besi silicon dan lain-lain. Sifat kemagnetan bahan ferromagnetik ini akan hilang pada temperatur yang disebut Temperatur Currie. Temperatur Curie untuk besi lemah adalah 770°C , dan untuk baja adalah 1043°C (Kraus. J. D, 1970). Bahan ferromagnetik ada yang positif, kerentanan besar untuk medan magnet luar. Mereka menunjukkan daya tarik yang kuat untuk medan magnet dan mampu mempertahankan sifat magnetik mereka setelah bidang eksternal telah dihapus bahan. Ferromagnetik memiliki elektron tidak berpasangan sehingga atom mereka memiliki momen magnet bersih. Mereka mendapatkan magnet yang kuat sifat mereka karena keberadaan domain magnetik. Dalam domain ini, sejumlah besar di saat-saat atom (10^{12} sampai 10^{15}) adalah sejajar paralel sehingga gaya magnet dalam domain yang kuat. Ferromagnetisme adalah sebuah fenomena dimana sebuah material dapat mengalami magnetisasi secara spontan, dan merupakan satu dari bentuk kemagnetan yang paling kuat. Fenomena inilah yang dapat menjelaskan kelakuan magnet yang kita jumpai sehari-hari. Ciri-ciri bahan ferromagnetik adalah:

- Bahan yang mempunyai resultan medan magnetis atomis besar.
- Tetap bersifat magnetik → sangat baik sebagai magnet permanen
- Jika solenoida diisi bahan ini akan dihasilkan induksi magnetik sangat besar (bisa ribuan kali). *Contoh:* besi, baja, besi silikon, nikel, kobalt.

Penelitian yang menemukan sifat ferromagnetik pada sampel Mn *doped* ZnO nanokristalin adalah O.D Jayamakmur dan tim yang melaporkan sifat ferromagnetik pada temperatur ruang (RFTM) untuk sampel Mn *doped* ZnO dengan konsentrasi 2 at.% yang disintesa dengan metode kopresipitasi. Pada publikasinya, Jayamakmur dan tim menduga bahwa sifat ferromagnetik muncul karena pengaruh ion Mn yang bergabung secara substitusional pada posisi ZnO. Pada penelitian Huang dkk juga menemukan sifat ferromagnetik dengan $T_c > 350$ K untuk sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan $x = 0,02$ dengan proses sol-gel. Berbeda dengan Jayamakmur dan tim, Huang dkk berpendapat bahwa sifat ini muncul berkaitan dengan kecacatan pada struktur ZnO.

2.8 Pengaruh *Dopant* Mn^{2+} pada Struktur dan Sifat Magnetik $Zn_{1-x}Mn_xO$

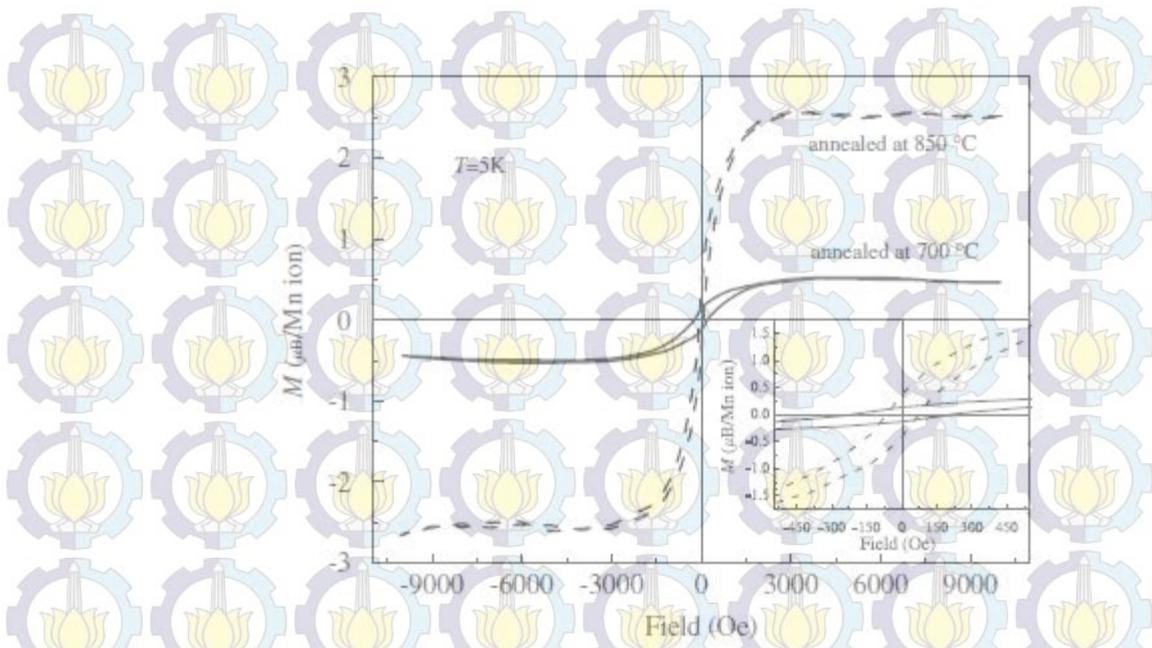
Mangan merupakan unsur kimia dengan lambang Mn dan mempunyai nomor atom 25. Mangan termasuk dalam logam transisi yang memiliki titik didih pada 2061 °C dan titik leleh pada 1246 °C. Ion Mn^{2+} didopingkan pada $Zn_{1-x}Mn_xO$ dan menggantikan sebagian posisi dari ion Mn^{2+} . Ion Mn dengan valensi 2+, bilangan koordinasi 6 memiliki jari-jari ion sebesar 0,83 Å sedangkan Zn dengan valensi 2+, bilangan koordinasi 6 memiliki jari-jari ion sebesar 0,74 Å (Shannon, 1976). Jari-jari ion Mn^{2+} lebih besar daripada jari-jari ion Zn^{2+} , jika ion Mn^{2+} menggantikan sebagian ion Zn^{2+} pada senyawa induk $Zn_{1-x}Mn_xO$, ion Mn^{2+} akan mendesak ion lain yang berikatan langsung dengan ion Zn^{2+} . karena jari-jari ion pendoping lebih besar, akibatnya parameter kisi kristal akan berubah. Karena terjadi perubahan parameter kisi mengakibatkan volume sel kristal juga berubah. Karena jari-jari ion pendoping lebih besar maka akan menyebabkan jarak antar kisi semakin lebar dan menyebabkan 2θ semakin kecil. Sehingga dengan bertambahnya doping akan menyebabkan grafik akan bergeser ke arah kiri.

Jari-jari doping ion Mn^{2+} lebih besar daripada jari-jari ion Zn^{2+} . Dengan bertambahnya doping membuat ukuran kristal akan semakin kecil.

Ukuran kristal yang besar mengindikasikan bahwa kristal tersebut sempurna dan memiliki puncak difraksi yang tinggi. Jika dopan Mn^{2+} yang diberikan semakin besar dalam senyawa induk ZnO ini dapat membuat kristal pecah dan ukuran kristalnya menjadi kecil-kecil karena adanya penambahan doping yang lebih banyak dan ukuran jari-jari ion pendoping juga lebih besar. Sehingga menyebabkan puncak difraksinya semakin melebar dan menurun.

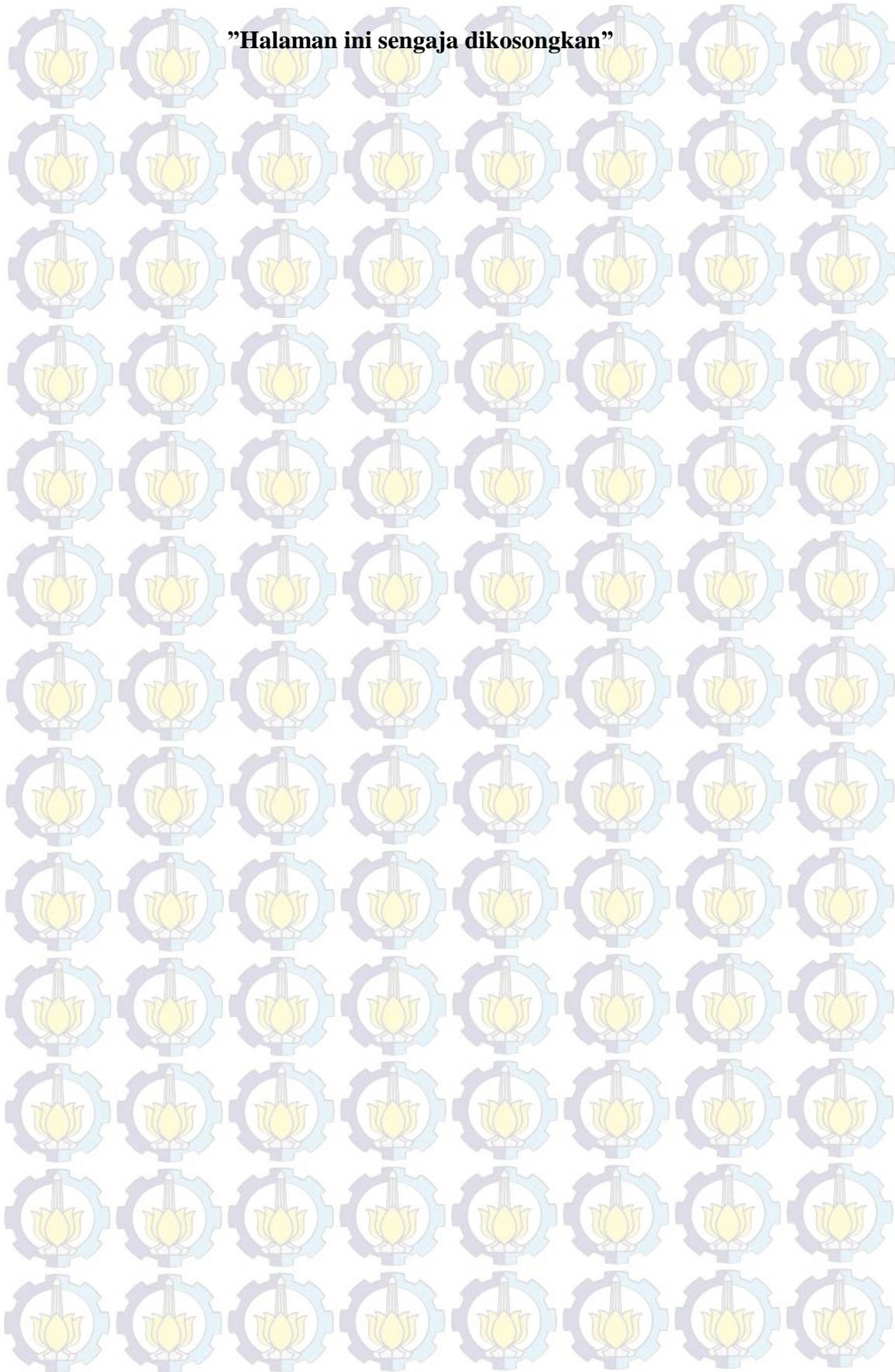
Pengujian *Scanning Electron Microscopy* dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi dari partikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan variasi komposisi dopan ion Mn^{2+} . Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Sul Lee pada tahun 2008 yang dapat mensintesis nanopartikel ZnO dengan metode simple polyol diperoleh ZnO nanowire. Semakin banyak komposisi doping Mn yang diberikan, morfologi yang diharapkan semakin halus. Hal ini karena ukuran partikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ semakin kecil dengan bertambahnya doping.

Doping Mn^{2+} yang merupakan logam transisi dan memiliki sifat magnet paramagnetik akan mempengaruhi senyawa induk ZnO. Dimana secara intrinsik ZnO yang memiliki kekosongan oksigen sebagai *shallow donor* yang menyebabkan ZnO memiliki sifat ferromagnetik. Dengan penambahan doping Mn diharapkan sifat magnet dari $Zn_{1-x}Mn_xO$ akan semakin meningkat. Semakin banyak komposisi doping yang diberikan maka diharapkan semakin meningkat pula sifat kemagnetannya. Seperti pada penelitian (Liu et al., 2009) yang melakukan penelitian tentang film tipis ZnO yang didoping Mn dengan melakukan variasi suhu aniling terhadap sifat magnetnya. Dari hasil penelitian Liu, doping Mn diberikan pada ZnO untuk meningkatkan sifat kemagnetannya. Selain itu dilakukan variasi suhu aniling pada sampel dan memberikan hasil dengan bertambahnya suhu aniling menaikkan nilai *magnetik remanence*. Disamping itu penambahan doping Mn juga meningkatkan saturasi magnetiknya. Pada Gambar 2.5 diberikan hasil dari pengukuran kemagnetan sampel film tipis ZnO yang didoping Mn dengan variasi suhu aniling.



Gambar 2.5 Kurva Histeristis Film Tipis ($Zn_{0.99}Mn_{0.01}O$)

"Halaman ini sengaja dikosongkan"



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: neraca digital, beker glass, spatula kaca, krusibel, pengaduk magnet (*stirring magnetik*), kertas pH (*universal indicator*), kertas saring whattman 42, aluminium foil, *furnace* tipe RHF 1400. Sedangkan peralatan yang digunakan untuk karakterisasi adalah *X-Ray Diffractometer* (XRD) digunakan untuk identifikasi fasa sampel secara kualitatif maupun kuantitatif, dan SEM digunakan untuk identifikasi morfologi sampel secara kualitatif

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Zinc Acetat Dihidrat, serbuk Mn, pelarut HCl 37% (PA), agen pengendap NH_4OH , *aquadest* dan alkohol.

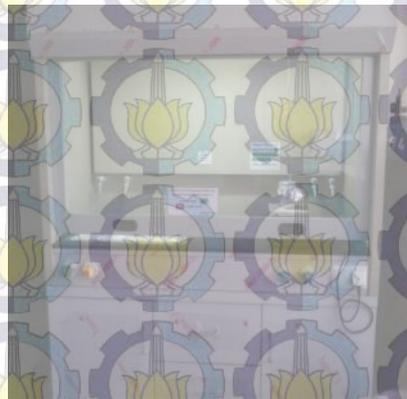
3.2 Prosedur Sintesis

Dari bahan dan alat yang digunakan dalam penelitian ini dilakukan proses sintesis $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$. Proses pertama yaitu pelarutan serbuk $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ dan serbuk Mn ($x = 0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) dilakukan dengan menambahkan larutan HCl 37% yang telah diencerkan menjadi larutan HCl 0,5 M. Dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* sampai larutan menjadi homogen. Kemudian dilakukan penambahan larutan NH_4OH 0,5 M dengan metode titrasi sehingga larutan bercampur. Setelah itu larutan prekursor diuji pH-nya dengan menggunakan kertas uji (indikator universal). Dilakukan penambahan larutan NH_4OH pekat sampai tercapai pH larutan prekursor yang diinginkan. Penelitian ini menggunakan pH prekursor 9. Setelah larutan prekursor berada pada pH yang diinginkan, maka langkah selanjutnya yaitu larutan prekursor diaduk menggunakan *magnetic stirrer* beberapa saat. Setelah itu

dilakukan penyaringan endapan yang terbentuk. Setelah disaring endapan yang terbentuk dicuci dengan menggunakan larutan aquades dan dilakukan proses pengeringan dalam oven dengan suhu sebesar 100°C. Setelah proses pengeringan kemudian serbuk dikalsinasi pada suhu 400°C selama 3 jam.

3.3 Proses Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan Metode Kopresipitasi

Proses sintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dilakukan dengan menggunakan perangkat yang didesain seperti Gambar 3.1. Pada lemari asam tersebut di desain tertutup rapat dengan tujuan untuk mengurangi kontak langsung senyawa kimia yang akan mengganggu dalam proses sintesis dan juga untuk keamanan kerja.



Gambar 3.1 Desain alat sintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan metode kopresipitasi.

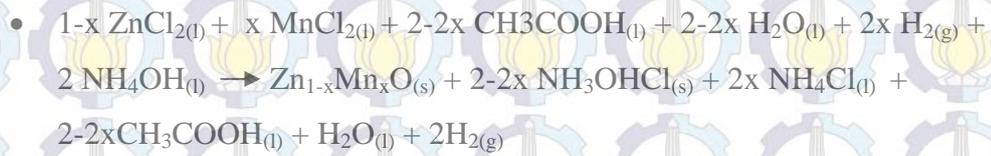
Pada proses sintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ terjadi reaksi kimia yang terjadi dalam proses pelarutan sampai pengendapan untuk membentuk fase $Zn_{1-x}Mn_xO$. Berikut merupakan reaksi kimia yang terjadi:

Untuk sintesis $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan Mn ($x = 0,00$) atau sintesis ZnO

- $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O_{(s)} + 2HCl_{(l)} \rightarrow ZnCl_{2(l)} + 2CH_3COOH_{(l)} + 2H_2O_{(l)}$
- $ZnCl_{2(l)} + 2CH_3COOH_{(l)} + 2H_2O_{(l)} + 2NH_4OH_{(l)} \rightarrow ZnO_{(s)} + NH_3OHCl_{(s)} + NH_4Cl_{(l)} + 2CH_3COOH_{(l)} + 2H_2O_{(l)} + H_2_{(g)}$

Untuk sintesis $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan Mn ($x = 0,01, 0,02, 0,03$)

- $(1-x) Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O_{(s)} + 2HCl_{(l)} + x Mn_{(s)} \rightarrow (1-x) ZnCl_{2(l)} + x MnCl_{2(l)} + 2-2x CH_3COOH_{(l)} + 2-2x H_2O_{(l)} + 2x H_2_{(g)}$



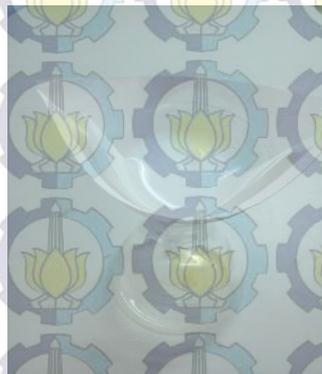
Gambar 3.2 Proses pelarutan serbuk $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan serbuk Mn ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$)



Gambar 3.3 Larutan prekursor setelah penambahan agen pengendap.

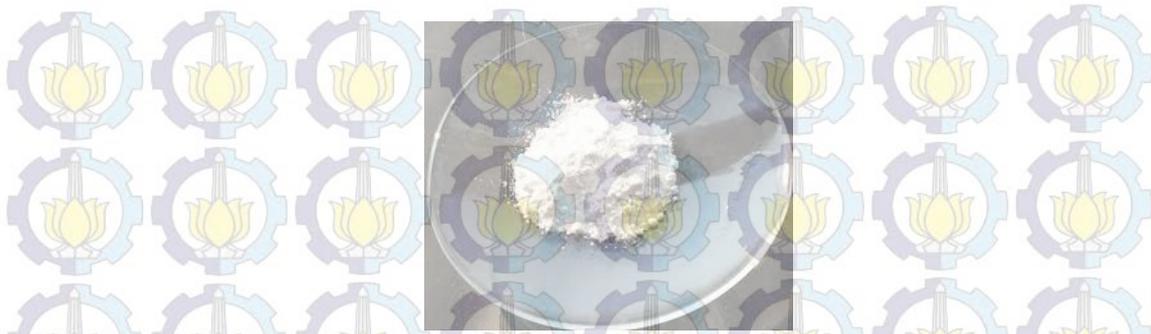
Proses penambahan agen pengendap berupa basa amonium hidroksida (NH_4OH) dilakukan dengan cara titrasi ke dalam prekursor. Penambahan agen pengendap ini dilakukan dengan mengontrol pH larutan. Dalam penelitian ini pH larutan yang diinginkan adalah 9. Adanya penambahan agen pengendap ini menyebabkan larutan yang semula berwarna bening transparan berubah menjadi putih susu dan coklat susu. Larutan yang berwarna putih susu dan coklat susu ini mengindikasikan adanya pertumbuhan inti ZnO dan ZnMnO . Selama proses sintesis berlangsung, terlihat bahwa proses pertumbuhan ZnO dan $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ sudah terjadi ketika diberikan agen pengendap berupa basa NH_4OH yang menghasilkan ZnO , NH_3OHCl , NH_4Cl , CH_3COOH , H_2O , dan H_2 pada sintesis ZnO dan menghasilkan ZnMnO , NH_3OHCl , NH_4Cl , CH_3COOH , H_2O , dan H_2 pada sintesis $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$.

Setelah diberikan agen pengendap NH_4OH kemudian dilakukan penyaringan endapan. Dari hasil endapan yang diperoleh adalah endapan $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ dengan komposisi dopan ($x=0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) dan NH_3OHCl . Sedangkan NH_4Cl , CH_3COOH , H_2O , dan H_2 lolos saring. Dari endapan yang diperoleh kemudian dilakukan pencucian dengan menggunakan aquades. Tujuan pencucian ini adalah agar dapat mereduksi atau membuat pH endapan menjadi normal yaitu pH 7. Penyaringan dan pencucian larutan hasil sintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ dengan doping Mn ($x = 0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) dilakukan dengan menggunakan *funnel* kaca dengan diameter 15 cm dan labu 250 mL untuk memisahkan endapan dari larutannya seperti pada Gambar 3.4. Proses pencucian dilakukan beberapa kali dengan menggunakan aquades sebanyak kurang lebih 500 mL. Pada proses pencucian akan terbentuk 3 lapisan, yaitu bening, transparan, dan berwarna putih susu pada sisi bawah.



Gambar 3.4 Proses penyaringan hasil sintesis

Hasil penyaringan yang telah dicuci berulang kali dengan menggunakan aquades, kemudian dimasukkan ke dalam cawan petri untuk dikeringkan. Proses pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan dan menghilangkan air. Kemudian dilakukan proses kalsinasi untuk pembentukan fase $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ murni, karena terlihat bahwa endapan yang dihasilkan tidak hanya fase $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ tetapi terdapat fase lain yaitu NH_3OHCl . Hasil akhir yang didapatkan yaitu berupa serbuk $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ nanopartikel.



Gambar 3.5 Serbuk ZnO hasil sintesis

Proses pengeringan serbuk ZnO nanopartikel hasil sintesis dengan metode kopresipitasi dilakukan di dalam oven dengan *setting* temperatur sebesar 100°C selama 15 jam. Dan proses kalsinasi dilakukan pada *furnace* tipe RHF 1400 dengan temperatur 400°C selama 3 jam. Dari hasil serbuk yang didapatkan, selanjutnya dilakukan pengujian difraksi sinar-X untuk mengetahui fasa dan ukuran kristal, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui bentuk morfologi dari nanopartikel ZnO serta *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengetahui sifat magnetik di dalam bahan.

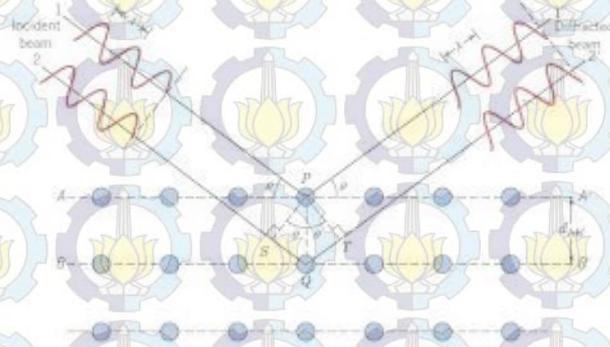
3.4 Karakterisasi Bahan Uji

3.4.1 X-Ray Diffractometer (XRD)

Identifikasi fasa-fasa kristalin sampel hasil sintesis dilakukan dengan pengujian XRD Tipe *Philips X'Pert PRO* di Laboratorium Difraksi Sinar-X RC (*Research Center*) LPPM ITS Surabaya, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2. Pengukuran ini akan dilakukan pada sudut 20-70° dan *step size* 0,04° dengan tegangan 40 kV dan arus 30 mA menggunakan target Cu ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$).

Pola difraksi sinar-X tertentu dapat digunakan dalam analisis kualitatif (identifikasi fasa) dan kuantitatif material. Pada waktu suatu material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Bersinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi.

Hukum Bragg merupakan rumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Berkas sinar pantul akan saling berinterferensi pada detector dan terjadi interferensi konstruktif hanya jika perbedaan lintasan antara sinar 1 dan 2 sama dengan kelipatan bulat dari panjang gelombang seperti diungkapkan pada Persamaan 3.1



Gambar 3.6 Difraksi sinar X

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.1)$$

dengan d = jarak bidang Kristal

θ = sudut difraksi

n = orde difraksi ($n = 1, 2, 3, \dots$)

λ = panjang gelombang sinar-X ($\lambda \approx 0,1 \text{ nm}$)

$d \sin \theta$ = beda lintasan

Persamaan 3.1 disebut sebagai Hukum Bragg. Pantulan Bragg hanya terjadi untuk gelombang dengan $\lambda \leq 2d$, dan itulah sebabnya cahaya tampak tidak dapat digunakan dalam hal ini. Sudut θ yang ditentukan berdasarkan Persamaan 3.1, untuk jarak antar bidang d dan λ tertentu merupakan sudut merupakan sudut unik terjadinya pantulan. Pada sudut yang lain, berkas sinar pantul akan saling berinterferensi destruktif satu sama lain, sehingga pantulan efektifnya nol. Data yang diperoleh dari pengukuran difraksi adalah sudut difraksi 2θ dan intensitasnya $I(2\theta)$ pada sudut pantul yang sesuai. Pantulan $n = 1, 2, 3, \dots$ berturut-turut disebut pantulan orde pertama, orde kedua, orde ketiga, dan seterusnya. Semakin tinggi orde pantulan semakin rendah intensitas pantulan.

Istilah difraksi lebih banyak dipakai dalam hal ini daripada pantulan, sehingga sebutan lazimnya difraksi sinar-X (Sands, 1975).

Analisis awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif yaitu identifikasi fasa yang terbentuk melalui pencocokan (*matching*) antara pola XRD terukur dengan model yang telah ada. Sekuensi 2 θ -intensitas dan list hkl yang cocok antara pola XRD terukur dan model, mengindikasikan bahwa sampel yang didifraksi tersebut mengkristal dengan struktur yang dimiliki model, demikian juga dengan fasanya. Pencocokan dilakukan menggunakan program Match!2. Selanjutnya, dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* yang berbasis pada penghalusan *Rietveld* dijalankan untuk menginvestigasi struktur kristal, sekaligus kuantifikasi fasa dalam % berat ataupun % volume (Pratapa, 2009).



Gambar 3.7 Seperangkat peralatan XRD Philips X'Pert PRO

3.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan benda. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron terhambur dan radiasi sinar-X karakteristik akan memberikan informasi tentang keadaan sampel seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam material (jika dihubungkan dengan alat EDX). Tetapi akan ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi dan

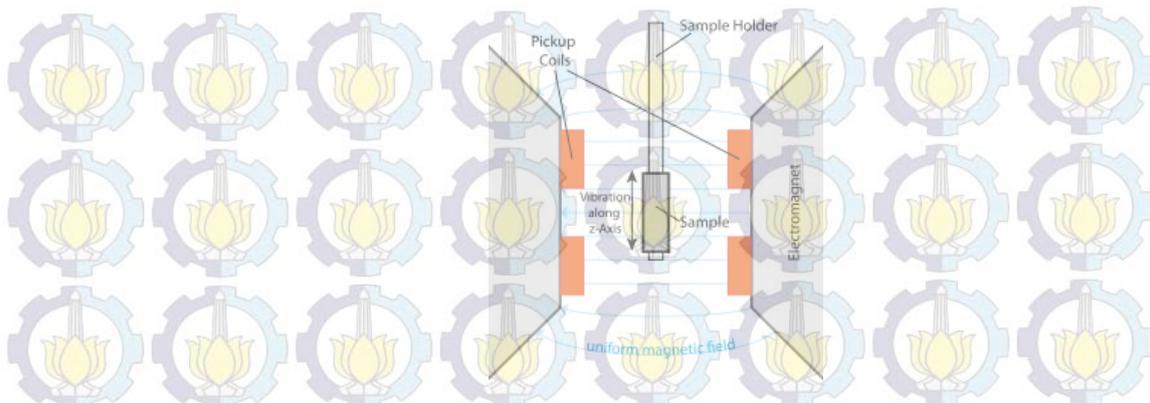
menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan.



Gambar 3.8 Alat uji SEM

3.4.3 *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

Vibrating Sample Magnetometer atau VSM adalah instrumen ilmiah yang mengukur sifat magnetik, ditemukan pada tahun 1955 oleh Simon Foner di Lincoln Laboratory MIT. Artikel tentang karyanya diterbitkan tak lama kemudian di 1959 (Foner, 1959). Sampel ditempatkan di dalam medan magnet yang seragam untuk menarik sampel. Sampel tersebut kemudian secara fisik bergetar sinusoidal, biasanya melalui penggunaan bahan piezoelektrik. Sistem komersial menggunakan aktuator linier dari beberapa bentuk, dan proses pengembangan sistem ini dilakukan dengan menggunakan speaker audio yang diubah-ubah, meskipun pendekatan ini memiliki kelemahan karena adanya gangguan melalui fase magnet dengan kebisingan yang dihasilkan, fluks magnetik yang dihasilkan ini melalui pickup koil terdekat dengan variasi sinusoidal. Tegangan induksi di kumparan pickup sebanding dengan momen magnet sampel, tetapi tidak tergantung pada kekuatan medan magnet yang diterapkan. Induksi diukur melalui penggunaan penguat lock-in dengan menggunakan sinyal piezoelektrik sebagai sinyal referensi. Dengan mengukur di bidang elektromagnet eksternal, adalah mungkin untuk mendapatkan kurva histeresis dari bahan. VSM mengukur magnetisasi dari sampel kecil dari bahan magnet ditempatkan dalam medan magnet eksternal dengan mengubah bidang dipol sampel menjadi sinyal listrik ac.



Gambar 3.9 Holder VSM dan Mekanisme Deteksi

Pengujian VSM dari $Zn_{1-x}Mn_xO$ dilakukan untuk memperoleh kurva histeresis magnetisasi suatu bahan, sebagai fungsi temperature (maksimal 300 K) dan sebagai fungsi medan luar (maksimal $\pm 1,2$ T). Pengujian VSM dilakukan di BATAN Serpong. Pengujian tersebut menggunakan VSM tipe OXFORD VSM1.2H.

3.5 Metode Analisis Ukuran Partikel dengan Software MAUD

MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) dipakai untuk ekstraksi data ukuran kristal dan distribusi ukuran kristal atau bisa juga untuk regangan sisa/perubahan regangan akibat penggilingan yang dilakukan pada bahan. MAUD merupakan salah satu *software* yang digunakan untuk penghalusan data dengan menggunakan bentuk fungsi puncak *Pseudo-Voigt*. Adapun beberapa penelitian lain yang menggunakan perangkat lunak MAUD untuk analisis ukuran kristal, yaitu penelitian yang dilakukan oleh Guilmeau pada tahun 2004, yang berjudul *Combined Analysis of Texture Alumina Ceramics by Neutron Diffraction* dengan hasil analisis dari proses penghalusan ukuran kristal sebesar 137 nm. Proses penghalusan dilakukan dengan menghaluskan parameter *background*, faktor skala, parameter kisi, faktor termal, parameter-parameter pelebaran puncak, ukuran kristal, distribusi ukuran kristal (D_v), dan distribusi *microstrain* secara berurutan. Setelah dilakukan penghalusan menggunakan perangkat lunak MAUD didapatkan ukuran kristal yang dapat dilihat secara langsung dari hasil keluaran MAUD (*analysis, result*) (Pratapa, 2004).

Analisis ukuran kristal bertujuan untuk mengetahui ukuran kristal dengan menggunakan perangkat lunak MAUD. Perangkat lunak ini dirancang oleh

ahli kristalografi Italia, yaitu Luca Luterotti, dan sangat baik dalam menganalisis material berlapis (*layered materials*), misalnya material lapisan tipis. Fitur-fitur dalam perangkat lunak ini antara lain:

- ◆ Analisis fasa kuantitatif.
- ◆ Analisis mikrostruktur (termasuk ukuran kristal, *r.m.s. microstrain* dan distribusi ukuran dan regangan kristal).
- ◆ Analisis tekstur dengan model-model antara lain March-Dollase, *harmonic*, *exponential harmonic* dan *standard function*.
- ◆ Ketebalan film dan model-model absorpsi.
- ◆ Data input berupa *.cpi.
- ◆ Pengumpulan data instrumen sebagai koreksi instrumen dalam ekstraksi informasi mikrostruktur.

3.6 Metode Analisis Menentukan Energi Gap (Eg) dengan *Tauc*

Sifat optik nanopartikel dikarakterisasi menggunakan *Genesys 10S Spectrophotometer Uv-vis* untuk mengetahui spektrum penyerapannya. Hasil dari pengujian yang dilakukan dengan spektrofotometer adalah hubungan absorbansi dengan panjang gelombang (λ) pada jangkauan panjang 250-1100 nm. Kemudian spektrum transmisi yang diperoleh diolah menggunakan metode *Tauc Plot* untuk mendapatkan celah pita optik. Keluaran dari *Genesys 10S Spectrophotometer Uv-vis* tersebut berupa nilai absorbansi dengan satuan OD (optical density)

Sehingga

$$OD = \log_{10} \frac{1}{T} = \frac{\alpha l}{2.303} \quad 3.2$$

$$\alpha = \frac{OD \cdot 2.303}{l} \quad 3.3$$

Dimana T adalah transmisi, α koefisien absorpsi dan l merupakan ketebalan sampel (Tauc, 1978).

Dari hasil karakterisasi menggunakan *Genesys 10S Spectrophotometer Uv-vis* didapatkan hubungan λ dengan absorbansi. Rentang panjang gelombang ini berada pada rentang daerah *Ultraviolet* dan cahaya tampak.

Penentuan nilai energi celah pita optik menggunakan metode *tauc plot* dengan

menggunakan persamaan dibawah

$$(hv\alpha)^{1/n} = A(hv - E_g) \quad 3.4$$

Dimana h konstanta planck, ν frekuensi dengan $\nu = c/\lambda$, E_g band gap, dan A merupakan konstanta proporsional. Dengan nilai ekponen n menunjukkan sifat dari transisi sample. Untuk transisi *direct allowed* $n = 1/2$, transisi *indirect allowed* $n = 3/2$ dan untuk transisi *indirect allowed* $n = 2$, transisi *indirect forbidden* $n = 3$. Jika transisi *direct allowed* digunakan dalam sample ini, maka $n = 1/2$ untuk sample ini (Tauc, 1978). Dimana setelah itu dibuat grafik hubungan hv (energi) pada sumbu x dan $(hv\alpha)^{1/2}$ pada sumbu y.

Metode Tauc digunakan untuk menentukan energi gap. Dalam suatu bahan memiliki pita valensi dan konduksi masing-masing. Diantara pita valensi dan konduksi ini terdapat celah (gap). Energi gap merupakan energi minimum yang diperlukan agar elektron dapat tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Dalam kurva hubungan antara hv (energi) dan $(hv\alpha)^{1/2}$ dapat menentukan energi gapnya dengan cara mencari nilai minimum dari persamaan kurva tersebut. Dalam suatu konsep untuk menentukan nilai minimum dengan cara menentukan turunan pertama dari suatu fungsi. Dari data yang dihasilkan yang berupa kurva yang tidak linier, sehingga untuk mencari turunan pertamanya menggunakan pendekatan metode numerik yang disebut dengan *forward difference method* pada persamaan 3.4

$$\frac{dy}{dx} \sim \frac{(f(x \text{ ke } n+1) - f(x \text{ ke } n))}{\Delta x} \quad 3.5$$

$$\frac{dy}{dx} \sim \frac{(y_1 - y_2)}{\Delta x} \quad 3.6$$

Dari persamaan 3.5 didapatkan grafik turunan pertama (y') terhadap hv (energi) pada sumbu x. Kemudian untuk menentukan energi gap dengan mengambil titik pada grafik yang menunjukkan ketika $y' = 0$.

3.7 Diagram Alir Penelitian

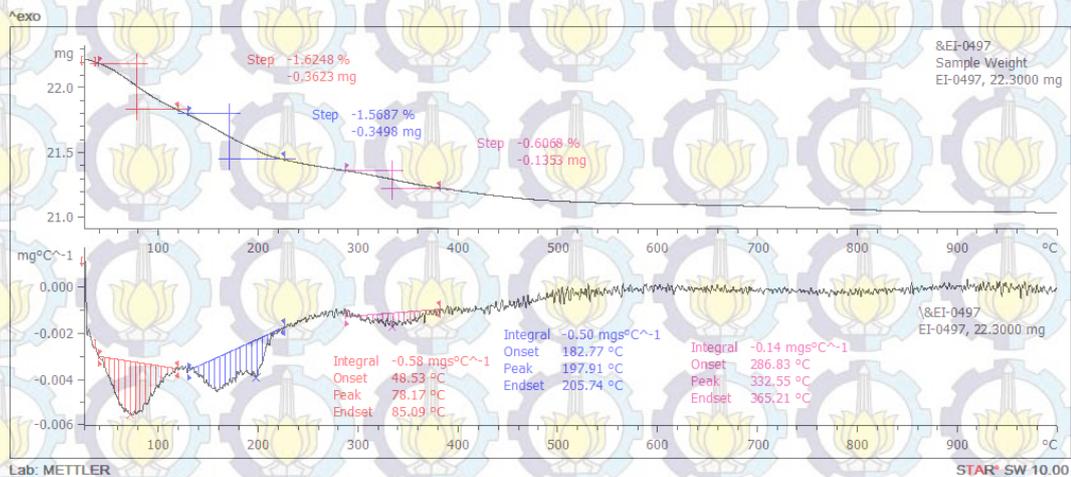


Gambar 3.10 Diagram Alir Penelitian

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian DSC-TGA

Dalam penelitian ini digunakan pengujian DSC-TGA untuk mengetahui pada temperatur berapa fase $Zn_{1-x}Mn_xO$ dapat terbentuk. Setelah dilakukan pengujian menggunakan DSC-TGA, berikut merupakan grafik hasil pengujian DSC-TGA



Gambar 4.1 Grafik Hasil Pengujian DSC-TGA $Zn_{1-x}Mn_xO$

Dari Gambar 4.1 dapat terlihat hasil grafik yang didapatkan dari pengujian DSC-TGA. Grafik tersebut hubungan antara temperatur dengan pengurangan massa bahan. Terlihat pada grafik semakin tinggi temperatur yang diberikan maka semakin berkurang massa bahan. Pengurangan massa terhadap fungsi temperatur ini terjadi karena adanya pengurangan fasa-fasa tertentu dalam suatu bahan, misalnya air ataupun fasa-fasa tertentu yang tidak diharapkan. Pada temperatur tertentu akan menyebabkan massa bahan menjadi konstan dan terjadi pembentukan fasa yang diinginkan.

Grafik hasil pengujian DSC-TGA menunjukkan bahwa terjadi proses endoterm atau penyerapan energi pada proses pengurangan massa sampai membentuk fasa yang diharapkan yang ditandai dengan massa yang konstan pada temperatur tertentu. Proses endoterm ditandai dengan adanya grafik yang melengkung kebawah membentuk seperti lembah. Pada grafik di atas menunjukkan proses endoterm pada suhu antara 0-120°C, 120-220°C, dan 300-

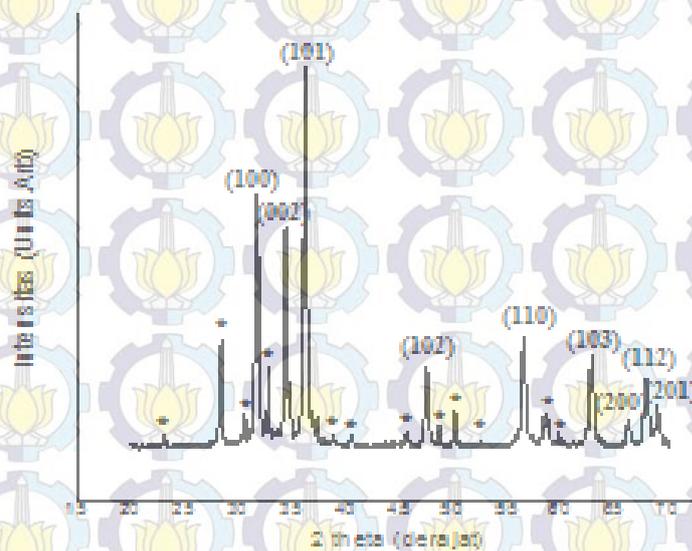
380°C. Pada proses endoterm pada suhu 0-120°C terjadi pengurangan massa dengan membutuhkan energi untuk melepaskan air dalam bahan. Sedangkan pada suhu 120-220°C dan 300-380°C terjadi pengurangan massa dari fasa-fasa yang tidak diinginkan. Sampai pada suhu 400°C ke atas terlihat bahwa sudah tidak terjadi pengurangan massa dan konstan. Sehingga ini menjadi indikator bahwa fasa yang diinginkan pada bahan yaitu $Zn_{1-x}Mn_xO$ terbentuk. Sehingga pada suhu 400 °C ini digunakan sebagai suhu kalsinasi pada penelitian ini.

4.2 Hasil Pola Difraksi XRD $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$)

4.2.1 Pola difraksi XRD $Zn_{1-x}Mn_xO$ sebelum Dilakukan Kalsinasi

Pengukuran dengan difraksi sinar-X bertujuan untuk mengetahui struktur kristal ZnO. Alat uji yang digunakan adalah XRD Philips Analytical X-Ray B. V dengan jenis difraktor berupa PW 170 dan anoda Cu ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$, beroperasi pada 40 kV dan 30 mA.

Sebelum dilakukan kalsinasi juga dilakukan pengujian XRD dan didapatkan hasil pola difraksinya sebagai berikut



Gambar 4.2 Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Mn_xO$ sebelum Kalsinasi

Gambar 4.2 merupakan pola difraksi $Zn_{1-x}Mn_xO$ sebelum dilakukan kalsinasi. Dari pola difraksi tersebut didapatkan kesesuaian puncak difraksi dengan database ZnO. Hasil analisis dengan *software* match! Sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-079-0207 dari fasa ZnO dengan puncak-

puncak muncul di sekitar sudut 2θ seperti pada Gambar pola difraksi sinar-X (Gambar 4.2) dan data disajikan dalam Tabel 4.1. Berdasarkan Tabel 4.1 dan Gambar 4.2 terlihat bahwa fasa anorganik yang terbentuk adalah *Zinc Oxide* (ZnO) yang berbentuk heksagonal dengan struktur kristal *Zincite*.

Tabel 4.1 Posisi 2 theta dari puncak difraksi *zincite*-ZnO

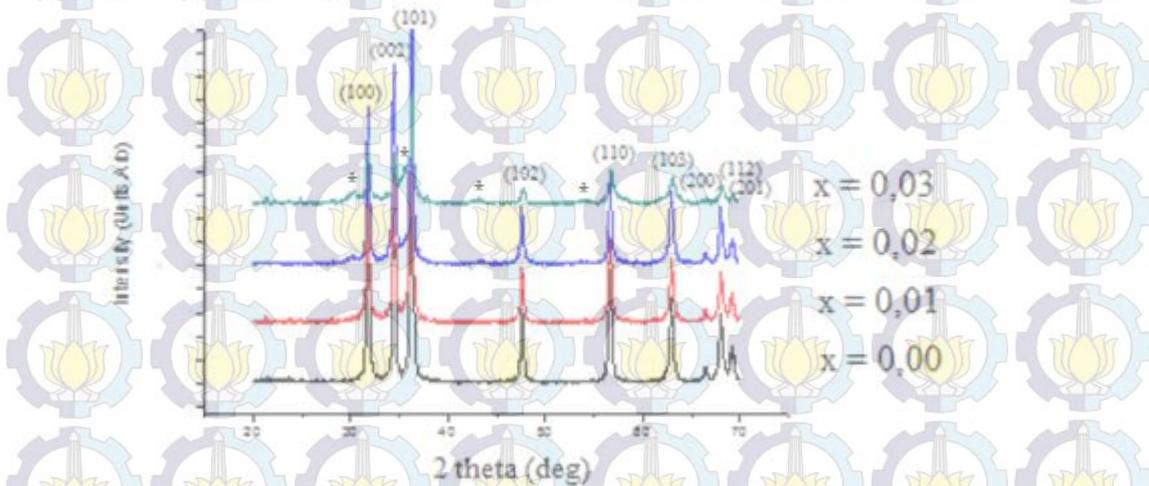
No.	Posisi [$^{\circ}2\theta$]	Bidang Kristal (hkl)
1	31,59	(100)
2	34,29	(002)
3	36,08	(101)
4	47,40	(102)
5	56,39	(110)
6	62,70	(103)
7	66,19	(200)
8	67,77	(112)
9	68,98	(201)

Namun terlihat bahwa dalam pola difraksi yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 tidak sepenuhnya murni fase ZnO tetapi masih terdapat impuritas didalamnya.

Impuritas (yang bertanda *) tersebut dari hasil pencocokan menggunakan *software match!* Sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-074-0413 yaitu fasa Hydroxyl Ammonium Chloride (NH_3OHCl). Persentase fasa antara ZnO dan NH_3OHCl adalah 87,3% : 12,7%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan proses sintesis $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ dengan menggunakan metode kopresipitasi dengan suhu rendah sudah mengindikasikan terbentuknya fase $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$. Namun dengan hasil yang diberikan masih belum murni yang sesuai dengan fase ZnO sebagai basisnya. Selain itu fase yang terbentuk terdapat kesesuaian dengan persamaan reaksi. Diaman dalam persamaan reaksi fase $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ sudah terbentuk setelah dilakukan pengendapan dengan NH_4OH , namun masih ada fase lain yaitu NH_3OHCl . Dari hasil pola difraksi tersebut, mengacu pada hasil DSC-TGA dilakukan kalsinasi pada suhu 400°C yang bertujuan untuk menghasilkan kemurnian fasa. Suhu 400°C yang digunakan ini masih dalam rentang suhu yang rendah untuk menghasilkan suatu fasa tertentu.

4.2.1 Pola difraksi $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$) setelah Kalsinasi

Pola difraksi $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$) hasil sintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi dan dilakukan kalsinasi pada suhu $400^\circ C$ ditunjukkan dalam Gambar 4.3



Gambar 4.3 Pola difraksi hasil sintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan variasi doping Mn berturut-turut ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03$)

Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan variasi doping ion Mn^{2+} , dengan pola difraksi variasi doping dari yang terendah yaitu $x=0$ sampai yang tertinggi $x=0,03$. Hasil analisis dengan *software match!* Sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-079-0207 dari fasa ZnO terlihat bahwa fasa anorganik yang terbentuk adalah *Zinc Oxide* (ZnO) yang berbentuk heksagonal dengan struktur kristal *Zincite*. Dari Gambar 4.3 diperoleh kesesuaian puncak hasil difraksi dengan database ZnO yaitu pada (hkl) (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), dan (201) yang menempati lokasi $2\theta=31,59^\circ, 34,29^\circ, 36,08^\circ, 47,40^\circ, 56,39^\circ, 62,70^\circ, 66,19^\circ, 67,77^\circ$ dan $68,98^\circ$. Selain itu tampak juga pergeseran parameter kisi pada masing-masing pola difraksi grafik ZnO yang didoping Mn. Hal ini mengindikasikan keberhasilan doping Mn sudah tersubstitusi pada senyawa induk ZnO.

Dari hasil pola difraksi terjadi pergeseran parameter kisi. Untuk analisis adanya pergeseran kisi pada sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ digunakan perangkat lunak *Rietica*. Pada table 4.2 diberikan hasil analisis parameter kisi sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ menggunakan *Rietica*.

Tabel 4.2 Data hasil analisis parameter kisi menggunakan *Rietica*

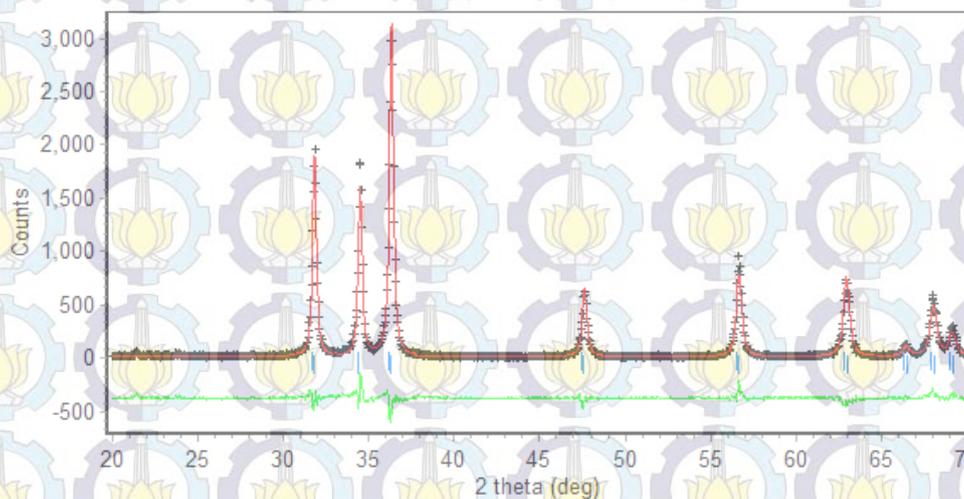
Parameter Kisi	x = 0,00	x = 0,01	x = 0,02	x = 0,03
a=b (Å)	3,2478	3,2494	3,2509	3,2449
c (Å)	5,1995	5,1998	5,2056	5,1863
$\alpha=\beta$ (°)	90	90	90	90
γ (°)	120	120	120	120
Vol. cell	47,4981	47,5488	47,6452	47,2947

Dari Tabel 4.2 dapat terlihat bahwa parameter kisi a, b, dan c berubah ubah dengan bertambahnya doping, meskipun perbedaannya sangat kecil. Pada doping Mn dengan x= 0, 0,01, dan 0,02 parameter kisis a, b, dan c berubah semakin besar. Hal ini juga menyebabkan volume cell semakin besar. Dan berhubungan dengan sudut 2θ semakin kecil sehingga dari grafik akan bergeser ke kiri. Karena terjadi pergeseran kisi ini mengindikasikan bahwa doping Mn^{2+} telah masuk pada senyawa induk ZnO dan menggantikan sebagian posisi dari ion Zn^{2+} pada komposisi senyawa $Zn_{1-x}Mn_xO$. Selain itu juga dapat dijelaskan dengan meninjau jari-jari doping ion Mn^{2+} ($r= 0,83 \text{ \AA}$) lebih besar dari jari-jari basis ion Zn^{2+} ($r= 0,74 \text{ \AA}$) sehingga terjadi perenggangan jarak antar atomnya. Karena jari-jari ion pendoping lebih besar, akibatnya volume cell senyawa bahan akan ikut bertambah.

Namun, pada doping Mn dengan x= 0,03 parameter kisis a, b, dan c semakin kecil dan volum cellnya juga semakin kecil. Dari pola difraksi yang dihasilkan pada grafik ZnO yang didoping Mn x= 0,03 terdapat adanya fasa baru yang terbentuk. Hal ini dapat terlihat dari puncak-puncak difraksinya mengalami *overlap* dan ada puncak-puncak (yang bertanda *) yang tumbuh selain dari puncak ZnO sebagai database. Kemudian dicari kecocokan pada puncak-puncak tersebut. Dari hasil pencocokan puncak-puncak tersebut sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-028-1468 yaitu fasa $ZnMnO_3$ (Fauzana, dkk, 2013). Hal ini mengindikasi bahwa pada doping Mn x= 0,03 sudah terdapat impuritas di dalamnya. Sehingga ini mengakibatkan parameter kisi dan volume cellnya turun. Hal ini dapat dijelaskan dengan doping yang diberikan lebih besar dapat mengakibatkan perubahan fasa. Jumlah doping Mn yang lebih besar yang didopingkan ke dalam ZnO dapat menyebabkan atom Zn dan Mn akan terjadi reaksi dan menyebabkan *insitu* pada posisi atom Zn yang seharusnya digantikan

sebagian posisinya oleh Mn. Hal ini dapat mempengaruhi perubahan parameter kisi a, b, dan c serta struktur kristalnya. Sehingga hal ini yang dapat menyebabkan adanya fase baru yang terbentuk selain fase ZnO sebagai basis yaitu fase ZnMnO_3 dengan struktur kristalnya kubik. Selain itu sifat Mn sebagai doping memiliki sifat sulit untuk substitusi ke dalam suatu senyawa dan sifat Mn yang memiliki bilangan koordinasi yang lebih dari satu.

Hasil keluaran grafik pola pencocokan dengan *software Rietica* ditunjukkan pada Gambar 4.4. Berdasarkan Gambar 4.4 tampak pola pencocokan data difraksi terukur sesuai dengan model



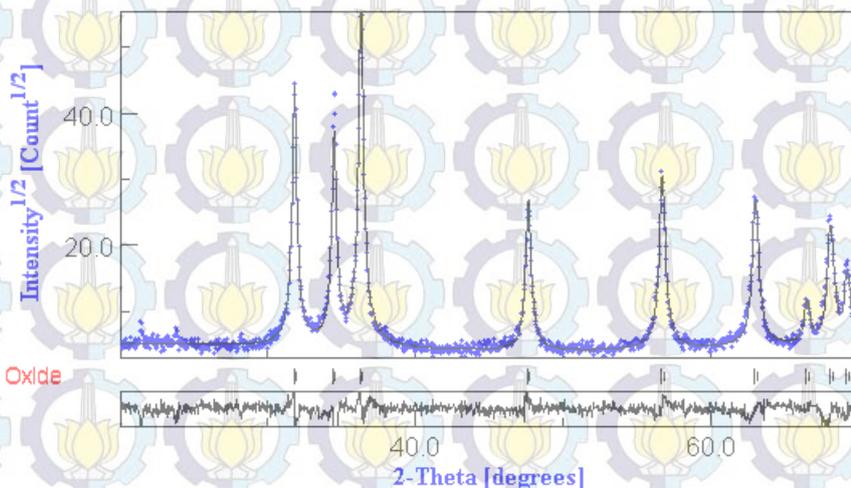
Gambar 4.4 Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ untuk ($x=0,00$) dengan database ZnO menggunakan *Rietica*. Pola difraksi model digambarkan dengan warna merah dan pola difraksi hasil penelitian digambarkan dengan garis lurus warna hitam. Kurva paling bawah adalah plot selisih antara pola difraksi model dan pola difraksi hasil penelitian. Garis-garis tegak menyatakan posisi-posisi puncak Bragg.

4.3 Analisis Ukuran Kristal dengan *Software Material Analysis Using Diffraction (MAUD)*

Hasil uji XRD yang menghasilkan pola puncak-puncak difraksi menggambarkan tingkat kekristalan suatu bahan. Selain itu, puncak difraksi mengindikasikan ukuran kristal fasa-fasa pada suatu sampel. Semakin lebar puncak difraksi, maka ukuran kristalnya akan semakin kecil. Untuk analisis ukuran kristal pada sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ digunakan perangkat lunak MAUD (Lutteroti, 2006).

Contoh plot penghalusan terhadap data terukur sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan $x=0,00$ ditunjukkan pada Gambar 4.4. Dari hasil pencocokan antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur diperoleh nilai luaran hasil penghalusan pada setiap parameter-parameter penghalusan. Hasil analisis penghalusan dengan MAUD yang dilakukan pada sampel ZnO dapat dinyatakan *acceptable* apabila nilai Sig < 2%.

Hasil keluaran grafik pola pencocokan dengan *software* MAUD ditunjukkan pada Gambar 4.5. Berdasarkan Gambar 4.5 tampak pola pencocokan data difraksi terukur sesuai dengan model. Dari semua pencocokan data difraksi terukur dengan model tidak semuanya *acceptable*. Ada beberapa data hasil penelitian ini yang menghasilkan nilai sig > 2%, sehingga hasil analisis tersebut tidak dapat dikatakan *acceptable* atau *non acceptable*.



Gambar 4.5 Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ untuk ($x=0,00$) dengan database ZnO menggunakan MAUD. Pola difraksi terukur digambarkan dengan warna biru dan pola difraksi terhitung digambarkan dengan garis lurus warna hitam. Kurva paling bawah adalah plot selisih antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung. Garis-garis tegak menyatakan posisi-posisi puncak Bragg.

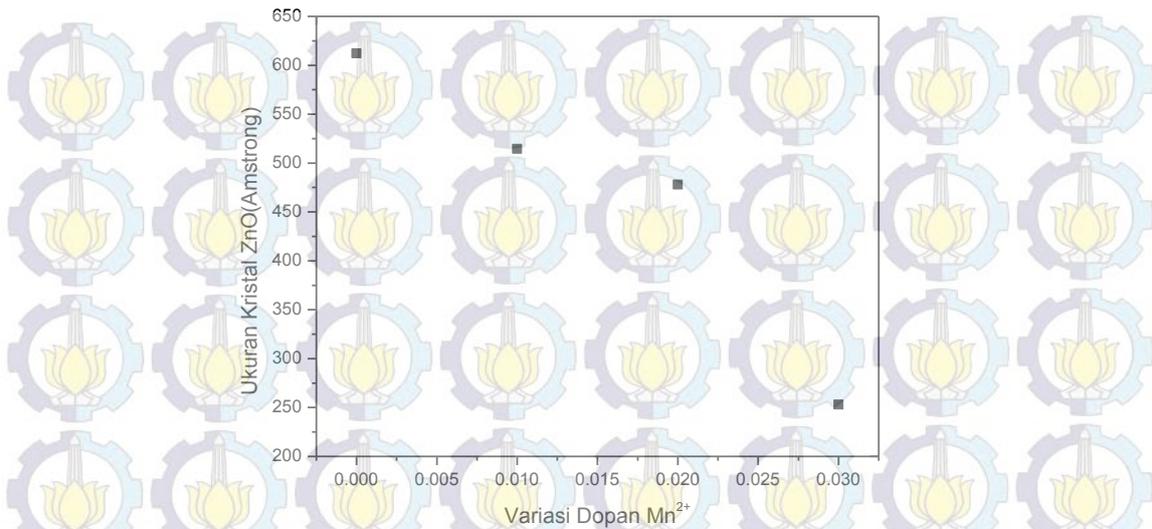
Dari hasil analisis menggunakan MAUD didapatkan informasi keluaran berupa ukuran kristal. Berikut Tabel 4.3 yang memberikan informasi ukuran kristal $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan variasi doping.

Tabel 4.3. Nilai ukuran kristal $Zn_{1-x}Mn_xO$ untuk variasi komposisi dopan ion Mn^{2+}

No	Komposisi dopan Mn^{2+} (x)	Ukuran Kristal (\AA)
1	0,00	612,15
2	0,01	514,60
3	0,02	477,99
4	0,03	ZnO = 252,89
	0,03	ZnMnO ₃ = 907,07

Dari hasil analisis menggunakan MAUD, dengan penambahan doping terjadi perubahan ukuran kristal. Ukuran kristal ini dalam satuan panjang yaitu amstrong, hal ini berarti ukuran kristal yang dimaksud adalah diameter dari kristal sampel. Dengan bertambahnya doping membuat ukuran kristal semakin kecil. Hal ini dapat disebabkan karena Mn yang memiliki valensi banyak tidak hanya 2+, sehingga Mn yang terbentuk dalam proses sintesis tidak selalu memiliki valensi 2+. Sedangkan untuk mendapatkan kristal $Zn_{1-x}Mn_xO$ dibutuhkan Mn yang memiliki valensi yang sama dengan Zn yaitu 2+, karena Mn^{2+} memiliki jari-jari ion yang mendekati besar jari-jari ion Zn^{2+} . Dengan jari-jari ion yang memiliki besar hampir sama dapat memudahkan dopan tersubstitusi dalam senyawa induknya. Karena dopan Mn memiliki valensi yang banyak dan tidak dapat dilakukan pengontrolan agar selalu mendapatkan valensi 2+, hal ini dapat menyebabkan terjadinya perlambatan nukleasi (pertumbuhan kristal) dalam pembentukan kristal $Zn_{1-x}Mn_xO$ karena Mn dengan valensi yang berbeda memiliki jari-jari ionik yang berbeda-beda pula. Sehingga hal ini dapat menyebabkan ukuran kristal mengecil seiring dengan bertambahnya doping Mn yang diberikan.

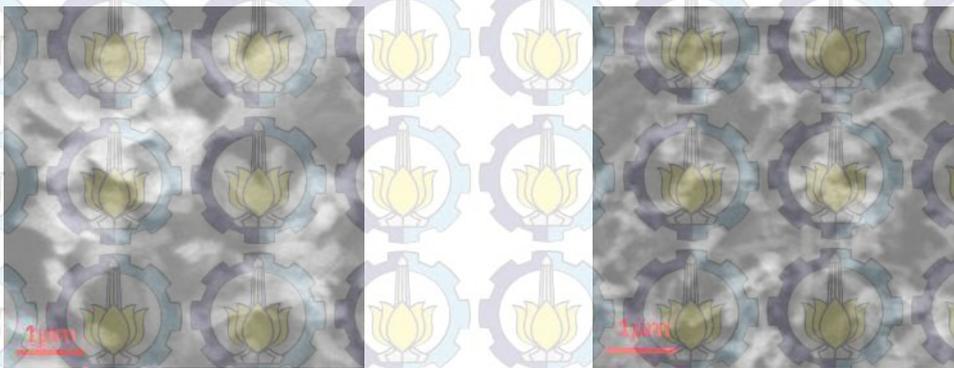
Namun berbeda dengan variasi doping Mn $x= 0, 0,01, \text{ dan } 0,02$, pada doping Mn $x= 0,03$ terdapat dua fase didalamnya yaitu kecocokan terhadap fase ZnO dan ZnMnO₃, sehingga dengan analisis menggunakan MAUD didapatkan dua ukuran kristal yang masing-masing sesuai dengan database ZnO dan ZnMnO₃. Berikut merupakan Gambar grafik antara variasi doping dengan ukuran butir kristal yang mengacu pada ZnO



Gambar 4.6 Grafik Hubungan antara Variasi Doping Mn²⁺ dengan Ukuran Kristal

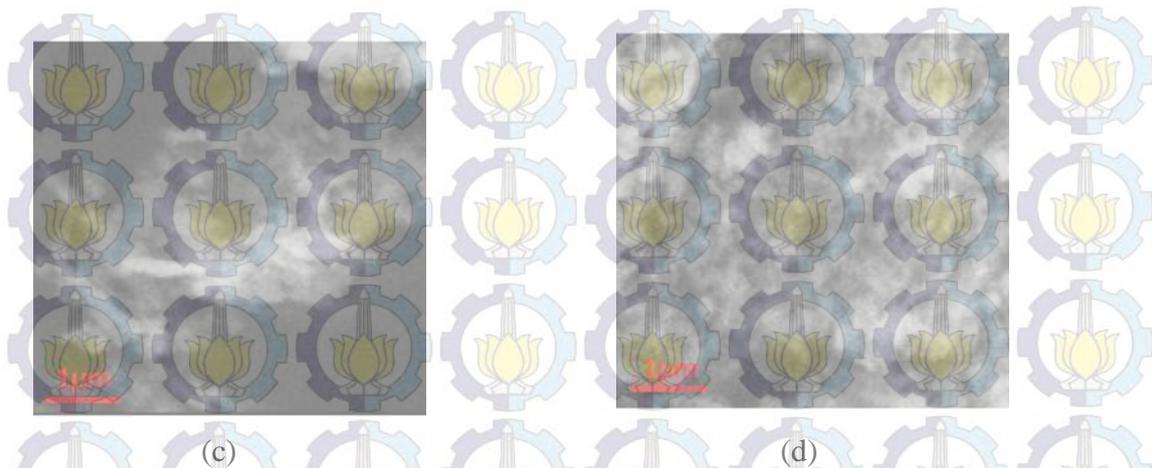
4.4 Hasil Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Pengujian *Scanning Electron Microscopy* dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi dari partikel Zn_{1-x}Mn_xO dengan variasi komposisi dopan ion Mn²⁺. Berdasarkan hasil pengujian SEM dapat diketahui bahwa bentuk morfologi dari partikel Zn_{1-x}Mn_xO yaitu *nano wire* dapat dilihat pada Gambar 4.7 a, b, c, dan d. Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Sul Lee pada tahun 2008 yang dapat mensintesis nanopartikel ZnO dengan metode simple polyol diperoleh ZnO nanowire.



(a)

(b)

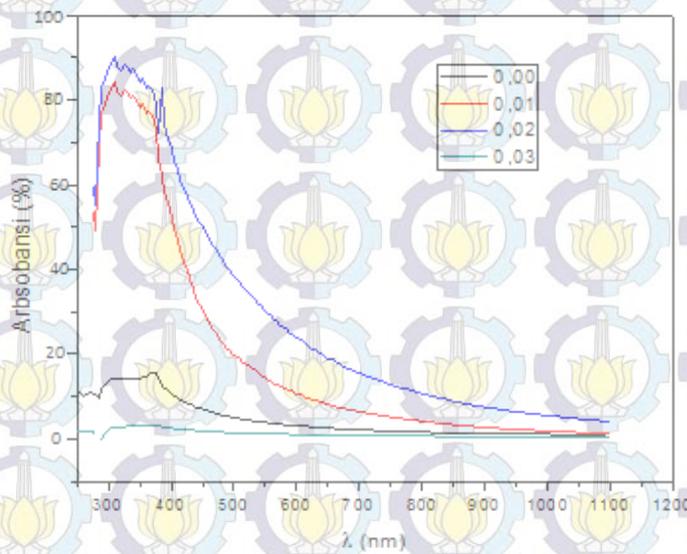


Gambar 4.7 Hasil uji SEM $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan komposisi dopan ion Mn^{2+} (a) $x=0,00$ (b) $x=0,01$ (c) $x=0,02$ (d) $x=0,03$ dengan perbesaran 27.500 kali

Dari hasil SEM ditunjukkan bahwa dengan semakin banyak komposisi doping Mn yang diberikan, morfologi yang dihasilkan semakin halus. Hal ini karena ukuran partikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ semakin kecil dengan bertambahnya doping.

4.5 Karakterisasi Optik Dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Spektrum absorpsi dari nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan variasi doping Mn ($x=0, 0,01, 0,02,$ dan $0,03$) dalam UV dan rentang visible dapat ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Grafik hubungan antara panjang gelombang (λ) dan absorpsi pada $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x=0,00, 0,01, 0,02, 0,03$).

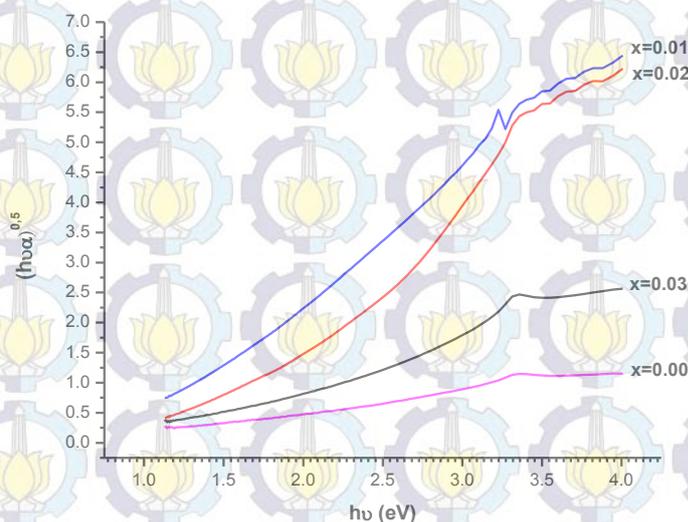
Dari Gambar 4.8 menunjukkan grafik antara panjang gelombang dengan persentase absorpsi. Perubahan persentase absorpsi terjadi pada rentang panjang gelombang 250-400 nm. Hal ini berarti sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dapat mulai menyerap gelombang ketika panjang gelombang semakin pendek dan memiliki energi yang semakin besar. Sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ merupakan bahan semikonduktor yang memiliki pita valensi dan pita konduksi serta celah (gap) tertentu. Pada doping $x=0,00$ sampai dengan $x=0,02$ persentase absorpsi gelombangnya semakin meningkat seiring bertambahnya doping Mn. Namun pada doping $x=0,03$ persentase absorpsi gelombangnya menurun. Hal ini sesuai dengan penjelasan pada volume cell kristal $Zn_{1-x}Mn_xO$, dimana pada doping $x=0,00$ sampai $x=0,02$ volume cell meningkat sedangkan pada doping $x=0,03$ volume cell kristal $Zn_{1-x}Mn_xO$ menurun. Ini berarti bahwa seiring dengan peningkatan ukuran volume cell maka persentase panjang gelombang yang diserap (absorpsi) juga semakin meningkat. Khususnya terlihat pada absorpsi dengan panjang gelombang dalam rentang 250-400 nm.

Sifat optik sampel Mn *doped* ZnO nanopartikel dikarakterisasi menggunakan *Genesys 10S Spectrophotometer Uv-vis* untuk mengetahui spektrum penyerapannya. Hasil dari pengujian yang dilakukan dengan spektrofotometer adalah hubungan absorpsi dengan panjang gelombang (λ) pada jangkauan panjang 250-1100 nm. Kemudian spektrum transmisi yang diperoleh diolah menggunakan metode *Tauc Plot* untuk mendapatkan celah pita optik.

Dari hasil karakterisasi menggunakan *Genesys 10S Spectrophotometer Uv-vis* didapatkan hubungan λ dengan absorpsi seperti pada Gambar 4.7. Disini terlihat bahwa rentang absorpsi Mn *doped* ZnO berada pada rentang λ 250 nm – 1100 nm. Rentang ini berada pada rentang daerah *Ultraviolet* dan cahaya tampak. Penentuan nilai energi celah pita optik menggunakan metode *tauc* dengan membuat grafik hubungan $h\nu$ (Energi) pada sumbu x (horizontal) dan $(h\nu\alpha)^{1/2}$ pada sumbu y (vertikal). Dan kemudian dalam kurva hubungan antara $h\nu$ (energi) dan $(h\nu\alpha)^{1/2}$ dapat menentukan energi gapnya dengan cara mencari nilai minimum dari persamaan kurva tersebut. Dalam suatu konsep untuk menentukan

nilai minimum dengan cara menentukan turunan pertama dari suatu fungsi. Setelah didapatkan grafik turunan pertama (y') terhadap $h\nu$ (energi) pada sumbu x. Kemudian untuk menentukan energi gap dengan mengambil titik pada grafik yang menunjukkan ketika $y'=0$ yang memotong salah satu $h\nu$ (energi) yang berada di sumbu x.

Pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh (Sharma dkk, 2003) dilaporkan hasil energi gap pada ZnO adalah sebesar 3,3 eV. Pada penelitian ini dilaporkan hasil energi gap pada $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x= 0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Hubungan antara $h\nu$ dan $(h\nu\alpha)^{1/2}$ untuk menentukan nilai energi celah pita optik pada $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($x= 0,00, 0,01, 0,02, 0,03$).

Pada Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa nilai energi gap (E_g) dari masing-masing sampel menurun dari 3,28 eV sampai 3,05 eV seiring dengan meningkatnya konsentrasi Mn sebagai atom *dopant*. Penurunan energi gap ini karena Mn^{2+} sebagai dopan memiliki elektron yang tidak berpasangan lebih banyak ($3d^3$) dibanding Zn^{2+} ($3d^8$). Jika dopan Mn diberikan semakin banyak maka komposisi Mn semakin banyak menggantikan sebagian posisi Zn. Hal ini akan menyebabkan semakin banyak pula elektron yang tidak berpasangan sebagai hasil dari bergabungnya ion Mn pada posisi Zn di kisi ZnO. Semakin banyak elektron yang tidak berpasangan maka akan menurunkan energi gap.

Hal yang sama juga dilaporkan oleh (J. Mera dkk, 2010). Nilai energi gap (E_g) yang ditemukan pada sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ lapisan tipis multilayers miliknya menurun dari 3,30 eV sampai 3,18 eV dengan bertambahnya konsentrasi Mn. Meninjau dari publikasi yang sama oleh Mera dkk mengenai sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ lapisan tipis multilayer, dijelaskan bahwa pengurangan derajat kristalinitas akibat pengaruh kehadiran fase tambahan pola XRD sampel juga berkemungkinan mengurangi nilai energi gap.

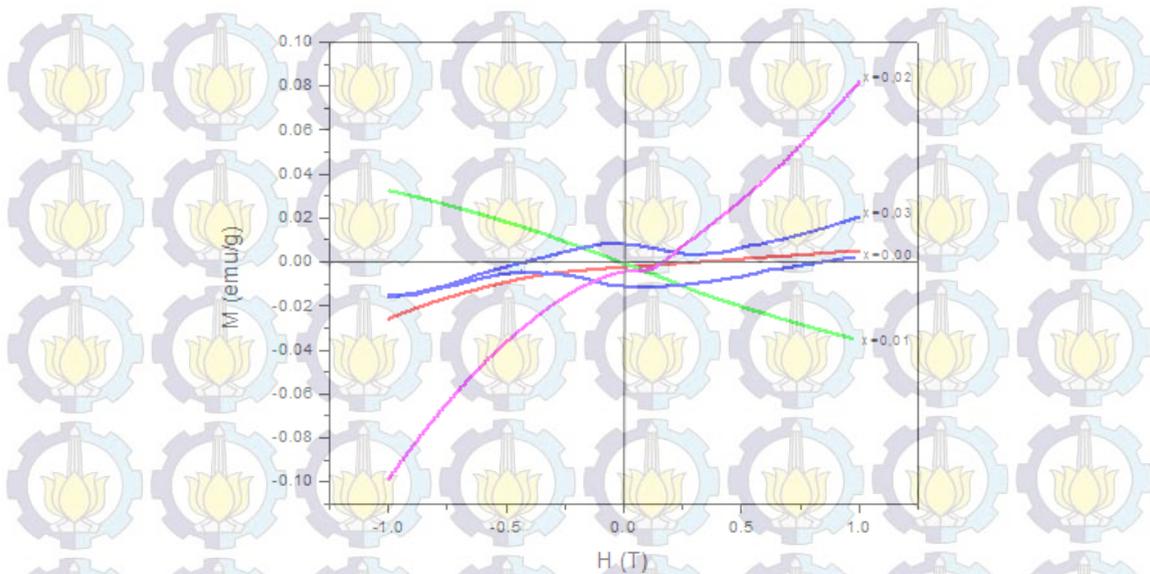
Dengan menggunakan metode *tauc plot* sehingga di peroleh nilai E_g -nya untuk setiap sample ditampilkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Energi Gap $Zn_{1-x}Mn_xO$ untuk variasi komposisi dopan ion Mn^{2+}

No	Komposisi dopan Mn^{2+} (x)	Energi Gap (eV)
1	0,00	3,28
2	0,01	3,20
3	0,02	3,15
4	0,03	3,05

4.6 Sifat Magnetik $Zn_{1-x}Mn_xO$ (x = 0, 0,01, 0,02, 0,03)

Untuk mengetahui sifat magnetik dari sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan menggunakan metode sintesa kopresipitasi diperlukan karakterisasi VSM (*Vibrating Sampel Magnetometer*) pada sampel. Karakterisasi ini dilakukan pada temperatur ruang dan jangkauan medan magnet luar yang diberikan antara 0 sampai 1 Gauss (G). Adpaun kurva yang teramati dari hasil pengukuran VSM dari sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan 4 variasi konsentrasi Mn dopant, merupakan kurva magnetisasi (M) versus medan magnet luar (H), yang ditunjukkan oleh Gambar 4.10



Gambar 4.10 Kurva Magnetisasi sebagai fungsi medan magnet (magnetik hysteresis loops) dari sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ nanopartikel variasi Mn *dopant* yang diukur pada temperatur ruang

Dari Gambar 4.10 dapat teramati adanya loop hysteresis magnetik yang terbentuk pada hasil pengukuran sampel Mn *doped* ZnO nanopartikel pada temperatur ruang (300K) untuk konsentrasi rendah yaitu dengan komposisi Mn $x=0, 0,01, 0,02,$ dan $0,03$.

Pada Gambar terlihat kurva dari masing-masing sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan doping Mn yang berbeda-beda. Pada sampel ZnO tanpa doping terlihat kurva yang terbentuk adalah paramagnetik lemah. Menurut Omri dkk pada dasarnya ZnO tanpa doping memiliki sifat diamagnetik. Sifat paramagnetik lemah ini muncul dimungkinkan karena adanya kecacatan intrinsik pada ZnO yang berupa kekosongan oksigen. Jika dalam senyawa ZnO terdapat kekosongan oksigen maka ada oksigen yang hilang, sehingga pada Zn^{2+} yang memiliki moment magnetik ($2\mu B$) akan lebih dominan di dalam senyawa ZnO. Sehingga kemagnetan dalam senyawa ZnO akan bertambah. Namun kekosongan oksigen dimungkinkan yang terjadi hanya sedikit sehingga sifat magnetik yang muncul adalah paramagnetik lemah. Selain itu telah dilaporkan penelitian yang dilakukan (Wang dkk, 2005), pada dasarnya sampel ZnO secara intrinsik sudah memiliki kekosongan oksigen. Dapat terlihat dengan jelas bahwa momen magnetik berhubungan dengan konsentrasi dari kekosongan oksigen.

Ketika pada Mn didopingkan pada ZnO kurva yang dihasilkan berbeda-beda pada masing-masing komposisi pendoping. Pada kurva dengan dopan Mn $x=0,01$ terlihat bahwa kurva menunjukkan sifat diamagnet. Dopan Mn yang diberikan sangat sedikit akan menempati sebagian posisi Zn. Antara ion Mn^{2+} dan ion Zn^{2+} akan saling interaksi dalam senyawa $Zn_{1-x}Mn_xO$. Dopan Mn^{2+} yang memiliki moment magnetik sebesar $3\mu B$ dan Zn^{2+} yang memiliki moment magnetik sebesar $2\mu B$ sedemikian hingga menyebabkan moment magnetik dalam senyawa $Zn_{1-x}Mn_xO$ sebagian besar saling berpasangan. Sehingga sifat magnetik yang muncul adalah diamagnetik. Selain itu juga terjadi kekosongan oksigen yang dapat menyebabkan kemagnetan semakin meningkat, namun dengan kehadiran dopan Mn pada senyawa induk ZnO menahan peningkatan kemagnetannya dan menyebabkan sifat diamagnetik yang muncul. Selain itu dengan doping Mn yang relatif sangat kecil tidak merubah sifat kemagnetan ZnO secara umum yang memiliki sifat diamagnetik. Sifat diamagnetik yang dihasilkan dalam penelitian ini juga sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (K. Omri dkk, 2013). Yang menduga bahwa pada sampelnya ZnO:Mn_{1%} menghasilkan sifat diamagnetik. Hal tersebut dijelaskan karena secara *general* pada *undoped* ZnO memiliki sifat diamagnetik.

Ketika Mn dengan komposisi $x=0,02$ didopingkan pada ZnO, nampak kurva yang dihasilkan membentuk kurva superparamagnetik. Superparamagnetik merupakan sifat kemagnetan yang menyerupai paramagnetik tetapi memiliki koersivitas yang sangat kecil sampai mendekati nol. Sifat superparamagnetik ini muncul karena dopan Mn yang diberikan ke dalam senyawa induk ZnO lebih banyak dua kali lipat dari Mn yang didopingkan dengan komposisi $x=0,01$. Karena komposisi dopan Mn lebih banyak maka posisi Zn lebih banyak yang digantikan oleh Mn dimana ion Mn^{2+} memiliki moment magnetik lebih banyak dibandingkan ion Zn^{2+} . Sehingga dapat menyebabkan peningkatan jumlah moment magnetik dalam $Zn_{1-x}Mn_xO$ dan memunculkan sifat superparamagnetik.

Pada ZnO yang didoping Mn $x=0,03$ akan kurva yang terlihat pada Gambar 4.10 menunjukkan kurva histerisis. Ini berarti menunjukkan sifat ferromagnetik pada sampel. Perubahan sifat ferromagnetik karena adanya kation

Mn yang lebih banyak didopingkan dalam $Zn_{1-x}Mn_xO$. Dengan komposisi dopan Mn yang lebih banyak pasti akan meningkatkan sifat kemagnetan $Zn_{1-x}Mn_xO$ karena Mn memiliki moment magnetik yang lebih besar daripada Zn yang posisinya sebagian digantikan oleh Mn. Perubahan fase magnet ini juga diduga oleh beberapa peneliti sebelumnya juga disebabkan oleh pengaruh *defect* (kecacatan intrinsik) seperti kekosongan oksigen dan intersisi Zn juga merupakan asumsi sementara yang menyebabkan suatu material mempunyai sifat ferromagnetik. Karena konsentrasi doping Mn^{2+} yang memiliki jari-jari ion lebih besar dibanding jari-jari ion Zn^{2+} meningkat juga dapat menimbulkan kecacatan pada bahan. Selain itu sifat ferromagnetik muncul karena kemunculan fase kedua $ZnMnO_3$ yang terdeteksi pada pola XRD pada sampel. Penjelasan ini diperkuat dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (K. Omri dkk, 2013) yang menjelaskan bahwa fase kedua $ZnMnO_3$ pada sampelnya juga memengaruhi munculnya sifat ferromagnetik. Karena adanya fase kedua yaitu $ZnMnO_3$ memiliki sifat kemagnetan yang rendah dibanding pada saat dopan Mn yang diberikan pada ZnO dengan komposisi $x=0,02$ yang menunjukkan sifat paramagnetik, sehingga juga menyebabkan kurva histeresis yang menunjukkan sifat ferromagnetik dengan nilai magnetisasi yang lebih rendah.

Dari penjelasan sifat magnetik pada masing-masing sampel mengindikasikan bahwa perubahan sifat magnetik dalam sampel $Zn_{1-x}Mn_xO$ dipengaruhi oleh adanya kekosongan oksigen dan penambahan doping Mn yang dapat menyebabkan kecacatan intrinsik yang dapat mempengaruhi sifat magnetik sampel. Selain itu dapat diketahui bahwa sifat magnetik yang terbentuk sangat sensitif terhadap metode pembuatan dan juga pada proses atau kondisi pembuatan. Selain itu sifat magnetik yang terbentuk juga dipengaruhi oleh konsentrasi ion logam transisi yang ditambahkan pada ZnO. Ketidakstabilan hasil ini mungkin berkaitan dengan karakteristik sampel yang sedikit termasuk untuk mengetahui stoikiometri, homogenitas, timbulnya pemisahan fase, dan lain sebagainya. Untuk itu sampai saat ini para peneliti masih melakukan studi lebih lanjut untuk mencari tahu jawaban-jawaban atas segala pertanyaan tersebut.

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

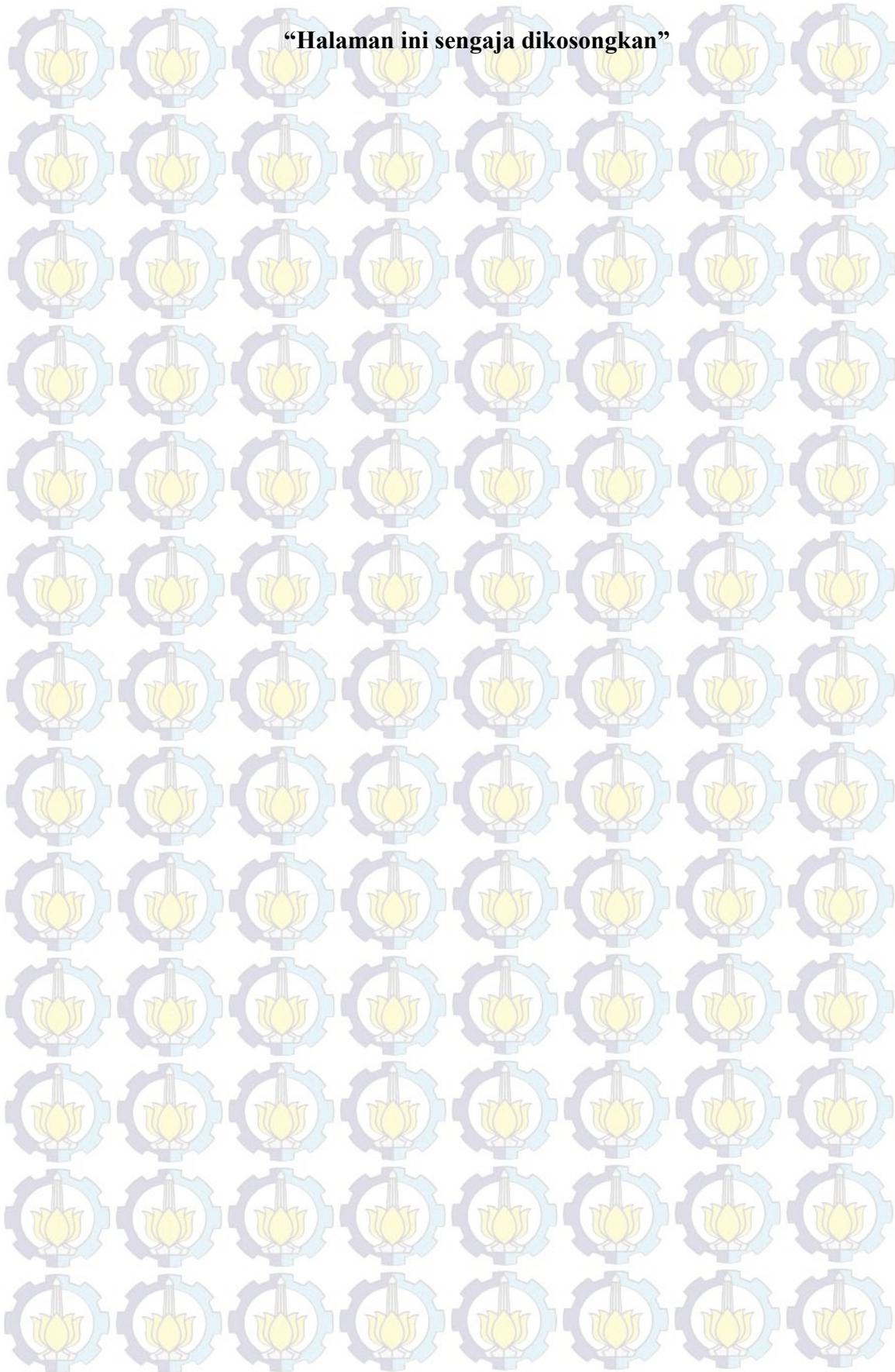
Dari hasil penelitian yang berjudul “Efek Dopan Mn pada Struktur, Sifat Optik dan Kemagnetannya pada ZnO melalui Metode Kopresipitasi” dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Peningkatan dopan ion Mn^{2+} pada Nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ meningkatkan parameter kisi a, b, dan c. Sehingga volume sel satuanpun juga meningkat seiring penambahan doping. Hal ini terjadi karena jari-jari ion Mn^{2+} lebih besar daripada jari-jari ion Zn^{2+} . Namun ukuran kristal $Zn_{1-x}Mn_xO$ menurun seiring dengan peningkatan dopan ion Mn^{2+} .
2. Peningkatan dopan ion Mn^{2+} pada nanopartikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ menurunkan energi gap (E_g) $Zn_{1-x}Mn_xO$.
3. Ketika Mn didopikan pada ZnO menghasilkan kurva magnetisasi yang berbeda-beda pada masing-masing komposisi pendoping. Pada dopan $x=0,00$ grafik menunjukkan sifat paramagnetik lemah, dopan $x=0,01$ grafik menunjukkan sifat diamagnetik, dopan $x=0,02$ grafik menunjukkan sifat superparamagnetik, dan dopan $x=0,03$ grafik menunjukkan sifat ferromagnetik.
4. Berdasarkan hasil pengujian SEM dapat diketahui bahwa bentuk morfologi dari partikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ yaitu *nano wire* dan ditunjukkan bahwa dengan semakin banyak komposisi doping Mn yang diberikan, morfologi yang dihasilkan semakin halus. Hal ini karena ukuran partikel $Zn_{1-x}Mn_xO$ semakin kecil dengan bertambahnya doping.

5.2 Saran

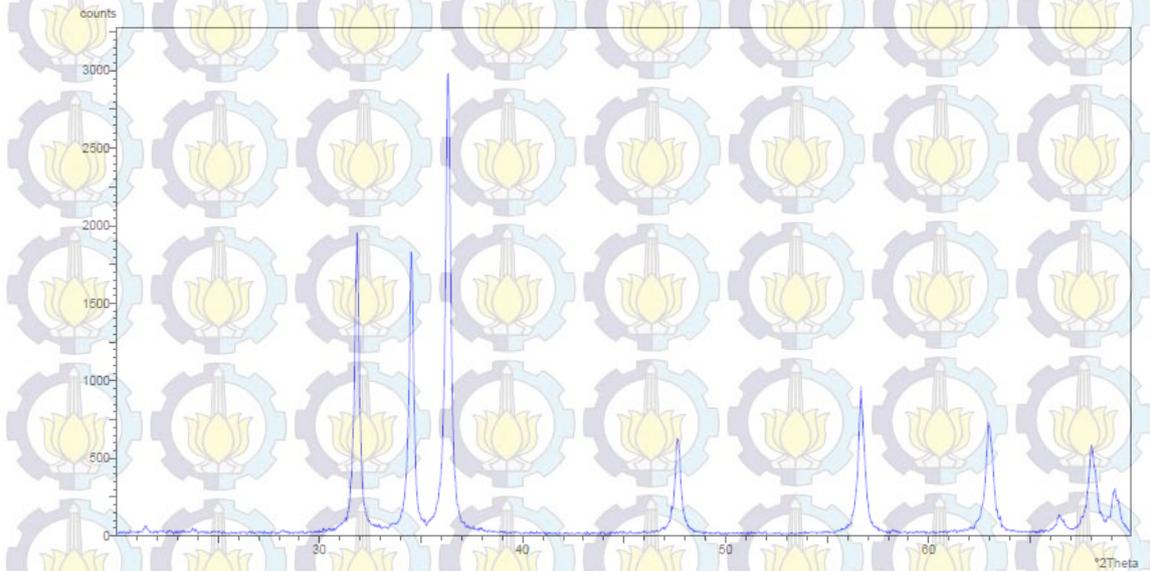
Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk menghasilkan data yang lebih maksimal. Terutama pada sifat magnetik perlu dikaji lebih dalam lagi. Karena sifat magnetik pada setiap peneliti menghasilkan data yang berbeda-beda dengan metode yang berbeda pula.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

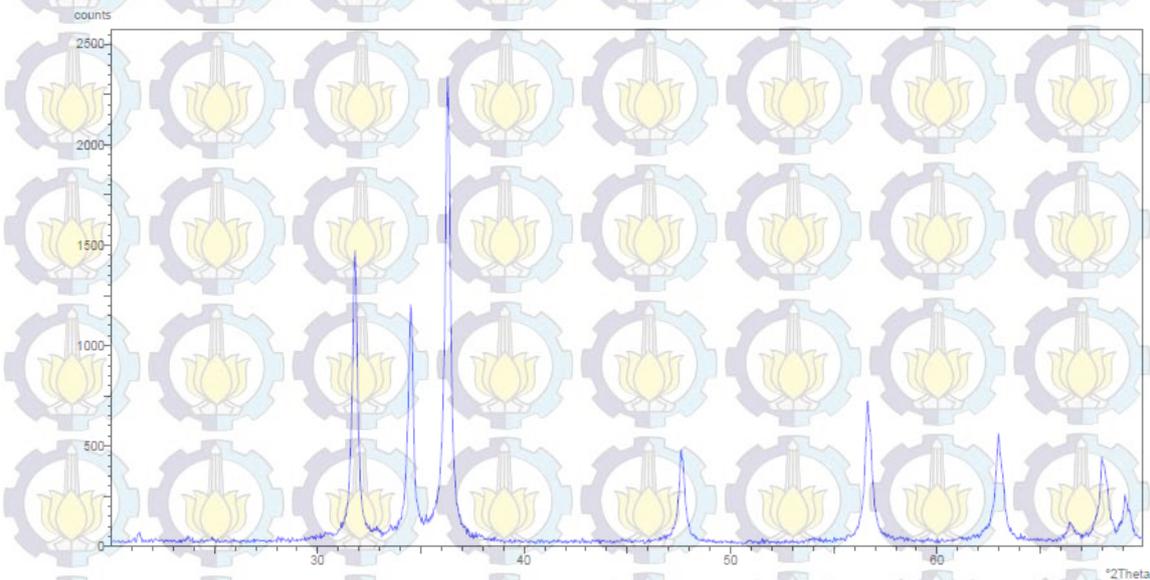


LAMPIRAN 1

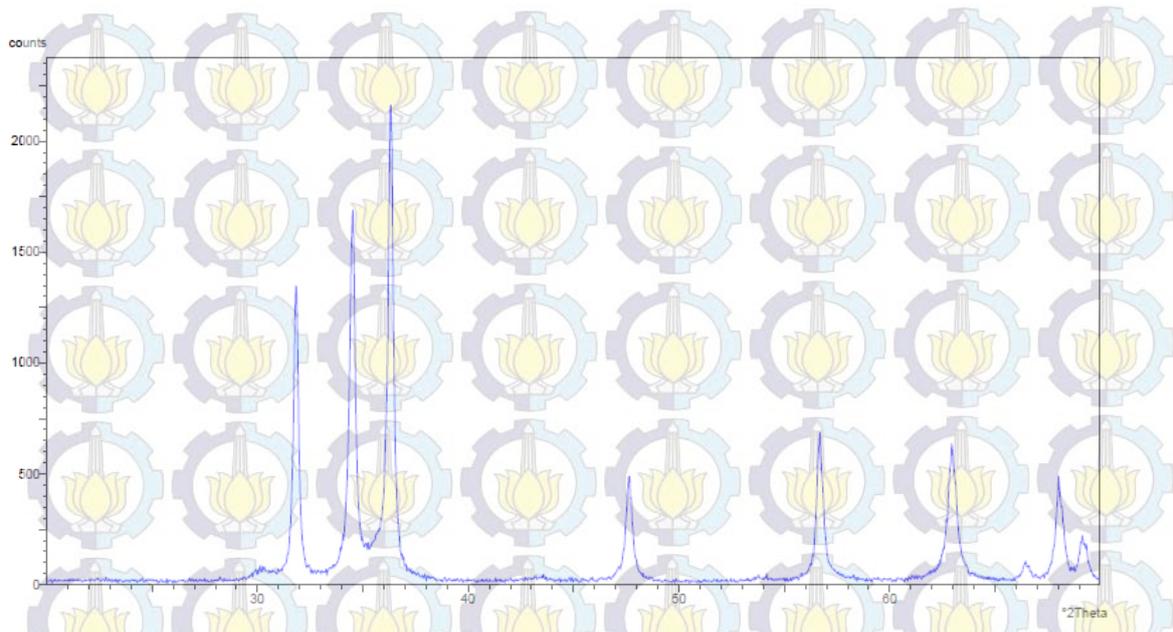
GRAFIK POLA DIFRAKSI SINAR-X



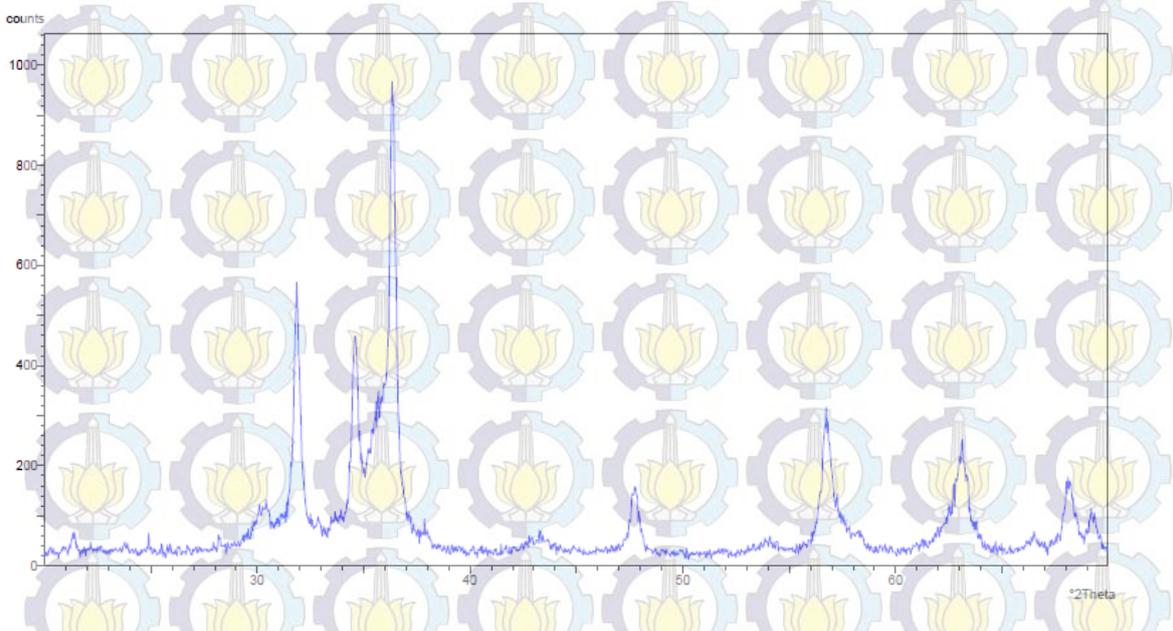
Gambar 1 Grafik pola difraksi Zn_{1-x}Mn_xO dengan x=0,00



Gambar 2 Grafik pola difraksi Zn_{1-x}Mn_xO dengan x=0,01



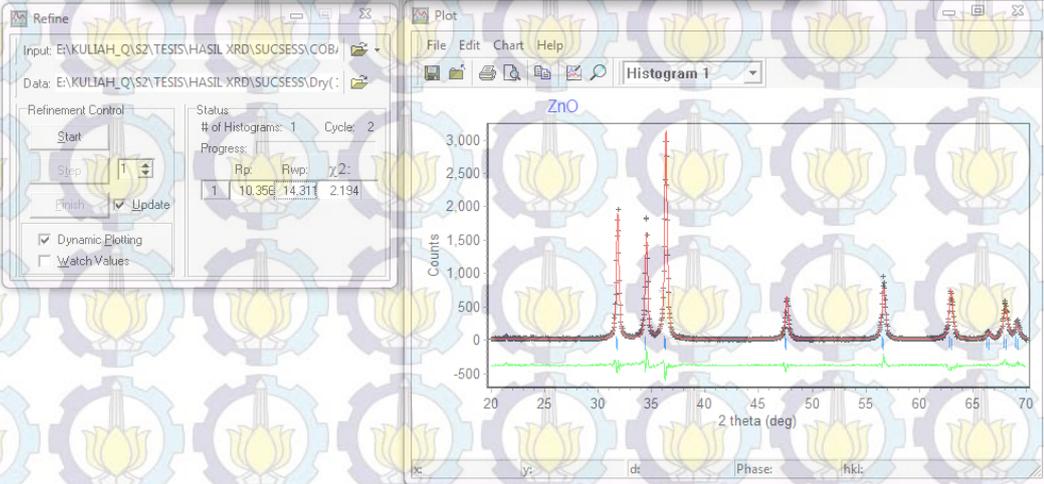
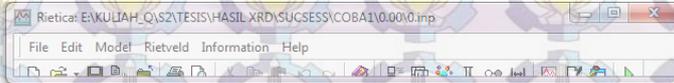
Gambar 3 Grafik pola difraksi $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan $x=0,02$



Gambar 4 Grafik pola difraksi $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan $x=0,03$

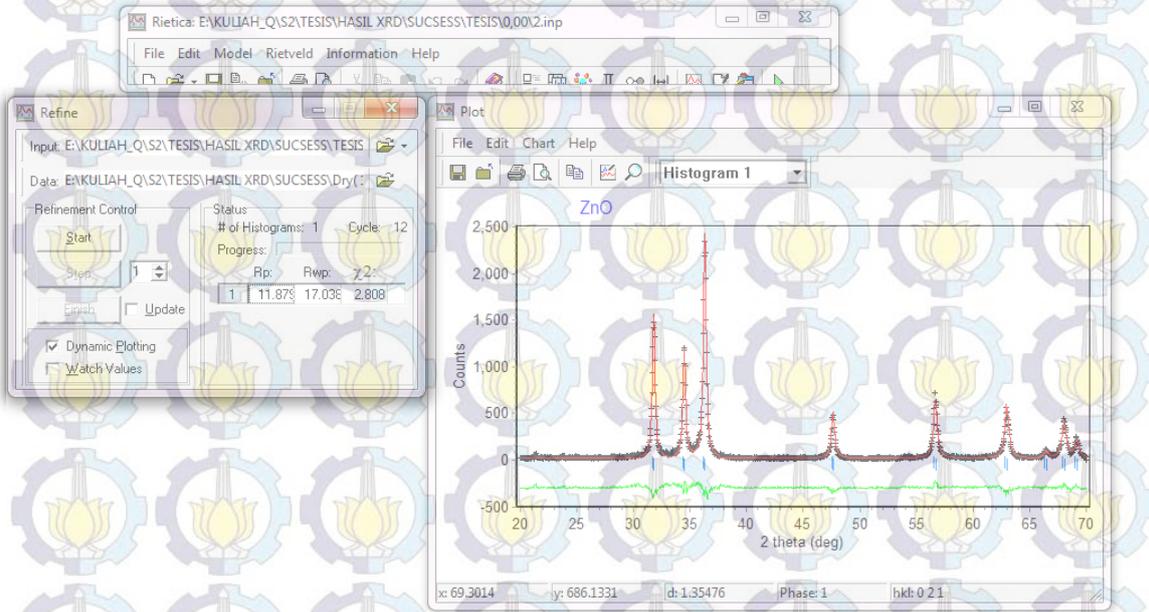
LAMPIRAN 2 HASIL ANALISIS PARAMETER KISI DENGAN RIETICA

x=0,00



Phase: 1			
PHASE SCALE FACTOR	=	0.936163E-03	-5.99024E-07 0.973438E-05
OVERALL TEMP. FACTOR	=	0.000000	0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS	=	3.247802	0.000001 0.000325
	=	3.247802	0.000001 0.000325
	=	5.199563	0.000000 0.000537
	=	90.000008	0.000000 0.000000
	=	90.000008	0.000000 0.000000
	=	120.000008	0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL	=	0.356	0.356 0.192 90.000 90.000 60.000
CELL VOLUME	=	47.498135	0.008322
SCALE * VOLUME	=	0.044466	0.000462
MOLECULAR WEIGHT	=	488.280	
DENSITY	=	17.063	
ABSOLUTE PHASE VALUES:			
INC	=	NEUTRONS ON SAMPLE/CM ² (in cm ⁻²)	
MASS	=	MASS OF PHASE IN BEAM (in g)	
1s/R	=	RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR	
Then:			
INC*MASS*1s/R	=	6192.95	
Histogram: 1			
SCALE FACTOR	=	1.0000	0.00000 0.00000
ZEROPOINT	=	-0.02600	0.00000 0.00000
SAMPLE DISPLACEMENT	=	0.02391	-0.00009 0.01275
BACKGROUND PARAMETER B 0	=	145.069	0.274229E-01 23.2489
BACKGROUND PARAMETER B 1	=	-3.45419	-0.622689E-03 0.590300
BACKGROUND PARAMETER B 2	=	0.281448E-01	-0.455649E-05 0.474037E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5	=	-1286.48	-0.353830 284.613
PREFERRED ORIENTATION	=	0.94882	0.00000 0.00301
ABSORPTION R	=	0.00000	0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS	=	-0.08661	0.00006 0.00746
	=	0.00000	0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U	=	0.257764	-0.000282 0.008125
V	=	-0.005000	0.000000 0.000000

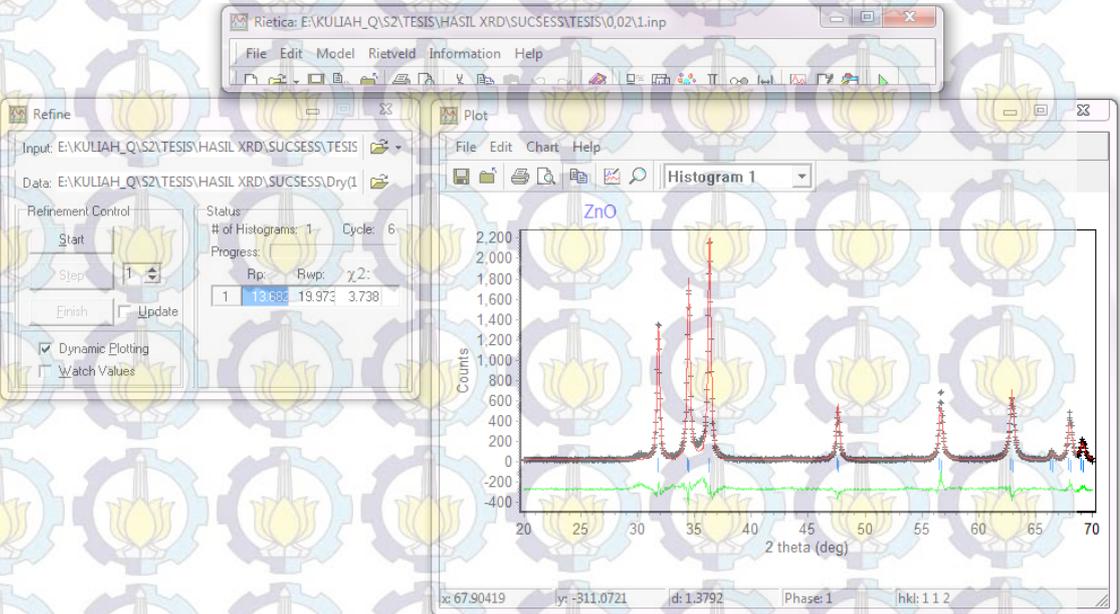
x=0,01



```

Phase: 1
-----
PHASE SCALE FACTOR = 0.752623E-020.728768E-030.116771E-02
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 3.249450 0.000000 0.000399
                 3.249450 0.000000 0.000399
                 5.199841 0.000001 0.000658
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 120.000015 0.000008 0.000001
RECIPROCAL CELL = 0.355 0.355 0.192 90.000 90.000 60.000
CELL VOLUME = 47.548889 0.010219
SCALE * VOLUME = 0.357864 0.055523
MOLECULAR WEIGHT = 162.802
DENSITY = 5.683
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  lS/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*lS/R = 16618.0
-----
Histogram: 1
-----
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = -0.02600 0.00000 0.00000
SAMPLE DISPLACEMENT = -0.12249 -0.00002 0.01692
BACKGROUND PARAMETER B 0 = 37.9849 -0.109352E-02 2.77684
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.480935 0.802256E-04 0.138771
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.423676E-02 -0.125491E-05 0.162640E-02
PREFERRED ORIENTATION = 0.96856 0.00000 0.00382
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.09043 0.00001 0.00916
                       0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.151745 0.000025 0.018410
                       V = -0.005000 0.000000 0.000000
                       W = 0.020000 0.000000 0.000000
  
```

x=0,02



Phase: 1

PHASE SCALE FACTOR = 0.888661E-030 413252E-040 173697E-03

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000

CELL PARAMETERS = 3.250936 -0.000002 0.000452
3.250936 -0.000002 0.000452
5.205622 -0.000018 0.000747
90.000008 0.000000 0.000000
90.000008 0.000000 0.000000
120.000015 0.000000 0.000001

RECIPROCAL CELL = 0.355 0.355 0.192 90.000 90.000 60.000

CELL VOLUME = 47.645290 0.011594

SCALE * VOLUME = 0.042341 0.008276

MOLECULAR WEIGHT = 475.390

DENSITY = 16.561

ABSOLUTE PHASE VALUES:

INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²)

MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)

1s/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

Then:

INC*MASS*1s/R = 5741.25

Histogram: 1

SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000

ZEROPPOINT = -0.02600 0.00000 0.00000

SAMPLE DISPLACEMENT = -0.20897 0.00054 0.01885

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 13.4841 -0.415962E-01 2.76938

BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.366686 0.287626E-02 0.139803

BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.452351E-02 -0.475092E-04 0.163367E-02

PREFERRED ORIENTATION = 0.85115 -0.00030 0.00439

ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000

ASYMMETRY PARAMETERS = 0.09368 -0.00056 0.01020

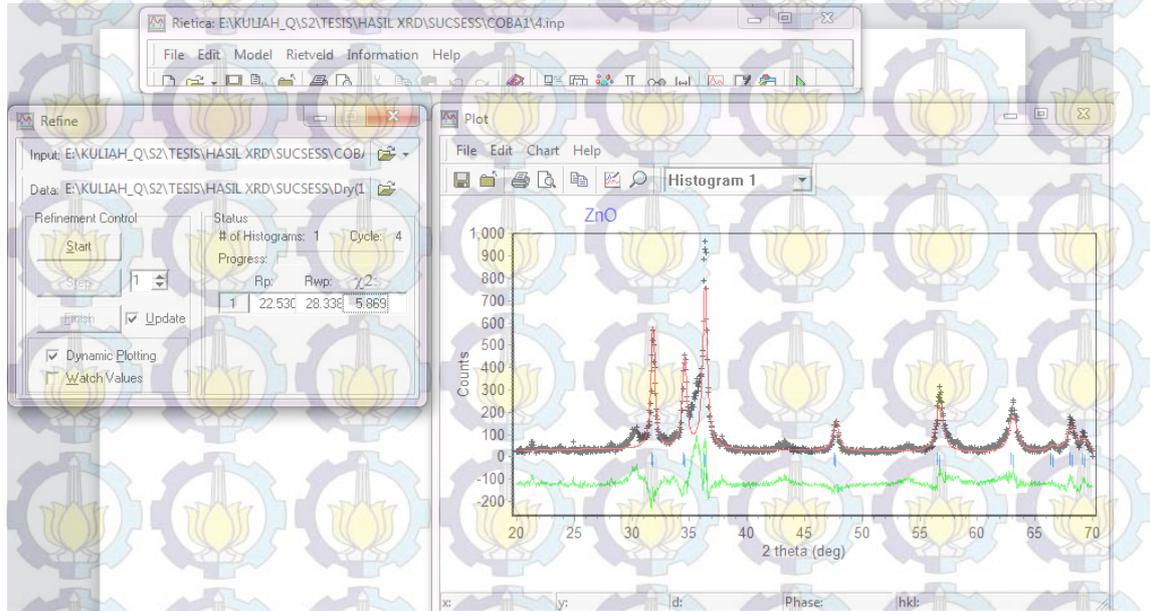
0.00000 0.00000 0.00000

HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.159882 0.003827 0.021582

V = -0.005000 0.000000 0.000000

W = 0.020000 0.000000 0.000000

x=0,03



```

Phase: 1
-----
PHASE SCALE FACTOR = 0.461154E-03-1.82404E-060.172777E-04
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 3.244965 -0.000010 0.000852
                 3.244965 -0.000010 0.000852
                 5.186356 -0.000004 0.001529
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 120.000015 0.000000 0.000004
RECIPROCAL CELL = 0.356 0.356 0.193 90.000 90.000 60.000
CELL VOLUME = 47.294739 0.022420
SCALE * VOLUME = 0.021810 0.000817
MOLECULAR WEIGHT = 488.280
DENSITY = 17.136
ABSOLUTE PHASE VALUES:
INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
INC*MASS*ls/R = 3037.59
  
```

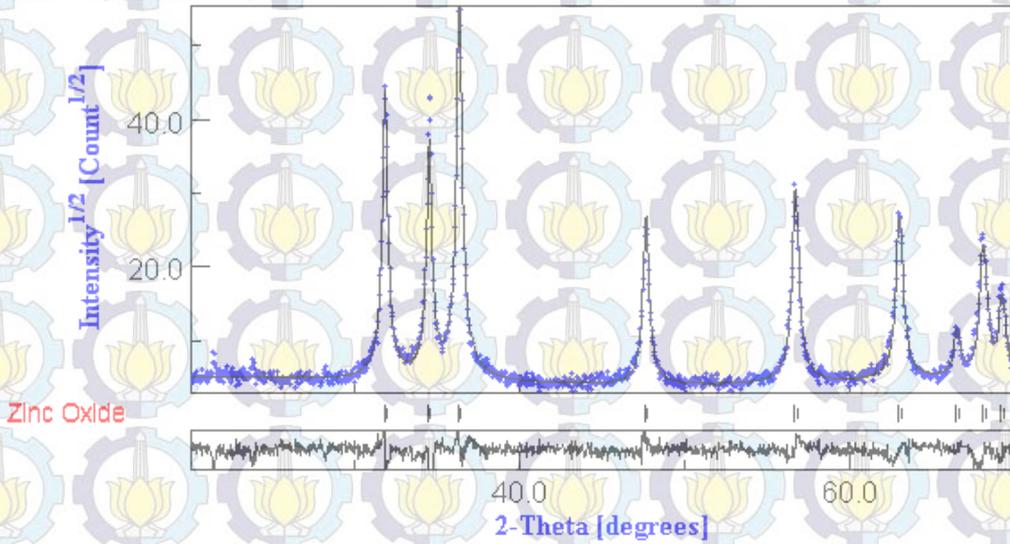
```

Histogram: 1
-----
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = -0.02600 0.00000 0.00000

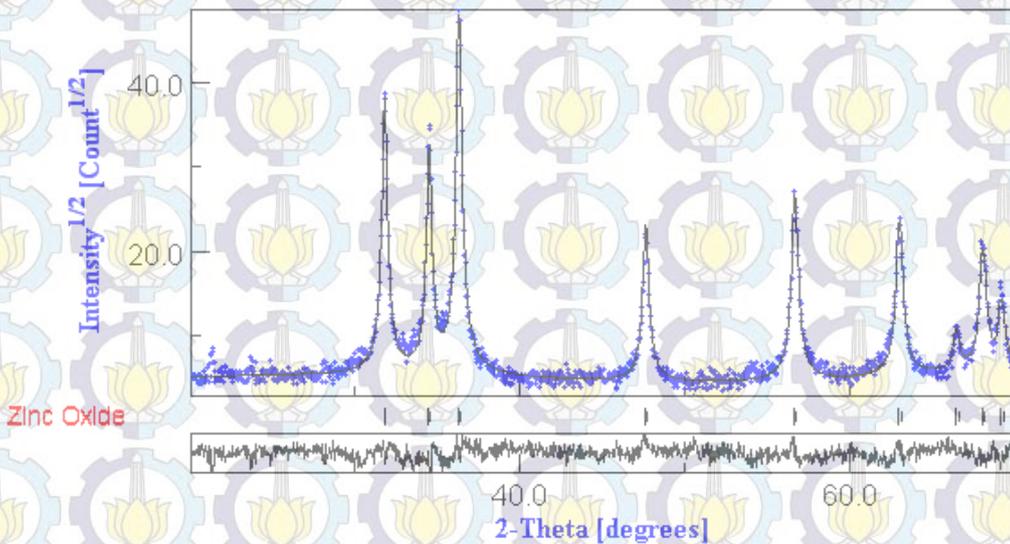
BACKGROUND PARAMETER B 0 = 199.409 0.189243 43.5832
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -3.65458 -0.434839E-02 1.10127
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.213795E-01 0.330061E-04 0.880753E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -2181.98 -2.42392 533.577
PREFERRED ORIENTATION = 1.07138 -0.00006 0.01544
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = -0.02362 0.00012 0.01988
                     0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 1.759253 -0.003663 0.093156
                       V = -0.005000 0.000000 0.000000
                       W = 0.020000 0.000000 0.000000
  
```

LAMPIRAN 3

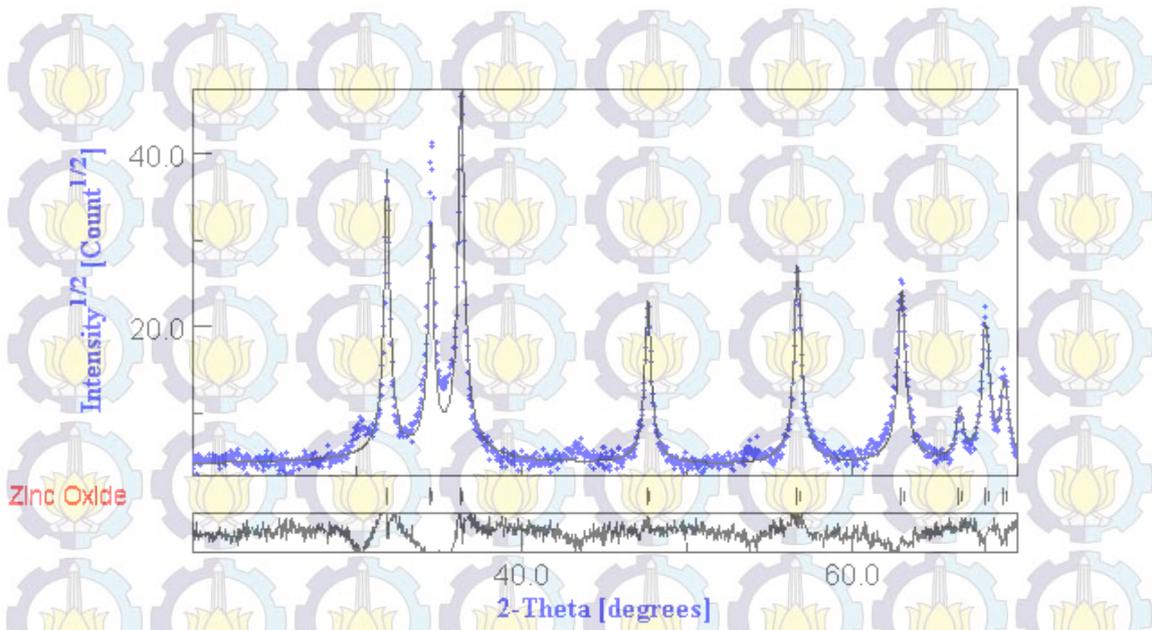
HASIL ANALISIS POLA PENCOCKAN GRAFIK DENGAN
SOFTWARE MATERIAL ANALYSIS USING DIFFRACTION (MAUD)



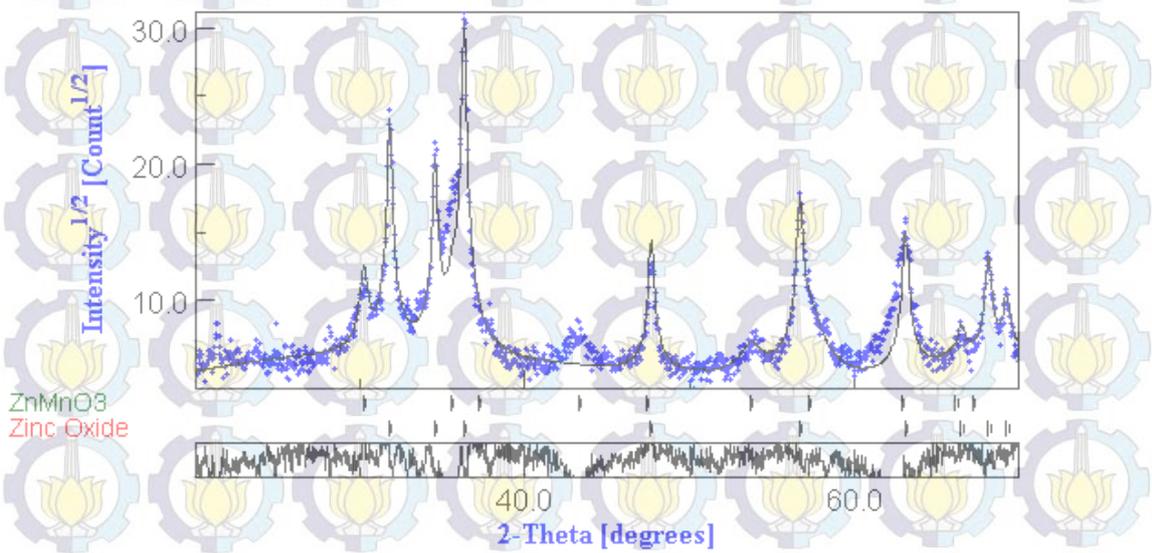
Gambar 1 Grafik pencocokan dengan software MAUD untuk $Zn_{1-x}Mn_xO$ $x=0,00$



Gambar 2 Grafik pencocokan dengan software MAUD untuk $Zn_{1-x}Mn_xO$ $x=0,01$



Gambar 3 Grafik pencocokan dengan software MAUD untuk $Zn_{1-x}Mn_xO$ $x=0,02$

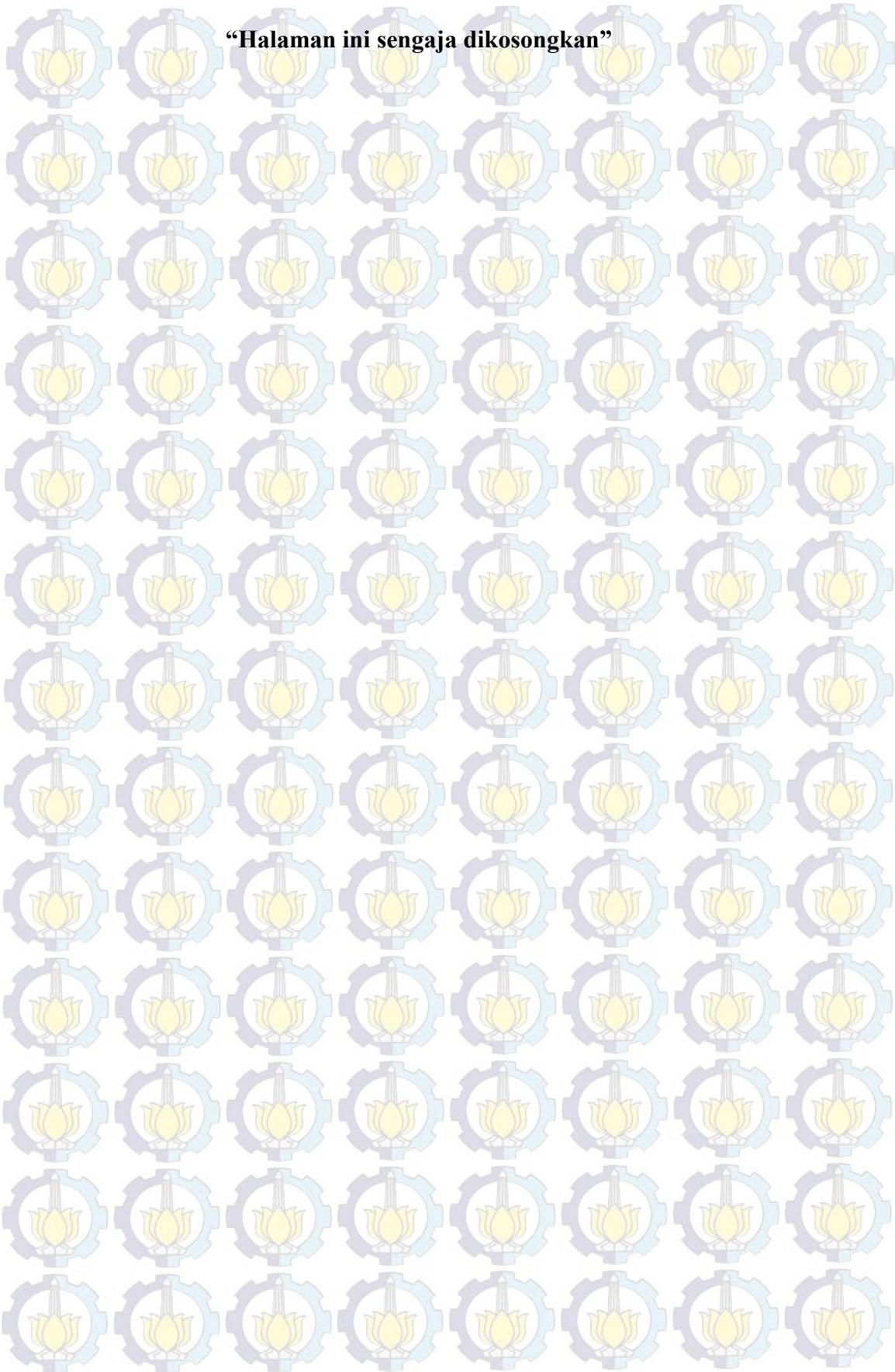


Gambar 4 Grafik pencocokan dengan software MAUD untuk $Zn_{1-x}Mn_xO$ $x=0,03$

**UKURAN PARTIKEL ZnO HASIL PENCOCOKAN POLA DIFRAKSI
DENGAN SOFTWARE MAUD (*MATERIAL ANALYSIS USING
DIFFRACTION*)**

No	Dopan Mn pada $Zn_{1-x}Mn_xO$	Ukuran Partikel (ZnO)	Ukuran Partikel (ZnMnO ₃)	<i>Figure of Merit</i>	
					SIG
1	x=0,00	61,215 nm	-	< 2%	<i>acceptable</i>
2	x=0,01	51,460 nm	-	< 2%	<i>acceptable</i>
3	x=0,02	47,799 nm	-	< 2%	<i>acceptable</i>
4	x=0,03	25,289 nm	90,707 nm	< 2%	<i>acceptable</i>

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



LAMPIRAN 4

DATA COD (CRYSTALLOGRAPHY OPEN DATABASE)

a. Sampel ZnO

General	
Origin	COD-1011259
Name	Zinc oxide
Formula	Zn O
Bibliographic data	
Author(s)	Weber, L.
Publication title	Die Struktur von Zn O.
Citation	ZEKGAX,58,398-403 (1923)
Phase data	
Space-group	P 63 m c (186) - hexagonal
	a=3.3510 Å c=5.2260 Å
	c/a=1.5595
Cell	V=50.82 Å ³ Z=2

Atomic Parameter							
Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
Zn1	2	2b	3m.		0.33	0.67	0
O1	-2	2b	3m.		0.33	0.67	0.375

b. Sampel ZnMnO₃

General	
Origin	PDF 00-028-1468
Name	Zinc Manganese Oxide
Formula	Zn Mn O ₃
Bibliographic data	
Author(s)	Fauzana
Publication title	Microstructural and Nonlinear Electrical Properties of ZnO Ceramics with Small Amount of MnO ₂ Dopant
Citation	Sains Malaysiana 42(8)(2013): 1139–1144
Phase data	
Space-group	F d 3 m - Cubic
	a=b=c=8.3500 Å
	c/a=1
Cell	V=582.18 Å ³ Z=12

Atomic Parameter							
Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
Zn1	2	2b	3m.		0.33	0.67	0
Mn1	4	2b	3m		0.33	0.67	0
O3	-2	2b	3m.		0.33	0.67	0.375

LAMPIRAN 5

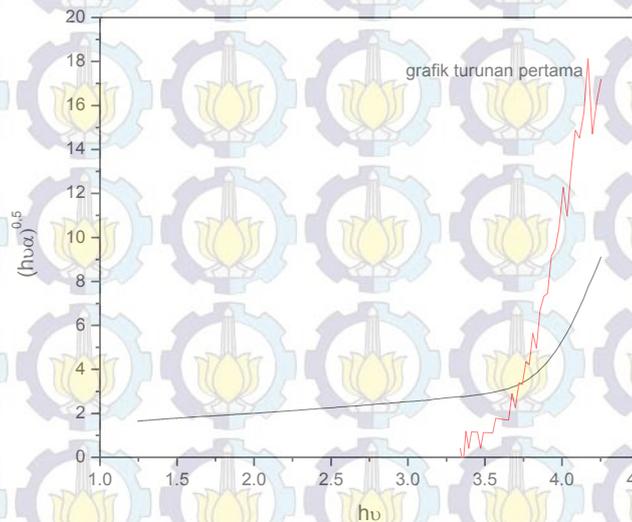
CARA PENENTUAN ENERGI GAP (E_g)

Dalam kurva hubungan antara $h\nu$ (energi) dan $(h\nu\alpha)^{1/2}$ dapat menentukan energi gapnya dengan cara mencari nilai minimum dari persamaan kurva tersebut. Dalam suatu konsep untuk menentukan nilai minimum dengan cara menentukan turunan pertama dari suatu fungsi. Dari data yang dihasilkan yang berupa kurva yang tidak linier, sehingga untuk mencari turunan pertamanya menggunakan pendekatan metode numerik yang disebut dengan *forward difference method* pada persamaan 3.4

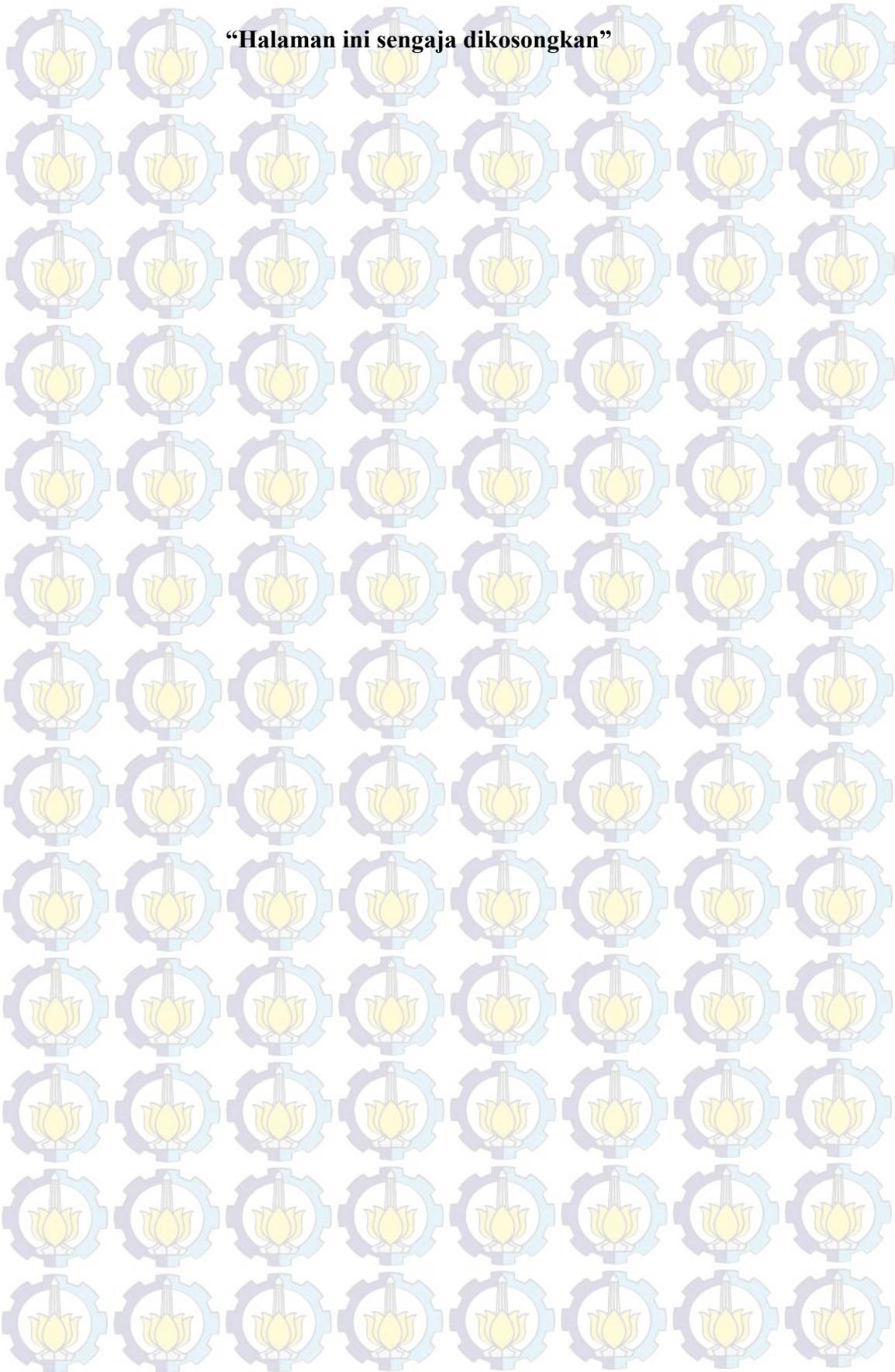
$$\frac{dy}{dx} \sim \frac{(f(x \text{ ke } n+1) - f(x \text{ ke } n))}{\Delta x}$$

$$\frac{dy}{dx} \sim \frac{(y_1 - y_2)}{\Delta x}$$

Dari persamaan 3.5 didapatkan grafik turunan pertama (y') terhadap $h\nu$ (energi) pada sumbu x. Kemudian untuk menentukan energi gap dengan mengambil titik pada grafik yang menunjukkan ketika $y' = 0$.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”



LAMPIRAN 6

PERHITUNGAN MASSA

Persamaan Reaksi

- Untuk sintesis $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan Mn ($x = 0,00$) atau sintesis ZnO
- $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O_{(s)} + 2HCl_{(l)} \rightarrow ZnCl_{2(l)} + 2CH_3COOH_{(l)} + 2H_2O_{(l)}$
- $ZnCl_{2(l)} + 2CH_3COOH_{(l)} + 2H_2O_{(l)} + 2NH_4OH_{(l)} \rightarrow ZnO_{(s)} + NH_3OHCl_{(s)} + NH_4Cl_{(l)} + 2CH_3COOH_{(l)} + 2H_2O_{(l)} + H_{2(g)}$

Dengan menentukan massa $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ yang diinginkan yaitu 2,2 gram

Massa Zn ace = 2,2 gr

Mol Zn ace = $2,2 \text{ gr} / 219 = 0,01 \text{ mol}$

Mol HCl = $0,01 \times 2 = 0,02 \text{ mol}$

Vol HCl = $n/M = 0,02/0,5 = 0,04 \text{ L} = 40 \text{ ml}$

Mol $NH_4OH = 0,01 \times 2 = 0,02 \text{ mol}$

Vol $NH_4OH = n/M = 0,02/0,5 = 0,04 \text{ L} = 40 \text{ ml} + \text{beberapa tetes } NH_4OH \text{ pekat}$

- Untuk sintesis $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan Mn ($x = 0,01, 0,02, 0,03$)
- $1-x Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O_{(s)} + 2HCl_{(l)} + x Mn_{(s)} \rightarrow 1-x ZnCl_{2(l)} + x MnCl_{2(l)} + 2-2x CH_3COOH_{(l)} + 2-2x H_2O_{(l)} + 2x H_{2(g)}$
- $1-x ZnCl_{2(l)} + x MnCl_{2(l)} + 2-2x CH_3COOH_{(l)} + 2-2x H_2O_{(l)} + 2x H_{2(g)} + 2NH_4OH_{(l)} \rightarrow Zn_{1-x}Mn_xO_{(s)} + 2-2x NH_3OHCl_{(s)} + 2x NH_4Cl_{(l)} + 2-2x CH_3COOH_{(l)} + H_2O_{(l)} + 2H_{2(g)}$

Pada $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan Mn $x = 0,01$ (dan seterusnya dengan cara yang sama)

Mol Zn ace = $2,2 \text{ gr} / 219 = 0,01 \text{ mol}$

= $0,01 \times 0,99 = 0,0099$

Mol Mn = $0,01 \times 0,01 = 0,0001$

Massa Mn = $0,0001 \times 54,938 = 5,4938 \times 10^{-3} \text{ gr}$

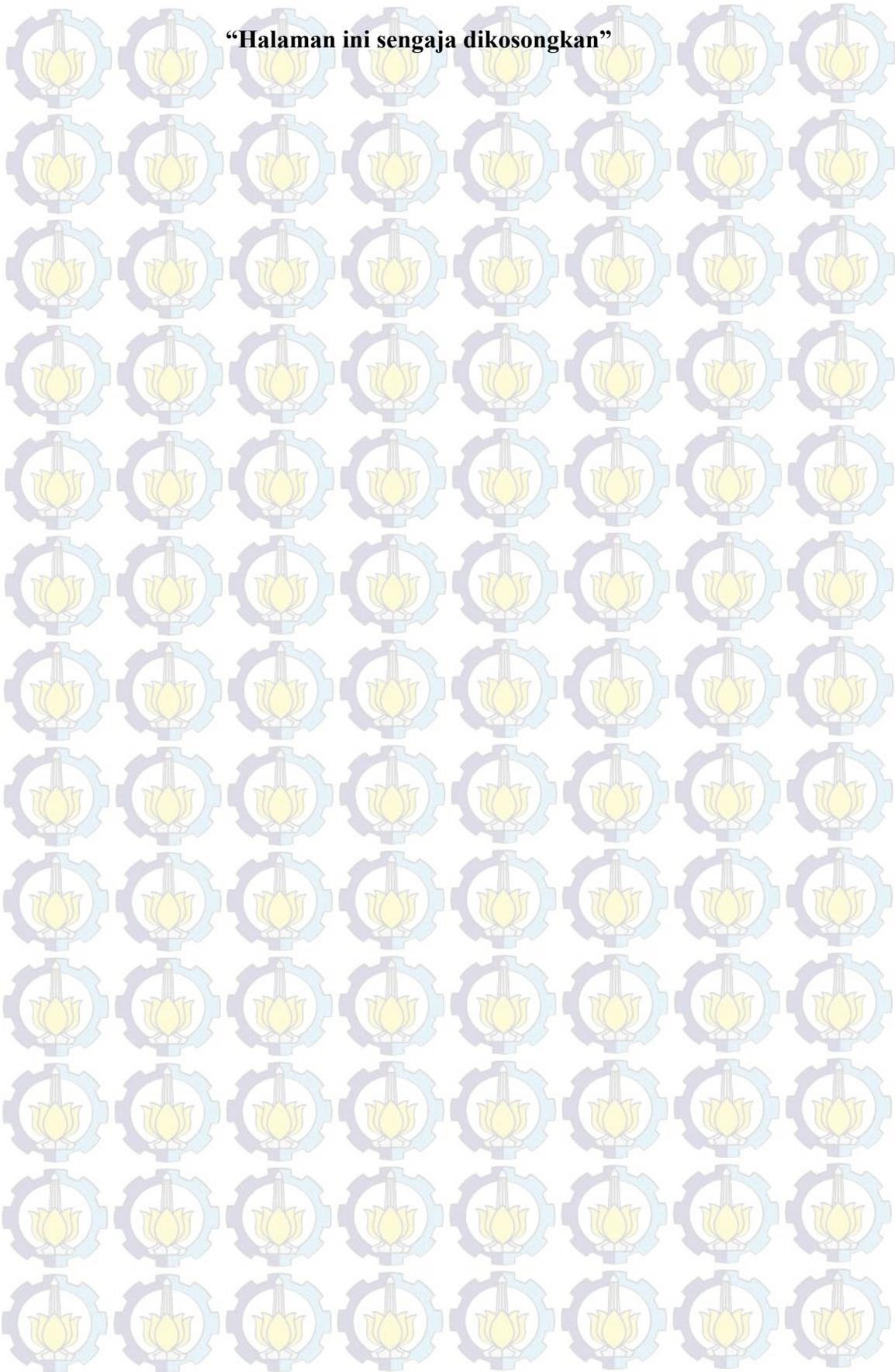
Mol HCl = $0,01 \times 2 = 0,02 \text{ mol}$

Vol HCl = $n/M = 0,02/0,5 = 0,04 \text{ L} = 40 \text{ ml}$

Mol $NH_4OH = 0,01 \times 2 = 0,02 \text{ mol}$

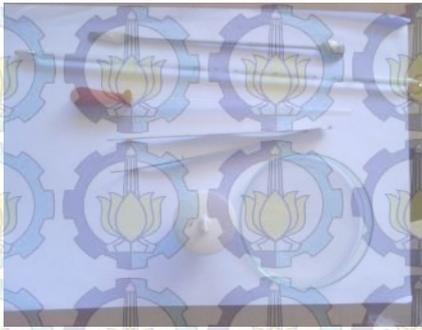
Vol $NH_4OH = n/M = 0,02/0,5 = 0,04 \text{ L} = 40 \text{ ml} + \text{beberapa tetes } NH_4OH \text{ pekat}$

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



LAMPIRAN 7
FOTO PENELITIAN

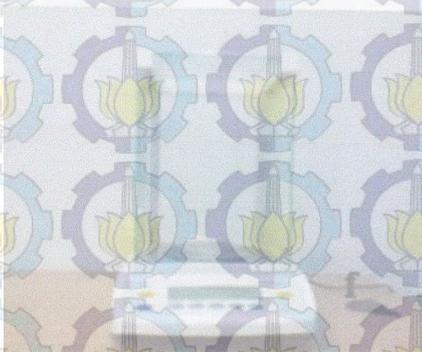
1. Alat dan Bahan



(a) termometer, pinset, spatula,
cawan petri crucible, pipet



(b) $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$,
Serbuk Mn, HCl, NH_4OH



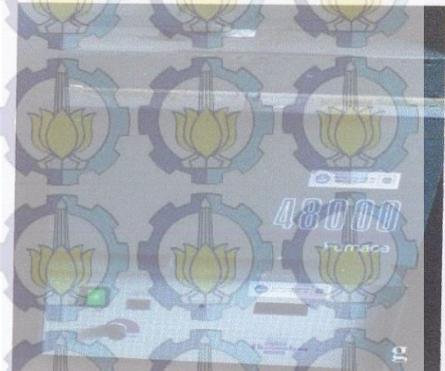
(c) Neraca Digital



(d) Lab Asam untuk Sintesis



(e) Oven



(f) Furnish

2. Proses Penelitian



(a) Menimbang bahan



(b) Mencampurkan bahan



(c) Stirrer bahan



(d) Penyaringan dan pencucian

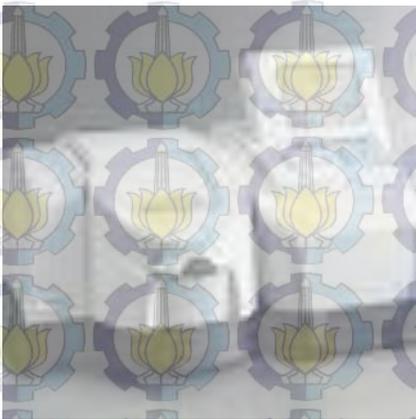
3. Karakterisasi



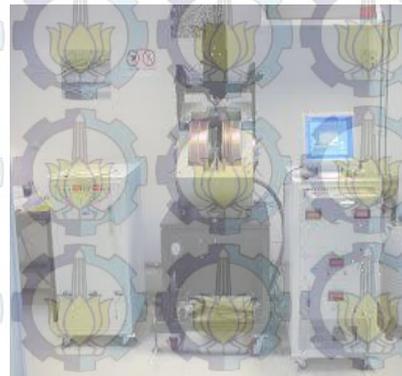
(a) XRD



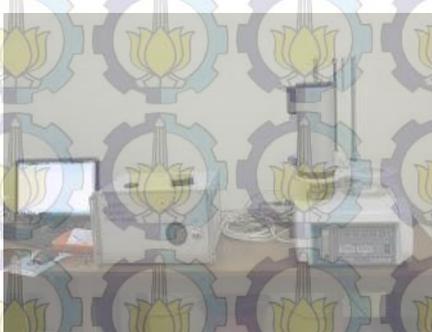
(b) SEM



(c) UV-Vis

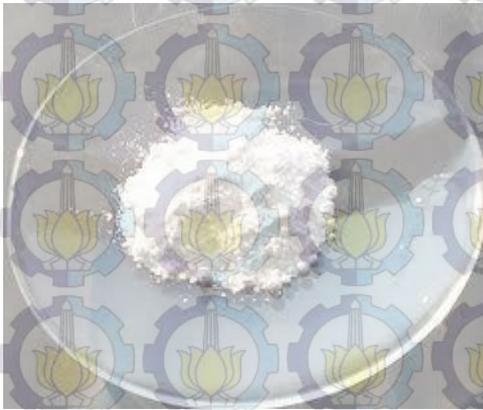


(d) VSM



(d) DSC-TGA

4. Hasil Penelitian



(a) Serbuk ZnO