



**ITS**  
Institut  
Teknologi  
Sepuluh Nopember

TUGASAKHIR- TL 141584

# PENGARUH PENAMBAHAN $\text{Al}_2\text{O}_3$ TERHADAP SIFAT LISTRIK DAN TERMAL MATERIAL $\text{Zn}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{O}$ DENGAN METODE MECHANICAL MILLING SEBAGAI KANDIDAT MATERIAL TERMOELEKTRIK

NURUL LAILATUL MUZAYADAH  
NRP. 2713 100 028

Dosen Pembimbing  
Rindang Fajarin, S.Si., M.Si.  
Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT

JURUSAN TEKNIK MATERIAL  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017





TUGASAKHIR- TL 141584

**PENGARUH PENAMBAHAN  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
TERHADAP SIFAT LISTRIK DAN TERMAL  
MATERIAL  $\text{Zn}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{O}$  DENGAN METODE  
MECHANICAL MILLING SEBAGAI KANDIDAT  
MATERIAL TERMOELEKTRIK**

NURUL LAILATUL MUZAYADAH  
NRP. 2713 100 028

Dosen Pembimbing  
Rindang Fajarin, S.Si., M.Si.  
Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT

JURUSAN TEKNIK MATERIAL  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



FINAL PROJECT - TL 141584

**THE EFFECTS OF  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ADDITION TO  
ELECTRICAL AND THERMAL PROPERTIES OF  
 $\text{Zn}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{O}$  USING MECHANICAL MILLING  
METHOD AS THE CANDIDATE OF  
THERMOELECTRIC MATERIALS**

NURUL LAILATUL MUZAYADAH  
NRP. 2713 100 028

Advisors

Rindang Fajarin, S.Si., M.Si.

Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT

DEPARTMENT OF MATERIALS ENGINEERING  
Faculty of Industrial Technology  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## LEMBAR PENGESAHAN

# PENGARUH PENAMBAHAN $\text{Al}_2\text{O}_3$ TERHADAP SIFAT LISTRIK DAN TERMAL MATERIAL $\text{Zn}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{O}$ DENGAN METODE MECHANICAL MILLING SEBAGAI KANDIDAT MATERIAL TERMOELEKTRIK

### TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik  
Pada

Bidang Studi Material Inovatif  
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**NURUL LAILATUL MUZAYADAH**  
NRP. 2713 100 028

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir :

1. Rindang Fajarin, S.Si., M.Si. .... (Pembimbing 1)
2. Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT. .... (Pembimbing 2)



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



**PENGARUH PENAMBAHAN  $\text{Al}_2\text{O}_3$  TERHADAP  
SIFAT LISTRIK DAN TERMAL MATERIAL  $\text{Zn}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{O}$   
DENGAN METODE MECHANICAL MILLING  
SEBAGAI KANDIDAT MATERIAL  
TERMoeLEKTRIK**

**Nama Mahasiswa** : Nurul Lailatul Muzayadah  
**NRP** : 2713100028  
**Jurusan** : Teknik Material  
**Dosen Pembimbing** : Rindang Fajarin, S. Si., M. Si  
Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT

**ABSTRAK**

*Termoelektrik merupakan material yang dapat mengonversikan panas yang terbuang menjadi listrik. Material termoelektrik yang baik memiliki nilai figure of merit  $zT \geq 1$  pada temperatur 300 K. Material ZnO merupakan semikonduktor berbasis oksida, dimana memiliki sifat termoelektrik yang stabil dalam temperatur tinggi. Pada penelitian ini dilakukan proses sintesis material  $\text{Zn}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{O}$  dengan penambahan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yakni sebesar 1 ; 2 ; 3 ; 4 atomic %. Metode yang digunakan adalah mechanical milling, dengan variasi waktu sebesar 2, 4 Jam. Pengujian yang dilakukan dari material hasil sintesis diantaranya X-ray Diffractometer, Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX), Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis (DSC-TGA), dan LCR meter. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai konduktivitas listrik secara umum meningkat dengan penambahan jumlah doping dan mencapai hasil maksimum pada nilai doping sebesar 3 at %. Sementara, ketahanan termal dari material secara umum stabil dengan peningkatan temperatur hingga 900° C. Material hasil sintesis dapat dijadikan sebagai kandidat material termoelektrik untuk aplikasi pada temperatur tinggi.*

**Kata kunci:** *Termoelektrik, ZnO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Mechanical Milling, doping, Waktu Milling.*

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**THE EFFECTS OF  $Al_2O_3$  ADDITION TO  
ELECTRICAL AND THERMAL PROPERTIES OF  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  USING MECHANICAL MILLING METHOD  
AS THE CANDIDATE OF THERMOELECTRIC  
MATERIALS**

**Name** : Nurul Lailatul Muzayadah  
**NRP** : 2713100028  
**Department** : Teknik Material  
**Advisors** : Rindang Fajarin, S. Si., M. Si  
Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT

**ABSTRACT**

*Thermoelectric is a material that able to convert the waste heat into electricity. A good thermoelectric material generally has the value of figure of merit  $zT \geq 1$  at temperature 300K. ZnO material is an oxide-based semiconductor, which has stable thermoelectric properties at high temperature. In this research, the  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  material was synthesized with the addition of  $Al_2O_3$  as much as 1; 2; 3; 4 atomic percent. The method used mechanical milling, with time variation of 2,4 hours. Tests performed from synthetic materials include X-ray Diffractometer, Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX), Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis (DSC-TGA), and LCR meter. The results showed that the electrical conductivity values generally increased with the addition of doped and achieved maximum results at doped values of 3%. Meanwhile, the thermal resistance of the material is generally stable with the increasing of temperature up to 900° C. The synthesized material can be applied as the candidate of thermoelectric material for high temperatures.*

**Keywords:** *Thermoelectric, ZnO,  $Al_2O_3$ , Mechanical Milling, Doped, Time Milling.*

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr. Wb.

Puji syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT karena limpahan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan judul “Pengaruh Penambahan  $Al_2O_3$  terhadap Sifat Listrik dan Termal  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  dengan Metode *Mechanical Milling* sebagai Kandidat Material Termoelektrik” dengan baik.

Laporan Tugas Akhir ini disusun dan diajukan untuk memenuhi persyaratan studi serta untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik di Jurusan Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Allah SWT yang selalu memberikan rahmat, karunia, kemudahan, dan kelancaran dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Ayah, Ibu, adik, serta keluarga besar atas doa, dukungan, dan pengertian yang diberikan selama ini.
3. Ibu Rindang Fajarin, S.Si., M.Si. dan Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT, selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang selalu memberikan saran, masukan, bimbingan, dukungan, dan motivasi kepada penulis.
4. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng., selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama berkuliah di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi.
5. Bapak Wikan Jatimurti., S.T., M.Sc., selaku dosen wali yang selalu memberikan motivasi.
6. Tim Penguji seminar dan sidang Tugas Akhir yang telah memberikan masukan serta saran yang mendukung untuk Tugas Akhir ini.
7. Seluruh dosen dan civitas akademik Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS, yang telah memberikan

ilmu yang bermanfaat serta pengalaman berharga selama berkuliah di jurusan ini.

8. Seluruh pihak yang telah mendukung dan membantu dalam penyusunan laporan Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari, bahwa laporan Tugas Akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu saran dan kritik yang membangun dari berbagai pihak sangat diharapkan.

Surabaya, 1 Juli 2017

Nurul Lailatul Muzayadah

# DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>vii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>ix</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xvii</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>xxiii</b>
<b>BAB I.....</b>	<b>1</b>
<b>PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	3
1.3. Batasan Masalah .....	4
1.4 Tujuan Penulisan .....	4
1.5 Manfaat Penulisan .....	4
<b>BAB II.....</b>	<b>5</b>
<b>TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Material ZnO .....	5
2.2 Alumunium Oksida ( $Al_2O_3$ ).....	7
2.3 Diagram Fasa ZnO- $Al_2O_3$ .....	9
2.4 Material Semikonduktor .....	11
2.5 Proses Mechanical Alloying .....	16
1. Mesin <i>Milling</i> .....	18

2. Kontainer <i>Milling</i> .....	19
3. Kecepatan <i>Milling</i> .....	20
4. Waktu <i>Milling</i> .....	20
5. Ball to Powder Weight Ratio (BPR) .....	21
6. Proses Control Agent (PCA) .....	22
2.6 Prinsip Dasar Termoelektrik .....	22
2.6.1 Paramater dalam Termoelektrik .....	27
2.7 Penelitian Sebelumnya .....	29
<b>BAB III .....</b>	<b>41</b>
<b>METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>41</b>
3.1 Bahan Penelitian .....	41
3.2 Peralatan.....	42
3.3 Diagram Alir .....	48
3.4 Prosedur Penelitian .....	49
3.5. Pengujian .....	50
A. X-Ray Diffraction (XRD).....	50
B. Scanning Electron Microscopy (SEM).....	52
C. Uji LCR meter .....	53
D. Uji Sifat Termal .....	54
<b>BAB IV .....</b>	<b>55</b>
<b>ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>55</b>
4.1 Sintesis Serbuk Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> doping ZnO .....	55
4.2 Pengamatan visual. ....	58



4.2. A Hasil Pengujian Xrd serbuk ZnO doping Al setelah mengalami <i>mechanical milling</i> selama 2 jam. ....	60
4.2. B Analisis Serbuk ZnO doping Al dalam <i>Average Crystal Size, Micro-strain, dan Lattice Paramater</i> Pada Hasil Pengujian XRD .....	64
4.2. C Hasil Pengujian Xrd serbuk Al-doping ZnO setelah mengalami <i>mechanical milling</i> selama 4 jam .....	69
4.3. Hasil Uji SEM ZnO doping Al dengan Berbagai Komposisi doping. ....	74
4.3.A Hasil Uji EDX ZnO doping Al dengan Berbagai Komposisi doping. ....	77
4.4. Hasil Uji SEM-EDX Al-doping ZnO dengan Berbagai Komposisi dan variasi waktu <i>Mechanical Milling</i> 2 H dan 4 H.....	81
4.5. Analisis Pengaruh Doping terhadap Sifat Listrik Al-doping ZnO .....	87
4.6. Analisis Pengaruh <i>Doping</i> terhadap Sifat Termal Al-Doping ZnO .....	90
<b>BAB V .....</b>	<b>95</b>
<b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>95</b>
5.1. Kesimpulan .....	95
5.2. Saran .....	95
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>97</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>105</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>	<b>149</b>
<b>UCAPAN TERIMA KASIH.....</b>	<b>151</b>

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur Kristal ZnO: (a) <i>rocksalt</i> , (b) <i>zinblende</i> , (c) <i>wurtzite</i> (Morkoc dan Özgür, 2009).....	5
Gambar 2.2. Struktur $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (Saalfeld & Mehrotra, 1965).....	9
Gambar 2.3. Diagram Fasa Biner ZnO- $\text{Al}_2\text{O}_3$ . (L) Liquid, (C) Corundum, (S) Spinel, (Z),Zincite (Hansson, 2005). .....	11
Gambar 2.4. Struktur pita energi pada semikonduktor (Ariswan, 2010: 3).....	13
Gambar 2.5.Keadaan pita energi semikonduktor intrinsik. (a) Pada suhu 0 K dan (b) Diatas suhu 0 K. (Thomas Sri Widodo, 2002). ....	14
Gambar 2.6. Mekanisme terjadi tumbukan (Suryanarayana, 2001). ....	18
Gambar 2.7 (a) <i>Planetary ball mill</i> (b) Pergerakan bola saat <i>grinding bowl</i> berputar (Suryanarayana, 2001) .....	19
Gambar 2.8. <i>Termoelectric Generator</i> (TEG). (a) Aliran energi pada termoelektrik (Snyder & Toberer, 2008) ; (b) Model hubungan material tipe-p dan tipe-n pada termoelektrik(Electropeida, 2005). ....	23
Gambar 2.9. Tipikal yang khas dalam termoelektrik (Sparks, 2013). ....	24
Gambar 2.10. Hasil XRD AZO <i>Nanostructures</i> (NSs) dengan konsentrasi Al 0.73, 1.28 dan 1.82 wt %, (Tamil Many, <i>et al</i> 2015).....	29
Gambar 2.11. Penggabungan secara interstisi atom Al didalam ikatan Zn-O dalam <i>tetrahedron</i> dan <i>octahedron</i> lokasi padal gambar tersebut, (Hsuan-Chung Wu, <i>et al</i> , 2016).....	33
Gambar 2.12. SEM dari material $\text{Zn}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{O}$ menggunakan <i>Planetary Ball Milling</i> (PBM) dan tanpa	

menggunakan PBM , dimana  $x = 0.005; 0.01; 0.02$  setelah metode *spark plasma sintering*. (a)  $x = 0.005$ , tanpa PBM; (b)  $x = 0.01$ , tanpa PBM; (c)  $x = 0.02$ , tanpa PBM; (d)  $x = 0.005$ , Menggunakan PBM; (e)  $x = 0.01$ , Menggunakan PBM; and (f)  $x = 0.02$ , Menggunakan PBM.( Lihua Zhang,*et al.*2008) .....36

Gambar 2.13. Hasil XrD sampel $Zn_{1-x}Al_xO$ sintering (0,001;0,005;0,01;0,02;0,03;0,05). (J.P Wiff 2009). .....	37
Gambar 2.14. Nilai <i>lattice parameter c/a</i> yang mengalami penurunan karena penambahan konsentrasi doping Al (J.P Wiff, <i>et al</i> , 2009).....	38
Gambar 2.15 <i>FE-SEM images of as-milled powders</i> : (a) pure ZnO, (b) doping $Al_2O_3 = 1,5$ wt%, (c) doping $Al_2O_3 = 2$ wt% and (d) doping $Al_2O_3 = 2,5$ wt%, (Yu-Hsien Chou, et al, 2011).....	39
Gambar 3.1. <i>Zinc Oxide</i> .....	41
Gambar 3.2. <i>Aluminium Oxide</i> .....	42
Gambar 3.3. Larutan <i>Ethanol</i> .....	42
Gambar 3.4 Gelas ukur .....	43
Gambar 3.5 Spatula.....	43
Gambar 3.6 <i>Analytical Balance</i> .....	44
Gambar 3.7. <i>Hot Plate Magnetic Stirrer</i> .....	44
Gambar 3.8 <i>Horizontal Furnace</i> .....	45
Gambar 3.9. <i>Crucible</i> .....	45
Gambar 3.10 <i>Planetary Ball Mill</i> .....	46
Gambar 3.11. Bola Zirkonia .....	46
Gambar 3.12 Alat Kompaksi .....	47
Gambar 3.13 Diagram Alir Penelitian .....	48
Gambar 3.14 Pola difraksi Sinar X.....	51
Gambar 3.15. Skema Kerja SEM .....	52

Gambar 3.16. <i>LCR Meter</i> . .....	53
Gambar 3.17. Alat <i>DSC-TGA</i> dengan merk dagang <i>Mettler Toledo</i> . .....	54
Gambar 4.1 a.) Serbuk ZnO dan Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , b). Penimbangan serbuk c.) Sintesis dengan metode <i>mechanical milling</i> . d.) Serbuk yang dipanaskan di <i>hot plate</i> , dan berwarna abu-abu e.)Serbuk yang telah di <i>sintering</i> dan berwarna kuning. f.) Pembuatan <i>pellet</i> material untuk proses pengujian konduktivitas listrik.....	57
Gambar 4.2. Hasil pengamatan visual untuk serbuk Al-doping ZnO setelah mengalami <i>mechanical milling</i> selama 2 jam, dan dipanaskan pada temperatur 800 °C, dengan penambahan Al. a) 1%, b) 2%, c) 3 %, d) 4 %.....	58
Gambar 4.3. Sampel yang telah dikompaksi Sintesis serbuk Al-doping ZnO waktu <i>mechanical Milling</i> 2H Nilai Doping: (a) 1%; (b) 2%; (c) 3%; (d) 4% .....	59
Gambar 4.4. Hasil Pengujian Xrd serbuk ZnO doping Al setelah mengalami <i>mechanical milling</i> selama 2 jam, dan kalsinasi 800 °C, dengan penambahan Al. a) 1%, b) 2%, c) 3 %, d) 4 %.....	61
Gambar 4.5. Pergeseran Nilai <i>Peak</i> untuk Puncak Tertinggi pada Bidang (101) <i>mechanical milling</i> 2H:(a) <i>Doping</i> 1%; (b) <i>Doping</i> 2%; (c) <i>Doping</i> 3%; dan (d) <i>Doping</i> 4%. .....	63
Gambar 4.6. Hasil Pengujian Xrd serbuk ZnO doping Al <i>mechanical milling</i> 4 H, Kalsinasi 800°C, doping Al. a) 1%, b) 2%, c) 3 %, d) 4 %.....	69
Gambar 4.7. Pergeseran Nilai <i>Peak</i> untuk Puncak Tertinggi pada Bidang (101) PBM 4H : (a) <i>Doping</i> 1%; (b) <i>Doping</i> 2%; (c) <i>Doping</i> 3%; dan (d) <i>Doping</i> 4%. .....	71

Gambar 4.8. Morfologi dari Serbuk ZnO doping Al waktu <i>Planetary Ball Mill (PBM)</i> 2H , pada Perbesaran 5000x dengan Nilai <i>Doping</i> : (a) 1%; (b) 2%; (c) 3%; (d) 4% .....	74
Gambar 4.9. Morfologi dan Ukuran Partikel dari Serbuk ZnO <i>Doping</i> 1 % dengan Perbesaran 15000 x.....	75
Gambar 4.10. Hasil <i>EDX</i> dari serbuk ZnO dengan <i>doping</i> 1% ..	77
Gambar 4.11. Hasil <i>EDX</i> dari serbuk ZnO dengan <i>doping</i> 2% ..	78
Gambar 4.12. Hasil <i>EDX</i> dari serbuk ZnO dengan <i>doping</i> 3% ..	79
Gambar 4.13. Hasil <i>EDX</i> dari serbuk ZnO dengan <i>doping</i> 4% ..	80
Gambar 4.14. Perbandingan Morfologi dari Serbuk ZnO doping Al waktu <i>Planetary Ball Mill (PBM)</i> 2H dan 4 H , pada Perbesaran 5000x dengan Nilai <i>Doping</i> : (a) 2%, 2H; (b) 2%, 4 H; (c) 3%, 2H (d) 3%, 4H. ....	81
Gambar 4.15 Perbandingan Morfologi dan ukuran partikel dari Serbuk ZnO doping Al waktu waktu <i>Planetary Ball Mill (PBM)</i> 2H dan 4 H <i>time milling</i> , pada Perbesaran 15000x dengan Nilai <i>Doping</i> : (a) 2%, 2H; (b) 2%, 4 H; (c) 3%, 2H (d) 3%, 4H.....	82
Gambar 4.16. Hasil <i>EDX</i> dari serbuk ZnO dengan <i>doping</i> 2%, 4H <i>mechanical milling</i> .....	85
Gambar 4.17. Hasil <i>EDX</i> dari serbuk ZnO dengan <i>doping</i> 3%, 4H <i>mechanical milling</i> . ....	86
Gambar 4.18. Grafik Konduktivitas Listrik terhadap Frekuensi untuk Masing-Masing Jumlah <i>Doping</i> : (a) <i>doping</i> 1%; (b) <i>doping</i> 2%; (c) <i>doping</i> 3%; (d) <i>doping</i> 4%. .....	88
Gambar 4.19. Grafik Penurunan presentase massa terhadap temperatur untuk Masing-Masing Jumlah <i>Doping</i> : (a) <i>doping</i> 1%; (b) <i>doping</i> 2%; (c) <i>doping</i> 3%; (d) <i>doping</i> 4%. ....	91

Gambar 4.20. Kurva TGA dan DTG Serbuk ZnO doping Al  
Masing-Masing Jumlah *doping*: a.) 1%; b.) 2 % ;92

Gambar 4.21. Kurva TGA dan DTG Serbuk ZnO doping Al  
Masing-Masing Jumlah doping c.) 3 % d.) 4 %...93

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Sifat fisik dari ZnO,(Heri Susanto, <i>et al</i> , 2015) .....	6
Tabel 2.2. Alumina <i>Properties</i> ,(Karen Davis,2010). .....	8
Tabel 2.3. Hasil XRD AZO <i>Nanostructures</i> (NSs) dengan konsentrasi Al 0.73, 1.28 dan 1.82 wt %,(Tamil Many, <i>et al</i> 2015). .....	30
Tabel 2.4. <i>Nilai Lattice parameter</i> , ( Lihua Zhang, <i>et al</i> .2008) ...	36
Tabel 3.1. Komposisi material ZnO <sub>(1-x)</sub> Al <sub>x</sub> O sebesar x = 0,01 ; 0,02 ; 0,03 ; 0,04;.....	49
Tabel 3.2 Informasi yang terkandung dalam karakter tinggi, posisi, serta lebar dan bentuk puncak difraksi (Pratapa, 2004).....	51
Tabel 4.1. Analisa Hasil Pengujian XRD <i>Mechanical Milling 2H</i> .....	66
Tabel 4.2. Hasil Analisa XRD <i>Mechanical Milling 4H</i> .....	72

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Salah satu potensi yang menjanjikan dan dimiliki oleh piranti elektronik yang berbasis material semikonduktor adalah penyimpanan energi (*harvesting energy*). Aplikasi menyimpan energi dengan menggunakan material berbasis semikonduktor antara lain sel surya (*solar cell*), piezoelektrik, dan termoelektrik. (Han, *et al*, 2011). Fokus dari penelitian ini adalah termoelektrik. Termoelektrik merupakan salah satu teknologi konversi pasokan listrik, yang bertindak sebagai *interchanger* antara panas dan listrik melalui bahan semikonduktor (Min, *et al*, 2007).

Material termoelektrik berpeluang untuk meningkatkan efisiensi dalam proses industri dengan mengkonversi panas buang menjadi energi listrik yang bermanfaat. Pada beberapa proses umumnya menggunakan temperatur diatas 500°C, contohnya, pada *termogenerator* berbasis logam tidak cocok karena reaktif dalam udara pada temperatur tinggi.

Efisiensi konversi energi material termoelektrik biasanya dinilai dalam bentuk *figure of merit* ( $ZT$ ) dimana, perkalian dari  $\alpha^2$ ,  $\sigma$ ,  $T$  dibagi dengan  $\kappa$ . Adapun,  $\alpha$ ,  $\sigma$ ,  $\kappa$ , dan  $T$  merupakan koefisien *seebeck*, resistivitas listrik, konduktivitas panas, dan temperatur. Terdapat beberapa pendekatan yang dapat meningkatkan nilai dari *figure of merit* yaitu, menurunkan konduktivitas termal, menurunkan resistivitas listrik dan meningkatkan nilai koefisien *seebeck*. Parameter ini saling berkaitan satu dengan lain, contohnya saja *carrier cocentration*, struktur pita, *vacancies*, cacat. Sehingga efisiensi konversi termoelektrik tinggi harus di kondisikan dalam keadaan optimum dalam setiap variabel (Kinemuchi,2007).

Tidak semua material semikonduktor dapat digunakan untuk material termoelektrik. *Doping* merupakan metode yang efektif untuk mengubah sifat fisik (misalnya sifat optik, magnet dan



listrik) pada material dan akan memperluas aplikasi/penerapannya pada material tersebut dari sifat dasarnya (Li, Y, *et al*, 2014).

Material *Berrilium Telluriade* ( $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ ) merupakan material yang biasanya digunakan dalam aplikasi termoelektrik karena nilai ZT nya sangat besar yaitu  $ZT = 2$  namun terbatas dapat diaplikasikan dalam temperatur  $T < 800$  K, karena material berbasis  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  akan mengalami oksidasi, pergantian fasa ketika diaplikasikan pada temperatur tinggi (Tian-Tian, *et al*, 2016).

Material termoelektrik yang diaplikasikan pada temperatur tinggi berbasis oksida yakni ZnO. ZnO material merupakan bahan yang murah, *environmentally* dan bagus menjadi kandidat *n-type* material temoelektrik berbasis oksida. Dengan *wide band gap* yang cukup besar (3,37 eV) material ini tahan terhadap temperatur tinggi dan memiliki stabilitas kimianya yang baik, meskipun nilai ZT dari ZnO kecil, dan konduktivitas listriknya berkisar  $10 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$  dan konduktivitas termalnya berkisar  $48 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  (Tian-Tian, *et al*, 2016). Efisiensi dari ZnO sangatlah kecil dengan nilai ZT pada temperatur  $800^\circ\text{C}$  sebesar 0.2 (J.P. Wiff, *et al*, 2008)

Untuk meningkatkan kemampuan termoelektrik pada material ZnO perlu merubah sifat fisik dengan memberi *doping* logam, non logam atau logam mulia. Material yang digunakan sebagai *doping* dengan material (Gol. III) seperti Gallium (Ga), Flourine (F), Indium (In), Manganese (Mn) dan Aluminium (Al). Aluminium (Al) sebagai *doping* dimaksudkan untuk meningkatkan konduktivitas listrik.

Ketika semikonduktor ZnO di *doping* menjadi ekstrinsik, dengan penambahan Al nilai konduktivitas listriknya meningkat menjadi  $5 \times 10^4 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$  -  $9 \times 10^4 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$  (Tsubota, *et al* ; N.Ma, *et al* 2010 ; L.Han, *et al* 2014). Salah satu tujuan dilakukan pendopingan adalah untuk meningkatkan konduktivits listrik semikonduktor. Sedangkan nilai ZT untuk ZnO *doping* Al pada temperatur 1000, 1273, 1247 K masing-masing 0.2-0.4 ; 0.59 ; 0.65 (Martin Sondergaard, *et al*, 2013).

---

## BAB I PENDAHULUAN



Ada beberapa macam metode manufaktur yang digunakan dalam membuat material semikonduktor yang digunakan untuk termoelektrik. Metode manufakturnya antara lain *mechanical alloy* (MA) dan *spark plasma sintering* (SPS), *nano precipitation* (NP), *high energy ball milling* (HEBM) dan *hot press* (HP), *melting, anilling, grinding* (MAG), *solid state reaction*(SSR), *melt spinning*(MS), *solvothermal synthesis*(SS), *hydro termal synthesis* (HS), *electroless etching* (EE), dan *self assembled nano phase* (SNAP) (Chena, *et al*, 2012).

*Mechanical milling* adalah sebuah teknik pencampuran yang berupa metode reaksi padatan (*solid state reaction*) dari beberapa logam (*alloy*) dengan memanfaatkan proses deformasi untuk membentuk suatu paduan. Disamping proses ini sangat mudah, juga relatif murah karena proses ini tidak membutuhkan proses pemanasan pada suhu tinggi selain itu *mechanical milling* dapat menghasilkan serbuk *nanocrystalline* (Salah, *et al*, 2011; Glushenkov, *et al*, 2009).

Selama proses *mechanical milling*, serbuk secara periodik terjebak diantara bola-bola yang saling bertumbukan secara plastis terdeformasi. Bola-bola yang saling bertumbukan tersebut menyebabkan perpatahan, kemudian terjadi penyatuan dingin (*cold welding*) dari serbuk-serbuk secara elementer (Ozdemir, *et al*, 2008)

Melihat potensi yang dimiliki oleh ZnO maka dilakukan penelitian terhadap Pengaruh Penambahan  $Al_2O_3$  dan *waktu milling* terhadap Sifat Listrik dan Termal Material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  Dengan Metode *Mechanical Milling*.

## 1.2 Perumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh penambahan  $Al_2O_3$  terhadap sifat listrik material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  yang disintesis dengan metode *mechanical milling*?
2. Bagaimana pengaruh penambahan  $Al_2O_3$  terhadap sifat termal material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  yang disintesis dengan metode *mechanical milling*?



### 1.3. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah untuk memperoleh hasil akhir dari penelitian dengan tingkat keakuratan lebih yang lebih baik dan diinginkan, yaitu :

1. Pengotor pada serbuk  $ZnO$  dan  $Al_2O_3$  dianggap tidak ada
2. Kecepatan *Planetary Ball Milling* dianggap konstan
3. Temperatur *holding* pada proses *sintering* dianggap konstan.

### 1.4 Tujuan Penulisan

1. Menganalisis pengaruh penambahan  $Al_2O_3$  terhadap sifat listrik material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  yang disintesis dengan metode *mechanical milling*?
2. Menganalisis pengaruh penambahan  $Al_2O_3$  terhadap sifat termal material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  yang disintesis dengan metode *mechanical milling*?

### 1.5 Manfaat Penulisan

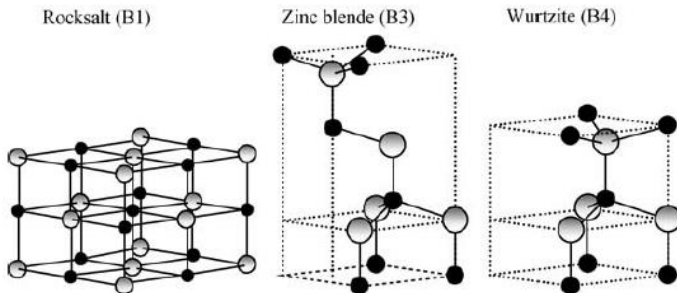
Penelitian ini bermanfaat untuk mengetahui pengaruh komposisi  $Al_2O_3$  serta waktu *milling* terhadap sifat termoelektrik dan mikrostruktur material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$ , sehingga didapatkan hasil optimum. Serta dapat menjadi acuan penelitian berikutnya terhadap material termoelektrik, khususnya material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$ .

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Material ZnO

ZnO merupakan material semikonduktor logam tipe-n golongan II-VI. ZnO dengan lebar band-gap (3,37 eV) dapat digunakan dalam aplikasi termoelektrik. Besarnya eksitasi energi ikat (60 MeV) pada kristal ZnO dapat membuat emisi elektron efisien pada suhu kamar dan efisien pada rentang panjang gelombang ultraviolet ( $< 400$  nm). Eksitasi ZnO dapat dilakukan di rentang panjang gelombang cahaya tampak (400- 800 nm) dan dapat dibuat sangat konduktif dengan adanya penambahan material *doping* (Wang, *et al*, 2012). ZnO merupakan zat padat berupa serbuk heksagon atau amorf yang putih jika dingin, kuning jika panas, pahit dan tidak berbau (Arsyad, 2001).



**Gambar 2.1.** Struktur Kristal ZnO: (a) *rocksalt*, (b) *zincblende*, (c) *wurtzite* (Morkoc dan Özgür, 2009)

Struktur Kristal ZnO terdiri atas tiga bentuk yaitu: *wurtzite*, *zinc blende*, dan *rocksalt* yang dapat ditunjukkan pada Gambar 2.1. Struktur *wurtzite* terbentuk pada kondisi tekanan normal dan fase termodinamika yang stabil. Sedangkan struktur ZnO *zinc blende* terbentuk pada substrat kubik, dan struktur *rocksalt* terbentuk pada kondisi dengan tekanan tinggi (Morkoc dan Özgür, 2009).



Bentuk dominan struktur kristal ZnO adalah *wurtzite hexagonal* karena stuktur ini adalah yang paling stabil pada suhu kamar. Bentuk heksagonal memiliki dua sub kisi yaitu  $Zn^{2+}$  dan  $O^{2-}$  yang mana bergantian membentuk bidang dasar. Susunan atom tetrahedral dalam struktur *wurtzite* adalah struktur *noncentrosymmetric* yang menimbulkan momen dipole.

Ini adalah karakteristik dari ZnO *wurtzite* yakni menimbulkan beberapa sifat yang unik seperti *piezoelektrik*. Konstanta kisi heksagonal ZnO adalah  $a = 3.25 \text{ \AA}$  dan  $c = 5.2 \text{ \AA}$ . Rasio  $c/a$  adalah sekitar 1.60 yang mana dekat dengan nilai yang ideal untuk sel heksagonal,  $c/a = 1.633$ .

Struktur *wurtzite* memiliki sel satuan heksagonal dengan dua parameter kisi  $a$  dan  $c$  dalam rasio  $c/a = 8 / 3 = 1,633$  (dalam struktur *wurtzite* ideal) dan memiliki grup ruang  $4 C_{6v}$  dalam notasi Schoenflies dan  $P6_3 mc$  dalam Notasi Hermann – Mauguin. Berikut Tabel 2.1 merupakan sifat fisik dari ZnO.

**Tabel 2.1.** Sifat fisik dari ZnO, (Heri Susanto, *et al*, 2015)

Sifat	Nilai
Struktur Kristal	<i>Wurtzite</i> (stabil pada 300 K)
	<i>Zinc blende</i>
	<i>Rocksalt</i>
Parameter kisi $a_0$	0.32495 nm
$C_0$	0.52069 nm
$C_0/a_0$	1.6
Kerapatan	$5.606 \text{ g/cm}^3$
Titik Lebur	$1975^0 \text{ C}$
Konduktivitas termal	0.6, 1-1.2
Koefisien linier ekspansi ( $^0 \text{ C}$ )	$a_0: 6.5 \cdot 10^{-6}$
	$c_0: 3.0 \cdot 10^{-6}$
Konstanta dielektrik relative	8.656
Indeks bias	2.008, 2.029
Energi gap	$3.3 \text{ eV}$ , <i>direct</i>

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA





Konsentrasi pembawa intrinsik (per $\text{cm}^3$ )	$10^{16} - 10^{20}$
Energi ikat eksitasi	60 meV
Massa efektif electron	0.24
Mobilitas elektron (T=300 K)	$200 \text{ cm}^2 / \text{V s}$
Massa efektif <i>hole</i>	0.59
Mobilitas <i>hole</i> (T=300 K)	$5-50 \text{ cm}^2 / \text{V s}$
<i>Typical impurities</i>	H, Al, In, Ga
<i>Typical defects</i>	<i>Zinc interstitials,</i>
	<i>oxygen vacancies,</i>
	<i>Zinc vacancies,</i> <i>complexes</i>

## 2.2 Alumunium Oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Alumina dengan rumus kimia  $\text{Al}_2\text{O}_3$  merupakan material yang sering digunakan dalam berbagai aplikasi karena alumina mempunyai karakteristik sifat fisik dan kimia yang tinggi seperti memiliki kekerasan yang tinggi, isolasi elektrik yang baik, tahan temperatur tinggi, titik lebur tinggi, ketahanan abrasi dan korosi yang tinggi dapat dilihat pada Tabel 2.2 Alumina merupakan oksida keramik yang paling banyak digunakan.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  memiliki struktur keramik heksagonal dimana parameter kisi  $a = 4.7588$ ,  $c = 12.991$ ,  $c/a = 2.72$ . densitas alumina  $3.97-3.986 \text{ g/cm}^3$ . Memiliki  $2/3$  bagian dari sisipan oktahedral, anion ( $\text{O}^{2-}$ ) menempati posisi HCP. bilangan koordinasi dari struktur *currondum* adalah 6, maka tiap ion  $\text{Al}^{3+}$  dikelilingi 6 ion  $\text{O}^{2-}$  dan tiap ion  $\text{O}^{2-}$  dikelilingi oleh 4 ion  $\text{Al}^{3+}$  untuk mencapai muatan netral, selain struktur heksagonal Alumina juga memiliki struktur octahedral, kation alumina memiliki kedudukan  $2/3$  di struktur octahedral, sedangkan anion oksigen hanya  $1/3$  kehadiran oksigen dalam struktur octahedral membuat ikatan yang kuat dan mengakibatkan sifat alumina mengalami kenaikan (Karen Davis, 2010).



Penggunaan alumina dalam bidang elektronik diakui luas, yaitu berguna dalam interkoneksi, resistansi, kapasitor. Dalam aplikasi biasanya digunakan sebagai *substrate* dalam sirkuit hybrid, sebagai *multi-layer interconnection circuits*, dan *hyper frequency resonators* dalam *handphone*. (*Ibid. Use of Electronic Ceramics*). Sebagai material doping, Al dengan unsur golongan III, aluminium merupakan unsur terbaik dalam meningkatkan konduktivitas listrik dan menurunkan resistivitas listrik, yang berguna dalam material termoelektrik semikonduktor tipe-n (Khuili, Mohamed *et al*, 2015 ).

**Tabel 2.2.** Alumina Properties,(Karen Davis,2010).  
*Electrical properties*

<i>Dielectric Strength</i>	2.5 mm tk	ac-kv/mm	10
<i>Dielectric Constant</i>	1 MHz	-	9.7
<i>Volume Resistivity</i>	20°C	Ohm-cm	$>10^{14}$
<i>Volume Resistivity</i>	300°C	Ohm-cm	1010
<i>Volume Resistivity</i>	1000°C	Ohm-cm	106
<i>Loss Factor</i>	1 MHz	-	0.009
<i>Dissipation Factor</i>	1 MHz	-	0.0001

*Thermal properties*

<i>Max. working temp</i>	-	°C	1700
<i>Coef. Thermal Expansion</i>	25-300°C	$10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	7.8
<i>Coef. Thermal Expansion</i>	25-1000°C	$10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	8.1
<i>Thermal Conductivity</i>	20°C	W/m°K	28

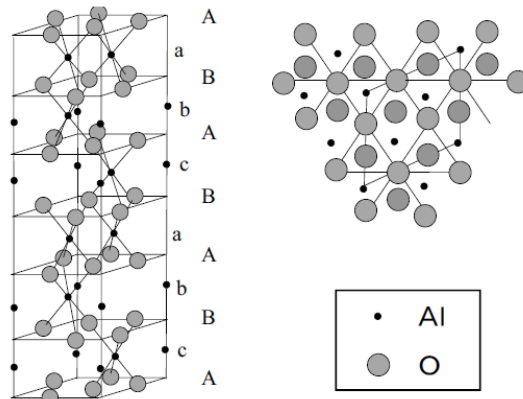
*Mechanical Conditions*

<i>Properties</i>	<i>Conditions</i>	<i>Units</i>	<i>Values</i>
<i>Bulk Density</i>	20°C	g/cm <sup>3</sup>	3.96
<i>Tensile Strength</i>	20°C	Mpa	220
<i>Flexural Bending</i>	20°C	> Mpa	410

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA



<i>Strength</i>			
<i>Elastic Modulus</i>	20°C	Gpa	375
<i>Hardness</i>	20°C	Kg/mm <sup>2</sup>	14
<i>Fracture Toughness</i>	20°C	Mpa-m <sup>1/2</sup>	4-5
<i>Porosity</i>	20°C	%	0



**Gambar 2.2.** Struktur  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (Saalfeld & Mehrotra, 1965).

### 2.3 Diagram Fasa $\text{ZnO-Al}_2\text{O}_3$

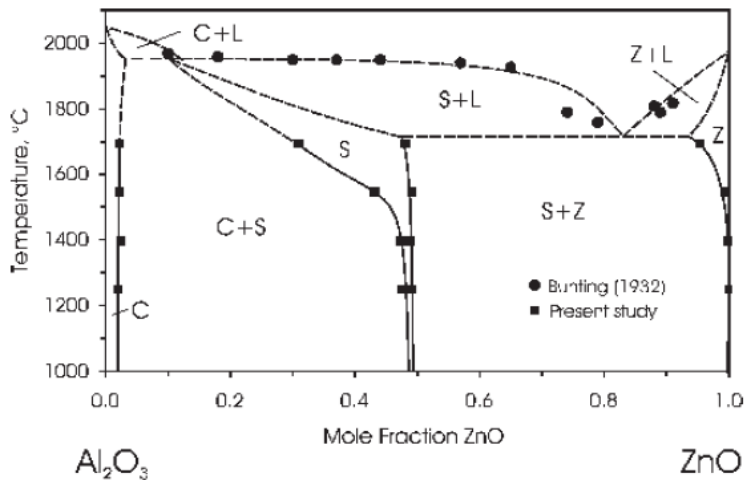
Liquidus pada sistem ditentukan dengan melakukan pengamatan terhadap fusi dari beragam campuran dari oksida aluminium murni dan zinc dipanaskan pada temperatur konstan yang berbeda di krusibel terbuat dari paduan Ir/Pt pada *furnace* induksi. Sampel secara visual diperiksa pada temperatur kamar setelah pendinginan dan diperiksa sudah berdifusi atau belum. Data yang didapatkan dari penelitian sebelumnya oleh Bunting (1932) disempurnakan dengan data terbaru yang didapatkan dengan proses tadi sehingga dapat digambarkan dalam diagram fasa biner seperti pada Gambar 2.3

Titik leleh dari  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{ZnO}$  murni didapatkan sekitar



2054°C dan 1970°C. Terdapat tiga fasa solid pada sistem; *corundum* ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), *spinel* ( $\text{Zn}_x\text{Al}_{3-x}\text{O}_{4+y}$ ), dan *zincite* ( $\text{ZnO}$ ). Ditemukan bahwa sekitar 2 mol pct ZnO dilarutkan dengan *corundum* dari 1250°C hingga 1695°C. Komposisi dari *spinel* mendekati *gahnite* ( $\text{ZnAl}_2\text{O}_4$ ) ketika berada di ekuilibrium dengan *zincite*; namun, kelarutan signifikan dari  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada *spinel* ditemukan pada temperatur yang lebih tinggi dalam ekuilibrium dengan *corundum*. Kelarutan maksimum dari  $\text{Al}_2\text{O}_3$  di *zincite* adalah 4.7 mol pct pada 1695°C dan kelarutannya menurun secara cepat dengan menurunnya temperatur ke <0.5 mol pct pada 1550°C dan di bawahnya (Hansson, Zhao, Hayes, & Jak, 2005). Terlihat bahwa pada Gambar 2.3 tidak ada *solid solution* pada daerah ZnO.

Menurut G. Heiland *et al.* (1959), disimpulkan bahwa pada sistem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -ZnO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tidak terlarut pada ZnO. Namun, penambahan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada ZnO merupakan satu contoh semikonduktor dengan *doping* tipe-n. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Tsubota *et al* (1997), menunjukkan bahwa pada sampel  $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ , fasa spinel ( $\text{ZnAl}_2\text{O}_4$ ) mulai terdeteksi ketika  $x \geq 0.02$



**Gambar 2.3.** Diagram Fasa Biner ZnO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (L) Liquid, (C) Corundum, (S) Spinel, (Z), Zincite (Hansson, 2005).

## 2.4 Material Semikonduktor

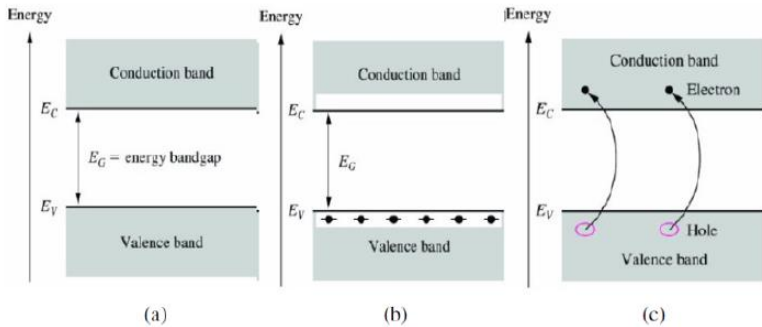
Material zat padat dibagi menjadi tiga berdasarkan sifat listriknya, yaitu konduktor, isolator dan semikonduktor. Selain sifat listrik, juga dapat dilihat dari jarak antara pita konduksi dan pita valensinya. Pada material konduktor, terdapat pita konduksi dan pita valensi yang saling menumpuk. Pada isolator jarak keduanya cukup jauh, sedangkan pada material semikonduktor, jarak keduanya tidak terlalu jauh dan ini memungkinkan terjadinya tumpang tindih jika dipengaruhi energi dari luar seperti efek pendopongan, panas, medan magnet dan tegangan yang cukup tinggi.

Semikonduktor adalah sebuah material dengan nilai konduktivitas yang berada diantara isolator dan konduktor. Konduktivitas memegang peranan penting di dalam proses transpor atau pergerakan elektron atau *hole* didalam material. Pada semikonduktor posisi tingkat energi Fermi tergantung dari bahan material semikonduktor tersebut. Semikonduktor tipe-n ,



pembawa mayoritas muatan adalah elektron, posisi tingkat fermi berdekatan dengan pita konduksi dan semikonduktor tipe-p, pembawa mayoritas muatan adalah *hole*, posisi tingkat energi Fermi berdekatan dengan pita valensi. Jarak antara pita konduksi dan pita valensi ini dinamakan celah pita atau *bandgap* energi. Celah pita energi adalah energi yang diperlukan suatu elektron untuk dapat tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Semakin besar jarak celah pita semakin sulit elektron untuk dapat tereksitasi dan semakin berkurang dampak efek fotokatalisis yang akan diberikan. Besarnya energi celah pita ini dapat diukur dengan menggunakan panjang gelombang cahaya yang mengeksitasi elektron (Ningsih, 2012).

Berdasarkan konsep pita energi, semikonduktor merupakan bahan yang pita valensinya hampir penuh dan pita konduksinya hampir kosong dengan lebar pita terlarang  $E_g$  sangat kecil ( $\pm 1$  hingga  $2$  eV). Pada suhu  $0$  K, bahan semikonduktor akan berlaku sebagai isolator dengan pita valensinya terisi penuh dan pita konduksi kosong. Namun pada suhu kamar, bahan semikonduktor akan mempunyai sifat konduktor. Energi termal diterima oleh elektron-elektron pada pita valensi. Jika energi termal lebih besar atau sama dengan  $E_g$ -nya maka elektron-elektron tersebut mampu melewati celah energi terlarang dan berpindah ke pita konduksi sebagai elektron hampir bebas. Elektron-elektron tersebut meninggalkan kekosongan pada pita valensi yang disebut dengan lubang (*hole*). *Hole* pada pita valensi dan elektron hampir bebas pada pita konduksi itulah yang berperan sebagai penghantar arus pada semikonduktor, dimana elektron merupakan pembawa muatan negatif dan *hole* merupakan pembawa muatan positif.



**Gambar 2.4.** Struktur pita energi pada semikonduktor  
(Ariswan, 2010: 3).

Berdasarkan Gambar 2.4(b), setiap atom penyusun kristal semikonduktor memiliki sejumlah elektron valensi pada kulit terluarnya yang menempati keadaan valensi, keadaan elektron valensi ini memiliki tingkat energi yang besarnya  $E_V$ . Elektron valensi ini berkontribusi pada pembentukan ikatan kovalen antara atom-atom penyusun kristal semikonduktor. Sedangkan Gambar 2.4(a) adalah keadaan dimana elektron sudah terbebas dari ikatan kovalen disebut keadaan konduksi dengan tingkat energi  $E_C$ . Apabila kristal semikonduktor tersebut temperaturnya dinaikkan maka akan ada penambahan energi termal yang menyebabkan terputusnya ikatan kovalen yang terbentuk. Pemutusan ikatan kovalen ini akan menghasilkan elektron bebas yang sudah dalam keadaan konduksi dengan tingkat energi  $E_C$ .

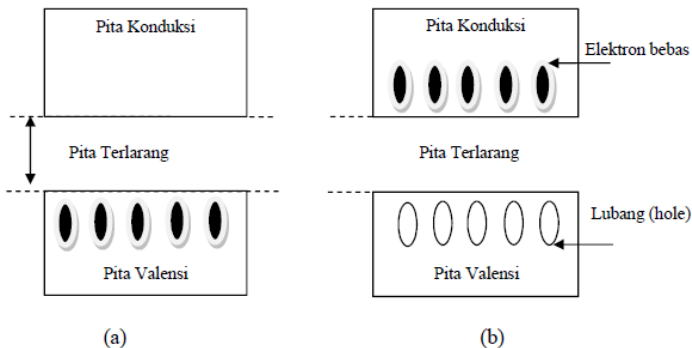
Pada Gambar 2.4(c) diilustrasikan keadaan elektron konduksi dimana setelah terjadinya pemutusan ikatan kovalen, elektron valensi pada tingkat energi  $E_V$  akan berpindah ke keadaan konduksi dengan tingkat energi  $E_C$ . Selisih antara tingkat energi konduksi dengan tingkat energi valensi ini dinamakan energi celah pita (*energy gap*) yang merupakan energi minimal yang dibutuhkan untuk memutuskan ikatan kovalen pada kristal semikonduktor.



Bahan semikonduktor dapat dibedakan menjadi dua jenis, yaitu semikonduktor intrinsik dan semikonduktor ekstrinsik.

### 1. Semikonduktor intrinsik

Semikonduktor intrinsik adalah suatu bahan semikonduktor dalam bentuk yang sangat murni, dimana sifat-sifat kelistrikan ditentukan oleh sifat-sifat asli yang melekat pada unsur tersebut. Contohnya adalah silikon dan germanium. Dalam semikonduktor intrinsik, banyaknya *hole* di pita valensi sama dengan banyaknya elektron di pita konduksi. Gerakan termal terus menerus menghasilkan pasangan elektron-hole yang baru, sedangkan elektron-hole yang lain menghilang sebagai akibat proses rekombinasi. Konsentrasi (rapat) *hole*  $p$  harus sama dengan konsentrasi (rapat) elektron  $n$ , sehingga dengan ini disebut konsentrasi atau rapat intrinsik seperti pada Gambar 2.5.



**Gambar 2.5.**Keadaan pita energi semikonduktor intrinsik. (a) Pada suhu 0 K dan (b) Diatas suhu 0 K. (Thomas Sri Widodo, 2002).

### 2. Semikonduktor ekstrinsik

Semikonduktor ekstrinsik terbentuk akibat ketidakmurnian dengan cara memasukkan elektron atau hole yang berlebih. Semikonduktor ekstrinsik lebih dikenal dengan semikonduktor tak murni. Kemampuan konduksi arusnya kecil dengan sifat kelistrikan yang dikendalikan oleh impuritas atau pengotor yang diberikan pada doping. Semikonduktor ekstrinsik





terdiri menjadi dua tipe yaitu semikonduktor tipe-p dan semikonduktor tipe-n.

a. Semikonduktor tipe-p

Semikonduktor tipe-p dapat dibuat dengan menambahkan sejumlah kecil atom pengotor trivalen pada semikonduktor murni. Atom pengotor (dopan) ini mempunyai tiga elektron valensi sehingga secara efektif hanya dapat membentuk tiga ikatan kovalen. Saat sebuah atom trivalen menempati posisi atom dalam kisi kristal, terbentuk tiga ikatan kovalen lengkap dan tersisa sebuah muatan positif dari atom silikon yang tidak berpasangan yang disebut lubang (*hole*).

Material yang dihasilkan dari proses pengotoran ini menghasilkan pembawa muatan negatif pada kristal yang netral. Karena atom pengotor (dopan) menerima elektron dari pita valensi, maka atom pengotor ini disebut sebagai atom akseptor. Semikonduktor yang didoping dengan atom-atom akseptor ini dinamakan semikonduktor tipe-p karena pembawa muatan positif jauh melebihi pembawa muatan negatif. Di dalam semikonduktor tipe-p akan terbentuk tingkat energi yang diperbolehkan yang letaknya sedikit di atas pita valensi. Oleh karena energi yang dibutuhkan elektron untuk meninggalkan pita valensi dan mengisi tingkatan energi akseptor kecil sekali, maka *hole* yang dibentuk oleh elektron-elektron ini merupakan pembawa mayoritas di dalam pita valensi, sedangkan elektron pembawa minoritas di dalam pita valensi.

b. Semikonduktor tipe-n

Perbedaan semikonduktor intrinsik dan semikonduktor tipe-n adalah pada semikonduktor intrinsik, terbentuknya elektron bebas disertai lubang yang dapat bergerak sebagai pembawa muatan. Sedangkan pada semikonduktor tipe-n, terbentuknya elektron bebas tidak disertai lubang tetapi berbentuk ion positif yang tidak dapat bergerak.

Pada diagram tingkat energi semikonduktor tipe-n, tingkat energi elektron yang kehilangan ikatan ini muncul sebagai tingkat diskrit dalam energi gap tepat di bawah pita konduksi,



sehingga energi yang diperlukan elektron ini untuk bergerak menuju pita konduksi menjadi sangat kecil. Dengan demikian, akan sangat mudah terjadi eksitasi pada suhu kamar. Tingkat energi elektron ini dinamakan aras donor dan elektron pengotor disebut donor karena elektron dengan mudah diberikan ke pita konduksi. (Ariswan, 2008).

Impuritas kristal dan pembentukan tingkat energi. Ketidaksempurnaan dalam suatu kisi sempurna dinamakan sebagai impuritas. Impuritas yang sering terjadi dalam pembentukan film tipis maupun *doping* adalah cacat titik (*point defect*) dan cacat garis (*dislocation*). Cacat titik merupakan cacat nol dimensi yang terdiri dari atom tunggal atau beberapa atom kompleks. Cacat titik meliputi *vacancy*, *interstitial* dan *antisite* (Morkoc, 1999).

*Vacancy* merupakan cacat yang terjadi ketika suatu atom tidak menempati posisi kisi kristal yang sebenarnya sehingga terjadi kekosongan. *Interstitial* terjadi ketika atom menduduki tempat yang berbeda dari yang biasanya akibat terjadi penambahan atom (*interstitial*), atau atom asing (*foreign atom*) yang biasa dinamakan sebagai *interstitial impurity*. *Antisite* terjadi ketika suatu atom digantikan oleh atom lain dalam kisi kristal. *Vacancy* dan *self-interstitial* termasuk cacat intrinsik, sedangkan *antisite* dan *interstitial impurity* merupakan cacat ekstrinsik (Gilmore, A.S). *Frenkel pair* (pasangan Frenkel) Termasuk dalam klasifikasi cacat titik yang merupakan cacat karena kekosongan berada dekat dengan *self-interstitial* (Zolnai, 2005).

Impuritas merupakan salah satu cara dalam mengembangkan bahan semikonduktor. Impuritas sendiri dapat menjadi perangkap bagi muatan pembawa yang berpengaruh pada rekombinasi muatan pembawa. (Zolnai, 2005)

## 2.5 Proses Mechanical Alloying

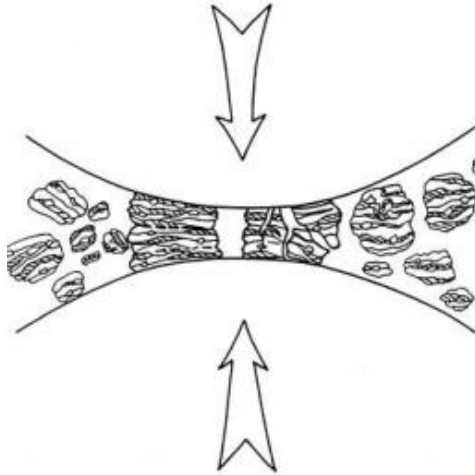
*Mechanical alloying* adalah sebuah teknik pencampuran yang berupa metode reaksi padatan (*solid state reaction*) dari beberapa logam (*alloy*) dengan memanfaatkan proses deformasi



untuk membentuk suatu paduan. *Mechanical Alloying* dapat digunakan untuk sintesis larutan padatan, nano partikel, paduan amorf, intermetalik, dan komposisi kimia. (MA), biasanya dilakukan di bawah atmosfer inert dalam *ball mill*.

Disamping proses ini sangat mudah, juga relatif murah karena proses ini tidak membutuhkan proses pemanasan pada suhu tinggi yang sangat memungkinkan sekali akan meningkatkan biaya proses pembuatan bahan ini. Ketika waktu *milling* meningkat, fraksi volume unsur-unsur dari bahan dasar menurun, sedangkan fraksi volume paduan meningkat. Ukuran, bentuk, kerapatan serbuk, dan derajat kemurnian mempengaruhi hasil akhir paduan.

Proses MA sebagian besar dipengaruhi oleh *thermodynamic* dan sifat kinetik pada system serbuk, intensitas milling dan temperatur. Saat dua bola bertumbukan ada serbuk dalam jumlah kecil yang terjebak di antara kedua bola tersebut, dan hal tersebut terjadi berulang ulang, ilustrasinya dapat di lihat pada Gambar 2.6 Selama proses mekanisme *mechanical alloying*, partikel campuran serbuk akan mengalami proses pengelasan dingin dan penghancuran berulang ulang. Ketika bola saling bertumbukan sejumlah serbuk akan terjebak di antara kedua bola tersebut. Beban *impact* yang di berikan oleh bola tersebut akan membuat serbuk terdeformasi dan akhirnya hancur. Permukaan partikel serbuk campuran yang baru terbentuk memungkinkan terjadinya proses pengelasan dingin kembali antara sesama partikel sehingga membentuk partikel baru yang ukurannya lebih besar dari ukuran semula. Kemudian partikel tersebut akan kembali mengalami tumbukan dan akhirnya kembali hancur, begitu seterusnya hingga mencapai ukuran yang nano. Dalam proses *Mechanical Alloying/ Mechanical Milling* sifat bahan juga berpengaruh terhadap hasil akhir. (Suryanarayana, 2001)



**Gambar 2.6.** Mekanisme terjadi tumbukan (Suryanarayana, 2001).

Beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam proses *mechanical alloying* agar didapatkan hasil yang sesuai keinginan adalah sebagai berikut:

### 1. Mesin *Milling*

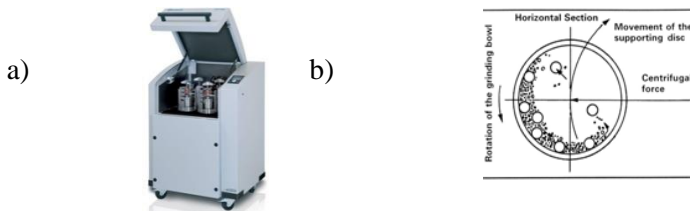
Mesin *milling* adalah mesin yang memutar wadah yang berisi bola-bola *milling* untuk menggiling paduan serbuk sehingga dapat mereduksi ukuran partikel serbuk. Mesin ini mampu meningkatkan peluang penghancuran dengan membuat gerakan bola-bola yang saling berbenturan dalam jumlah yang sangat banyak sehingga dapat meningkatkan homogenitas serta menurunkan porositas dalam pepaduan serbuk. Salah satu contoh dari mesin *milling* adalah mesin *Planetary Ball Mill*, proses ini dapat menghasilkan hingga 1000 gram serbuk dalam sekali proses *milling*. Hal tersebut dapat terjadi karena pada mesin *milling* tipe ini ada 4 wadah yang dapat dioperasikan bersama. Ada beberapa bahan bola – bola yang dapat dipakai di antaranya *silicone nitride*, *sintered corundum*, *zirkonia*, *chrome steel*, *tungsten*



*carbide*, dan *plastic polyamide*. Dengan spesifikasi dimensi 70 x 60 x 40 cm, voltage 380, daya 0,5 pk, kecepatan 0-700 rpm.

Energi yang dihasilkan berasal dari energi kinetik, semakin tinggi kecepatannya maka gaya atau *impact* yang dihasilkan juga semakin besar. Jika kecepatannya rendah maka *impact* energinya akan berkurang dan seandainya hal itu terjadi maka hanya akan terjadi *mixing* pada serbuk tersebut karena *ball mill* tidak memiliki cukup energi untuk menjadikan serbuk yang lebih kecil. Untuk ilustrasinya dapat di lihat pada Gambar 2.7.

Mekanisme pergerakan dari dari bola *milling* menggunakan *planetary ball mill* adalah sentrifugal yang mengarah kearah horizontal, dan dari *horizontal section* pergerakan dari bola yang dihasilkan pada kecepatan tertentu dapat memantul dari dinding tanpa jatuh kebawah. Hal ini dapat menyebabkan kekuatan *impak* yang dihasilkan antara bola *milling* dengan dinding vial dan bola *milling* dengan bola *milling* yang lain.



**Gambar 2.7** (a) *Planetary ball mill* (b) Pergerakan bola saat *grinding bowl* berputar (Suryanarayana, 2001)

## 2. Kontainer *Milling*

Material yang digunakan sebagai kontainer *milling* (*grinding vessel*, *vial*, *jar*, atau *bowl*) juga harus dipertimbangkan dikarenakan terjadinya tumbukan pada dinding dalam kontainer dapat menyebabkan kontaminasi pada serbuk yang di *milling* oleh material penyusun kontainer *milling*. Jika material penyusun kontainer berbeda dengan serbuk *milling*, akan menyebabkan kontaminasi. selain itu, jika material penyusun kontainer sama



dengan serbuk yang di *milling*, maka akan merubah komposisi kimia dari serbuk *milling*.

### 3. Kecepatan *Milling*

Untuk meningkatkan kecepatan *milling* sangat mudah, kecepatan maksimum tiap tipe *milling* akan berbeda, ketika perputaran ball mill semakin cepat, maka energi yang di hasilkan juga akan semakin besar. Tetapi di samping semua itu, design dari *milling* ada pembatasan kecepatan yang harus di lakukan. Sebagai contoh pada planetary *ball mill*, meningkatkan kecepatan akan mengakibatkan bola yang ada di dalam *chamber* juga akan semakin cepat pergerakannya, tenaga yang dihasikan juga besar. Tapi jika kecepatan melebihi kecepatan kritis maka akan terjadi *pinned* pada dinding bagian dalam sehingga bola-bola tidak jatuh dan tidak menghasilkan gaya *impact*. Jadi sebaiknya menggunakan kecepatan di bawah kecepatan kritisnya sehingga bola dapat jatuh dan menghasilkan tenaga *impact* yang optimal. Hal ini akan berpengaruh ke waktu yang di butuhkan untuk mencapai hasil yang di inginkan. Selain itu kecepatan yang tinggi juga akan menghasilkan temperatur yang tinggi. Hal ini menguntungkan di beberapa kasus yang memerlukan proses difusi untuk menunjang proses pemaduan pada serbuk, dan internal stressnya akan berkurang atau bahkan hilang sama sekali. Tapi di beberapa kasus peningkatan temperatur sangat merugikan karena dapat menghasilkan fasa yang tidak stabil selama proses *milling* berlangsung, dan ukuran serbuk dapat menjadi lebih besar. (Suryanarayana, 2001)

### 4. Waktu *Milling*

Waktu *milling* merupakan parameter terpenting dalam proses *mechanical alloying*. Waktu yang dibutuhkan tergantung oleh tipe mill yang digunakan, intensitas *milling*, BPR, dan temperatur *milling*. Penentuan waktu *milling* disesuaikan oleh kombinasi parameter lain dan partikel serbuk. Semakin lama waktu *milling* dapat meningkatkan kemungkinan terjadinya kontaminasi dan terbentuk fase yang tidak sesuai dengan yang



diharapkan. Pada umumnya, waktu diambil untuk mencapai kondisi yang tepat, yaitu jangka pendek untuk energi *milling* yang tinggi, dan jangka waktu lama ketika dengan energi *milling* yang rendah. Waktu yang dibutuhkan lebih sedikit untuk BPR dengan nilai-nilai yang tinggi dan waktu yang lama untuk BPR dengan nilai rendah.

*Milling time* berpengaruh terhadap pembentukan fasa yang terjadi. Semakin lama *milling time*, maka *interdiffusion* yang terjadi antar *powder* menjadi lebih kuat. Sehingga *powder* menjadi lebih reaktif untuk membentuk fasa baru. Selain itu, dengan penambahan *milling-time*, komposisi serbuk menjadi lebih homogen dan struktur yang terbentuk menjadi lebih halus.

### **5. Ball to Powder Weight Ratio (BPR)**

Perbandingan berat antara bola dengan serbuk (BPR) merupakan *variable* yang penting dalam proses *milling*. Perbandingan ini dapat memberikan efek yang cukup besar terhadap serbuk yang sedang di *milling*. Nilai BPR yang tinggi menyebabkan berat bola lebih besar sehingga energi yang ditransfer ke serbuk juga besar dan waktu yang diperlukan lebih cepat, dikarenakan bagian yang kosong pada *grinding ball* berkurang dan jumlah tumbukan akan meningkat. Dapat di simpulkan bahwa semakin besar nilai BPR-nya maka jumlah serbuk yang di *milling* menjadi lebih sedikit, dan jika nilai BPRnya rendah dapat menampung serbuk yang lebih banyak tetapi konsekuensinya memerlukan waktu yang lebih lama. (Suryanarayana, 2001)

Ukuran dari bola mempengaruhi efisiensi serta bentuk akhir serbuk setelah dilakukan proses *milling*. Ukuran yang besar dan densitas yang tinggi pada suatu bola menghasilkan energi *impact* yang besar. Jika menggunakan bola yang besar maka kemungkinan adanya kontaminan semakin besar, walaupun energi yang dihasilkan juga besar tapi bagian bola yang menumbuk serbuk akan semakin kecil luasnya, selain itu penggunaan bola yang besar juga mempercepat kenaikan temperatur yang berpengaruh pada paduan. Sedangkan jika



menggunakan bola kecil maka energi yang dihasilkan juga kecil, tapi proses terjadinya alloying bisa lebih maksimal, sehingga untuk memaksimalkan proses *milling* ini salah satunya adalah dengan menggunakan ukuran bola yang berbeda. (Kaloshkin, 2000). Sehingga dalam sistem kerjanya bola besar berfungsi untuk menghancurkan partikel, sedangkan bola kecil akan menghomogenkan partikel. Tetapi ada batasan dalam mengkombinasikan bola tersebut, jika perbedaan (bola besar dan bola yang kecil) terlalu besar maka di khawatirkan bola yang besar menghancurkan bola yang kecil.

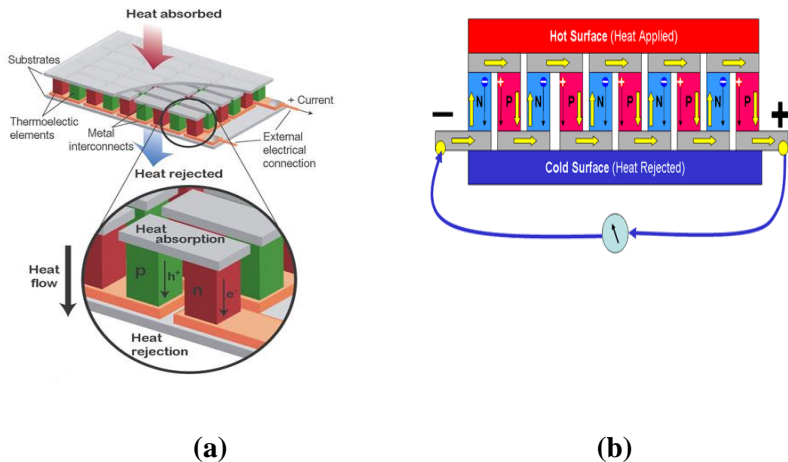
### 6. Proses Control Agent (PCA)

Serbuk partikel ada kemungkinan terkena *efek cold weld* antara partikel satu dengan partikel yang lain. Pemaduan (*alloying*) yang sempurna dapat terjadi ketika ada keseimbangan antara pengelasan dengan penghancuran dari serbuk serbuk tersebut. *Process control agent* atau biasa disebut pelumas di tambahkan ke dalam campuran serbuk selama terjadi proses *milling* untuk mengurangi efek dari *cold welding*. PCA berfungsi untuk mengurangi gesekan antar butir. PCA bisa berbentuk cairan, gas, maupun padatan.

### 2.6 Prinsip Dasar Termoelektrik

Termoelektrik merupakan salah satu teknologi konversi pasokan listrik baru, yang bertindak sebagai *interchanger* antara panas dan listrik melalui bahan semikonduktor. Secara fundamental, perangkat termoelektrik terdiri dari sambungan material semikonduktor yang didoping dengan logam. Material semikonduktor terdiri dari dua buah tipe yaitu tipe-p dan tipe-n. Kedua buah material semikonduktor tersebut dihubungkan secara seri dengan sebuah plat logam (*metal interconnects*). Diatas dan dibawah sambungan tersebut diberi *substrates* dari bahan keramik sebagai penahan panas dan dihubungkan secara paralel dan dapat dilihat pada Gambar 2.8 (a) dan (b).





**Gambar 2.8.** *Thermoelectric Generator (TEG).* (a) Aliran energi pada termoelektrik (Snyder & Toberer, 2008) ; (b) Model hubungan material tipe-p dan tipe-n pada termoelektrik(Electropeida, 2005).

Sebagai generator energi, panas yang diberikan menyebabkan pembawa muatan (*charge carriers*) dalam logam semikonduktor bergerak bebas (berdifusi) seperti molekul gas. Ketika terjadi perbedaan suhu antara dua sisi dari termoelektrik, maka pembawa muatan cenderung bergerak dan menyebar dari sisi yang panas ke sisi yang lebih dingin. Pada sisi dingin termoelektrik terjadi penumpukan muatan (negatif untuk tipe-n dan positif untuk tipe-p) yang menghasilkan *potential elektrostatik* (tegangan). Tegangan satu pasangan termoelektrik disebut *thermopile*. Tegangan yang dihasilkan oleh *thermopile* biasanya masih rendah sehingga disusun secara seri beberapa *thermopile* untuk menghasilkan tegangan yang cukup besar (Snyder & Toberer, 2008; Sparks, 2013).

Proses terjadinya pergerakan pembawa muatan akibat adanya perbedaan panas dikenal sebagai *seebeck effect* yang merupakan prinsip dasar dari termoelektrik (Snyder & Toberer,



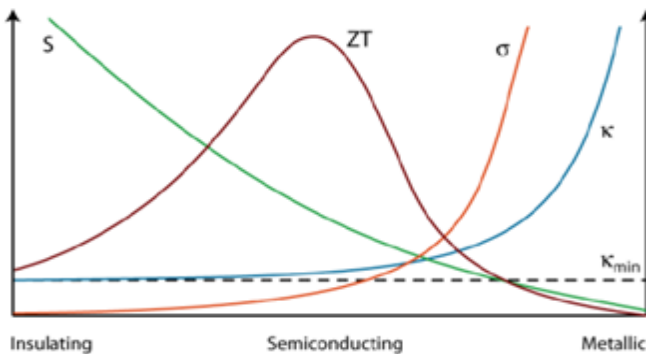
2008). Nilai koefisien *seebeck* merupakan sifat suatu material yang dipengaruhi oleh perubahan tegangan yang terjadi pada material semikonduktor terhadap perubahan perbedaan suhu pada material tersebut (Kasap, 2001).

$$S = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (2.1)$$

$S$  adalah koefisien *seebeck* dengan satuan  $\mu\text{V K}^{-1}$ .  $\Delta V$  adalah besarnya perbedaan voltase dengan satuan  $\mu\text{V}$ .  $\Delta T$  adalah besarnya perbedaan temperatur dengan satuan K (Kelvin).

Koefisien *seebeck* ini sangat berpengaruh dalam menghitung *performance* dari termoelektrik yang diukur dengan suatu besaran yang dikenal dengan sebutan *figure of merit*; (Iwasaki, Yamamoto, Kim, & Nakamoto, 2013).

$$ZT = \frac{S^2 \sigma T}{\kappa} \quad (2.2)$$



**Gambar 2.9.** Tipikal yang khas dalam termoelektrik (Sparks, 2013).

$ZT$  (*figure of merit*) dari material isolator, semikonduktor dan metal ditunjukkan pada Gambar 2.9.  $S$  adalah koefisien *seebeck* dengan satuan  $\mu\text{V}\cdot\text{K}^{-1}$ ,  $\sigma$  adalah konduktivitas listrik dengan satuan Siemen/m,  $\kappa$  adalah konduktivitas termal dengan satuan  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  dan  $T$  adalah temperatur termoelektrik dengan



satuan Kelvin. Berdasarkan persamaan (2.2), sifat material lain yang mempengaruhi *performance* dari termoelektrik adalah konduktivitas listrik ( $\sigma$ ) dan konduktivitas termal ( $\kappa$ ) dari material semikonduktor. Semua sifat material semikonduktor antara yang satu dengan yang lain saling berkaitan dan tidak berdiri sendiri. Fenomena inilah yang menyebabkan material logam dan non logam tidak dapat menjadi bahan untuk termoelektrik. Material yang memiliki sifat konduktivitas listrik dan konduktivitas termal yang tinggi akan memiliki sifat koefisien *seebeck* yang rendah sedangkan material yang memiliki sifat konduktivitas listrik dan konduktivitas termal yang rendah akan memiliki sifat koefisien *seebeck* yang tinggi. Untuk termoelektrik dibutuhkan material yang memiliki sifat konduktivitas listrik dan koefisien *seebeck* yang tinggi sedangkan sifat konduktivitas termal rendah. Material semikonduktor memiliki sifat tersebut karena besarnya *charge carriers*  $10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  (Sparks, 2013).

Sifat konduktivitas listrik material dipengaruhi oleh nilainya *resistivity* material tersebut. Nilai dari *resistivity* berbanding terbalik dengan konduktivitas listriknya (Snyder & Toberer, 2008).

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (2.3)$$

$\sigma$  adalah konduktivitas listrik dengan satuan Siemen/m,  $\rho$  adalah *resistivity* dari material semikonduktor dengan satuan  $\Omega\text{m}$ . Semakin besar nilai *resistivity* suatu material maka semakin kecil nilai konduktivitas listriknya.

Sifat konduktivitas termal berkaitan dengan perpindahan panas melalui material. Berdasarkan pandangan para ahli mengenai material, material yang padat terdiri dari elektron bebas dan atom yang terikat dalam susunan periodiknya yang disebut dengan *lattice* (kisi). Oleh sebab itu, perpindahan panas kemungkinan terjadi karena perpindahan elektron yang bebas dan getaran gelombang kisi. Bila dilihat sebagai fenomena partikel, getaran gelombang kisi tersebut disebut dengan fonon. Pada saat elektron dan fonon bersama-sama membawa energi panas



sehingga menyebabkan perpindahan panas pada material, besarnya konduktivitas termal dinyatakan dalam persamaan (Bergman, *et al*, 2011)

$$\kappa = \kappa_e + \kappa_{ph} \quad (2.4)$$

$\kappa$  adalah konduktivitas termal,  $\kappa_e$  adalah konduktivitas termal elektron dan  $\kappa_{ph}$  adalah konduktivitas termal *foton*. Konduktivitas termal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (Zhao, *et al.*, 2013):

$$\kappa = \rho \lambda C_p \quad (2.5)$$

$\kappa$  adalah konduktivitas termal, padahal density material yang sudah *disintering* dengan satuan  $\text{kg/m}^3$ ,  $\lambda$  termal *diffusivity* dengan satuan  $\text{m}^2/\text{s}$  dan  $C_p$  adalah *heat capacity* dengan satuan  $\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$ . Besarnya nilai konduktivitas termal elektron berkaitan dengan besarnya nilai resistivitas yang dihitung dengan menggunakan hukum *Wiedemann-Franz* sebagai berikut (Wang *et al.*, 2012).

$$\kappa_e = \frac{LT}{\rho} \quad (2.6)$$

$\kappa_e$  adalah konduktivitas termal elektron dalam  $\text{W/mK}$ ,  $L$  adalah *lorentz* number yang besarnya  $2.45 \times 10^{-8} \text{ W}\Omega\text{K}^{-2}$ ,  $T$  adalah temperatur dengan satuannya  $\text{K}$  dan  $\rho$  adalah resistivitas dengan satuan  $\Omega\text{m}$ . Besarnya nilai konduktivitas termal foton dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\kappa_{ph} = \frac{1}{3} C_p v_s \lambda_{ph} \quad (2.7)$$

$\kappa_{ph}$  adalah konduktivitas termalfoton dalam  $\text{W/mK}$ ,  $C_p$  adalah *heat capacity* dengan satuan  $\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$ ,  $v_s$  adalah kecepatan suara ( $\text{m/s}^2$ ) dan  $\lambda_{PH}$  adalah lintasan bebas dari fonon dengan satuan  $\text{m}$ . Untuk temperatur dari termoelektrik merupakan temperatur rata-rata ( $T_m$ ) pada termoelektrik. Besarnya temperatur rata-rata pada termoelektrik dinyatakan dalam persamaan:

$$T_m = \frac{T_C + T_H}{2} \quad (2.8)$$

$T_m$  adalah temperatur rata-rata dengan satuannya  $\text{K}$ ,  $T_C$  adalah temperatur sisi dingin dengan satuannya  $\text{K}$  dan  $T_H$  adalah temperatur sisi panas dengan satuannya  $\text{K}$  (Sparks, 2013).

---

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA



### 2.6.1 Paramater dalam Termoelektrik

#### A. *Figure of Merit* (ZT)

Suatu simbol atau lambang untuk menyatakan performa dari *thermoelectric*. Untuk material *thermoelectric* yang ideal, nilai dari ZT seharusnya bernilai  $\geq 1$  untuk menjaga efisiensi menjadi  $>10\%$ . Nilai ZT suatu material:

$$ZT = \frac{\alpha^2 \sigma T}{\kappa} \quad (2.9)$$

dimana:

$\alpha$  = koefisien Seebeck;

$\sigma$  = konduktivitas listrik material;

$\kappa$  = konduktivitas panas material;

#### B. Koefisien Seebeck

Kriteria untuk pengukuran koefisien Seebeck dari material *thermoelectric* adalah sebagai berikut: (i) baik temperatur maupun voltase harus diukur secara serentak ketika sistem dalam keadaan *steady state*, (ii) respon dari voltase serta perbedaan temperatur harus linear, dan (iii) temperatur dan voltase harus diukur pada titik yang sama. Hubungan Mott untuk koefisien Seebeck ditunjukkan dalam persamaan:

$$\alpha = \frac{\pi^2 \kappa_B}{3 q} \kappa_B T \left( \frac{1}{n} \frac{dn(E)}{dE} + \frac{1}{\mu} \frac{d\mu(E)}{dE} \right) \quad (2.10)$$

dimana:

$E = E_F$  (energi Fermi)

$T$  = temperatur,

$n(E)$  = densitas dari pembawa muatan pada suatu energi ( $E$ ),

$\mu(E)$  = mobilitas pada energi ( $E$ ),

$q$  = muatan elektronik

#### C. Konduktivitas Listrik

Merupakan konstanta proporsionalitas dari densitas arus dengan medan listrik yang diberikan; atau diartikan juga sebagai sebuah ukuran dimana suatu material dapat menghantarkan arus listrik (Callister & Rethwisch, 2009).

Konduktivitas listrik suatu material:

$$\sigma = e (\mu \cdot n + \mu \cdot p) \quad (2.11)$$

dimana:



$\mu_e$  = mobilitas elektron,  
 $\mu_h$  = mobilitas dari *hole*,  
 $n$  = nilai densitas dari elektron,  
 $p$  = nilai densitas dari *hole*.

#### D. Konduktivitas Termal

Konduktivitas termal adalah fenomena yang mana panas ditransfer dari daerah senyawa yang memiliki temperatur tinggi menuju ke daerah yang temperaturnya lebih rendah. Sifat yang menggambarkan kemampuan dari suatu material untuk mentransfer panas disebut dengan konduktivitas termal. Ketika sebuah jenis tunggal dari pembawa muatan menjadi yang dominan dalam sebuah material, jumlah dari konduktivitas panas ( $\kappa$ ) adalah jumlah dari konduktivitas panas dari kisi ( $\kappa_{lattice}$ ) dan konduktivitas panas dari pembawa muatan ( $\kappa_C$ ), sehingga,  $\kappa = \kappa_C + \kappa_{lattice}$ . Konduktivitas panas yang lebih rendah dapat diperoleh dengan memaksimalkan rasio  $\kappa_C/\kappa_{lattice}$ . Nilai konduktivitas termal suatu kisi pada material:

$$\kappa_{lattice} = D \cdot C_p \cdot \rho \quad (2.12)$$

Dimana:

$D$  = difusivitas termal,

$C_p$  = panas spesifik,

$\rho$  = densitas dari bahan.

Heat flux pada proses konduksi termal:

$$q = -k (dT/dx) \quad (2.13)$$

dimana:

$q$  = *heat flux* atau aliran panas, per satuan waktu per satuan luas (luas yang digunakan adalah yang tegak lurus dengan arah aliran),  
 $k$  = konduktivitas termal, konduktivitas termal bernilai negatif menandakan bahwa panas mengalir dari temperatur tinggi ke rendah.

$dT/dx$  = *temperature gradient* pada media konduksi

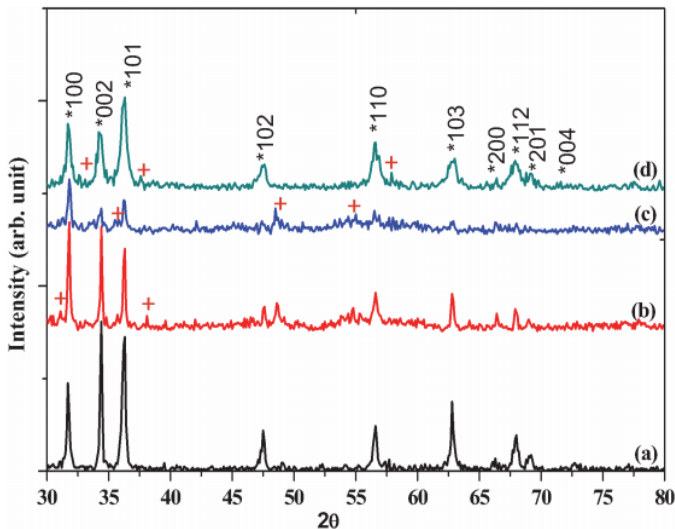
$dT$  = Selisih temperatur

$dx$  = Selisih tebal.



## 2.7 Penelitian Sebelumnya

Menurut Tamil Many, *et al* (2015) yang melakukan preparasi AZO Nanostructures (NSs) dengan konsentrasi Al 0.73, 1.28 dan 1.82 wt % menggunakan metode Termal *Chemical Vapor Deposition*, dimana dengan meningkatnya konsentrasasi dari ZnO doping Al menunjukkan meningkatnya nilai *Full-width half maximum* (FWHM) pada hasil analisa XRD. Semua puncak diindikasikan sebagai fasa *hexagonal wurtzite* ZnO. Dalam hasil XRD terdapat penambahan puncak yang dapat dilihat dengan ditandai (+) dalam Gambar 2.10, Puncak itu menandakan penyatuan dari  $Al^{3+}$  dengan radius ionik 53 pm dimana radius itu lebih kecil dari  $Zn^{2+}$  (74 pm) berhasil disatukan dalam ZnO NSs. Tidak ada impuritas yang terdeteksi dalam puncak XRD.



**Gambar 2.10.** Hasil XRD AZO Nanostructures (NSs) dengan konsentrasi Al 0.73, 1.28 dan 1.82 wt %, (Tamil Many, *et al* 2015).

Hasil XRD AZO Nanostructures (NSs) dengan konsentrasi Al 0.73, 1.28 dan 1.82 wt %, menunjukkan perbedaan nilai intensitas dan FWHM dapat dilihat dari tiga puncak tertinggi (100), (002)



dan (101) hal ini di sebabkan karena adanya efek doping Al dalam ZnO NSs. Puncak intensitas 0.73 dan 1.28 wt % menurun dikomparasikan dengan ZnO undoping hal ini mengindikasikan atom Al menggantikan posisi atom Zn di kisi ZnO secara substitusi.

**Tabel 2.3.** Hasil XRD AZO *Nanostructures* (NSs) dengan konsentrasi Al 0.73, 1.28 dan 1.82 wt %, (Tamil Many, *et al* 2015).

ZnO Diffraction plane	XRD Parameters	ZnO Sample (Al wt. %)			
		Un-doped (0.00)	Al-doped (0.73)	Al-doped (1.28)	Al-doped (1.82)
(100)	Peak center ( $\pm 0.001^\circ$ )	31.716 <sup>o</sup>	31.780 <sup>o</sup>	31.791 <sup>o</sup>	31.728 <sup>o</sup>
	Peak shift ( $\Delta 2\theta$ )	0.00	+0.064 <sup>o</sup>	+0.075 <sup>o</sup>	+0.012 <sup>o</sup>
	FWHM	0.207 <sup>o</sup>	0.169 <sup>o</sup>	0.208 <sup>o</sup>	0.466 <sup>o</sup>
(002)	Peak center ( $\pm 0.001^\circ$ )	34.387 <sup>o</sup>	34.405 <sup>o</sup>	34.337 <sup>o</sup>	34.320 <sup>o</sup>
	Peak shift ( $\Delta 2\theta$ )	0.00	+0.018 <sup>o</sup>	-0.050 <sup>o</sup>	-0.067 <sup>o</sup>
	FWHM	0.189 <sup>o</sup>	0.106 <sup>o</sup>	0.298 <sup>o</sup>	0.373 <sup>o</sup>
(101)	Peak center ( $\pm 0.001^\circ$ )	36.227 <sup>o</sup>	36.241 <sup>o</sup>	36.249 <sup>o</sup>	36.188 <sup>o</sup>
	Peak shift ( $\Delta 2\theta$ )	0.00	+0.014 <sup>o</sup>	+0.022 <sup>o</sup>	-0.039 <sup>o</sup>
	FWHM	0.316 <sup>o</sup>	0.134 <sup>o</sup>	0.213 <sup>o</sup>	0.518 <sup>o</sup>

Pergeseran puncak dari ZnO doping Al 0.73 dan 1.28 wt % bergeser ke arah kanan, pergeseran puncak ke derajat yang lebih tinggi atau bergeser ke kanan dari nilai standar ZnO, mengindikasikan pergantian dari atom  $Zn^{2+}$  (74 pm) menjadi  $Al^{3+}$  dengan radius ionik 53 pm dalam *lattice* ZnO, hal ini menjadikan formasi dari *lattice* ZnO doping Al menjadi lebih kecil terlampir dalam Tabel 2.3.

Tingginya difraksi puncak deviasi bidang (101) *ZnO doping Al* 0.73 wt % di bandingkan dengan 1.28 dan 1.82 wt % diakibatkan tingginya konsentrasi *defect* didalam kisi ZnO doping Al. Dengan meningkatnya konsentrasi doping Al, akan meningkatkan nilai *peak broadening* dan *noise*. Meskipun meningkatnya nilai intensitas dan menurunnya *peak broadening* selalu dapat dikorelasikan dengan tingginya kualitas kristal, seperti pada ZnO doping Al 0.73 wt %. Selain itu juga adanya *noise* dalam Xrd dan pergeseran puncak juga menunjukkan kualitas kristal dari ZnO doping Al menurun. Termasuk ZnO doping Al 1.82 wt % merefleksikan ketidakseragaman tegangan kisi dalam penggabungan atom Al didalam kisi ZnO sehingga





kristinalitas menjadi turun. Menurunnya nilai kristinalitas menunjukkan bahwa  $\text{Al}^{3+}$  menggantikan  $\text{Zn}^{2+}$  di dalam kisi  $\text{ZnO}$ .

Selanjutnya, Zohra Nazir, *et al* (2015) melakukan sintesis nanopartikel  $\text{ZnO}$  dengan temperatur kalsinasi 300, 400, 500, 600, 700 dan 750 °C. Hasil XRD menunjukkan  $\text{ZnO}$  nanopartikel, puncak menjadi lebih runcing dan meningkatkan nilai intensitas seiring pertambahan temperatur kalsinasi. Ini terjadi di tiga puncak tertinggi dari bidang (100), (002) dan (101). Meningkatkannya nilai intensitas menunjukkan keberadaan struktur *hexagonal wurtzite* di kisi  $\text{ZnO}$ . *Wurtzite* struktur sesuai dengan JCPDS 06-0644. Tidak ada puncak lain yang mengindikasikan fasa  $\text{ZnO}$ . Nilai kristalin meningkat seiring dengan meruncingnya puncak beriringan dengan meningkatnya temperatur kalsinasi. Nilai *crystalline* meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi. Terjadi perubahan pula dari *microstrain* akibat adanya temperatur kalsinasi. Panas kalsinasi menyebabkan atom zinc dan oksigen mengalami *defect* di *grain boundaries*. Kenaikan temperatur mengakibatkan penambahan energi, agar atom dapat berpindah tempat dari struktur kristal, dan butir yang *surface energy* kurang menjadi butirnya menjadi lebih besar karena penambahan waktu kalsinasi. Perubahan nilai *lattice parameter* a dan c menunjukkan bahwa temperatur kalsinasi dapat menyebabkan adanya oksigen vakansi, *point defect* mungkin juga cacat dislokasi. Pola XRD menunjukkan memiliki derajat kristalinitas lebih tinggi akibat temperatur kalsinasi.

Hsuan-Chung Wu, *et al* (2016) menjelaskan dengan penambahan dalam  $\text{ZnO}$  doping Al merupakan cara yang murah, tidak membutuhkan fabrikasi yang sulit, seperti fabrikasi temperatur tinggi, serta memiliki konduktivitas litrik yang bagus dan optik yang bagus.

Dengan peningkatan nilai doping AZO dengan teknik *pulsed laser deposition* menghasilkan resistivitas litrik sebesar  $8.54 \times 10^{-5} \Omega\text{-cm}$ , hal ini menunjukkan bahwa dengan



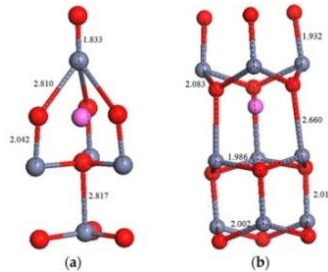
penambahan Al doping dapat menurunkan resistivitas listrik, dan meningkatkan nilai *carrier concentration*.

Penambahan AZO menggunakan metode *sol-gel spin coating* dengan variasi doping Al (1-5 wt %) menunjukkan bahwa volume *unit cell* AZO menurun dengan adanya peningkatan Al konsentrasi doping, hal ini diindikasikan atom  $\text{Al}^{3+}$  yang jari-jarinya atomnya lebih kecil dari Zn mensubstitusi  $\text{Zn}^{2+}$ , selain itu juga nilai *c lattice parameter* juga menurun karena penambahan konsentrasi *doping*.

Berdasarkan dari tingkat formasi energi dengan berbagai macam penambahan doping AZO menunjukkan, bahwa tingkat orde  $E_f(\text{Al}_{s(\text{Zn})}) < E_f(\text{Al}_{i(\text{tet})}) < E_f(\text{Al}_{i(\text{oct})}) < E_f(\text{Al}_{s(\text{O})})$ . ini mengindikasikan atom Al akan lebih dulu atau lebih mudah menggantikan atom Zn secara substitusi, kemudian atom Al melakukan interstisi dalam kisi ZnO, kemudian menggantikan atom O.

Struktur kristal, *lattice parameter*, *unit cell volume*, rata-rata panjang ikatan struktur dapat dihitung yang mana struktur  $\text{Al}_{s(\text{Zn})}$  dimana nilai ikatan Al-O lebih kecil (1.797 Å) dari pada nilai ikatan Zn-O sebesar (1.997 Å) mengindikasikan penyusutan dari *cell volume* ZnO. Penyusutan ini disebabkan karena perbedaan jari-jari ion  $\text{Al}^{3+}$  yang lebih kecil 0.51 Å dari pada  $\text{Zn}^{2+}$  yaitu 0.74 Å. Sebaliknya, ketika ketika atom O di substitusi oleh atom Al ( $\text{Al}_{s(\text{O})}$  *structure*), akan meningkatkan nilai ikatan Al-Zn yang mana akan meningkatkan nilai peregangan kisi.

Kehadiran atom Al secara interstisi akan meningkatkan nilai *lattice parameter* *c* dan meningkatkan regangan kisi. Gambar 2.11 menunjukkan bahwa adanya penggabungan secara interstisi atom Al didalam ikatan Zn-O dalam *tetrahedron* dan *octahedron* lokasi pada gambar tersebut. Menurut, Periasamy *et al*, mengobservasi nilai *c lattice parameter* meningkat dari 0.52052 menjadi 0.52422 nm karena meningkatnya konsentrasi Al dari 0 % sampai 6 %, bahwa ini mengindikasikan penggabungan ion  $\text{Al}^{3+}$  secara interstisi dalam struktur Kristal ZnO.



**Gambar 2.11.** Penggabungan secara interstisi atom Al didalam ikatan Zn-O dalam *tetrahedron* dan *octahedron* lokasi padal gambar tersebut, (Hsuan-Chung Wu, et al, 2016).

Penelitian Menggunakan metode *solid state* dilakukan oleh Tian-Tian, *et al*, (2016). *Multiple Doping* dari ZnO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, TiO<sub>2</sub>. Dengan persen molaritas sebesar 98.25% ZnO+0.25% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 1% mol MgO + 0,50% TiO<sub>2</sub>. Semua serbuk dicampur dalam *Planetary Ball Milling* selama 8 Jam. Kemudian dikeringkan pada temperatur 120°C selama 5 jam, lalu dikalsinasi pada temperatur 450 °C selama dua jam, dikompaksi pengerjaan dingin dalam ukuran 12 mm. Selanjutnya, di *sintering* 1200 °C menggunakan campuran gas nitrogen dan argon. Hasil menunjukkan bahwa Al doping yang digunakan meningkatkan nilai *carrier concentration*. Al meningkatkan *Hall mobility* dan *carrier concentration*, dengan konduktivitas elektrik sebesar (σ<sub>310K</sub>) of  $1.9 \cdot 10^5 \text{ S / m}^{-1}$ . dan nilai koefisien seebeck, dengan nilai maksimum *power factor* sebesar  $8.2 \cdot 10^{-4} \text{ w.m}^{-1}\text{k}^{-2}$ .

Khalid Mahmood,*et al* (2015) melakukan percobaan Peningkatan sifat termoelektrik *un-doped* ZNO menggunakan *molecular beam epitaxy* (MBE) dengan *annealing* temperatur 500-800 °C, dan dijaga mulai dari 100 % / 1 jam. Dengan adanya *annealing* temperatur 500-800 °C koefisien *seebeck* meningkat dari 222 menjadi 510μ v / K. dan *power factor*  $8.8 \times 10^{-6}$  menjadi



$2.6 \times 10^{-4} \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-2}$ . Dengan adanya *annealing* akan meningkatkan pertumbuhan struktur kristal. Hasil XRD menunjukkan bahwa FWHM dari ZnO bidang (002) hasilnya menurun, dan ukuran struktur kristal membesar ketika *annealing* temperatur meningkat. Studi *fotoluminesen* mengungkapkan bahwa intensitas emisi tepi band meningkat dan emisi cacat menurun karena temperatur *annealing* mengalami peningkatan. Peningkatan temperatur *annealing* mengakibatkan cacat emisi menurun. Karena emisi cacat menurun, nilai *hall measurement* dan konsentrasi pembawa juga menurun.

Søndergaard, *et al* (2013), Menggunakan beberapa metode dari bubuk ZnO dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang pada akhirnya bertujuan untuk membentuk Zn<sub>0.98</sub>Al<sub>0.02</sub>O. Metode yang digunakan yaitu: 1. *ball mill* dengan penambahan Al dan tanpa 2. co-presipitasi, kemudian diproses dengan *Spark Plasma Sintering* dengan tekanan 100 MPa dengan waktu pemanasan 1 menit dan *holding* selama 3 menit pada temperatur 780, 850, 900°C. *Microstructural properties*: meningkatkan temperatur *sintering* sama dengan meningkatkan ukuran partikel. Sampel yang di-*ball mill* mengalami *isotropic microstrain* yang mana hilang setelah perlakuan panas. Termal *Diffusivity*: semakin tinggi temperatur *sintering* maka akan semakin tinggi termal *diffusivity* karena butiran dan ukuran kristal bertambah besar. Ukuran partikel yang semakin kecil dibutuhkan untuk menurunkan konduktivitas panas. Nilai zT untuk doping Al dengan temperatur *sintering* 850°C mencapai 0.2 dan lebih rendah dibandingkan dengan temperatur *sintering* 900°C yaitu 0.3. tanpa doping hanya mencapai nilai zT 0.01 pada temperatur 700°C. Doping Al mencegah pertumbuhan butir dan menurunkan termal *diffusivity* ketika meningkatkan konduktivitas listrik, sehingga termoelektrik dari material ZnO yang didoping Al sangat menjanjikan.

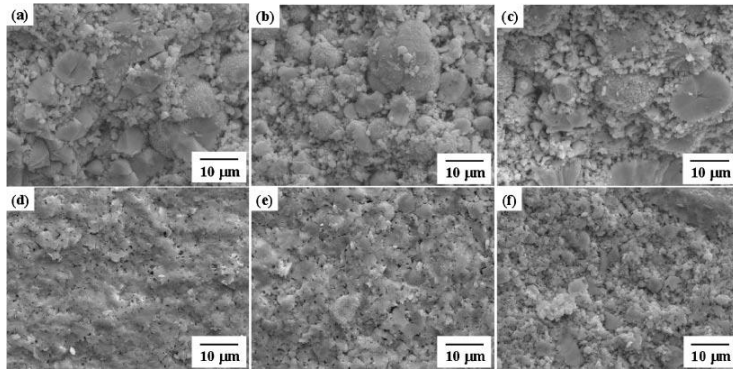
N.Ma *et al* (2010) Reaksi *solid state* dan menggunakan *Spark Plasma Sintering* (SPS), material Zn<sub>(1-x)</sub>Al<sub>x</sub>O (0 hingga 0,05). Menggunakan 2 bahan material yakni Zn(OH)<sub>2</sub> dan Al(OH)<sub>3</sub> dan ZnO dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Menggunakan PBM, dengan bola



zirconium di kecepatan 160 rpm, dikeringkan 343K, lalu di oven selama 12 jam. Kemudian dikalsinasi pada 773 K selama 2 jam dan kemudian disintering. Hasil material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  (0 hingga 0,05) menunjukkan fasa tunggal ZnO. Namun ketika dianalisa menggunakan TEM dan EDX, juga terdapat  $ZnAl_2O_4$  di fasa keduanya. Selain itu, peningkatan konduktivitas elektrik terlihat ketika penambahan Al, namun ketika di *compare* nilai konduktivitas elektrik  $Zn(OH)_2$  dan  $Al(OH)_3$  lebih besar dari ZnO dan  $Al_2O_3$ . Al doping juga menurunkan *grain size* dan konduktivitas termalnya menurun. Penambahan 4% Al nilai ZT nya lebih besar yakni 0.085 di 673 K, dibanding dengan ZnO murni.

Vinoth Kumar, *et al* (2016) Menggunakan teknik *ultrasonic spray pyrolysis*, dengan bahan material AIZO ; Zinc acetate dihydrate ( $Zn(OOCCH_3)_2 \cdot 2H_2O$ , *alumina cetylacetone* dan indium acetat. Zn prekursor di *miling* dengan kecepatan 300 rpm dan menggunakan rasio 5:1 selama satu jam. Selanjutnya dicampur asam asetat, air dan metanol dengan perbandingan 50:50:900 vol (ml). Hasil menunjukkan AIZO lapisan tipis memperlihatkan bahwa resistivitas elektriknya berada di antara  $2.35-4.5910^{-3} \Omega \text{ cm}$ . Selain itu, efek *ball milling* dalam mencampurkan prekursor dapat meningkatkan sifat fisika AIZO.

Pada Gambar 2.12 Penelitian yang dilakukan Lihua Zhang, *et al* (2008) menjelaskan analisa hasil dari distribusi ukuran partikel serbuk yang telah dilakukan PBM dengan perbedaan waktu, didapatkan rata-rata ukuran size menurun dengan penambahan waktu *milling* waktu, yang biasanya 4  $\mu\text{m}$  dulunya menjadi 1-2  $\mu\text{m}$  setelah dilakukan *milling time* selama 100 menit. Ketika waktu *milling* lebih dari 100 menit, rata-rata ukuran partikel tidak berubah secara drastis. Selain menurunkan ukuran partikel PBM juga membuat homogen ukuran partikelnya.



**Gambar 2.12.** SEM dari material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  menggunakan *Planetary Ball Milling* (PBM) dan tanpa menggunakan PBM, dimana  $x = 0.005; 0.01; 0.02$  setelah metode *spark plasma sintering*. (a)  $x = 0.005$ , tanpa PBM; (b)  $x = 0.01$ , tanpa PBM; (c)  $x = 0.02$ , tanpa PBM; (d)  $x = 0.005$ , Menggunakan PBM; (e)  $x = 0.01$ , Menggunakan PBM; and (f)  $x = 0.02$ , Menggunakan PBM. (Lihua Zhang, *et al.* 2008)

**Tabel 2.4.** Nilai *Lattice parameter*, (Lihua Zhang, *et al.* 2008)

Thermoelectric Properties of Solution Combustion Synthesized Al-Doped ZnO

2871

Table 1 Characteristics of SCSed Al-doped ZnO.

Experimental process	Sample names	Bulk densities (%(T.D.))	Lattice constants	
			$a$ (nm)	$c$ (nm)
Without PBM treatment before SPS	$x = 0.005$ , no PBM	86.9	0.3248	0.5200
	$x = 0.01$ , no PBM	89.1	0.3244	0.5206
	$x = 0.02$ , no PBM	88.9	0.3248	0.5210
PBM before SPS	$x = 0.005$ , PBMed	92.7	0.3233	0.5206
	$x = 0.01$ , PBMed	92.9	0.3241	0.5203
	$x = 0.02$ , PBMed	92.4	0.3241	0.5207

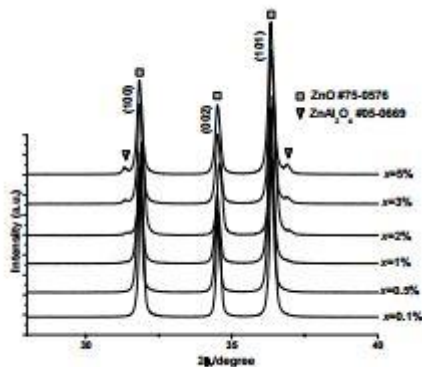
Pada Tabel 2.4 terlihat, perbedaan nilai  $c$  untuk  $x = 0.01$  lebih kecil dibanding dengan sampel  $x = 0.005$  dan  $x = 0.002$  mengindikasikan bahwa Al terdoping secara kecil, dan mengakibatkan nilai koefisien seebeck juga menurun.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA



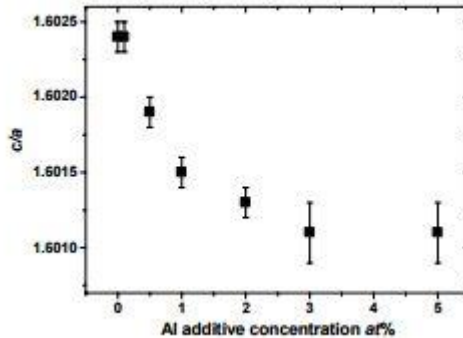
Penelitian yang dilakukan oleh J.P Wiff *et al* (2009) menggunakan metode *mechanical milling* dengan perbedaan konsentrasi doping (0,001;0,005;0,01;0,02;0,03;0,05) sampel  $Zn_{1-x}Al_xO$ . 50 gram, ZnO dan  $Al_2O_3$  di campur menggunakan keringkan dalam temperatur  $60^\circ C$  selama 24 jam, dan dilakukan *sieving*. Selanjutnya dikompaksi dengan ketebalan 55 mm,  $d=30mm$ , menggunakan alat hidrostatis pengerjaan dingin, 100Mpa, selama 1 menit. Kemudian sampel di *sintering* selama  $1400^\circ C$  selama 10 jam.

Hasil XRD Gambar 2.13 menunjukkan bahwa fasa ZnO merupakan fasa pertama yang mendominasi dan fasa kedua adalah  $ZnAl_2O_4$  yang muncul akibat penambahan konsentrasi doping lebih besar dari 1%.



**Gambar 2.13.** Hasil XRD sampel  $Zn_{1-x}Al_xO$  *sintering* (0,001;0,005;0,01;0,02;0,03;0,05). (J.P Wiff 2009).

Nilai *lattice parameter* a dan c dari sampel  $Zn_{1-x}Al_xO$  secara general menunjukkan bahwa nilai *lattice parameter* a cenderung naik ketika c mengalami penurunan, karena adanya pengaruh penambahan konsentrasi doping Al. Dengan adanya penambahan konsentrasi doping nilai *c/a* dari *lattice parameter* bisa menurunkan nilai sampai 1.6010 terlihat pada Gambar 2.14.

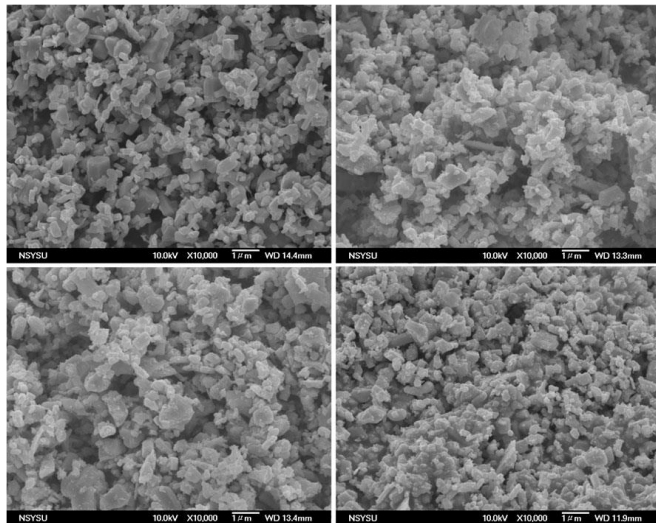


**Gambar 2.14.** Nilai *lattice parameter*  $c/a$  yang mengalami penurunan karena penambahan konsentrasi doping Al (J.P Wiff, *et al*, 2009).

Penambahan Al meningkatkan nilai dari koefisien seebeck, dengan *hall mobility* juga meningkat. Selain dengan adanya pendopingan dan kompresi juga meningkatkan *power factor*.

Selanjutnya, penelitian yang dilakukan oleh Yu-Hsien Chou, *et al*, (2011) dilakukan, Preparasi sampel AZO dilakukan dengan metode *solid state* ZnO (99.9 % ,Aldrich, Milwaukee, WI) dan serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (99.9%, Showa, Tokyo, Japan). Rata-rata ukuran partikel  $75\mu\text{m}$  untuk ZnO dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  40 nm. serbuk ZnO di campur dengan perbedaan jumlah  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (0,1,2, dan 2.5 wt %) dengan *ball milling* dengan *ethanol* menggunakan  $\text{ZrO}_2$  sebagai bola di botol polyetheyelene (PE) selama 24 jam. Serbuk *slurry* dipisah dengan YSZ bola menggunakan *sievieng* dengan ukuran lubang  $74\mu\text{m}$  , selanjutnya di keringkan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 24 jam, kemudian sampel di mortar, dan dikompaksi. Mikrostruktur sistem ZnO- $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan berbagai macam Kandungan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  disinter pada suhu  $1500^\circ\text{C}$  selama 6 jam ditunjukkan Gambar 2.15.





**Gambar 2.15** FE–SEM images of as-milled powders: (a) pure ZnO, (b) doping  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,5$  wt%, (c) doping  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 2$  wt% and (d) doping  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,5$  wt%, (Yu-Hsien Chou, et al, 2011).

Hasil uji (SEM) pada Gambar 2.15 menunjukkan morfologi permukaan yang di *milling* ZnO ; ZnO dengan doping  $\text{Al}_2\text{O}_3$  1,5 ; 2,0 dan 2,5 wt % Sampel diamati bahwa bentuk dan ukuran partikel rata- rata berkisar dari 0,2-1,3  $\mu\text{m}$ . Gambar 2.15 (a) menunjukkan bagian *sinter* dari *undoping* ZnO, yang menunjukkan pertumbuhan butir dengan distribusi normal. Pertumbuhan butir tidak normal tidak terdeteksi pada spesimen itu. Ukuran butir berkisar antara 15-30  $\mu\text{m}$ . Gambar 2.15 (b) - (d) menunjukkan bahwa ukuran butir menjadi lebih halus dan Bentuknya lebih tidak beraturan saat penambahan doping  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Fenomena penghambatan pertumbuhan butir, yang terjadi pada spesimen doping dikaitkan dengan  $\text{ZnAl}_2\text{O}_4$  fase kedua, menyebabkan efek tarikan partikel dan mengurangi *driving force* dari *mobilitas boundary*.(Rahaman 1995; Han *et al*, 2001).



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Bahan Penelitian

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

##### 1. Bubuk *Zinc Oxide* (ZnO)

*Zinc Oxide* merupakan semikonduktor yang digunakan sebagai bahan utama pembuatan termoelektrik dalam penelitian ini. Gambar 3.1 merupakan serbuk *Zinc Oxide*. Adapun *Zinc Oxide* yang digunakan memiliki kemurnian 99%. Didapatkan dalam bentuk bubuk berwarna putih yang diproduksi Emsure.



**Gambar 3.1.** *Zinc Oxide*

##### 2. Bubuk *Aluminium Oxide* (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

*Aluminium Oxide* digunakan sebagai dopan material *Zinc Oxide* untuk membuat semikonduktor tipe-n. Adapun *aluminium oxide* yang digunakan adalah fasa- $\alpha$  dengan ukuran 100 mesh dan kemurnian 99%. Didapatkan dalam bentuk bubuk berwarna putih yang diproduksi oleh Sigma- Aldrich. Gambar 3.2 merupakan serbuk *Aluminium Oxide*.



**Gambar 3.2.** *Aluminium Oxide*

### 3. Larutan *Ethanol Absolut*

*Ethanol Absolute* merupakan *Proses Control agent (PCA)* atau biasa disebut pelumas di tambahkan ke dalam campuran serbuk selama terjadi proses *milling* untuk mengurangi efek dari *cold welding*, berfungsi untuk mengurangi gesekan antar butir. Larutan *Ethanol absolute* ditunjukkan pada Gambar 3.3.



**Gambar 3.3.** *Larutan Ethanol*

### 3.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Gelas Ukur



Gelas ukur berfungsi untuk mengukur volume larutan. Gelas ukur yang digunakan dalam penelitian ini memiliki ukuran hingga 10 ml. Gambar 3.4 menunjukkan Gelas ukur.



**Gambar 3.4** Gelas ukur

## 2. Spatula

Spatula digunakan untuk mengambil bahan sintesis yang berbentuk padatan atau dalam penelitian ini berbentuk bubuk. Gambar 3.5 menunjukkan gambar Spatula.



**Gambar 3.5** Spatula

## 3. *Analytical Balance*

*Analytical Balance* digunakan untuk melakukan pengukuran yang presisi terhadap massa bubuk *zinc oxide* dan *aluminium oxide* pada penelitian ini. Adapun merk *analytical balance* yang digunakan adalah Mettler Toledo. Gambar 3.6 merupakan visualisasi dari *Analytical Balance*



**Gambar 3.6** *Analytical Balance*

#### 4. *Hot Plate Magnetic Stirrer*

*Hot Plate Magnetic Stirrer* digunakan untuk memanaskan atau menghilangkan *ethanol* dari sampel nanopartikel material  $Zn(1-x)Al_xO$ . Gambar 3.7 menunjukkan *Hot Plate Magnetic Stirrer*



**Gambar 3.7.** *Hot Plate Magnetic Stirrer*

#### 5. *Furnace*

*Furnace* digunakan untuk melakukan pemanasan dan *sintering* pada hasil *mechanical milling* sehingga dihasilkan nanopartikel material  $Zn(1-x)Al_xO$ . Gambar 3.8 merupakan visualisasi *Horizontal Furnace*



**Gambar 3.8** *Horizontal Furnace*

#### 6. *Crucible*

*Crucible* digunakan untuk wadah bubuk hasil *mechanical milling* ketika dimasukkan ke dalam *furnace*. Gambar 3.9 menunjukkan *Crucible*.



**Gambar 3.9.** *Crucible*

#### 7. *Planetary Ball Mill*

Menggunakan RESTch PM400 *Planetary Ball Mill* dengan tabung *Stainless Steel* dilakukan proses *mechanical alloying*. Gambar 3.10 merupakan visualisasi dari alat *Planetary Ball Mill*.



**Gambar 3.10** *Planetary Ball Mill*

#### 8. Bola Zirkonia

Pencampuran serbuk menggunakan metode *Mechanical Alloying* secara basah (*wet milling*) dan menggunakan *Planetary Ball Milling* (PBM) serta menggunakan bola zirkonia (BPR 3:1) dengan perbandingan bola kecil dan besar 2:1, atau ketentuan 37 bola zirkonia berukuran 5 mm dan 3 bola zirkonia berukuran 10 mm. Gambar 3.11 merupakan bola zirkonia dengan ukuran 10 mm.



**Gambar 3.11.** Bola Zirkonia

#### 9. Alat Kompaksi

Untuk memadatkan material  $Zn(1-x)Al_xO$  dibentuk *pellet* diperlukan sebuah alat Kompaksi. *Pellet* material  $Zn(1-x)Al_xO$  ini nantinya akan diuji dalam pengujian listrik. Gambar 3.12 Alat Kompaksi.





**Gambar 3.12** Alat Kompaksi

10. Mesin Uji *X-ray Diffractometer* (XRD)

Alat ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terbentuk pada material hasil sintesis.

11. Mesin Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX)

Alat ini digunakan untuk melakukan identifikasi morfologi material hasil sintesis, komposisi, serta persebaran unsur dalam material.

12. Alat Uji Konduktivitas Listrik (LRC meter)

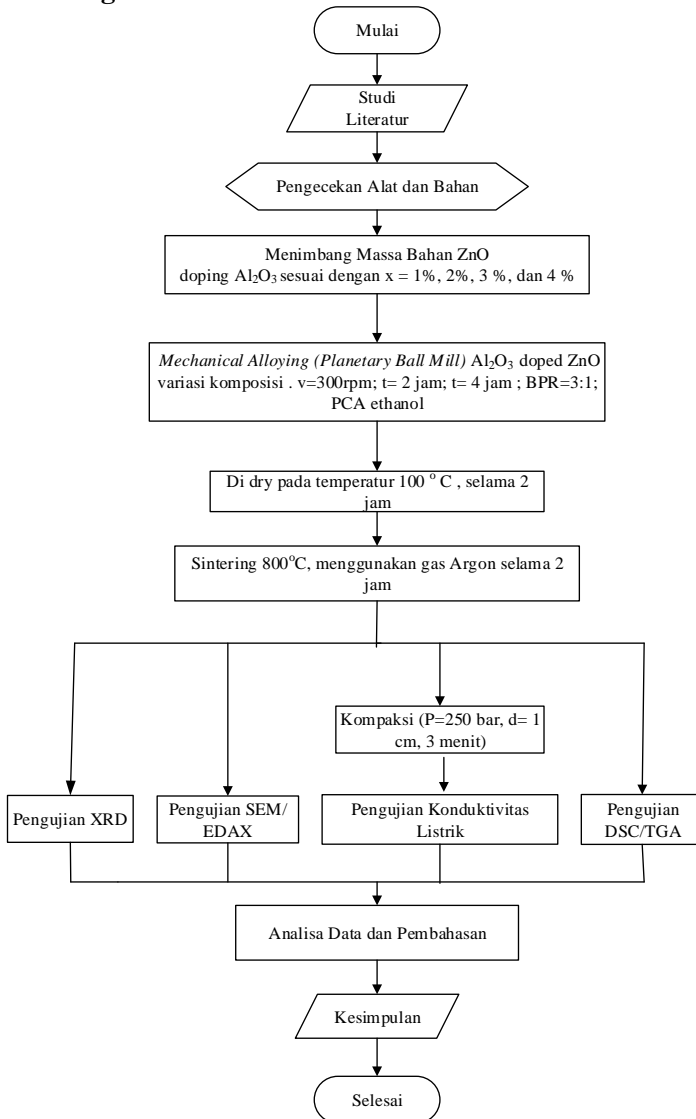
Alat ini digunakan untuk mengetahui sifat listrik dari material hasil sintesis.

13. Mesin Uji *Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis* (DSC-TGA)

Alat ini digunakan untuk mengetahui sifat termal dari material hasil sintesis.



### 3.3 Diagram Alir



**Gambar 3.13** Diagram Alir Penelitian



### 3.4 Prosedur Penelitian

Adapun prosedur penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mempersiapkan alat dan bahan sintesis
2. *Zinc Oxide* dan *Aluminium Oxide* ditimbang dengan menggunakan neraca digital dengan komposisi sesuai dengan perhitungan Pada Lampiran A. Untuk *doping* Aluminium oksida yang dilakukan pada penelitian ini diberikan nilai  $x$  untuk material  $ZnO_{(1-x)}Al_xO$  sebesar  $x = 0,01 ; 0,02 ; 0,03 ; 0,04$ ;. Tabel 3.2 merupakan perhitungan doping yang digunakan dalam percobaan.

**Tabel 3.1.** Komposisi material  $ZnO_{(1-x)}Al_xO$  sebesar  $x = 0,01 ; 0,02 ; 0,03 ; 0,04$ ;

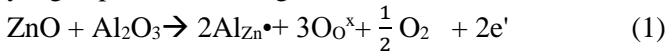
No	Doping	ZnO (gr)	$Al_2O_3$ (gr)	PCA Agent (Ethanol) (ml)
1	1 at%	9.943	0.06291	20
2	2 at%	9.8905	0.1264	20
3	3 at%	9.8369	0.19056	20
4	4 at%	9.7472	0.2528	20

3. Sintesis material  $ZnO$  *doping*  $Al_2O_3$  menggunakan metode *Mechanical milling* dilakukan pada lingkungan udara normal dalam mesin *milling* merk RETSCH PM400 selama 2 dan 4 jam dengan ketentuan kecepatan *milling* 300 rpm dan BPR= 3:1; dan ditambahkan *PCA ethanol*.
4. Setelah itu, dilakukan pengeringan menggunakan *hot plate* dengan temperatur 100 °C selama dua jam.
5. Selanjutnya, melakukan kalsinasi menggunakan *horizontal furnace* pada temperatur 800 °C selama dua jam dialiri gas argon, selanjutnya dilakukan kompaksi *powder* material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  hasil sintesis guna dibentuk *pellet* dengan ketentuan



serbuk seberat 1.5 gram, tekanan kompaksi 250 bar *holding time* 3 menit dengan diameter *pellet* sebesar 1 cm.

6. Dari masing-masing material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  hasil sintesis dengan variasi penambahan  $Al_2O_3$ , diuji menggunakan *XRD*, *SEM*, mesin uji konduktivitas listrik (LCR meter), dan *DSC/TGA*.
7. Reaksi Pembentukan *defect* dalam  $ZnO$  karena dopan  $Al_2O_3$ . atom  $Al^{3+}$  akan menggantikan atom  $Zn^{2+}$  dalam kisi  $ZnO$ , yang dapat ditulis sebagai berikut :



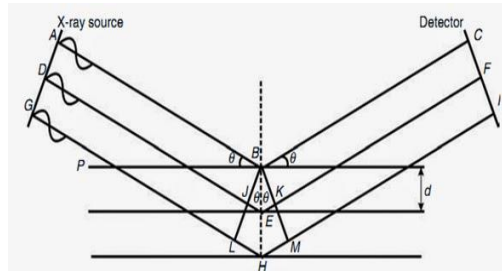
Reaksi *defect* material  $ZnO_{(1-x)}Al_xO$  merupakan material semikonduktor ekstrinsik tipe-n (N.Ma, *et al* 2010) dan (Tian *et al*, 2016).

### 3.5. Pengujian

Untuk mengetahui karakteristik dan kinerja dari material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$ , maka dilakukan 4 pengujian, yaitu *XRD*, *SEM* dan Uji Listrik, dan *TGA/DSC*.

#### A. X-Ray Diffraction (XRD)

Seluruh sampel substrat dianalisis dengan menggunakan alat *XRD PANalytical* seperti yang ditunjukkan pada dan dicocokkan dengan *Joint Committee of Powder Diffraction Standard (JCPDS)*. Pengujian ini menggunakan alat *X-Ray Diffraction (XRD) Panalytical* dengan sudut difraksi sinar X antara  $5^\circ$ -  $90^\circ$  (scan lambat) dan panjang gelombang  $CuK\alpha$  sebesar  $1.5406 \text{ \AA}$ . Pola difraksi sinar X pada *XRD* dapat dilihat pada Gambar 3.14. Pada penelitian ini, digunakan *XRD* untuk menganalisa dan mengklarifikasi senyawa yang terkandung pada material material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$ .



**Gambar 3.14** Pola difraksi Sinar X

Karakterisasi material menggunakan XRD menghasilkan beberapa data seperti pada Tabel 3.3.

**Tabel 3.2** Informasi yang terkandung dalam karakter tinggi, posisi, serta lebar dan bentuk puncak difraksi (Pratapa, 2004).

Karakter	Informasi dari material
Posisi puncak ( $2\theta$ )	• Identifikasi fasa Kristal
	• Struktur Kristal
	• Parameter kisi
	• Regangan seragam
Tinggi puncak (intensitas)	• Identifikasi
	• Komposisi
	• Hamburan tak koheren
	• Extinction
Lebar dan bentuk puncak	• Preferred-orientation
	• Ukuran kristal (bukan partikel atau <i>grain</i> )
	• Distribusi ukuran

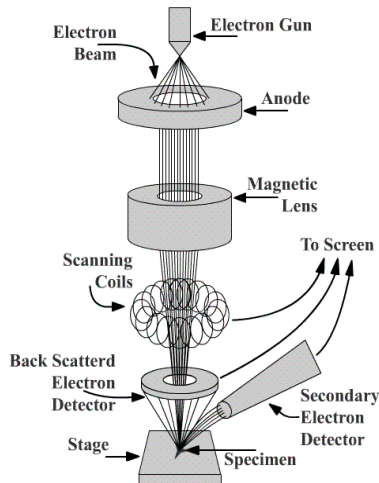
Dalam pengujian XRD, sampel tidak perlu dipreparasi secara khusus. Material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  bisa langsung diuji karena material ini merupakan material semikonduktor.



## B. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Mikroskop elektron merupakan mikroskop yang memanfaatkan pancaran elektron berenergi tinggi untuk memeriksa objek dalam skala yang sangat kecil. Pengamatan ini memberikan informasi mengenai topografi (jenis permukaan objek), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relatif masing-masing) menggunakan EDS (*Energy Dispersive X-Ray analysis*). Kualitas gambar yang dihasilkan memiliki perbesaran 100.000 kali. Dengan kata lain, resolusi SEM saat ini mencapai 1.5nm pada 30kV.

Pada penelitian ini, digunakan SEM untuk menganalisa



morfologi material  $Zn_{(1-x)}Al_xO$ .

**Gambar 3.15.** Skema Kerja SEM

Cara kerja dari SEM adalah dengan menembakkan electron ke spesimen. Elektron yang dipancarkan diperkuat oleh kumparan dan difokuskan pada satu daerah oleh *fineprobe*. Pancaran electron yang mengenai specimen akan dihamburkan dan ditangkap oleh *backscatter electron* (BSE) dan *secondary electron detector*. Skema kerja dapat dilihat pada Gambar 3.15. Kemudian hasilnya akan diterjemahkan di layar. Dengan adanya



BSE maka akan tampak material yang memiliki berat atom lebih besar maka akan berwarna lebih terang dibandingkan material dengan berat atom yang lebih rendah. Selain pengujian SEM, dilakukan juga pengujian EDX untuk mengetahui unsur apa saja yang ada pada spesimen.

### C. Uji LCR meter

Pengujian ini dilakukan di departemen Fisika FMIPA ITS. Alat LCR meter ditunjukkan oleh Gambar 3.16. LCR meter merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui sifat listrik dari material hasil sintesis yang mana dapat digunakan untuk mengukur *inductance* ( $L$ ), *capacitance* ( $C$ ), dan *resistance* ( $R$ ). Pada penelitian ini, dilakukan pengujian dengan mengukur *resistance* ( $R$ ) material untuk mengetahui konduktivitas listrik dari material. Secara umum, tahapan pengujian ini adalah yaitu, sampel serbuk dipreparasi dengan membentuknya menjadi *pellet*. Kemudian, bagian permukaan *pellet* diberi *silver paste* untuk memperoleh hasil yang lebih akurat. Selanjutnya, sampel berbentuk *pellet* dicapit menggunakan *holder*. *Pellet* diberi sumber listrik untuk mengetahui nilai *resistancenya*. Hasil pengukuran berupa nilai *resistance* pada setiap frekuensi yang diterapkan.



Gambar 3.16. LCR Meter.



#### D. Uji Sifat Termal

Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Energi LPPM ITS. *Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis (DSC-TGA)* yang ditunjukkan oleh Gambar 3.17, merupakan pengujian karakterisasi material untuk mengetahui sifat termal dari sampel. Pengujian yang dilakukan untuk sampel hasil sintesis adalah pada *range* temperatur 25°C (temperatur kamar) hingga 900° C (temperatur tinggi) dengan *rate* 10°C/menit. Secara umum, tahapan pengujian ini adalah sebagai berikut, Pertama, sampel serbuk dimasukkan ke dalam *crucible* alumina dengan ukuran diameter 0,5 cm dan tinggi 0,5 cm. Kedua, *crucible* ini kemudian dimasukkan ke dalam alat *DSC-TGA* dan dilakukan proses pengujian termal. Hasil dari pengujian ini berupa kurva *TGA*. Kurva ini kemudian dianalisis untuk mengetahui sifat termal dari material yang diuji.



**Gambar 3.17.** Alat *DSC-TGA* dengan merk dagang *Mettler Toledo*.



## BAB IV

### ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis Serbuk $\text{Al}_2\text{O}_3$ doping ZnO

Proses pembuatan sintesis serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  doping ZnO dilakukan dengan metode *mechanical milling*. Pencampuran serbuk menggunakan metode *Mechanical milling* secara basah (*wet milling*) dengan menggunakan alat *Planetary Ball Milling* (PBM) dengan kecepatan *milling* 300 rpm, menggunakan bola zirkonia untuk menghaluskan serta menghomogenkan serbuk. *Ball Powder ratio* (BPR) 3:1 dengan perbandingan bola kecil dan besar 2:1 atau 37 bola zirkonia berukuran 5 mm dan 3 bola zirkonia berukuran 10 mm. Pada penelitian ini menggunakan serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  serta serbuk ZnO yang ditimbang menggunakan timbangan digital *Mettler Toledo*, seperti pada Gambar 4.1 a dan b. *Milling* dimulai dengan cara mencampurkan serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  doping ZnO, selanjutnya serbuk dimasukkan ke dalam vial *milling* dan diberikan PCA *ethanol* 100%. Lalu serbuk di *milling* di lingkungan atmosfer selama 2 jam dan 4 jam, seperti pada Gambar 4.1 c.

Pada penelitian ini *milling*, bertujuan untuk mendapatkan energi untuk berdeformasi secara berulang – ulang agar terbentuk partikel dengan ukuran yang lebih kecil dari sebelumnya serta mampu menghomogenkan material tersebut (Lihua Zhang.2008). Berdasarkan hasil *milling* didapatkan bahwa serbuk hasil *milling* mengalami perubahan warna dari serbuk aslinya yang berwarna putih menjadi berwarna abu-abu karena proses pendopingan Al dapat dilihat pada Gambar 4.1 d hal ini mengindikasikan bahwa Aluminium dan ZnO telah bercampur. Setelah dilakukan *milling* serbuk kemudian dikeringkan menggunakan *hot plate* pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 2 Jam. Gambar 4.1 d.

Selanjutnya serbuk ZnO doping  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hasil *milling* kemudian dilakukan laku panas dengan temperatur  $800^\circ\text{C}$  dengan lama *holding* 2 jam dan dialiri gas argon, untuk menghindari terbentuknya oksida pada serbuk, serta diharapkan hasil sintesis



material memiliki konduktivitas listrik yang baik sesuai dengan yang dilaporkan oleh Wang, *et al* (2015). Alat yang digunakan adalah Horizontal furnace dengan merk *Brother Furnace XD-1700M*. Ketika dibandingkan dengan serbuk hasil *milling* maka terdapat perbedaan yaitu serbuk ZnO doping  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hasil laku panas menjadi warna kuning dapat dilihat pada Gambar 4.1 e. Selanjutnya pembuatan *pellet* pada serbuk, seperti Gambar 4.1 f. dilakukan kompaksi dengan tekanan kompaksi 250 bar selama 3 menit untuk proses pengujian konduktivitas listrik.



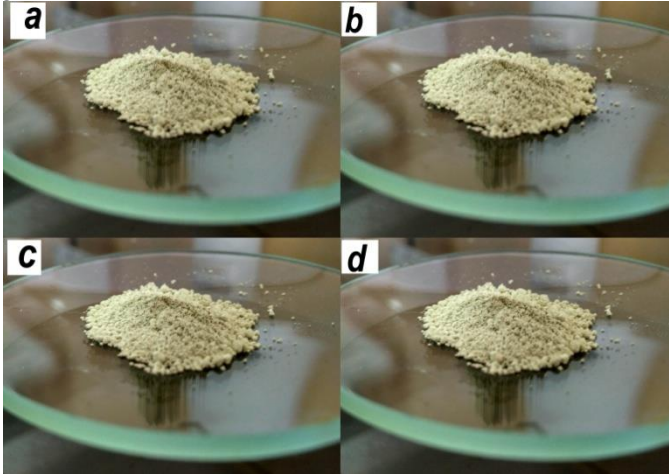
**Gambar 4.1** a.) Serbuk ZnO dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , b). Penimbangan serbuk c.) Sintesis dengan metode *mechanical milling*. d.) Serbuk yang dipanaskan di *hot plate*, dan berwarna abu-abu e.)Serbuk yang telah di *sintering* dan berwarna kuning. f.)

Pembuatan *pellet* material untuk proses pengujian konduktivitas listrik.



#### 4.2 Pengamatan visual.

Warna semua serbuk dari perbedaan konsentrasi doping Al yang berbeda adalah sama, yaitu kuning. ZnO memiliki sifat thermokromik dimana ketika diberikan perlakuan *sintering* akan berubah warna. Metode *mechanical milling* ini tidak mengakibatkan berat dari serbuk berubah.

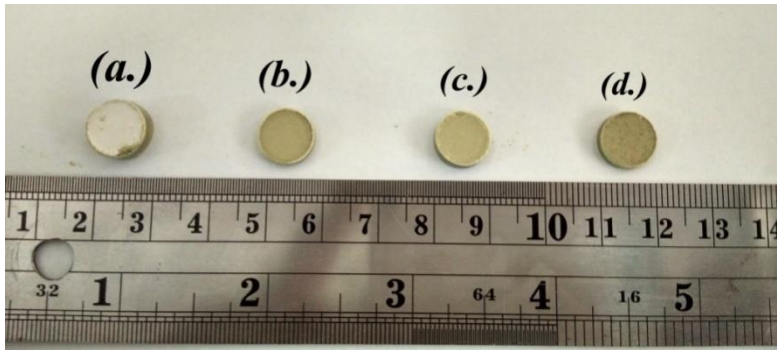


**Gambar 4.2.** Hasil pengamatan visual untuk serbuk Al-doping ZnO setelah mengalami *mechanical milling* selama 2 jam, dan dipanaskan pada temperatur 800 °C, dengan penambahan Al. a) 1%, b) 2%, c) 3 %, d) 4 %.

Gambar 4.2 merupakan hasil pengamatan visual ZnO doping Al setelah mengalami *mechanical milling* selama 2 jam, untuk pengamatan visual dengan *mechanical milling* selama 4 jam adalah sama, berwarna kuning. Hal ini sesuai yang dilaporkan oleh (Arsyad, 2001) bahwa ZnO akan berubah menjadi warna kuning ketika diberi panas.



Selanjutnya, pembuatan *pellet* pada serbuk, dilakukan kompaksi dengan tekanan kompaksi 250 bar selama kurang lebih tiga menit, berbentuk silinder pipih yang kemudian pada kedua permukaan sudah dan dilapisi *silver paste* untuk a. dan tidak dilapisi *silver paste* yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 berikut.



**Gambar 4.3.** Sampel yang telah dikompaksi Sintesis serbuk Al-doping ZnO waktu *mechanical Milling* 2H Nilai Doping: (a) 1%; (b) 2%; (c) 3%; (d) 4%

#### 4.2. Analisis Kurva Hasil Pengujian XRD

Pengujian *X-ray Diffraction* (XRD) dilakukan menggunakan alat *PAN Analytical*, untuk mengetahui kristalinitas, perubahan fasa yang terjadi serta fasa yang terbentuk akibat dari penambahan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dalam ZnO. Pada pengujian ini digunakan panjang gelombang dari Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54060\text{\AA}$ ) dengan nilai  $2\theta$  dari  $10^\circ$  hingga  $90^\circ$ . Terdapat dua kurva XRD yang akan dilakukan analisa yakni ZnO doping Al setelah mengalami *mechanical milling* selama 2 jam dan 4 jam dengan kalsinasi  $800^\circ\text{C}$ .

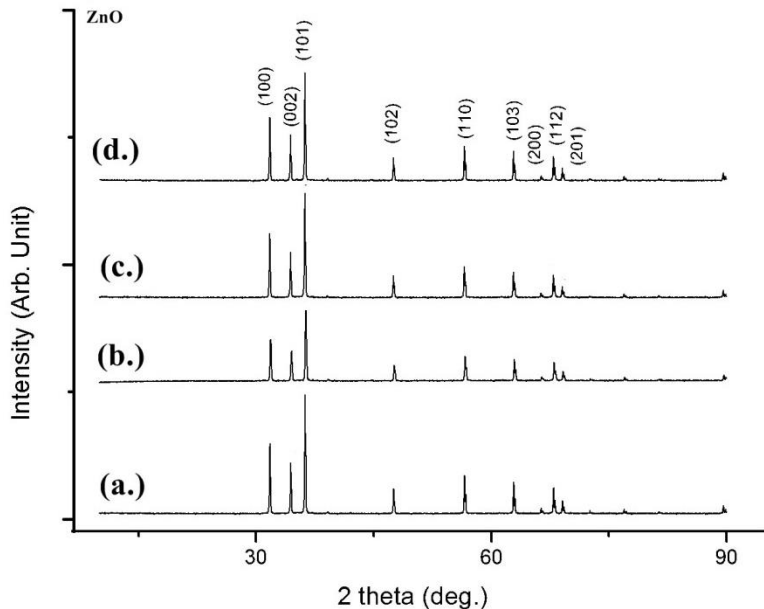
Secara keseluruhan, sampel memiliki pola difraksi yang memiliki sifat kristalin dengan bentuk kristal *wurtzite* ZnO.



Belum terlihat adanya *peak* yang dapat diidentifikasi sebagai fasa baru yang terbentuk sebagai akibat dari proses *mechanical milling*. Proses *mechanical milling* ini hanya memberikan perbedaan posisi 2-theta, besar nilai *A Full Width a Half Maximum* (FWHM) dan tinggi puncak dari setiap unsur.

#### **4.2. A Hasil Pengujian Xrd serbuk ZnO doping Al setelah mengalami *mechanical milling* selama 2 jam.**

Pengujian *X-ray Diffraction* (XRD) yang mengalami *mechanical milling* selama 2 jam ditunjukkan Gambar 4.4. Didapatkan hasil, seluruh puncak difraksi dapat diindikasikan *wurtzite* ZnO. Adapun ketiga *peak* tertinggi memiliki bidang (1 0 1), (1 0 0), dan (00 2). Tiga *peak* tertinggi dari serbuk ZnO doping Al terdapat pada rentang  $2\theta$  sebesar 31-37. *Peak* yang lancip mengindikasikan sifat kristalin, sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Zohra Nazir, *et al* (2015). Di dalam sampel *mechanical milling* 2 jam tidak terdapat fasa lain seperti  $\text{Al}_2\text{O}_3$  maupun fasa baru yang terbentuk yaitu  $\text{ZnAl}_2\text{O}_4$  dan tidak ada impuritas atau pengotor yang terlihat dalam puncak difraksi. Hal ini dikarenakan proses sintesis dengan metode *wet milling*, dengan menggunakan *PCA agent ethanol* dapat mengurangi *friction* selama perlakuan *milling* sehingga tidak terbentuk impuritas sesuai dengan yang dilaporkan oleh Priyanka Jood, *et al* (2012) dan Tamil Many, *et al* (2015).



**Gambar 4.4.** Hasil Pengujian Xrd serbuk ZnO doping Al setelah mengalami *mechanical milling* selama 2 jam, dan kalsinasi 800 °C, dengan penambahan Al. a) 1%, b) 2%, c) 3 %, d) 4 %.

Pada Gambar 4.4 untuk sampel doping 1%, tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada  $2\theta$  sebesar 36.25429, 31.76485, 34.42668. Dari analisa yang tersebut, hanya terdapat satu fasa yang mendominasi yakni ZnO yang bersesuaian dengan ICDD (01-078-3322) dengan struktur *heksagonal wurtzite*. Atom oksigen tersusun dalam tipe *hexagonal close packed* (HCP) dengan atom seng menempati setengah situs tetrahedral. Atom Zn dan O berkoordinasi secara tetrahedral terhadap satu dan yang lainnya dan dengan posisi yang ekuivalen (Bindu & Thomas, 2014).

Sampel doping 2%, tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada  $2\theta$  sebesar 36.2605, 31.77138, 34.43232. Sampel



doping 3%, dengan *mechanical milling* 2 H tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada  $2\theta$  sebesar 36.25521, 31.76623, 34.42664. Pada sampel ini juga tidak terdeteksi adanya fasa baru yang terbentuk serta tidak terlihat adanya *peak* impuritas seperti yang terlihat. Dari analisa yang tersebut, hanya terdapat satu fasa yang mendominasi yakni ZnO.

Begitu pula untuk sampel doping 4%, dengan *mechanical milling* 2 H tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada  $2\theta$  sebesar 36.25188, 31.76286, 34.42282 juga tidak terdeteksi adanya fasa baru yang terbentuk serta tidak terlihat adanya *peak* impuritas seperti yang terlihat ataupun fasa lain. Hal ini mengindikasikan  $\text{Al}^{3+}$  mensubstitusi  $\text{Zn}^{2+}$  di struktur Kristal (X.Xing, *et al*, 2016) dan (Barry Carter, *et al*).

Untuk mengetahui tingkat keberhasilan sampel ZnO doping Al dapat diidentifikasi dengan pergeseran puncak tertinggi sampel pada bidang (101) adalah dengan melakukan pembesaran dan *fitting* menggunakan metode Gaussian menggunakan *software Origin Pro 2016* yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar 4.5 Pergeseran puncak itu dikorelasikan dengan ICDD (01-078-3322) pada bidang (101), dimana nilai puncak tertingginya pada  $2\theta$  sebesar 36.250.

Analisa XRD menggunakan Hukum Bragg dengan Persamaan 4.1 sebagai berikut:

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (4.1)$$

Keterangan:

$n$  = orde bias (0, 1, 2, 3,.....)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X (nm)

$d$  = jarak antara dua bidang kisi (cm)

$\theta$  = sudut antara sinar datang dengan bidang normal

Selanjutnya, untuk mengetahui pergeseran puncak ke kiri dan ke kanan dapat memasukkan persamaan Hukum Bragg dan jarak antar bidang  $d_{(hkl)}$  dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut.

$$d_{(hkl)} = \frac{a}{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (4.2)$$

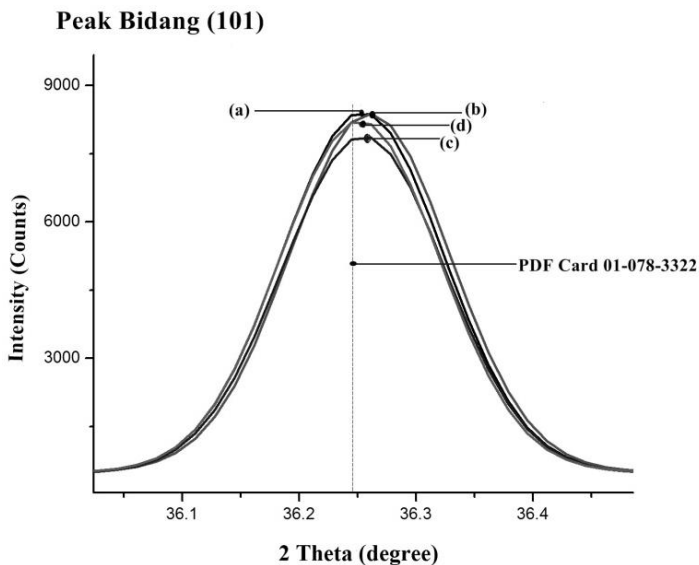




Dimana pergeseran puncak ( $\sin \theta$ ) dapat didapatkan persamaan sebagai berikut :

$$\sin \theta = \frac{n \lambda}{2 d_{(hkl)}} \quad (4.3)$$

Jarak antar kristal  $d_{(hkl)}$  berubah disebabkan pengaruh doping Al terhadap struktur kristal ZnO, dimana  $Al^{3+}$  dengan radius ionik ( 53 pm) menggantikan ion  $Zn^{2+}$  (74 pm) sehingga mengakibatkan nilai  $d_{(hkl)}$  menjadi lebih kecil dari ukuran semula sehingga nilai pergeseran puncak ( $\sin \theta$ ) menjadi lebih besar dan bergeser kearah kanan.



**Gambar 4.5.** Pergeseran Nilai *Peak* untuk Puncak Tertinggi pada Bidang (101) *mechanical milling* 2H:(a) *Doping* 1%; (b) *Doping* 2%; (c) *Doping* 3%; dan (d) *Doping* 4%.



Dari Gambar 4.5 terjadi pergeseran puncak untuk nilai *doping* pada bidang tertinggi yaitu bidang (101) bergeser ke arah kanan, pergeseran puncak ke derajat yang lebih tinggi atau bergeser ke kanan dari nilai standard ZnO, mengindikasikan pergantian dari ion  $Zn^{2+}$  menjadi  $Al^{3+}$  dalam *lattice* ZnO, hal ini menjadikan formasi dari *lattice* ZnO doping Al menjadi lebih kecil. Seperti halnya dilaporkan oleh Tamil Many, *et al* (2015) ; S.Tewari,*et al* (2016) dan Barry Carter, *et al* (2016).

#### 4.2. B Analisis Serbuk ZnO doping Al dalam Average Crystal Size, Micro-strain, dan Lattice Paramater Pada Hasil Pengujian XRD

Untuk mengetahui tingkat keberhasilan doping dari Serbuk ZnO doping Al, maka dilakukan analisa lebih lanjut dalam mencari rata-rata ukuran kristal, *Micro-strain*, dan *Lattice Paramater* yang merupakan parameter tingkat keberhasilan doping yang dapat dilihat dari hasil pengujian XRD. Dengan melakukan *fitting* menggunakan metode Gaussian didapatkan adanya perubahan *A Full Width a Half Maximum* (FWHM) (*broadening*) pada tiga puncak tertinggi akibat penambahan nilai *doping*. *Peak broadening* ini dapat disebabkan oleh beberapa indikasi seperti perubahan *crystallite size* dan *microstrain* dari sampel yang diuji.

Nilai *crystallite size* rata-rata (D) dalam nanometer dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Scherrer* persamaan (4.3) dan untuk nilai *microstrain* pada serbuk ZnO dengan *doping* dapat menggunakan persamaan (4.5) sebagai berikut.

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta\cos\theta} \quad (4.4)$$

$$Micro - strain (\epsilon) = \frac{\beta}{4\tan\theta} \quad (4.5)$$

Konstanta D menunjukkan besarnya *crystallite size* rata-rata, sementara  $\kappa$  merupakan konstanta *Scherrer* dengan nilai 0.9 untuk struktur heksagonal.  $\lambda$  yang digunakan dalam perhitungan



merupakan nilai panjang gelombang dari Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54060\text{\AA}$ ).  $\beta$  adalah lebar setengah puncak (FWHM) bidang yang ditentukan (dalam satuan radian) yang telah dilakukan koreksi menggunakan *correction factor* dari instrumen. Nilai tersebut diperoleh dari akar pengurangan  $\beta^2_{\text{sampel}}$  dan  $\beta^2_{\text{instrumen}}$  yang ditunjukkan Persamaan 4.6. Persamaan ini digunakan untuk identifikasi menggunakan metode Gaussian.  $\theta$  adalah posisi sudut terbentuknya puncak.

$$\beta = \sqrt{(\beta^2_{\text{sampel}}) - (\beta^2_{\text{instrumen}})} \quad (4.6)$$

Nilai *crystallite size* yang diukur adalah nilai dari bidang dengan intensitas tertinggi yaitu bidang (101). Sedangkan untuk Persamaan (4.6) untuk *microstrain*, konstanta  $\epsilon$  merupakan nilai *microstrain* dan  $\beta$  adalah FWHM pada bidang (101) dalam satuan radian. Berikut merupakan analisa hasil pengujian XRD.

Selain itu, untuk mengetahui mekanisme *doping* aluminium ke struktur ZnO, dilakukan perbandingan  $c/a$  untuk *lattice parameters* dari masing-masing sampel. Perhitungan *lattice parameters* untuk  $a$  dan  $c$  dari struktur heksagonal (*wurtzite*) dilakukan dengan menggunakan persamaan 4.7 dan 4.8 berikut.

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3}\sin\theta(100)} \quad (4.7)$$

$$c = \frac{\lambda}{\sin\theta(002)} \quad (4.8)$$

Dari persamaan tersebut, konstanta  $a$  dan  $c$  merupakan nilai *lattice parameter*. Untuk  $\lambda$  yang digunakan dalam perhitungan merupakan nilai panjang gelombang dari Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54060\text{\AA}$ ), Sementara  $\theta_{(100)}$  dan  $\theta_{(002)}$  masing-masing merupakan nilai  $\theta$  dalam satuan derajat pada indeks (100) dan (002).

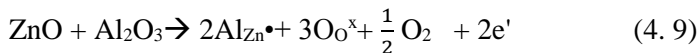


**Tabel 4.1.** Analisa Hasil Pengujian XRD *Mechanical Milling 2H*

<i>Mechanical Milling 2H</i>				
Sample	Doping 1%	Doping 2%	Doping 3%	Doping 4%
2θ (°)	36.25429	36.2605	36.25521	36.25188
β (radian)	0.001618	0.001571	0.001637	0.001562
Crystallite Size (nm)	90.137	92.823	89.077	93.361
Microstrain $\epsilon$ <sup>(10<sup>-3</sup>)</sup>	1.236	1.2	1.251	1.193
Unit cell a (Å)	3.24767	3.247019	3.247532	3.247868
Unit cell c (Å)	5.201895	5.201069	5.201901	5.202461
Lattice parameter (c/a)	1.601732	1.601798	1.601801	1.601808

Berdasarkan Tabel 4.1 terdapat peningkatan nilai *A Full Width a Half Maximum* (FWHM), hal ini diindikasikan karena pengaruh peningkatan konsentrasi doping, yang menyebabkan intensitas dari puncak menurun beriringan dengan meningkatnya nilai FWHM sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh A.N Malika *et al* (2014). Melebarnya FWHM juga di indikasikan karena adanya pengaruh akibat *mechanical milling* sesuai yang dilaporkan oleh L.C Domonte *et al* (2004) dan Long Phan *et al* (2012), pengaruh dari deformasi mekanis akibat *mechanical milling* mengakibatkan ukuran *grain size* yang mengecil dan mengalami pengaruh tegangan internal yang menyebabkan melebarnya FWHM. Selain itu, menurut Tamil Many, *et al* (2015) FWHM sendiri juga mempengaruhi derajat kristanilitas suatu sistem kristal, ketika FWHM melebar derajat kristanilitas menurun.

Semakin melebarnya FWHM dapat mengindikasikan Al larut secara substitusi di dalam kisi ZnO. Peristiwa substitusi Al terjadi pada semua komposisi doping 1 %, 2%, 3 %, 4 % Al dengan *mechanical milling 2H*, sehingga dapat dituliskan persamaan *defect* (4.9) menurut Shui *et al* (2008) yaitu,



Semakin banyak nilai doping akan menurunkan ukuran *crystaline size*, untuk sampel doping 1% dan 3% mengalami penurunan nilai *crystallite size*, jika ditinjau pula dengan nilai FWHM dari sampel 1% dan 3%, mengalami pelebaran *peak* ketika mengalami penambahan konsentrasi doping. Hal ini mengindikasikan jari-jari ion  $\text{Al}^{3+}$  masuk ke dalam kisi ZnO, menggantikan ion  $\text{Zn}^{2+}$ , radius  $\text{Al}^{3+}$  (0.054 nm) dan  $\text{Zn}^{2+}$  (0.074 nm) secara substitusi sesuai yang dilaporkan oleh S.Tewaei *et al* (2016) dan Shui *et al* (2008).

Berdasarkan Tabel 4.1 Rata-rata nilai ukuran kristal Untuk hasil *mechanical milling* 2 H, untuk sampel 1% adalah 90.137 nm, 2% adalah 92.823 nm, 3% adalah 89.077 nm, 4% adalah 93.361 nm. Adapun rata-rata ukuran kristal sampel *mechanical milling* 2 H adalah 91.34982 nm. Estimasi nilai *crystallite size* ini berkisar sama  $\infty$  100 nm, dengan penelitian dari penelitian yang dilakukan Martin, Sondergaard. *et al*, (2013).

Berdasarkan nilai *microstrain*, mengalami peningkatan pada sampel 1% dan 3% hal ini dikarenakan peningkatan nilai doping. Penelitian yang dilakukan oleh Gautam, *et al*. (2015) menunjukkan naiknya nilai *micro-strain* akibat dari meningkatnya komposisi *doping* aluminium. Selain itu metode *mechanical milling* dapat meningkatkan nilai *micro-strain*. (Martin Soondergard, *et al*, 2013). Adanya peningkatan nilai *microstrain*, mengindikasikan bahwa Al bergabung ke dalam kisi ZnO. Selain itu dari penelitian sebelumnya juga menjelaskan jika akibat dari meningkatnya jumlah Al di dalam ZnO dapat menyebabkan *mismatch* pada kisi ZnO sehingga muncul *microstrain* (Mallika, *et al.*, 2014). Adapun untuk sampel 2% dan 4% nilai *microstrain* mengalami penurunan. Selain itu, metode *mechanical milling* memiliki *microstrain* isotropic (seragam), tidak berubah secara signifikan setelah *annealing treatment*. (Martin Soondergard, *et al*, 2013)



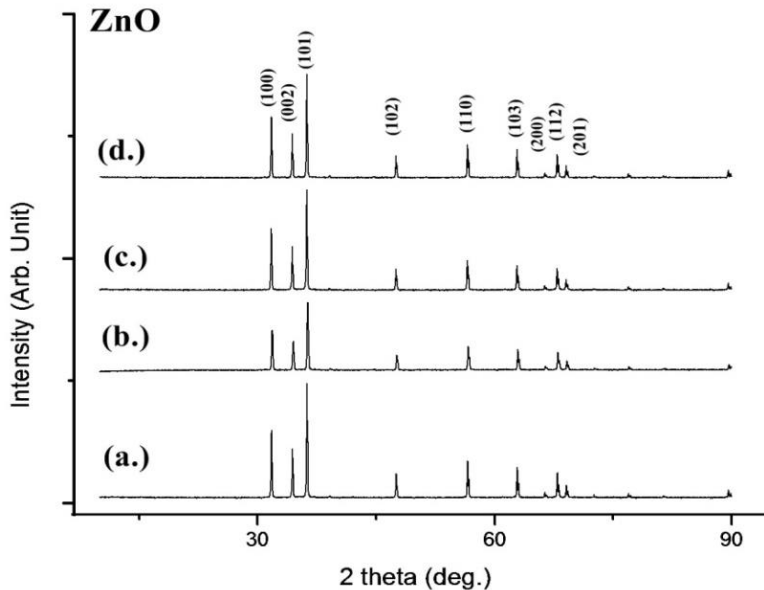
Berdasarkan Tabel 4.2 dapat dibandingkan bahwa nilai *lattice parameter*  $a=b\neq c$  yang berarti membentuk struktur kristal heksagonal. *Lattice parameter* ini bersesuaian dengan ICDD (01-078-3322) dimana ZnO dengan struktur *heksagonal closed packed*, dengan nilai  $a= 3.2504$ , nilai  $c = 5.2057$ , dan nilai *lattice parameter* ( $a/c$ ) = 1.601557. Estimasi nilai *lattice parameter* untuk  $a$  dan  $c$  untuk sampel *doping* secara umum berada disekitar 3.24 Å dan 5.201 Å, nilai *lattice parameter* menurun seiring penambahan *doping*, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Lihua Zhang, *et al* (2008).

Perubahan *lattice parameter* dari ZnO *doping* Al disebabkan jari-jari *doping* ion  $Al^{3+}$  lebih kecil dari ion  $Zn^{2+}$ , sehingga nilai *lattice parameter*  $a$  dan  $c$  mengalami penurunan dan menghasilkan regangan kisi. Sedangkan naiknya nilai *lattice parameters* dikarenakan sejumlah  $Al^{3+}$  yang belum tergabung dan berada pada kisi ZnO yang mana mengisi sisi  $Zn^{2+}$  (Xiangjun, *et al.*, 2008). Menurut penelitian Kayani, *et al.* (2015) variasi nilai parameter kisi ini juga diindikasikan karena adanya *dangling bonds* pada permukaan ZnO. Sementara, perubahan rasio kisi  $c/a$  yang tidak terlalu signifikan menunjukkan bahwa bentuk sel unit tetap pada struktur heksagonal (Akdag, *et al.*, 2016).

Menurut Hsuan-Chung Wu, *et al* (2016), Substitusi atom Al dengan ZnO pada Struktur kristal, menyebabkan nilai *lattice parameter*, menurun, dan menyebabkan penyusutan dari *cell volume* ZnO. Panjang rata-rata panjang ikatan struktur dapat dihitung yang mana struktur Al yang mensubstitusi Zn ( $Al_{s(Zn)}$ ) dimana nilai ikatan Al-O lebih kecil (1.797 Å) dari pada nilai ikatan Zn-O sebesar (1.997 Å). Penyusutan ini disebabkan karena perbedaan jari-jari ion  $Al^{3+}$  yang lebih kecil 0.51 Å dari pada  $Zn^{2+}$  yaitu 0.74 Å. Sebaliknya, ketika ketika atom O di substitusi oleh atom Al ( $Al_{s(O)}$  structure), akan meningkatkan nilai ikatan Al-Zn yang mana akan meningkatkan nilai peregangan kisi, dan meningkatkan nilai *lattice parameter*. Kehadiran atom Al secara interstisi juga akan meningkatkan nilai *lattice parameter*  $c$  dan meningkatkan regangan kisi.

#### 4.2. C Hasil Pengujian Xrd serbuk Al-doping ZnO setelah mengalami *mechanical milling* selama 4 jam

Dari analisa yang didapatkan, hasilnya tidak jauh berbeda dengan *mechanical milling* selama 2 jam, yaitu terdapat satu fasa yang mendominasi yakni ZnO yang bersesuaian dengan ICDD (01-078-3322) dengan struktur heksagonal wurtzite, dimana atom oksigen tersusun dalam tipe *hexagonal close packed* (HCP).



**Gambar 4.6.** Hasil Pengujian Xrd serbuk ZnO doping Al *mechanical milling* 4 H, Kalsinasi 800°C, doping Al. a) 1%, b) 2%, c) 3 %, d) 4 %.

Untuk sampel doping 1%, tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada 2θ sebesar 36.27297, 31.78379, 34.44459. Sampel doping 2%, tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada 2θ sebesar 36.25188, 31.76402, 34.42308. Juga tidak terdeteksi adanya fasa baru yang terbentuk serta tidak terlihat adanya *peak* impuritas seperti yang terlihat pada Gambar 4.6.



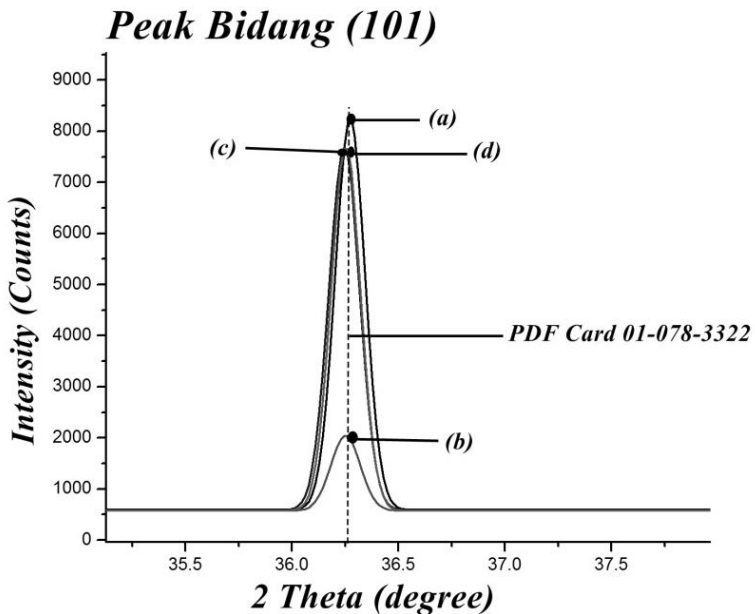
---

Untuk sampel doping 3%, tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada  $2\theta$  sebesar 36.24539, 31.75521, 34.42091. Untuk puncak difraksi ZnO dengan doping 3%. Puncak tertinggi bidang (101) mengalami pergeseran posisi 2-theta ke arah kiri yang dapat diperkirakan ion Al yang masuk ke kisi ZnO. Selain itu menurut L.C Domonte *et al* (2004) dan Long Phan *et al* (2012), bahwa pengaruh *mechanical milling* dan doping dapat membuat cacat interstisi, vakansi O, vakansi Zn, dan vakansi Al.

Sampel doping 4%, tiga puncak tertinggi secara berurutan berada pada  $2\theta$  sebesar 36.25247, 31.76225, 34.4246 juga tidak terdeteksi adanya fasa baru yang terbentuk serta tidak terlihat adanya *peak* impuritas seperti yang terlihat ataupun fasa lain.

Sampel 1, 2, 4 % menunjukkan adanya pergeseran sudut difraksi (2-theta). Adanya pergeseran sudut difraksi tersebut menunjukkan Al<sup>3+</sup> masuk kedalam sistem kristal ZnO *Wurtzite* secara substisional. Seperti halnya dilaporkan oleh S.Gad, *et al* (2012). Adanya pengaruh *impurities* (dopant) pada semikonduktor dapat masuk kedalam kisi kristal secara substisional maupun secara interstisial. Bila jari-jari atom dopan yang ditambahkan lebih kecil, akan menggantikan secara substitusi (Carter & Norton, ceramics materials).





**Gambar 4.7.** Pergeseran Nilai *Peak* untuk Puncak Tertinggi pada Bidang (101) PBM 4H : (a) *Doping* 1%; (b) *Doping* 2%; (c) *Doping* 3%; dan (d) *Doping* 4%.

Berdasarkan Gambar 4.7 , setelah dilakukan pembesaran pada bidang (101) terlihat bahwa doping 3% mengalami pergeseran kearah kiri dimana atom Al dalam struktur Kristal ZnO dan untuk sampel 1,2,4 % atom bergeser kearah derajat yang lebih tinggi atau kekanan yang mengindikasikan bahwa atom Al menyisip secara substitusi.

Menurunnya nilai intensitas pada sampel doping 2 % menunjukkan bahwa derajat kristanilitas menurun. Menurut , Hsuan-Chung Wu, *et al* (2016) ketidakseragaman tegangan kisi dalam penggabungan atom Al didalam kisi ZnO mengakibatkan kristinalitas menjadi kurang optimal.

**Tabel 4.2.** Hasil Analisa XRD *Mechanical Milling 4H*

<i>Mechanical Milling 4H</i>				
Sample	<i>Doping 1%</i>	<i>Doping 2%</i>	<i>Doping 3%</i>	<i>Doping 4%</i>
<b>2θ (°)</b>	36.27297	36.25188	36.24539	36.25247
<b>β (radian)</b>	0.00166	0.001626	0.001842	0.00162
<b>Crystallite Size (nm)</b>	87.89	86.79	79.18	90.017
<b>Microstrain ε (10<sup>-3</sup>)</b>	1.267	1.242	1.407	1.24
<b>Unit cell a (Å)</b>	3.24578	3.24775	3.24863	3.24792
<b>Unit cell c (Å)</b>	5.1992	5.20242	5.20274	5.20219
<b>Lattice parameter (c/a)</b>	1.60185	1.60185	1.60151	1.601697

Pada Tabel 4.2 Perbandingan nilai FWHM *mechanical milling* 2H dan 4 H secara umum dapat dibandingkan, yaitu *peak* semakin melebar seiring dengan penambahan waktu *milling*. Nilai FWHM *mechanical milling* 4H lebih besar dari pada *mechanical milling* 2H. Semakin melebarnya nilai FWHM dapat mengindikasikan Al masuk ke dalam struktur kristal ZnO. Perubahan nilai FWHM tersebut disebabkan karena berubahnya jarak antar bidang kristal akibat tumbukan saat proses *milling* dan penambahan doping. (Long Phan, *et al*, 2012). FWHM sendiri juga mempengaruhi derajat kristanilitas suatu system kristal, ketika FWHM membesar derajat kristanilitas menurun. (Tamil Many, *et al*, 2015)

Untuk rata-rata nilai *crystalline size* dari *mechanical milling* 4H, adalah 86 nm dan mengalami penurunan tidak signifikan sebesar 4 nm dibandingkan dengan *mechanical milling* 2H. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan *milling time* akan menghasilkan reduksi ukuran *crystaline size* dan menghasilkan distribusi ukuran partikel yang semakin kecil (Long Phan, *et al*, 2012). Nilai *crystaline size* meningkat pada sampel doping 4 %, dikarenakan adanya pengaruh aglomerasi yang disebabkan oleh



perlakuan *mechanical milling* dan temperatur kalsinasi, sesuai yang dilaporkan oleh Long Phan *et al* (2012), dan Barry Carter, *et al* (2012). Selain itu juga penambahan *dopant* mengakibatkan aglomerasi di *crystallite* sesuai yang dilaporkan R. A. Linklater (2011).

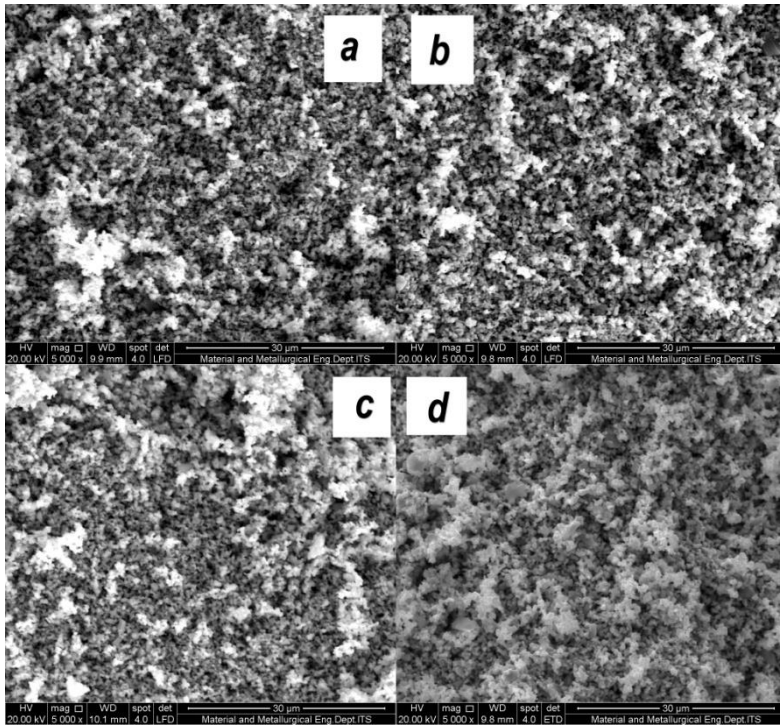
*Lattice parameter*  $a=b\neq c$  yang membentuk struktur kristal heksagonal. *Lattice parameter* ini bersesuaian dengan ICDD(01-078-3322) dimana ZnO dengan struktur *heksagonal closed packed*, dengan nilai  $a = 3.2504$ , nilai  $c = 5.2057$ , dan nilai *lattice parameter* ( $a/c$ ) = 1.601557. Estimasi nilai *lattice parameter* untuk  $a$  dan  $c$  untuk sampel *doping* secara umum berada disekitar 3.24 Å dan 5.201 Å, nilai *lattice parameter* menurun seiring pertambahan *doping*, hal ini sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Lihua Zhang, *et al* (2008).

Perubahan *lattice parameter* dari ZnO *doping* Al disebabkan jari-jari *doping* ion dimana Al mensubstitusi kisi ZnO. Sedangkan naiknya nilai *lattice parameters* diindikasikan karena sejumlah Al yang belum tergabung dan berada pada kisi ZnO yang mana mengisi sisi  $Zn^{2+}$  (Xiangjun, *et al.*, 2008). Menurut penelitian Kayani, *et al.* (2015)  $c$  variasi nilai parameter kisi ini juga diindikasikan karena adanya *dangling bonds* pada permukaan ZnO. Sementara, perubahan rasio kisi  $c/a$  yang tidak terlalu signifikan menunjukkan bahwa bentuk sel unit tetap pada struktur heksagonal (Akdag, *et al.*, 2016). Menurut Hsuan-Chung Wu, *et al* (2016) kehadiran atom Al secara interstisi akan meningkatkan nilai *lattice parameter*  $c$  dan meningkatkan regangan kisi.



### 4.3. Hasil Uji SEM ZnO doping Al dengan Berbagai Komposisi doping.

Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk melihat morfologi, distribusi, dan bentuk partikel serbuk ZnO doping Al dengan komposisi Al yang berbeda-beda. Hasil SEM dilengkapi dengan pengujian *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX) untuk mengetahui persebaran unsur penyusun pada salah satu titik yang diamati.

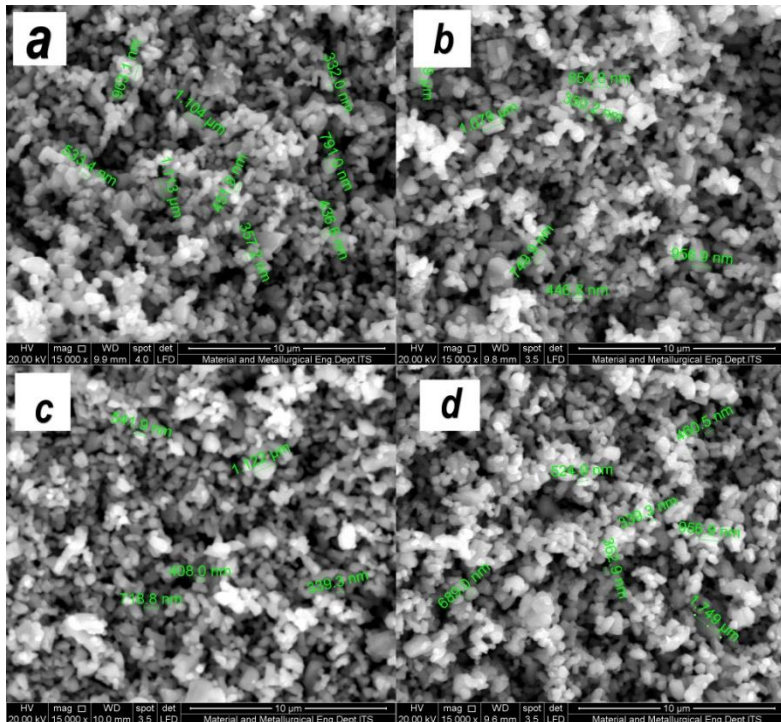


**Gambar 4.8.** Morfologi dari Serbuk ZnO doping Al waktu *Planetary Ball Mill* (PBM) 2H , pada Perbesaran 5000x dengan Nilai *Doping*: (a) 1%; (b) 2%; (c) 3%; (d) 4%



Berdasarkan Gambar 4.8 terlihat bahwa Serbuk ZnO doping Al waktu *Planetary Ball Mill* (PBM) 2H hampir di setiap sampel mengalami aglomerasi. Aglomerasi merupakan hal yang tidak dapat dihindari dari sampel yang mengalami perlakuan *mechanical milling* dan *sintering*. Sesuai yang dilaporkan oleh P.R. Soni (2001)

Untuk melihat lebih jelas permukaan serbuk setelah proses *mechanical milling*, dilakukan pengamatan pada perbesaran 15000 x untuk masing-masing sampel doping Al-ZnO.



**Gambar 4.9.** Morfologi dan Perbandingan ukuran partikel dari Sintesis serbuk ZnO doping Al waktu waktu *Planetary Ball Mill* (PBM) 2H , pada Perbesaran 15000x dengan Nilai *Doping*: (a) 1%; (b) 2%; (c) 3%; (d) 4%



Gambar 4.9 a) merupakan hasil SEM untuk serbuk ZnO yang di doping 1 at % Al dan mendapat perlakuan *sintering* pada temperatur 800°C. Bentuk partikel yang terbentuk beragam, meliputi *sphere*, *polygonal*, *rod* dengan ukuran partikel berbeda beda. Setelah dilakukan pengukuran terhadap beberapa bentuk partikel, maka diketahui bahwa untuk partikel berbentuk *sphere* terlihat lebih kecil dengan persebaran bentuk partikel yang terlihat seragam dan merata. Ukuran rata-rata untuk partikel *sphere* berkisar 332-791 nm. Sedangkan untuk *irregular* berkisar 1113  $\mu\text{m}$  dan *rod* sekitar 1.104  $\mu\text{m}$ . Terdapat aglomerasi pada sampel ini di sekitar partikel yang berbentuk *irregular* akibat perlakuan *sintering*. Bentuk *irregular* tersebut mengindikasikan bahwa terjadi proses penumbukan dimana partikel antar unsur berinteraksi membentuk *solid solution* yang ditandai dengan terjadinya *cold welding* pada permukaan serbuk, Long Phan *et al* (2012). Gambar 4.9 b) Merupakan hasil SEM untuk serbuk ZnO yang didoping 2 at% Al. Hasil analisa visual tidak jauh berbeda dengan sampel doping 1%. Terdapat bentuk partikel beragam *sphere*, *polygonal*, *rod* dengan ukuran partikel berbeda- beda. *Sphere* berkisar 350-446 nm. *Irregular* berkisar 750 – 854 nm. *Rod* memiliki ukuran partikel paling besar yaitu 1.079-1.399  $\mu\text{m}$ , dan terjadi sedikit aglomerasi karena pengaruh *sintering*. Gambar 4.9 c) Hasil SEM ZnO doping Al 3 at %. Hasil analisa visual tidak jauh berbeda dengan sampel doping 1 dan 2 %. Terdapat bentuk partikel beragam *sphere*, *irregular*, dengan ukuran partikel berbeda- beda. *Sphere* berkisar 339-542 nm. *irregular* berkisar 719 nm – 1122 nm, hal ini menunjukkan bahwa selama proses *mechanical alloying* serbuk mengalami tumbukan dan terdeformasi dari bentuk awal dan terjadi sedikit aglomerasi karena pengaruh *sintering*. Gambar 4.9 d) Hasil SEM ZnO doping Al 4 at %. Terdapat bentuk partikel beragam *sphere*, *polygonal*, *rod* dengan ukuran partikel berbeda- beda. *Sphere* berkisar 362-460 nm. *Polygonal* berkisar 689 – 1749 nm, *polygonal* 4 % ini memiliki ukuran partikel paling besar. *Rod* yaitu sekitar 957 nm, dan terjadi aglomerasi karena pengaruh *sintering*. Nilai *crstaline*

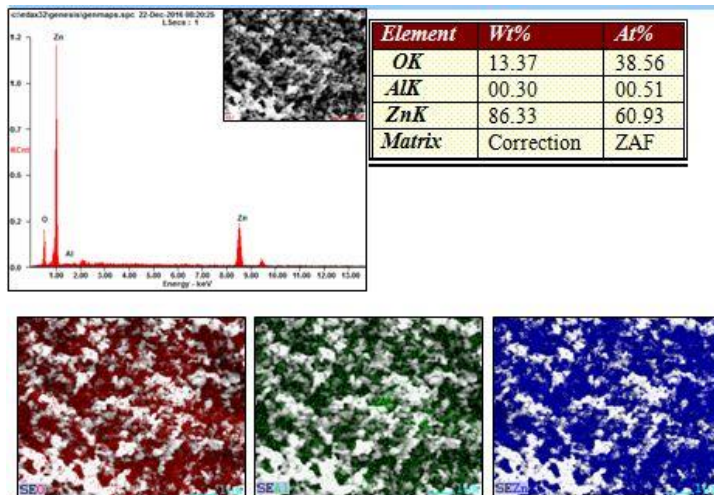




size meningkat pada sampel doping 2% dan 4 %, hal ini bersesuaian dengan hasil perhitungan XRD pada Tabel 4.1 dikarenakan adanya pengaruh aglomerasi yang disebabkan oleh perlakuan *mechanical milling* dan temperatur kalsinasi, sesuai yang dilaporkan oleh Long Phan *et al* (2012), dan (Barry Carter, *et al*) dan juga penambahan *dopant* mengakibatkan aglomerasi di *crystallite* sesuai yang dilaporkan R. A. Linklater (2011).

#### 4.3.A Hasil Uji EDX ZnO doping Al dengan Berbagai Komposisi doping.

Berdasarkan nilai rata-rata ukuran partikel untuk ukuran partikel dari Serbuk ZnO doping Al waktu waktu *Planetary Ball Mill (PBM)* 2H dengan nilai doping 1% sebesar 669.13 nm ; 2% sebesar 833.8 nm ; 3% sebesar 769.58 nm ; 4 % sebesar 726.0714 nm.

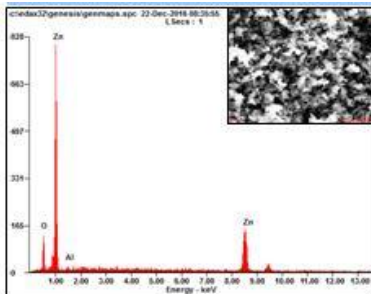


**Gambar 4.10.** Hasil EDX dari serbuk ZnO dengan *doping* 1%.

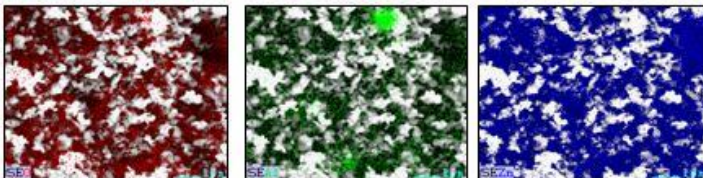
Pada Gambar 4.10, analisa EDX menunjukkan unsur penyusun pada sebuah sampel pada satu titik yang mewakili satu



tempat dari sampel. Selain itu, Analisa EDX ini juga berguna untuk mengetahui apakah terdapat pengotor atau impuritas dalam sampel ZnO doping Al yang mengalami perlakuan *mechanical milling* 2H. Warna biru menunjukkan persebaran unsur Zn, sementara warna hijau dan merah masing-masing menunjukkan persebaran unsur Al dan O. unsure Al sebesar 0.51 at % dengan persebaran yang merata. Dan tidak ada fasa baru maupun pengotor didalam analisa SEM-EDX pada sampel ZnO doping Al 1 %. Ini bersesuaian dengan hasil XRD dimana tidak ada impuritas dan fasa baru. Dari Gambar 4.11 tersebut menunjukkan bahwa sampel 1% terjadi transformasi pembentukan *solid solution* akibat energi yang didapat ketika proses *sintering*. Partikel antar unsur berinteraksi membentuk *solid solution* yang ditandai dengan terjadinya *cold welding* pada permukaan serbuk. Hal ini ditandai oleh posisi partikel serbuk yang mengalami perubahan, dimana aluminium mulai banyak yang menempel distribusi partikel cukup merata, dimana sesuai dengan jurnal bahwa *mechanical milling* juga menghomogenkan partikel.



Element	Wt%	At%
OK	12.57	36.32
AlK	01.80	03.09
ZnK	85.63	60.59
Matrix	Correction	ZAF



**Gambar 4.11.** Hasil EDX dari serbuk ZnO dengan doping 2%.

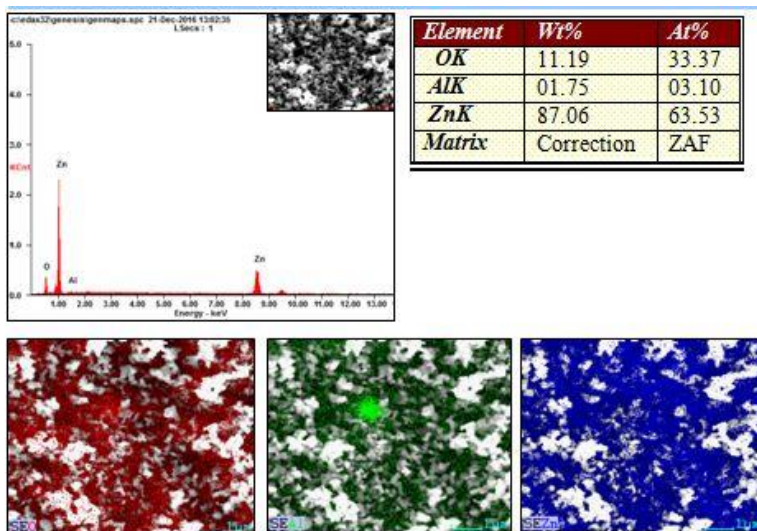
## BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN





Unsur Al sebesar 3.09 at % dengan persebaran yang sedikit tidak merata, dimana terdapat satu titik unsur Al berkumpul disatu tempat ketika dilakukan *mapping*. Hal ini mengindikasikan bahwa proses *mechanical milling* tidak terjadi secara homogen. Variabel yang harus di pertimbangkan yaitu jenis *milling*, wadah, kecepatan, waktu, tipe dan ukuran bola *milling*, kondisi atmosfer, temperatur, dan *proses control agent* (*process control agent*). (Suryanarayana, 2001)

Didalam analisa SEM-EDX pada sampel ZnO doping Al 2 % tidak ada fasa baru maupun pengotor didalam analisa SEM-EDX pada sampel ZnO doping Al 2 %. Ini bersesuaian dengan hasil XRD dimana tidak ada impuritas dan fasa baru.

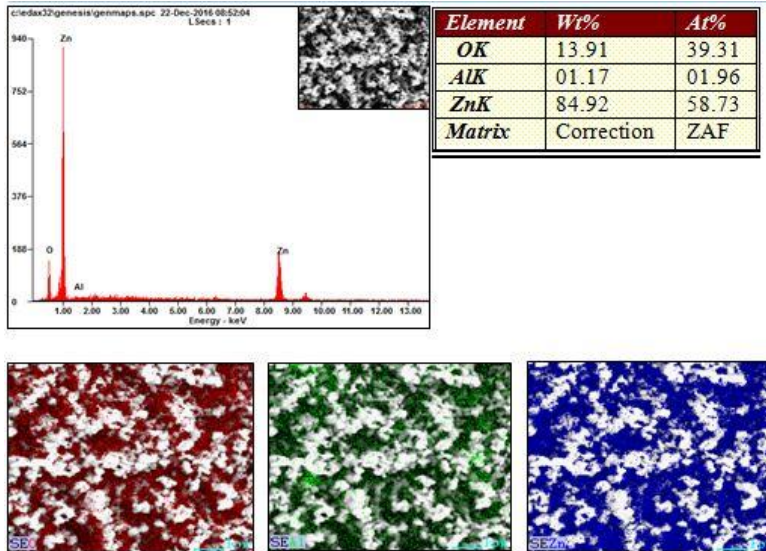


**Gambar 4.12.** Hasil EDX dari serbuk ZnO dengan doping 3%.

Berdasarkan Gambar. 4.12, Unsur Al sebesar 3.10 at % dengan persebaran yang sedikit tidak merata, dimana terdapat satu titik unsur Al berkumpul disatu tempat ketika dilakukan *mapping*. Hal ini di indikasikan proses *mechanical milling* tidak



dapat menghomogenkan secara maksimal dalam distribusi persebaran unsur. Dan tidak ada fasa baru maupun pengotor didalam analisa SEM-EDX pada sampel ZnO doping Al 3 %. Ini bersesuaian dengan hasil XRD dimana tidak ada impuritas dan fasa baru.



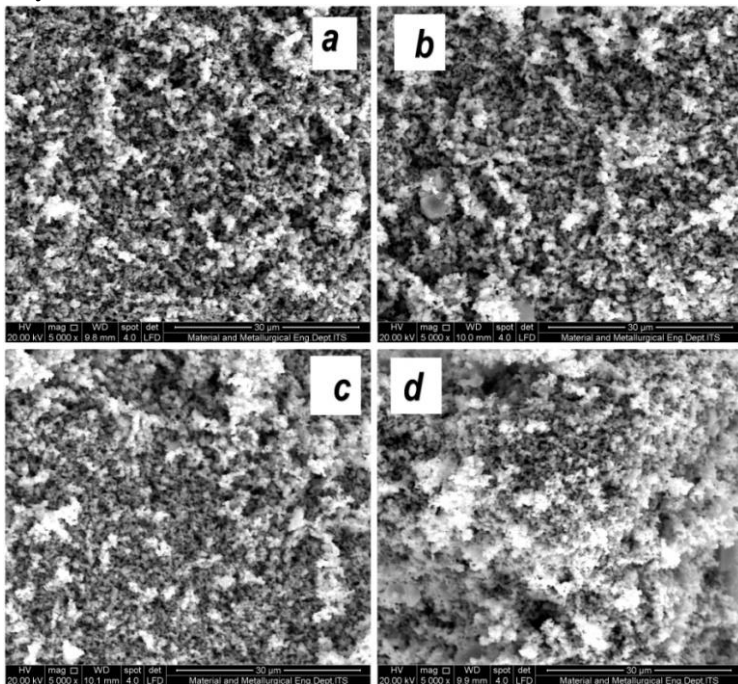
**Gambar 4.13.** Hasil EDX dari serbuk ZnO dengan doping 4%.

Presentase unsur Al sebesar 1.96 at % dengan persebaran yang merata. Dan tidak ada fasa baru maupun pengotor didalam analisa SEM-EDX pada sampel ZnO doping Al 4 %. Ini bersesuaian dengan hasil XRD dimana tidak ada impuritas dan fasa baru. Dari gambar 4.10 tersebut menunjukkan bahwa sampel 1% distribusi partikel cukup merata, dimana sesuai dengan jurnal bahwa *mechanical milling* juga menghomogenkan partikel, terlihat pada Gambar 4.13.



#### 4.4. Hasil Uji SEM-EDX Al-doping ZnO dengan Berbagai Komposisi dan variasi waktu *Mechanical Milling* 2 H dan 4 H.

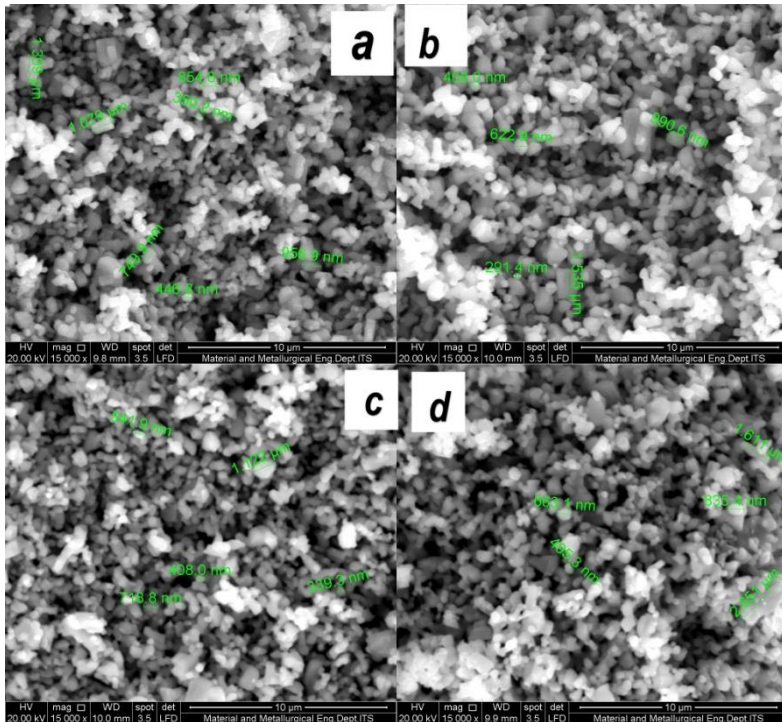
*Milling time* berpengaruh terhadap pembentukan fasa yang terjadi. Semakin lama *milling time*, maka *interdiffusion* yang terjadi antar *powder* menjadi lebih kuat. Sehingga *powder* menjadi lebih reaktif untuk membentuk fasa baru. Selain itu, dengan penambahan *milling-time*, komposisi *powder* menjadi lebih homogen dan struktur yang terbentuk menjadi lebih halus. (Suryana,2001)



**Gambar 4.14.** Perbandingan Morfologi dari Serbuk ZnO doping Al waktu *Planetary Ball Mill (PBM)* 2H dan 4 H , pada Perbesaran 5000x dengan Nilai *Doping*: (a) 2%, 2H; (b) 2%, 4 H; (c) 3%, 2H (d) 3%, 4H.



Pada Gambar 4.14, dengan bertambahnya waktu penggilingan, kapasitas partikel untuk menerima deformasi plastis lebih lanjut menurun. Sebagai pengelasan adalah mekanisme dominan dalam proses, morfologi partikel berubah menjadi aglomerasi partikel yang rata, selain itu aglomerasi juga terjadi karena adanya penambahan waktu *milling* sehingga mengakibatkan ukuran partikel menjadi lebih besar (Camila dos Santos Torres.*et al*, 2010).



**Gambar 4.15** Perbandingan Morfologi dan ukuran partikel dari Serbuk ZnO doping Al waktu waktu *Planetary Ball Mill (PBM)* 2H dan 4 H *time milling*, pada Perbesaran 15000x dengan Nilai *Doping*: (a) 2%, 2H; (b) 2%, 4 H; (c) 3%, 2H (d) 3%, 4H



Berdasarkan Gambar 4.15, perbandingan ukuran partikel Al-doping ZnO waktu *Milling* 2H dan 4 H, pada Perbesaran 15000x. Dari analisis yang dilakukan pada hasil gambar tersebut, terlihat bentuk partikel dari sampel tersebut adalah *sphere* yang menyatu sama lain sehingga membentuk susunan lebih padat. Dari gambar (a) 2%, 2H *Mechanical Milling* tersebut, terlihat bahwa partikel tersebar merata dengan bentuk *sphere* yang ukurannya cukup beragam dari 350 nm hingga 1.399  $\mu\text{m}$  dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 833.8 nm. (b) 2% 4H *Milling*; partikel tersebar merata dengan bentuk *sphere* yang ukurannya cukup beragam dari 408 nm hingga 1535  $\mu\text{m}$  dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 769.58 nm. (c) 3% 2H *Milling* terlihat bahwa partikel tersebar merata dengan bentuk *sphere* yang ukurannya cukup beragam dari 311.4 nm hingga 1073  $\mu\text{m}$  dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 743.12 nm. (d) 3%, 4H *Milling* partikel juga tersebar merata dengan bentuk *sphere* yang ukurannya cukup beragam dari 460.5 nm hingga 2651  $\mu\text{m}$  dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 1251.16 nm.

Untuk seluruh sampel dapat disimpulkan bahwa dengan meningkatnya waktu *milling* secara umum mereduksi ukuran partikel sampel. Dengan menurunnya ukuran partikel diharapkan partikel menjadi ukuran nanometer dan mendapatkan sifat termoelektrik baik. Namun tidak ada sampel yang ukuran partikelnya homogen hal ini dikarenakan adanya efek aglomerasi dan *coldwelding* yang menyebabkan ukuran partikel menjadi besar. Aglomerasi dan *coldwelding* merupakan bagian dari proses *mechanical alloying*. (Carter, C. B. & Norton, M. G., 2013)

*Mechanical milling* selama 4 H tidak merubah drastic dari ukuran partikel dari Serbuk Al-doping ZnO. Penggunaan PCA agent *ethanol* dapat menghilangkan friksi dan tidak ada impuritas yang terdeteksi di perlakuan *milling* sampel Dimana itu bersesuaian dengan penelitian yang dilakukan oleh dimana waktu penambahan 100 menit *Mechanical milling* tidak merubah drastic ukuran sampel (P.Jood *et al* 2012)

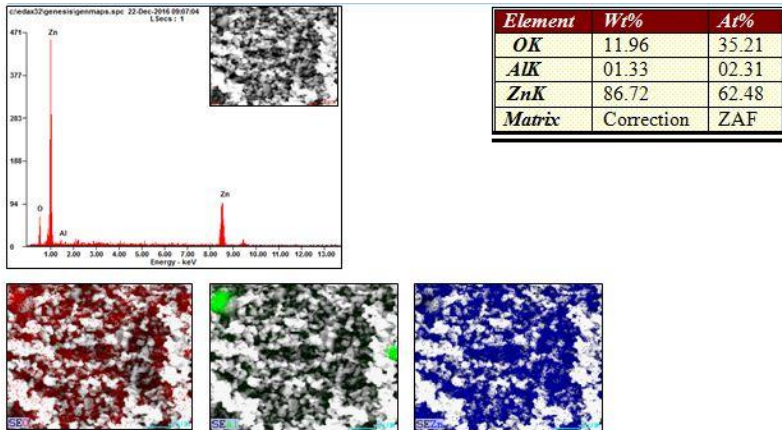




---

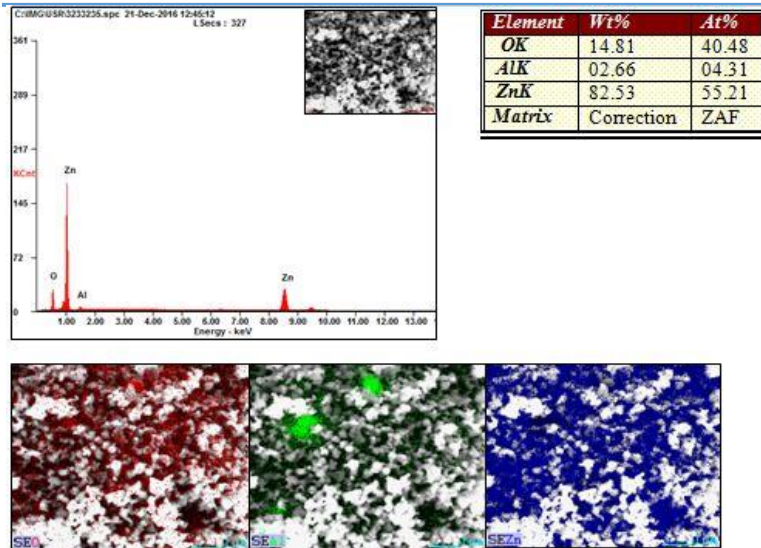
Hasil analisa visual tidak jauh berbeda dengan sampel 2H *Mechanical Milling* dimana terdapat Terdapat bentuk partikel beragam *sphere*, *polygonal*, *rod* dengan ukuran partikel berbeda-beda. Dimana itu bersesuaian dengan penelitian yang dilakukan oleh dimana waktu penambahan *mechanical milling* selama 4 H tidak merubah drastic dari ukuran partikel dari Serbuk Al-doping ZnO. *Sphere* berkisar 291-408 nm. *Irregular* berkisar 623- 990 nm. Pertumbuhan butir menjadi halus dan baik dalam sampel doping 2 %, selain itu juga menunjukkan pertumbuhan butir memiliki distribusi normal. akibat penambahan konsentrasi doping mengakibatkan partikel memiliki bentuk yang tidak beraturan sesuai dengan yang dilaporkan oleh (Yu Hsen, *et al*, 2011) menggunakan metode *mechanical milling* dalam proses sintesis serbuk. Bentuk morfologi *Irregular* dengan ukuran yang cukup besar, disebabkan posisinya berada disekitar atau disekeliling partikel yang berbentuk *spheres* yang saling berdekatan satu sama lain. Hal ini mengindikasikan bahwa partikel-partikel yang berbentuk *spheres* tengah terjadi ikatan partikel satu sama lain untuk membentuk partikel yang lebih besar.

Sedangkan untuk bentuk *Rod* memiliki ukuran partikel paling besar yaitu 1.535  $\mu\text{m}$ , dan terjadi aglomerasi dan *coldwelding* selama proses *mechanical alloying* yang berlebihan membuat ukuran partikel menjadi lebih besar.



**Gambar 4.16.** Hasil EDX dari serbuk ZnO dengan doping 2%, 4H mechanical milling

Dari Gambar 4.16 terlihat bahwa Persebaran Al tidak merata. Presentase unsur Al sebesar 2.31 at % dengan persebaran yang merata. Dan tidak ada fasa baru maupun pengotor didalam analisa SEM-EDX pada sampel ZnO doping Al 2 %. Ini bersesuaian dengan hasil XRD dimana tidak ada impuritas dan fasa baru.



**Gambar 4.17.** Hasil *EDX* dari serbuk ZnO dengan *doping* 3%, 4H *mechanical milling*.

Presentase unsur Al sebesar 4.31 at % dengan persebaran yang merata. Dan tidak ada fasa baru maupun pengotor didalam analisa SEM-EDX pada sampel ZnO doping Al 3 %. Ini bersesuaian dengan hasil XRD dimana tidak ada impuritas dan fasa baru. Dilihat dari Gambar 4.17 persebaran Al terlihat tidak merata.



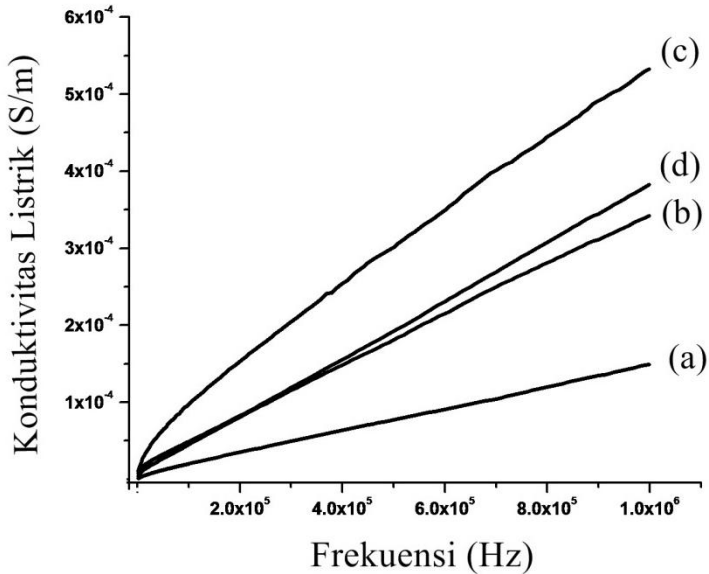


#### 4.5. Analisis Pengaruh Doping terhadap Sifat Listrik Al-doping ZnO

Untuk mengetahui pengaruh penambahan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  terhadap sifat listrik dari serbuk hasil sintesis, dilakukan pengujian dengan menggunakan alat uji *LCR meter*. Sifat listrik yang dianalisis adalah konduktivitas listrik. Sampel berupa serbuk dibentuk menjadi *pellet* berbentuk silinder pipih yang kemudian pada kedua permukaan sudah dan dilapisi *silver paste*. Pengukuran dilakukan terhadap resistivitas dari tiap sampel. Data hasil pengujian yang diperoleh berupa data berupa nilai resistansi untuk masing-masing sampel pada frekuensi tertentu. Frekuensi yang digunakan dalam pengujian ini berada pada rentang 1 kHz hingga 500 kHz. Data ini kemudian dikonversi ke dalam bentuk grafik konduktivitas listrik terhadap frekuensi. Konduktivitas listrik dihitung melalui Persamaan 4.10.

$$\sigma = \frac{l}{RA} \quad (4.10)$$

$\sigma$  merupakan konduktivitas listrik dari sampel,  $l$  adalah jarak antar sumber arus,  $R$  yang digunakan adalah hambatan yang terukur untuk tiap frekuensi, dan  $A$  adalah luas permukaan yang tegak lurus terhadap sumber arus.



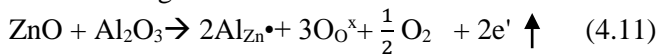
**Gambar 4.18.** Grafik Konduktivitas Listrik terhadap Frekuensi untuk Masing-Masing Jumlah *Doping*: (a) *doping* 1%; (b) *doping* 2%; (c) *doping* 3%; (d) *doping* 4%.

Dari Gambar 4.18, terlihat seiring penambahan jumlah  $\text{Al}_2\text{O}_3$  berpengaruh terhadap konduktivitas listrik dari ZnO. Konsentrasi dari impuritas secara signifikan dapat mempengaruhi sifat listrik dari material semikonduktor. Hal ini membuktikan *impurities* berupa *dopant* Al mempengaruhi konduktivitas listrik tipe-n dari material semikonduktor ZnO. Pada hasil pengujian untuk sampel dengan nilai *doping* 1%, konduktivitas dari material ZnO mengalami kenaikan. Dengan naiknya nilai frekuensi, konduktivitas listrik dari sampel ini juga mengalami kenaikan. Nilai konduktivitas dari sampel dengan *doping* 1% berada pada  $1.22 \times 10^{-6} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  untuk frekuensi 1 kHz hingga  $1.249 \times 10^{-4} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  pada frekuensi 1000 kHz.



Untuk sampel dengan *doping* 2 % nilai konduktivitas listrik menunjukkan kenaikan konduktivitas listrik, hingga 2 orde pada frekuensi 1 kHz sebesar  $4.1198 \times 10^{-6} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  dan pada frekuensi 1000 kHz sebesar  $3.425 \times 10^{-4} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ . Kemudian untuk material dengan *doping* 3% menunjukkan peningkatan konduktivitas listrik yang sangat signifikan sebesar  $1.02 \times 10^{-5} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  pada frekuensi 1 kHz hingga  $5.33 \times 10^{-4} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  pada 1000 kHz. Peningkatan *doping* 3% dalam konduktivitas listrik memiliki kenaikan konduktivitas listrik tertinggi, hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Verma, *et al* (2010) dimana nilai resistivitas listriknya paling rendah pada sampel 3 at % dimana nilai resistivitas listrik berbanding terbalik dengan nilai konduktivitas listrik.

Penambahan sedikit aluminium akan berkontribusi pada pembawa muatan bebas yang mana menyebabkan konduktivitas listrik meningkat.



Beberapa penelitian yang dilakukan sebelumnya menunjukkan jika semakin meningkat nilai *doping* akan meningkatkan nilai konduktivitas listrik pada material semikonduktor akibat dari semakin banyaknya elektron bebas yang terbentuk (N.Ma, *et al*, 2013).

Namun pada sampel *doping* 4% mengalami penurunan konduktivitas listrik. Sampel dengan *doping* 4% menunjukkan konduktivitas listrik yang hampir sama dengan sampel *doping* 2%. Nilai konduktivitas sampel *doping* 4% ini berada pada nilai  $8.2 \times 10^{-6} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  pada frekuensi 1 kHz hingga  $3.8 \times 10^{-4} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  pada 1000 kHz. Menurut Lu, *et al*, (2006), ketika kandungan *doping* Al mencapai konsentrasi kritisnya, dapat menyebabkan *intragrain congregation* dan *grain-boundary segregation* yang membentuk kluster Al-Al dan Al-O seperti  $\text{AlO}_x$  suboxides.

Selain itu, diindikasikan bahwa mobilitas dari pembawa muatan akan mengalami penurunan secara bertahap dengan kandungan Al yang meningkat dan mencapai batas kritisnya. Hal

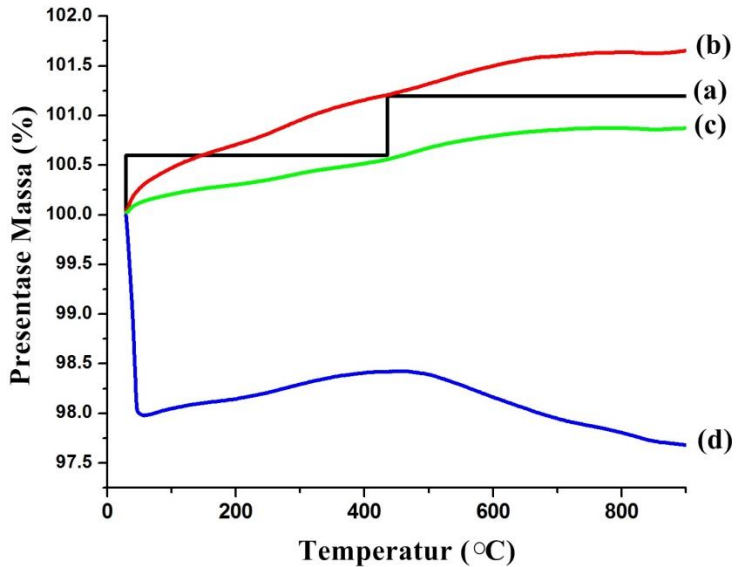


ini diindikasikan karena salah satu faktor lain yang mempengaruhi konduktivitas dan resistivitas listrik yaitu berbagai mekanisme *scattering*. Beberapa mekanisme *scattering* yang dapat mempengaruhi mobilitas pembawa muatan antara lain *ionized impurity scattering*, *neutral impurity scattering*, *grain boundary scattering*, *intragrain cluster scattering*, dan *lattice vibration scattering*. Semakin naik level *doping*, akan semakin banyak atom *dopant* yang mengisi sisi atom Zn pada kisi, yang mana menghasilkan pembawa muatan yang berlebih. Namun, setelah pada level *doping* tertentu, tidak ada lagi bagian sisi Zn yang dapat diisi oleh atom *dopant* karena adanya batas kelarutan Al di dalam ZnO kristalinit. Hal ini terindikasi dari hasil XRD dan akan mengakibatkan mobilitas pembawa muatan akan semakin menurun karena munculnya efek *scattering* dan *grain boundaries barrier* (Nakrela, *et al*, 2016).

Berdasarkan teori yang ada nilai konduktivitas dari semikonduktor adalah berada dikisaran  $10^{-8}$  hingga  $10^3$  (Calister, 2007) dengan demikian maka keempat sampel yang diuji termasuk dalam semikonduktor.

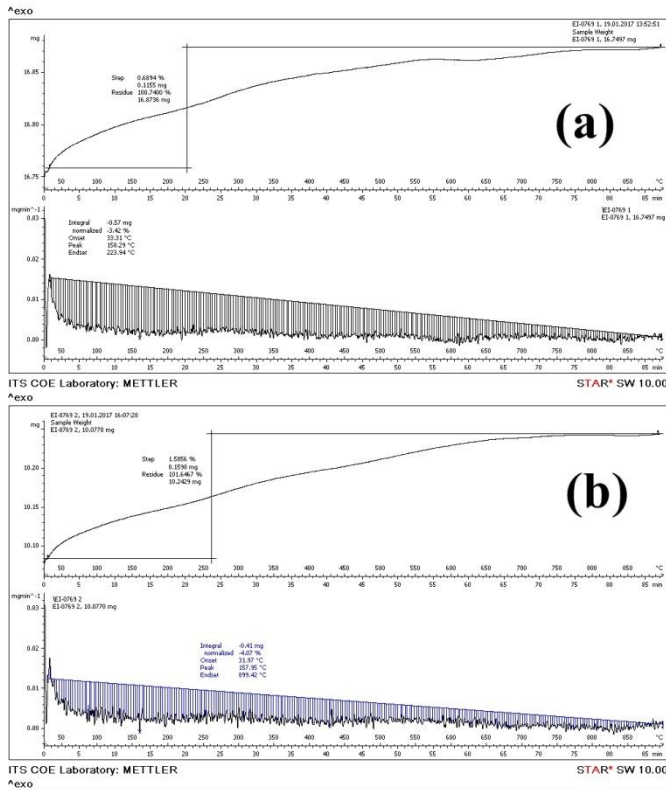
#### **4.6. Analisis Pengaruh *Doping* terhadap Sifat Termal Al-Doping ZnO**

Pengujian *DSC-TGA* dilakukan untuk mengetahui sifat termal dari serbuk ZnO hasil sintesis akibat dari penambahan *doping* Al. Sifat termal yang dianalisis pada penelitian ini adalah ketahanan termal dari masing-masing sampel karena material Al-doping ZnO ini akan diaplikasikan pada temperatur tinggi. Analisis pada penelitian ini dilakukan dari hasil pengujian *TGA*.



**Gambar 4.19.** Grafik Penurunan presentase massa terhadap temperatur untuk Masing-Masing Jumlah *Doping*: (a) *doping* 1%; (b) *doping* 2%; (c) *doping* 3%; (d) *doping* 4%.

Persentase perubahan dari massa sampel yang diuji ditunjukkan Gambar 4.20. Hasil tersebut menunjukkan perubahan yang tidak terlalu signifikan dari masing-masing sampel. Untuk doping 1% terjadi perubahan massa secara tidak signifikan pada temperatur 500 °C kemudian massa stabil kembali. Kemudian, dilakukan analisis dengan menggunakan kurva *DTG* dari masing-masing sampel untuk mengetahui kestabilan sampel pada temperatur tinggi.

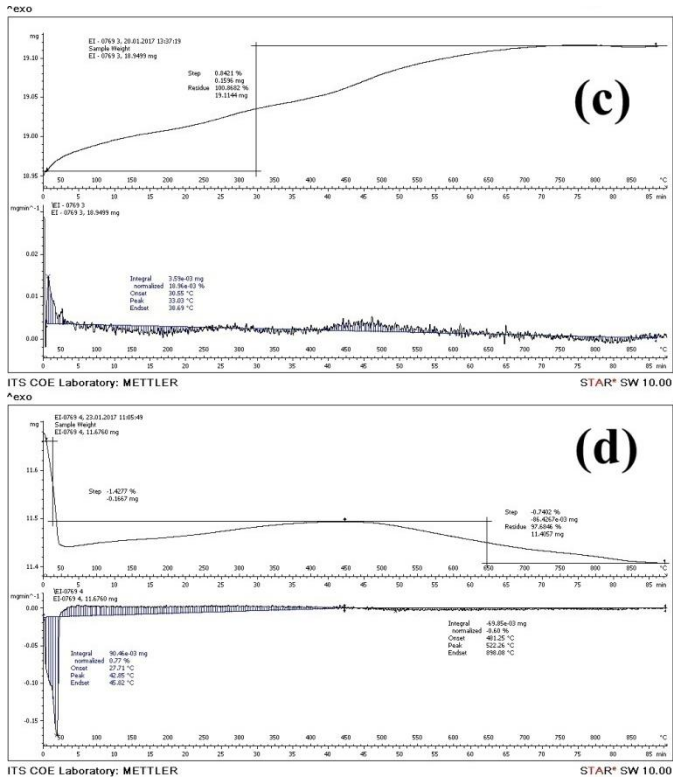


**Gambar 4.20.** Kurva TGA dan DTG Serbuk ZnO doping Al Masing-Masing Jumlah *doping*: a.) 1% ; b.) 2 % ;

Kurva TGA dan *DTG* dari sampel dengan *doping* 1 , 2 % ditunjukkan Gambar 4.20. Nilai cukup stabil pada setiap kenaikan temperatur kamar hingga 900° C. Sampel dengan *doping* 1 % sangat stabil dalam rentang temperatur 220 ° C hingga 900° C. Pada sampel dengan *doping* 2 % stabil dalam rentang temperatur 255 ° C dari hingga 900° C, kestabilan ZnO dalam temperatur tinggi ini dikarenakan ZnO adalah material semikonduktor berbasis oksida. Selain itu, tidak terlihat adanya



pengaruh dari *doping* yang diberikan terhadap kestabilan sampel tersebut.



**Gambar 4.21.** Kurva TGA dan DTG Serbuk ZnO doping Al Masing-Masing Jumlah doping c.) 3 % d.) 4 %.

Kurva TGA dan *DTG* dari sampel dengan *doping* 3 , 4 % ditunjukkan Gambar 4.21. Nilai cukup stabil pada setiap kenaikan temperatur kamar hingga 900° C. Untuk doping 3 % stabil dalam rentang temperatur 330 ° C dari hingga 900° C Sedangkan untuk doping 4% kurva mengalami penurunan pada temperatur kamar hingga 50° C hal ini dikarenakan adanya reaksi dekomposisi molekul H<sub>2</sub>O. Kestabilan optimum dari sampel 4 %



terletak pada temperatur  $450^{\circ}\text{C}$  dan berakhir pada temperatur  $650^{\circ}\text{C}$ . Dari keseluruhan analisis kestabilan termal yang dilakukan, terlihat jika adanya penambahan *doping* ke pada material ZnO tidak terlalu berpengaruh terhadap kestabilan termalnya. Reaksi yang mungkin terjadi selama proses pemanasan pada pengujian adalah desorpsi dan oksidasi. Sehingga, material ini dapat dijadikan sebagai kandidat material termoelektrik pada aplikasi temperatur tinggi. Adapun kandidat material termoelektrik aplikasi temperatur tinggi adalah stabil dalam temperatur tinggi, tidak terjadi dekomposisi, memiliki nilai efisiensi termoelektrik yang tinggi (Kinemuchi, 2007).

Jika dibandingkan dengan material termoelektrik yang ada di pasaran, yaitu  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , ZnO lebih unggul dalam hal sifat tahan pada temperatur tinggi. Aplikasi praktis dari material  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  terbatas karena dekomposisi pada temperatur rendah, oksidasi, penguapan, atau transisi fasa (Saini, 2014).



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian dan analisis data yang telah dilakukan dari material ZnO dengan komposisi penambahan aluminium sebesar 0; 1; 2; 3; dan 4 *at.%,* maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

- 1) Penambahan komposisi aluminium dari  $Al_2O_3$  dapat mempengaruhi sifat listrik seperti konduktivitas listrik dari material ZnO. Namun, pada komposisi *doping* tertentu dapat menurunkan konduktivitas listrik ZnO. Komposisi optimal untuk nilai konduktivitas listrik adalah dengan jumlah *doping* sebesar 3 *at.%,*
- 2) Penambahan *doping* tidak terlalu mempengaruhi kestabilan termal material ZnO pada temperatur kamar hingga tinggi. Kestabilan termal dari ZnO cukup baik dengan naiknya temperatur hingga 900°C. Sehingga, material *Al-doping* ZnO ini dapat dijadikan kandidat material termoelektrik untuk aplikasi pada temperatur tinggi.

#### 5.2. Saran

Untuk penelitian selanjutnya, berikut beberapa saran yang dapat diperhatikan:

- Dilakukan pengujian koefisien *Seebeck* serta berbagai pengujian lainnya untuk material *Al-doping* ZnO terkait dengan aplikasinya sebagai material termoelektrik.
- Dapat dilakukan penelitian dengan variasi lain.



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR PUSTAKA

- Akdag, A. et al., 2016. Structural and Morphological Properties of Al doped ZnO Nanoparticles. *Journal of Physics: Conference Series*, Volume 707, pp. 1-6
- Bergman, D.J.; Levy, O. Thermoelectric properties of a composite medium. *J. Appl. Phys.* 1991, 70, 6821–6833.
- Bindu, P. dan Sabu Thomas (2014). Estimation of lattice strain in ZnO nanoparticles: X-ray peak profile analysis. *J. Theor. Appl Phys*, 8, 123-134.
- C. Periasamy, P. Chakrabarti, Tailoring the structural and optoelectronic properties of Al-doped nanocrystalline ZnO thin films, *J. Electron.Mater.* 40 (2011) 259–266.
- Callister, W. D. (2007). *Materials Science and Engineering*. New York: John Wiley & Sons, Inc
- Carter, C. B. & Norton, M. G., 2013. *Ceramic Materials Science and Engineering*. New York: Springer Science and Business Media
- Chena, Z.-G., GuangHan, Lei Yang, Lina Cheng, and JinZoua, 2012, *Nanostructured Thermoelectric Materials: Current Research and Future Challenge*, *Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 6 pp. 535-549.
- Chou, Y. H. *et al.* (2011) ‘Preparation and characterization of solid-state sintered aluminum-doped zinc oxide with different alumina contents’, *Bulletin of Materials Science*, 34(3), pp. 477–482. doi: 10.1007/s12034-011-0112-6.
- Damonte, L. C. *et al.* (2010) ‘Al- doped ZnO mechanical milled powders for dye sensitized cells’, 495, pp. 432–435. doi: 10.1016/j.jallcom.2009.11.057.



- Doping ZnO with Nanosized Pore Structure. Journal of the Ceramice Society of Japan, 119(11), pp. 813-816.
- Electropeida, 2005, Thermocouple Electric Generators.
- Fergus, J.W., 2012, Oxide Materials for High Temperatur Thermoelectric Energy Conversion, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 32 pp. 525–540.
- Han, L., Jiang, Y., Li, S., Su, H., Lan, X., Qin, K., *et al.*, 2011, High Temperatur Thermoelectric Properties and Energy Transfer Devices of  $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{-Xagxo}_9$  and  $\text{Ca1-Ysmymno}_3$ , Journal of Alloys and Compounds, Vol. 509 (-), pp. 8970-8977.
- Hansson, R., Hayes, P. C. & Jak, E., 2005. Experimental Study of Phase Equilibria in the Al-Fe-Zn-O System in Air. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS B, Volume 35B, pp. 633-642.
- HARRIS, J.R., Matemathical Modelling of Mechanical Alloying, *Thesis submitted to The University of Nottingham for the degree of Doctor of Physlosophy*, Sepetember 2002.
- Heri Susanto Singgih Wibowo, 2015, Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (SIntesis, Deposisi, dan Aplikasi)
- Hsuan-Chung Wu, et al (2016) .Effects of Al-Impurity Type on Formation Energy, Crystal Structure, Electronic Structure, and Optical Properties of ZnO by Using Density Functional Theory and the Hubbard-U Method.
- Ismunandar. 2006. Padatan Oksida Logam, Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya. Bandung: Institut Teknologi Bandung)
- J.P Wiff *et al* (2008). Correlation between thermoelectric properties and effective mass caused by lattice distortion in Al- doped ZnO ceramics.
- Jood P, Mehta RJ, Zhang Y, Peleckis G, Wang X, Siegel RW, et al. Al-doped zinc oxide nanocomposites with enhanced thermoelectric properties. Nano Lett 2011;11:4337–42.



- 
- Kayani, Z. N., Saleemi, F. & Batool, I., 2015. Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles. *Materials Today Proceedings ICSSP'13*, 2(10), pp. 5619-5621.
- Karen Davis (2010). Material Review: Alumina ( $Al_2O_3$ ) Student of PhD in Chemical Engineering at the School of Doctoral Studies of the EU Square de Meeus 37-4th Floor 1000 Brussels, Belgium email: [karen.davis@det.sds.eu](mailto:karen.davis@det.sds.eu).
- Kinemuchi Y, Nakano H, Mikami M, Kobayashi K, Watari K, Hotta Y. Enhanced boundary-scattering of electrons and phonons in nanograined zinc oxide. *J Appl Phys* 2010;108:053721.
- Li, C., Lv, J., and Liang, Z., 2012, Effects of Al doped on the Optical and Electrical Properties of Pre-Synthesized ZnO Powders by *Solid state* Method, *Journal Material Science*, Vol. 23 (-), pp. 1673-1677.
- Lin, Y.J., Xu, X.Y., Huang, L., Evans, D.G., Li, D.Q. (2009). Bactericidal properties of ZnO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites formed from layered double hydroxide precursors. *J. Material Science: Material Medicine*, 20, 591-595.
- Liu, B. *et al.* (2017) 'Thermoelectric transport in nanocomposites', *Materials*, 10(4). doi: 10.3390/ma10040418.
- Lu, J. et al., 2006. Structural, optical, and electrical properties of (Zn,Al)O films over a wide range of compositions. *Journal of Applied Physics*, Volume 100, pp. 073714-1 - 073714-11.
- Mahmood, K. *et al.* (2015) 'Enhancement of thermoelectric properties of MBE grown un-doped ZnO by thermal annealing', 3(2), pp. 117-124.
-



- 
- Mallika, A. N., Reddy, A. R., Babu, K. S. & Reddy, K. V., 2014. Synthesis and Optical Characterization of Aluminium Doped ZnO Nanoparticles. *Ceramics International*, 40(8), pp. 12171-12177.
- Min, Z., Feng, L.J., and Heng, W., 2007, *Fabrication and Property of High-Performance Ag-Pb-Sb-Te System Semiconducting Thermoelectric Materials*, Chinese Science Bulletin, Vol. 52 (-), pp. 990-996.
- Min, Z., JingFeng, L., and Heng, W., 2007, Fabrication and Property of High-Performance Ag-Pb-Sb-Te System Semiconducting Thermoelectric Materials, Chinese Science Bulletin, Vol. 52 (-), pp. 990-996.
- Morkoç , H. & Özgür, Ü., 2009. Zinc Oxide: Fundamentals, Materials and Device Technology. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- N. Ma a,b , J.-F. Li a,n , B.P. Zhang b , Y.H. Lin a , L.R. Ren c , G.F. Chen c. (2010). Microstructure and thermoelectric properties of  $Zn(1-x)Al_xO$ . ceramics fabricated by spark plasma sintering. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 71 (2010) 1344–1349.
- Nakrela, A. *et al.*, 2016. Site Location of Al-Dopant in ZnO Lattice by Exploiting the Structural and Optical Characterisation of ZnO:Al Thin Films. *Results in Physics*, Volume 6, pp. 133-138.
- Ohtaki, M. & Araki, K., 2011. Thermoelectric Properties and Thermopower Enhancement of Al-
- Online, V. A. *et al.* (2013) 'synthesis of nitrogen doped carbon nanoparticles †', pp. 7970–7976. doi: 10.1039/c3nr02328a.
- Putri Mawardani. 2014, *Pengaruh Kemurnian Bahan baku alumina terhadap temperatur sintering dan karakteristik keramik alumina*.
-



- 
- Pratapa, S. 2004. Prinsip-prinsip dan Implementasi Metode Rietveld untuk Analisis Data Difraksi. Surabaya : *Jurusan Fisika FMIPA ITS*
- R. A. Linklater (2011). *Al-doping Zinc Oxide as a Transparent Conductive Material*. University of Waikato.
- S. Tewari and A. Bhattacharjee, “Structural, electrical and optical studies on spray-deposited aluminium-doped ZnO thin films,” *Pramana*, vol. 76, no. 1, pp. 153–163, 2011
- S.N. Bai, H.H. Tsai, T.Y. Tseng, Structural and optical properties of Al-doped ZnO nanowires synthesized by hydrothermal method, *Thin Solid Films* 516 (2007) 155.
- Saini, S. E. (2014). Thermoelectric Properties of Al-Doped ZnO Thin Films. *Journal of Electronic Materials*.
- Salah *et al* (2011). High Enrgy Ball Milling Technique For ZnO nanoparticles as antibacterial material. King Abdul Aziz, Jeddah, Saudi Arabia
- Snyder, G.J., and Toberer, E.S., 2008, Complex Thermoelectric Materials, *nature materials*, Vol. 7 pp. 105-114.
- Søndergaard, M. *et al.* (2013) ‘*Sintering and annealing effects on ZnO microstructure and thermoelectric properties*’, 61, pp. 3314–3323. doi: 10.1016/j.actamat.2013.02.021.
- Soni, P. (1999) ‘Mechanical alloying: fundamentals and applications’. Available at: <http://books.google.com/books?hl=en&lr=&id=25M6AcDumycC&oi=fnd&pg=PA1&dq=Mechanical+alloying:+fundamentals+and+applications&ots=mxJClzzYWX&sig=ZmMxSTCnDyDvVj4LgjaGuns18o4%5Cnhttp://books.google.com/books?hl=en&lr=&id=25M6AcDumycC&oi=fnd&pg=PA1&dq=Mechanic>.
-



- 
- Sparks, T.D., 2013, Oxide Thermoelectrics: The Role of Crystal Structure on Thermopower in Strongly Correlated Spinels, Dr pp. 200.
- Suryanarayana, C. (2001) 'Mechanical alloying and milling',
- Synder, G.J. and Eric, S.T. (2008), "Complex thermoelectric materials", *Nat. Mater.*, 7, 105-114
- Tamil Many K. Thandavan1 *et al* .2015. Enhanced Photoluminescence and Raman Properties of Al-Doping ZnO Nanostructures Prepared Using Termal Chemical Vapor Deposition of *Methanol* Assisted with Heated Brass.1 Plasma Technology Research Centre, Department of Physics, University of Malaya, Lembah Pantai, Kuala Lumpur, Malaysia,
- The-Long Phan. (2012) .Optical Properties of Zn Nanoparticles Prepared by Mechanical Ball Milling . Department of Physics, Chungbuk National University, Cheongju 361-763. *New Physics: Sae Mulli* (The Korean Physical Society),
- Tian Tian, L. C. (2016). Defect engineering for a markedly increased electrical conductivity and power factor in doped ZnO ceramic. *Acta Materialia* , 136e144.
- Tsubota, T., Ohtaki, M., Eguchi, K. & Arai, H., 1997. Thermoelectric Properties of Al- doped ZnO as A Promising Oxide Material for High Temperatur Thermoelectric Conversion. *J. Mater. Chem*,7(1), pp. 85-90.
- Verma A,Khan F, Kar D, Chakravarty BC, Singh SN, Husain M (2010) *Thin Solid Film* 518;2649.doi :
- Wang, Zhonglin, Yi Liu, Ze Zhang (2002). *Handbook of Nanophase and Nanostructured Materials-Synthesis*. Springer.
-





- 
- Xing, X. *et al.* (2016) 'Macro-/nanoporous Al-doped ZnO via self-sustained decomposition of metal-organic complexes for application in degradation of Congo red', *Ceramics International*. Elsevier, 42(16), pp. 18914–18924. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.09.041.
- Xiangjun, L., Yu, Z., Tao, X. & DengPan, N., 2008. Synthesis and Structure Analysis of Aluminium Doped Zinc Oxide Powders. *Science in China Series B. Chemistry*, 51(9), pp. 823-828.
- Yu-Hsien *et al.*, . 2010. Preparation and characterization of solid-state sintered aluminum- doped zinc oxide with different alumina contents. *Nanopowder and Thin Film Technology Centre, ITRI–South, Industrial Technology Research Institute, Tainan 70955, Taiwan. Bull. Mater. Sci.*, Vol. 34, No. 3, June 2011, pp. 477–482. \_c Indian Academy of Sciences.
- Zhang, L. *et al.* (2008) '*Thermoelectric Properties of Solution Combustion Synthesized Al- doped ZnO*', 49(12), pp. 2868–2874. doi: 10.2320/matertrans.MAW200801
- Zohra Nazir Karyani, Farhat Saleeni, Iffat Batool., 2015. Effect Calcination Temperatur on The Properties of ZnO nanoparticles. *Appl. Phys. A. Springer*.
-



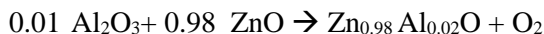
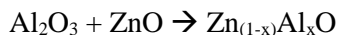
*. (Halaman ini sengaja dikosongkan)*

---

## LAMPIRAN

### Lampiran A : Contoh Perhitungan Massa Doping 2 %.

Mr = Al=27 ; Zn = 65.39 ; O=16



Target massa sintesis = 10 gram,

Mr  $\text{Zn}_{0.98} \text{ Al}_{0.02}\text{O}$  = 80,6222 g/mol

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{10 \text{ g}}{80,622 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0.124 \text{ mol}$$

Perumpamaan :

$$1 \rightarrow 0.124 \text{ mol}$$

$$0.01 \rightarrow x \text{ mol}$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{0.124 \times 0.01}{1} = 1.24 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{ZnO} = \frac{0.124 \times 0.98}{1} = 0.12152 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.24 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 101.96 = 0.1264 \text{ gram.}$$

$$\text{ZnO} = 1.24 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 81.39 = 9.8905 \text{ gram.}$$

Perhitunga PCA *Ethanol*.

JP Wiff *et al* (2009).

50 gram = 80 ml *ethanol*

10 gram = x ml *ethanol*

$$\frac{50}{80} : \frac{10}{x} = 16 \text{ ml}$$

Tabel 1. Lampiran perhitungan keseluruhan massa doping.

<b>No</b>	<b>Doping</b>	<b>ZnO (gr)</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (gr)</b>	<b>PCA Agent (Ethanol) (ml)</b>
1	1 at%	9.943	0.06291	16
2	2 at%	9.8905	0.1264	16
3	3 at%	9.8369	0.19056	16
4	4 at%	9.7472	0.2528	16

## Lampiran B: Contoh Perhitungan *Crystallite Size*

Contoh perhitungan untuk sampel *doping*.

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

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\sqrt{(\beta^2\text{sampel}) - (\beta^2\text{instrumen})}\cos\theta}$$

D = *Crystallite Size*

$\kappa$  = konstanta (0.9)

$\lambda$  = 1.54060Å

$\beta$  = FWHM setelah koreksi dalam satuan radian

$\beta = \sqrt{(\beta^2\text{sampel}) - (\beta^2\text{instrumen})}$

$\theta$  = theta *peak* (0.5 x 2 $\theta$ ), sehingga:

$$D = \frac{0.9 \times 1.54060\text{Å}}{\sqrt{8.09393 \times 10^{-06} - 5.47411 \times 10^{-06}}\cos(18.12715)}$$

$$D = \frac{0.9 \times 1.54060\text{Å}}{0.001618586 \times 0.9503684}$$

D = 90.137 nm

### **Lampiran C: Contoh Perhitungan *Micro-Strain***

Contoh perhitungan untuk sampel *doping*

$$\text{Micro - strain } (\varepsilon) = \frac{\beta}{4\tan\theta}$$

$\varepsilon = \text{microstrain}$

$\beta = \text{FWHM}$  setelah koreksi dalam satuan radian

$$\beta = \sqrt{(\beta^2 \text{sampel}) - (\beta^2 \text{instrumen})}$$

$\theta = \text{theta peak}$  ( $0.5 \times 2\theta$ ), sehingga:

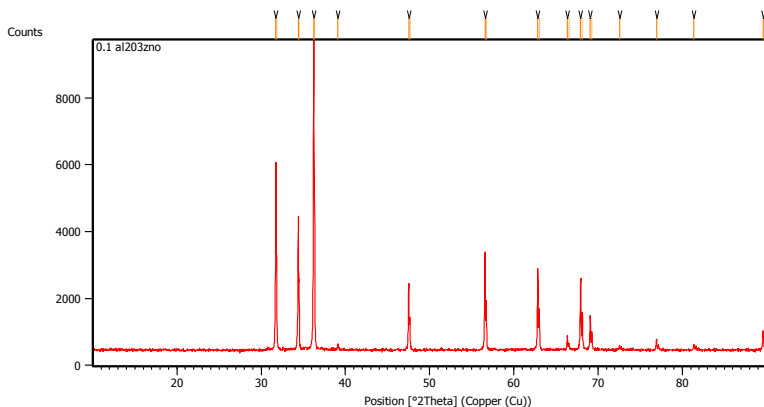
$$\text{Micro - strain } (\varepsilon) = \frac{\beta}{4\tan\theta}$$

$$\text{Micro - strain } (\varepsilon) = \frac{0.001618586}{4\tan(18.12715)}$$

$$\text{Micro - strain } (\varepsilon) = 0.001236$$

### **Lampiran D: Hasil Pengujian XRD dan ICDD Card**

1. ZnO Doping 1 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur  
Sintering 800°C)



Peak List:

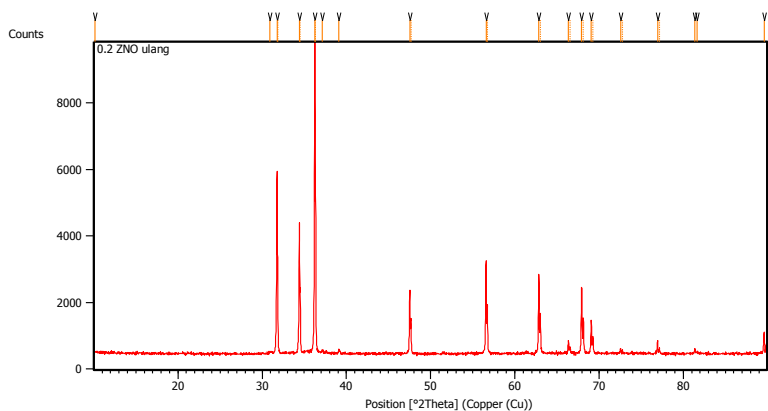
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Left	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.7539	5688.55	0.0816		2.81571	61.26
31.8538	2409.84	0.0408		2.81408	25.95
34.4117	3819.27	0.0816		2.60407	41.13
34.5141	1839.07	0.0612		2.60303	19.81
36.2385	9285.25	0.0816		2.47688	100.00
36.3466	4439.88	0.0612		2.47590	47.82
39.1164	152.89	0.0816		2.30102	1.65
47.5302	2015.16	0.0816		1.91147	21.70
47.6610	988.34	0.0612		1.91127	10.64

56.5824	2969.63	0.0816	1.62527	31.98
56.7372	1503.02	0.0816	1.62522	16.19
62.8532	2452.59	0.0816	1.47735	26.41
63.0295	1223.11	0.0816	1.47730	13.17
66.3625	418.66	0.0816	1.40748	4.51
66.5547	200.57	0.0816	1.40737	2.16
67.9379	2139.77	0.1020	1.37863	23.04
68.1305	1122.75	0.0816	1.37862	12.09
69.0705	1037.58	0.0816	1.35876	11.17
69.2694	516.26	0.0816	1.35871	5.56
72.5582	135.27	0.0816	1.30180	1.46
76.9447	304.48	0.0816	1.23815	3.28
81.3719	172.10	0.0612	1.18160	1.85
89.6061	564.64	0.1020	1.09313	6.08

---



## 2. ZnO Doping 2 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Left	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.1733	26.00	0.2676		8.69523	0.28
30.9193	48.02	0.4015		2.89218	0.52
31.7591	5350.14	0.0816		2.81526	58.01
31.8561	2525.67	0.0408		2.81388	27.38
34.4197	3925.04	0.0816		2.60348	42.56
34.5224	1797.30	0.0408		2.60242	19.49
36.2466	9223.37	0.0816		2.47634	100.00
36.3553	4259.24	0.0408		2.47532	46.18
37.1601	92.63	0.2448		2.41754	1.00
39.1240	129.12	0.0816		2.30059	1.40

---

47.5343	1953.09	0.0816	1.91131	21.18
47.6680	1031.35	0.0612	1.91100	11.18
56.5854	2801.34	0.1020	1.62518	30.37
56.7416	1458.17	0.0816	1.62511	15.81
62.8549	2399.95	0.1020	1.47731	26.02
63.0325	1194.12	0.0816	1.47724	12.95
66.3733	379.78	0.0816	1.40728	4.12
66.5634	190.04	0.0816	1.40721	2.06
67.9387	1992.02	0.1020	1.37861	21.60
68.1337	1060.01	0.0816	1.37856	11.49
69.0750	1039.81	0.1020	1.35868	11.27
69.2790	497.01	0.0816	1.35855	5.39
72.5640	165.13	0.0816	1.30171	1.79
72.7842	81.32	0.1020	1.30154	0.88
76.9609	367.83	0.0816	1.23793	3.99
77.1858	180.50	0.0816	1.23795	1.96
81.3841	148.73	0.0816	1.18145	1.61
81.6509	84.77	0.1224	1.17827	0.92

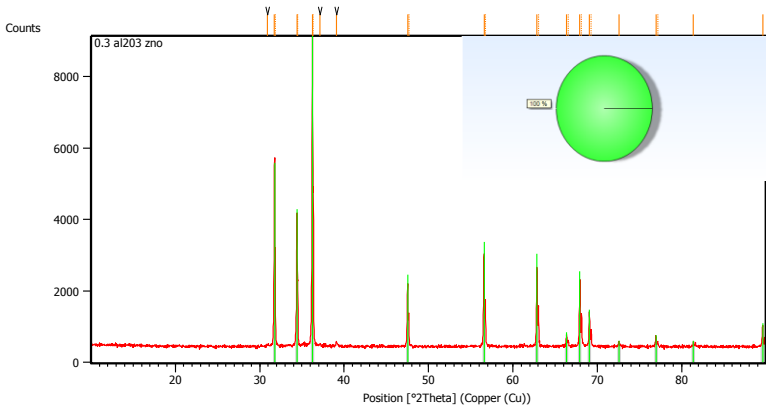
---

---

89.6066	663.12	0.1020	1.09313	7.19
---------	--------	--------	---------	------

---

### 3. ZnO Doping 3 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur *Sintering* 800°C)



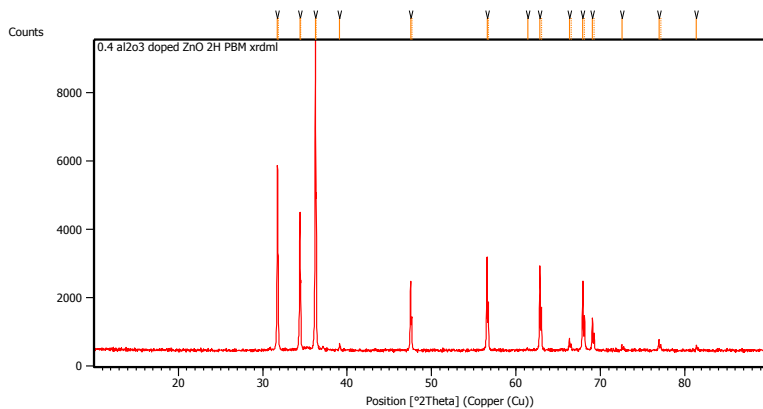
#### Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Left	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.9437	51.19	0.2007		2.88995	0.58
31.7564	5190.74	0.0816		2.81549	59.32
31.8536	2280.40	0.0408		2.81409	26.06
34.4155	3718.90	0.0612		2.60380	42.50
34.5188	1686.90	0.0408		2.60269	19.28
36.2406	8750.57	0.0816		2.47674	100.00
36.3487	4068.45	0.0612		2.47576	46.49

37.1534	84.95	0.2448	2.41796	0.97
39.1081	142.07	0.1632	2.30149	1.62
47.5320	1782.79	0.0816	1.91140	20.37
47.6641	924.44	0.0612	1.91115	10.56
56.5814	2615.26	0.1020	1.62529	29.89
56.7388	1312.74	0.0816	1.62518	15.00
62.8521	2220.19	0.0816	1.47737	25.37
63.0285	1150.46	0.0816	1.47732	13.15
66.3681	301.32	0.1020	1.40738	3.44
66.5309	173.91	0.1224	1.40782	1.99
67.9373	1887.74	0.1020	1.37864	21.57
68.1299	911.13	0.0816	1.37863	10.41
69.0690	960.18	0.0816	1.35879	10.97
69.2701	479.44	0.1020	1.35870	5.48
72.5678	146.68	0.1020	1.30165	1.68
76.9405	299.62	0.0816	1.23821	3.42
77.1776	130.31	0.1224	1.23806	1.49
81.3771	123.19	0.1224	1.18154	1.41
89.6039	585.14	0.1020	1.09315	6.69

---

#### 4. ZnO Doping 4 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)



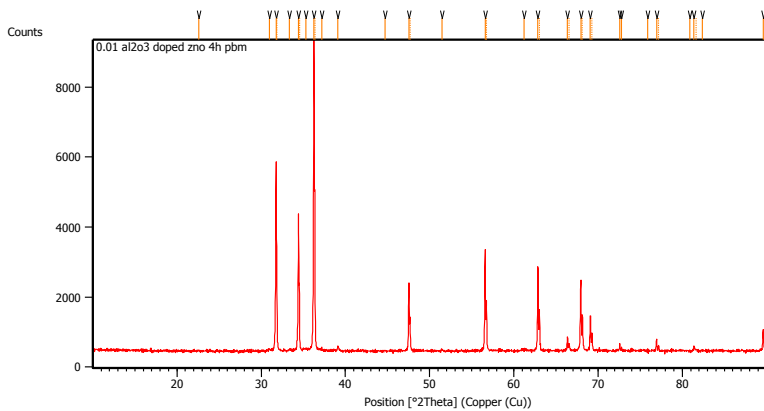
#### Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Left	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.7519	5413.43	0.0816		2.81588	59.54
31.8506	2454.87	0.0408		2.81435	27.00
34.4098	3924.82	0.0816		2.60421	43.17
34.5131	1854.34	0.0408		2.60311	20.40
36.2386	9091.56	0.0816		2.47688	100.00
36.3447	4306.70	0.0408		2.47602	47.37
39.1183	213.14	0.0612		2.30091	2.34
47.5285	2025.47	0.0816		1.91153	22.28
47.6597	991.30	0.0612		1.91131	10.90

56.5813	2789.15	0.0816	1.62529	30.68
56.7371	1422.47	0.0816	1.62523	15.65
61.3896	38.94	0.4896	1.50902	0.43
62.8460	2459.13	0.0816	1.47750	27.05
63.0270	1280.99	0.0612	1.47736	14.09
66.3505	362.71	0.0816	1.40771	3.99
66.5322	184.23	0.1020	1.40779	2.03
67.9334	2045.13	0.0816	1.37871	22.49
68.1259	1032.80	0.1020	1.37870	11.36
69.0697	955.94	0.0816	1.35877	10.51
69.2699	496.06	0.1020	1.35870	5.46
72.5475	161.58	0.0816	1.30196	1.78
76.9508	315.55	0.0816	1.23807	3.47
77.1815	172.06	0.0816	1.23801	1.89
81.3825	151.18	0.1020	1.18147	1.66
89.5997	661.39	0.1020	1.09319	7.27

---

## 5. ZnO Doping 1 %, Mechanical Milling 4 H (Temperatur Sintering 800°C)



### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d- spacing [Å]	Rel. [%]	Int.
22.5939	34.13	0.1004	3.93547	0.38	
30.9557	58.88	0.2676	2.88885	0.66	
31.7720	5427.64	0.0816	2.81415	60.64	
31.8692	2487.97	0.0408	2.81275	27.80	
33.3217	45.06	0.2448	2.68672	0.50	
34.4321	3880.23	0.0612	2.60258	43.35	
34.5330	1800.93	0.0408	2.60165	20.12	
35.3102	78.69	0.2448	2.53984	0.88	

---

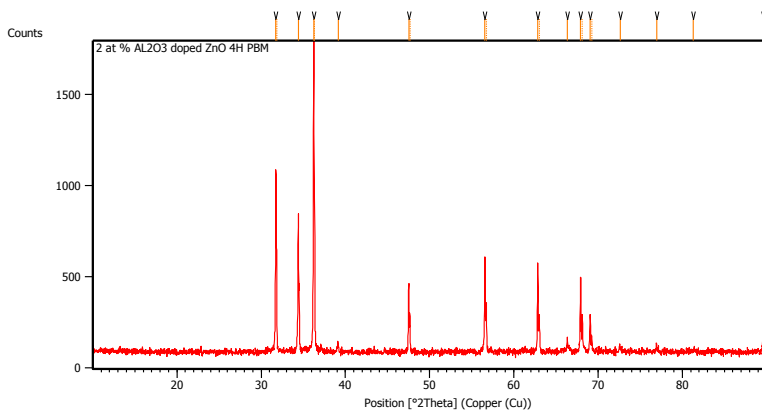
36.2575	8950.32	0.0816	2.47563	100.00
36.3653	4341.53	0.0612	2.47467	48.51
37.2078	74.80	0.1224	2.41455	0.84
39.1285	140.19	0.1020	2.30034	1.57
44.7028	27.90	0.2448	2.02558	0.31
47.5475	1965.92	0.0816	1.91081	21.96
47.6804	941.48	0.0816	1.91053	10.52
51.4792	37.05	0.2448	1.77373	0.41
56.5986	2928.37	0.0816	1.62484	32.72
56.7542	1467.61	0.0816	1.62478	16.40
61.2011	28.38	0.6528	1.51321	0.32
62.8677	2425.06	0.0816	1.47704	27.09
63.0457	1189.11	0.0816	1.47696	13.29
66.3772	403.15	0.0612	1.40721	4.50
66.5674	188.86	0.0612	1.40713	2.11
67.9489	2002.54	0.0816	1.37843	22.37
68.1435	966.51	0.1020	1.37838	10.80
69.0853	996.85	0.0816	1.35851	11.14
69.2734	508.05	0.0816	1.35864	5.68
72.5761	193.02	0.0612	1.30152	2.16
72.7906	76.92	0.1224	1.29821	0.86
75.9162	53.78	0.1020	1.25235	0.60

---



76.9559	340.14	0.0816	1.23800	3.80
77.1891	158.08	0.1224	1.23791	1.77
80.8794	50.85	0.1020	1.18755	0.57
81.3964	153.15	0.1020	1.18130	1.71
81.6695	50.40	0.1224	1.18097	0.56
82.3623	26.76	0.1632	1.16988	0.30
89.6141	619.01	0.0816	1.09305	6.92

6. ZnO Doping 2 %, Mechanical Milling 4 H (Temperatur  
*Sintering* 800°C)



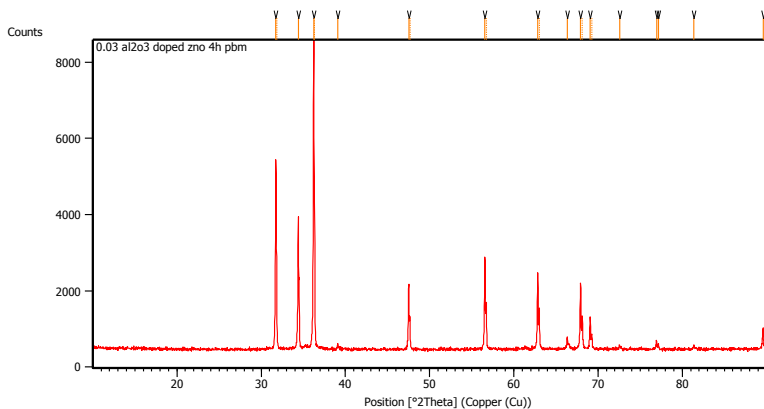
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.7517	1002.36	0.0816	2.81589	59.17

---

31.8480	477.34	0.0612	2.81458	28.18
34.4128	747.35	0.0816	2.60399	44.12
36.2357	1693.97	0.1020	2.47706	100.00
36.3451	813.30	0.0408	2.47600	48.01
39.1391	45.63	0.1632	2.29974	2.69
47.5255	379.63	0.1020	1.91165	22.41
47.6604	203.28	0.0612	1.91129	12.00
56.5741	524.57	0.0816	1.62548	30.97
56.7376	253.10	0.0612	1.62521	14.94
62.8495	482.52	0.0816	1.47743	28.48
63.0251	203.63	0.1020	1.47740	12.02
66.3542	75.25	0.0612	1.40764	4.44
67.9367	421.16	0.0816	1.37865	24.86
68.1054	187.74	0.0816	1.37906	11.08
69.0642	201.93	0.0816	1.35887	11.92
69.2550	84.41	0.0816	1.35896	4.98
72.6612	15.79	0.4896	1.30021	0.93
76.9436	46.69	0.1224	1.23817	2.76
81.3225	8.71	0.9792	1.18219	0.51
89.5998	138.88	0.0816	1.09319	8.20

---

## 7. ZnO Doping 3 %, Mechanical Milling 4 H (Temperatur Sintering 800°C)



### Peak List:

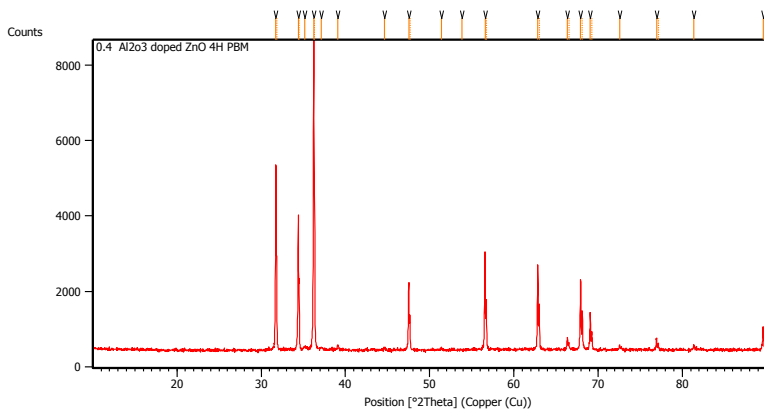
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.7452	4930.11	0.1020	2.81646	60.64
31.8436	2238.86	0.0408	2.81495	27.54
34.4105	3538.00	0.0816	2.60416	43.51
36.2321	8130.76	0.0816	2.47730	100.00
36.3397	3938.35	0.0408	2.47635	48.44
39.0993	152.53	0.0816	2.30199	1.88
47.5225	1708.37	0.1020	1.91176	21.01

---

47.6527	859.14	0.0612	1.91158	10.57
56.5707	2420.12	0.1020	1.62557	29.76
56.7298	1199.47	0.0612	1.62542	14.75
62.8429	1999.97	0.1020	1.47757	24.60
63.0248	1025.49	0.0816	1.47740	12.61
66.3508	313.06	0.1020	1.40770	3.85
67.9299	1728.52	0.1020	1.37877	21.26
68.1294	884.28	0.0816	1.37863	10.88
69.0641	797.33	0.1020	1.35887	9.81
69.2674	413.38	0.1020	1.35875	5.08
72.6020	72.54	0.4080	1.30112	0.89
76.9506	216.18	0.1020	1.23807	2.66
77.1701	145.03	0.1224	1.23510	1.78
81.3716	138.80	0.0612	1.18160	1.71
89.6013	568.42	0.1224	1.09318	6.99
89.8583	229.04	0.0816	1.09343	2.82

---

## 8. ZnO Doping 4 %, Mechanical Milling 4 H (Temperatur Sintering 800°C)



### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.7537	4945.42	0.0816	2.81572	60.16
31.8518	2175.48	0.0408	2.81425	26.47
34.4116	3564.19	0.0816	2.60408	43.36
34.5136	1664.72	0.0612	2.60307	20.25
35.1705	100.55	0.3264	2.54961	1.22
36.2382	8220.00	0.0816	2.47690	100.00

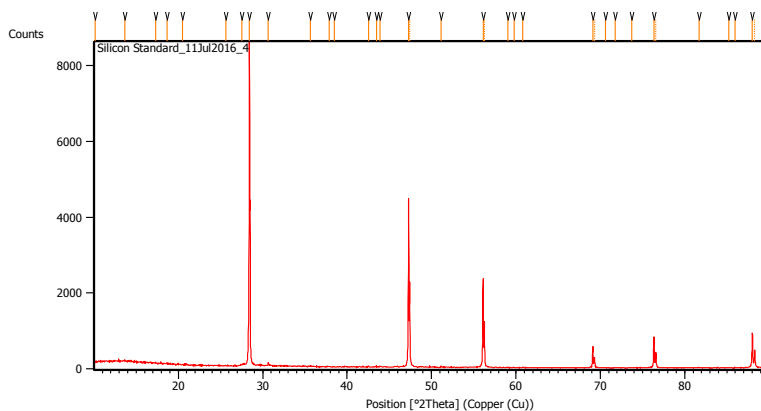
---

36.3455	3958.88	0.0408	2.47597	48.16
37.1162	85.56	0.2448	2.42030	1.04
39.1198	137.51	0.1224	2.30083	1.67
44.6742	56.69	0.3264	2.02681	0.69
47.5263	1785.67	0.0816	1.91162	21.72
47.6612	938.61	0.0816	1.91126	11.42
51.4014	41.69	0.3264	1.77623	0.51
53.8321	1.88	0.2856	1.70162	0.02
56.5816	2653.27	0.0816	1.62529	32.28
56.7395	1341.05	0.0816	1.62517	16.31
62.8476	2249.79	0.0816	1.47747	27.37
63.0251	1130.45	0.0816	1.47739	13.75
66.3655	322.63	0.1020	1.40742	3.92
66.5395	194.90	0.0612	1.40765	2.37
67.9360	1868.94	0.0816	1.37866	22.74
68.1283	1040.43	0.0816	1.37865	12.66
69.0757	963.12	0.0816	1.35867	11.72
69.2588	480.66	0.1020	1.35889	5.85
72.5536	136.98	0.1020	1.30187	1.67
76.9467	309.73	0.1020	1.23812	3.77

---

77.1730	157.43	0.0612	1.23813	1.92
81.3915	113.61	0.1224	1.18136	1.38
89.6049	606.01	0.0816	1.09314	7.37

### 9. ICDD Card Reference



### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.1424	3.15	0.1338	8.72162	0.04
13.6391	46.83	0.1004	6.49248	0.58
17.2993	26.12	0.1004	5.12619	0.32
18.6413	11.30	0.4015	4.76007	0.14
20.4805	15.16	0.0836	4.33655	0.19

25.6440	28.17	0.0502	3.47389	0.35
27.5525	36.32	0.2676	3.23745	0.45
28.4264	8090.9 1	0.0502	3.13988	100.0 0
30.6501	80.67	0.0408	2.91454	1.00
35.6342	9.70	0.4015	2.51957	0.12
37.8935	9.87	0.4015	2.37438	0.12
38.4656	6.02	0.2007	2.34038	0.07
42.5254	26.24	0.1171	2.12587	0.32
43.4951	15.18	0.1004	2.08070	0.19
43.8760	19.57	0.0669	2.06352	0.24
47.2886	4428.0 4	0.0816	1.92067	54.73
47.4178	2300.3 2	0.0612	1.92050	28.43
51.1232	19.85	0.0816	1.78524	0.25
56.1115	2332.6 6	0.0816	1.63778	28.83
56.2676	1185.0 2	0.0816	1.63767	14.65
59.0335	4.80	0.3264	1.56349	0.06
59.7886	6.00	0.4080	1.54554	0.07
60.8240	11.13	0.1020	1.52169	0.14
69.1195	554.01	0.0816	1.35792	6.85



69.3184	266.73	0.0816	1.35787	3.30
70.6423	11.50	0.1020	1.33233	0.14
71.7466	3.79	0.2040	1.31451	0.05
73.7286	6.68	0.6528	1.28400	0.08
76.3659	827.00	0.0816	1.24609	10.22
76.5935	413.98	0.1020	1.24604	5.12
81.7257	4.04	0.3264	1.17738	0.05
85.2154	8.24	0.0816	1.13785	0.10
85.9673	8.36	0.2448	1.12982	0.10
88.0228	918.98	0.1020	1.10866	11.36
88.2966	472.56	0.1020	1.10868	5.84

---

## 10. ICDDCard ZnO Wurtzite (PDF-01-078-3322)

Date: 11/17/2016 Time: 2:40:21 PM User: Teknik Material

---

### Name and formula

Reference code:	01-078-3322
Compound name:	Zinc Oxide
Empirical formula:	OZn
Chemical formula:	ZnO

### Crystallographic parameters

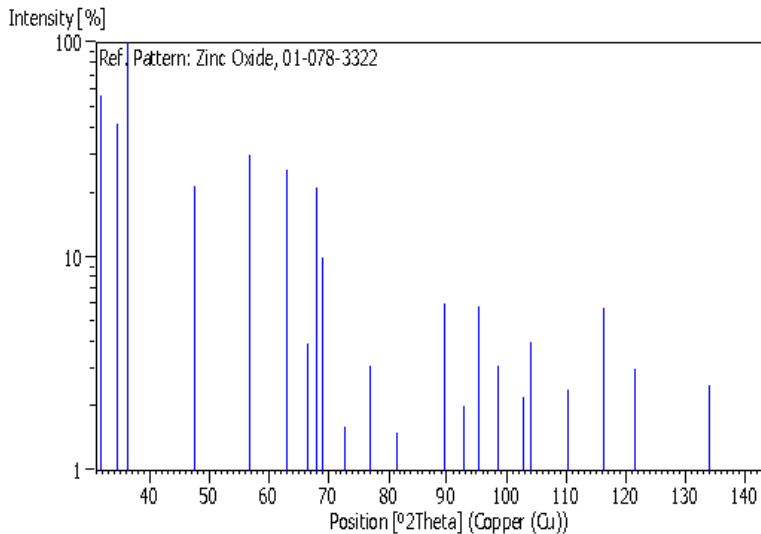
Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P63mc
Space group number:	186
a (Å):	3.2504
b (Å):	3.2504
c (Å):	5.2057
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	47.63
Z:	2.00
RIR:	5.18

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2.81490	31.763	56.3
2	0	0	2	2.60280	34.429	42.1
3	1	0	1	2.47610	36.250	100.0
4	1	0	2	1.91110	47.540	21.6
5	1	1	0	1.62520	56.585	29.8
6	1	0	3	1.47710	62.865	25.6
7	2	0	0	1.40750	66.362	3.9
8	1	1	2	1.37850	67.945	21.1
9	2	0	1	1.35870	69.074	10.0
10	0	0	4	1.30140	72.584	1.6
11	2	0	2	1.23800	76.956	3.1
12	1	0	4	1.18130	81.397	1.5
13	2	0	3	1.09310	89.610	6.0
14	2	1	0	1.06390	92.777	2.0
15	2	1	1	1.04240	95.287	5.8
16	1	1	4	1.01590	98.619	3.1
17	2	1	2	0.98480	102.923	2.2
18	1	0	5	0.97650	104.154	4.0
19	2	0	4	0.95550	107.448	0.6
20	3	0	0	0.93830	110.361	2.4
21	2	1	3	0.90700	116.268	5.7
22	3	0	2	0.88270	121.539	3.0
23	0	0	6	0.86760	125.209	0.4
24	2	0	5	0.83700	133.943	2.5

25	1	0	6	0.82910	136.584	0.5
26	2	1	4	0.82370	138.511	0.8
27	2	2	0	0.81260	142.863	1.6

### Stick Pattern



### **Lampiran E: Hasil Uji Hambatan Listrik**

1. ZnO Doping 1 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)

Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)	Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)
1000	1.22E-06	100000	2.02E-05
2000	1.60E-06	110000	2.17E-05
3000	1.96E-06	120000	2.33E-05
4000	2.31E-06	130000	2.48E-05
5000	2.64E-06	140000	2.63E-05
6000	2.94E-06	150000	2.78E-05

7000	3.24E-06	160000	2.93E-05
8000	3.53E-06	170000	3.09E-05
9000	3.81E-06	180000	3.23E-05
10000	4.08E-06	190000	3.38E-05
11000	4.34E-06	200000	3.52E-05
12000	4.60E-06	210000	3.66E-05
13000	4.84E-06	220000	3.80E-05
14000	5.09E-06	230000	3.94E-05
15000	5.34E-06	240000	4.07E-05
16000	5.57E-06	250000	4.24E-05
17000	5.81E-06	260000	4.38E-05
18000	6.05E-06	270000	4.52E-05
19000	6.27E-06	280000	4.67E-05
20000	6.49E-06	290000	4.82E-05
21000	6.72E-06	300000	4.96E-05
22000	6.93E-06	310000	5.10E-05
23000	7.14E-06	320000	5.24E-05
24000	7.35E-06	330000	5.39E-05
25000	7.55E-06	340000	5.53E-05
26000	7.77E-06	350000	5.67E-05
27000	7.96E-06	360000	5.82E-05
28000	8.16E-06	370000	5.96E-05
29000	8.37E-06	380000	6.10E-05
30000	8.56E-06	390000	6.23E-05
31000	8.76E-06	400000	6.38E-05
32000	8.95E-06	410000	6.52E-05
33000	9.14E-06	420000	6.65E-05
34000	9.32E-06	430000	6.78E-05
35000	9.51E-06	440000	6.93E-05

36000	9.70E-06	450000	7.07E-05
37000	9.88E-06	460000	7.20E-05
38000	1.01E-05	470000	7.36E-05
39000	1.02E-05	480000	7.45E-05
40000	1.04E-05	490000	7.60E-05
41000	1.06E-05	500000	7.75E-05
42000	1.08E-05	510000	7.87E-05
43000	1.10E-05	520000	8.01E-05
44000	1.11E-05	530000	8.14E-05
45000	1.13E-05	540000	8.29E-05
46000	1.15E-05	550000	8.43E-05
47000	1.17E-05	560000	8.57E-05
48000	1.19E-05	570000	8.70E-05
49000	1.21E-05	580000	8.81E-05
50000	1.22E-05	590000	8.96E-05
51000	1.24E-05	600000	9.10E-05
52000	1.26E-05	610000	9.23E-05
53000	1.27E-05	620000	9.36E-05
54000	1.29E-05	630000	9.51E-05
55000	1.31E-05	640000	9.65E-05
56000	1.33E-05	650000	9.78E-05
57000	1.34E-05	660000	9.90E-05
58000	1.36E-05	670000	1.01E-04
59000	1.38E-05	680000	1.02E-04
60000	1.39E-05	690000	1.03E-04
61000	1.41E-05	700000	1.05E-04
62000	1.43E-05	710000	1.06E-04
63000	1.44E-05	720000	1.08E-04
64000	1.46E-05	730000	1.09E-04

65000	1.48E-05	740000	1.11E-04
66000	1.49E-05	750000	1.12E-04
67000	1.51E-05	760000	1.14E-04
68000	1.53E-05	770000	1.15E-04
69000	1.54E-05	780000	1.17E-04
70000	1.56E-05	790000	1.18E-04
71000	1.58E-05	800000	1.20E-04
72000	1.59E-05	810000	1.21E-04
73000	1.61E-05	820000	1.23E-04
74000	1.62E-05	830000	1.24E-04
75000	1.64E-05	840000	1.26E-04
76000	1.66E-05	850000	1.28E-04
77000	1.67E-05	860000	1.29E-04
78000	1.69E-05	870000	1.31E-04
79000	1.70E-05	880000	1.32E-04
80000	1.72E-05	890000	1.34E-04
81000	1.73E-05	900000	1.35E-04
82000	1.75E-05	910000	1.36E-04
83000	1.76E-05	920000	1.37E-04
84000	1.78E-05	930000	1.39E-04
85000	1.79E-05	940000	1.40E-04
86000	1.81E-05	950000	1.42E-04
87000	1.82E-05	960000	1.43E-04
88000	1.84E-05	970000	1.45E-04
89000	1.85E-05	980000	1.47E-04
90000	1.87E-05	990000	1.48E-04
91000	1.88E-05	999000	1.49E-04
92000	1.90E-05		
93000	1.91E-05		

94000	1.93E-05
95000	1.94E-05
96000	1.96E-05
97000	1.97E-05
98000	1.99E-05
99000	2.00E-05

2. ZnO Doping 2 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)

Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)	Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)
1000	4.12E-06	97000	4.41E-05
2000	5.42E-06	98000	4.44E-05
3000	6.41E-06	99000	4.48E-05
4000	7.26E-06	100000	4.51E-05
5000	7.99E-06	110000	4.88E-05
6000	8.64E-06	120000	5.24E-05
7000	9.25E-06	130000	5.60E-05
8000	9.84E-06	140000	5.96E-05
9000	1.04E-05	150000	6.32E-05
10000	1.09E-05	160000	6.68E-05
11000	1.15E-05	170000	7.03E-05
12000	1.20E-05	180000	7.38E-05
13000	1.25E-05	190000	7.73E-05
14000	1.30E-05	200000	8.08E-05
15000	1.35E-05	210000	8.43E-05
16000	1.39E-05	220000	8.82E-05
17000	1.44E-05	230000	9.15E-05
18000	1.48E-05	240000	9.49E-05



19000	1.53E-05	250000	9.83E-05
20000	1.57E-05	260000	1.02E-04
21000	1.61E-05	270000	1.05E-04
22000	1.66E-05	280000	1.09E-04
23000	1.70E-05	290000	1.12E-04
24000	1.74E-05	300000	1.16E-04
25000	1.77E-05	310000	1.19E-04
26000	1.81E-05	320000	1.22E-04
27000	1.84E-05	330000	1.25E-04
28000	1.88E-05	340000	1.29E-04
29000	1.92E-05	350000	1.32E-04
30000	1.96E-05	360000	1.36E-04
31000	2.00E-05	370000	1.39E-04
32000	2.03E-05	380000	1.42E-04
33000	2.07E-05	390000	1.45E-04
34000	2.10E-05	400000	1.49E-04
35000	2.14E-05	410000	1.52E-04
36000	2.18E-05	420000	1.55E-04
37000	2.22E-05	430000	1.58E-04
38000	2.25E-05	440000	1.62E-04
39000	2.29E-05	450000	1.64E-04
40000	2.33E-05	460000	1.68E-04
41000	2.37E-05	470000	1.71E-04
42000	2.41E-05	480000	1.75E-04
43000	2.45E-05	490000	1.78E-04
44000	2.50E-05	500000	1.81E-04
45000	2.53E-05	510000	1.84E-04
46000	2.59E-05	520000	1.88E-04
47000	2.63E-05	530000	1.92E-04

48000	2.65E-05	540000	1.96E-04
49000	2.69E-05	550000	1.99E-04
50000	2.74E-05	560000	2.02E-04
51000	2.77E-05	570000	2.05E-04
52000	2.80E-05	580000	2.09E-04
53000	2.84E-05	590000	2.12E-04
54000	2.87E-05	600000	2.15E-04
55000	2.90E-05	610000	2.18E-04
56000	2.93E-05	620000	2.22E-04
57000	2.96E-05	630000	2.26E-04
58000	3.00E-05	640000	2.30E-04
59000	3.03E-05	650000	2.33E-04
60000	3.06E-05	660000	2.36E-04
61000	3.11E-05	670000	2.40E-04
62000	3.14E-05	680000	2.44E-04
63000	3.17E-05	690000	2.47E-04
64000	3.20E-05	700000	2.50E-04
65000	3.24E-05	710000	2.53E-04
66000	3.28E-05	720000	2.56E-04
67000	3.32E-05	730000	2.59E-04
68000	3.36E-05	740000	2.62E-04
69000	3.40E-05	750000	2.65E-04
70000	3.44E-05	760000	2.69E-04
71000	3.47E-05	770000	2.72E-04
72000	3.50E-05	780000	2.75E-04
73000	3.53E-05	790000	2.78E-04
74000	3.56E-05	800000	2.81E-04
75000	3.59E-05	810000	2.84E-04
76000	3.63E-05	820000	2.87E-04

77000	3.66E-05	830000	2.91E-04
78000	3.70E-05	840000	2.94E-04
79000	3.74E-05	850000	2.97E-04
80000	3.77E-05	860000	3.00E-04
81000	3.83E-05	870000	3.03E-04
82000	3.86E-05	880000	3.06E-04
83000	3.89E-05	890000	3.09E-04
84000	3.93E-05	900000	3.11E-04
85000	3.95E-05	910000	3.14E-04
86000	3.99E-05	920000	3.17E-04
87000	4.02E-05	930000	3.21E-04
88000	4.06E-05	940000	3.24E-04
89000	4.10E-05	950000	3.27E-04
90000	4.13E-05	960000	3.30E-04
91000	4.18E-05	970000	3.33E-04
92000	4.23E-05	980000	3.37E-04
93000	4.26E-05	990000	3.40E-04
94000	4.28E-05	999000	3.43E-04
95000	4.33E-05		
96000	4.38E-05		

3. ZnO Doping 3 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)

Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)	Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)
1000	1.02E-05	97000	9.53E-05
2000	1.28E-05	98000	9.61E-05
3000	1.50E-05	99000	9.65E-05
4000	1.70E-05	100000	9.71E-05

5000	1.88E-05	110000	1.04E-04
6000	2.05E-05	120000	1.09E-04
7000	2.21E-05	130000	1.15E-04
8000	2.37E-05	140000	1.20E-04
9000	2.53E-05	150000	1.26E-04
10000	2.67E-05	160000	1.32E-04
11000	2.81E-05	170000	1.37E-04
12000	2.94E-05	180000	1.43E-04
13000	3.07E-05	190000	1.47E-04
14000	3.19E-05	200000	1.53E-04
15000	3.30E-05	210000	1.59E-04
16000	3.42E-05	220000	1.64E-04
17000	3.53E-05	230000	1.69E-04
18000	3.65E-05	240000	1.74E-04
19000	3.75E-05	250000	1.79E-04
20000	3.86E-05	260000	1.84E-04
21000	3.97E-05	270000	1.89E-04
22000	4.07E-05	280000	1.94E-04
23000	4.18E-05	290000	2.00E-04
24000	4.28E-05	300000	2.05E-04
25000	4.38E-05	310000	2.09E-04
26000	4.47E-05	320000	2.15E-04
27000	4.57E-05	330000	2.20E-04
28000	4.66E-05	340000	2.24E-04
29000	4.75E-05	350000	2.30E-04
30000	4.84E-05	360000	2.35E-04
31000	4.93E-05	370000	2.41E-04
32000	5.01E-05	380000	2.42E-04
33000	5.10E-05	390000	2.49E-04

34000	5.18E-05	400000	2.54E-04
35000	5.27E-05	410000	2.59E-04
36000	5.34E-05	420000	2.65E-04
37000	5.42E-05	430000	2.71E-04
38000	5.50E-05	440000	2.76E-04
39000	5.58E-05	450000	2.81E-04
40000	5.66E-05	460000	2.85E-04
41000	5.74E-05	470000	2.90E-04
42000	5.82E-05	480000	2.94E-04
43000	5.90E-05	490000	2.98E-04
44000	5.98E-05	500000	3.01E-04
45000	6.06E-05	510000	3.07E-04
46000	6.12E-05	520000	3.12E-04
47000	6.21E-05	530000	3.17E-04
48000	6.28E-05	540000	3.21E-04
49000	6.35E-05	550000	3.26E-04
50000	6.42E-05	560000	3.31E-04
51000	6.49E-05	570000	3.36E-04
52000	6.57E-05	580000	3.40E-04
53000	6.63E-05	590000	3.45E-04
54000	6.65E-05	600000	3.50E-04
55000	6.77E-05	610000	3.55E-04
56000	6.84E-05	620000	3.60E-04
57000	6.92E-05	630000	3.66E-04
58000	7.03E-05	640000	3.72E-04
59000	7.11E-05	650000	3.77E-04
60000	7.17E-05	660000	3.82E-04
61000	7.24E-05	670000	3.87E-04
62000	7.32E-05	680000	3.93E-04

63000	7.39E-05	690000	3.98E-04
64000	7.45E-05	700000	4.01E-04
65000	7.51E-05	710000	4.05E-04
66000	7.56E-05	720000	4.09E-04
67000	7.63E-05	730000	4.12E-04
68000	7.70E-05	740000	4.17E-04
69000	7.77E-05	750000	4.22E-04
70000	7.84E-05	760000	4.26E-04
71000	7.91E-05	770000	4.29E-04
72000	7.97E-05	780000	4.34E-04
73000	8.03E-05	790000	4.39E-04
74000	8.10E-05	800000	4.44E-04
75000	8.17E-05	810000	4.49E-04
76000	8.22E-05	820000	4.53E-04
77000	8.29E-05	830000	4.58E-04
78000	8.36E-05	840000	4.62E-04
79000	8.42E-05	850000	4.67E-04
80000	8.48E-05	860000	4.71E-04
81000	8.55E-05	870000	4.76E-04
82000	8.54E-05	880000	4.81E-04
83000	8.66E-05	890000	4.88E-04
84000	8.76E-05	900000	4.91E-04
85000	8.82E-05	910000	4.95E-04
86000	8.89E-05	920000	4.99E-04
87000	9.02E-05	930000	5.03E-04
88000	9.07E-05	940000	5.06E-04
89000	9.14E-05	950000	5.10E-04
90000	9.19E-05	960000	5.14E-04
91000	9.24E-05	970000	5.20E-04

92000	9.31E-05	980000	5.25E-04
93000	9.37E-05	990000	5.30E-04
94000	9.41E-05	999000	5.33E-04
95000	9.47E-05		
96000	9.51E-05		

4. ZnO Doping 4 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur *Sintering* 800°C)

Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)	Frekuensi (Hz)	Hambatan (Ohm)
1000	8.19E-06	96000	4.79E-05
2000	9.80E-06	97000	4.83E-05
3000	1.10E-05	98000	4.85E-05
4000	1.21E-05	99000	4.89E-05
5000	1.30E-05	100000	4.92E-05
6000	1.38E-05	110000	5.25E-05
7000	1.45E-05	120000	5.58E-05
8000	1.52E-05	130000	5.91E-05
9000	1.59E-05	140000	6.24E-05
10000	1.65E-05	150000	6.57E-05
11000	1.71E-05	160000	6.91E-05
12000	1.76E-05	170000	7.27E-05
13000	1.82E-05	180000	7.61E-05
14000	1.87E-05	190000	7.94E-05
15000	1.92E-05	200000	8.27E-05
16000	1.97E-05	210000	8.61E-05
17000	2.02E-05	220000	8.95E-05
18000	2.06E-05	230000	9.31E-05
19000	2.11E-05	240000	9.73E-05

20000	2.15E-05	250000	1.01E-04
21000	2.19E-05	260000	1.04E-04
22000	2.23E-05	270000	1.08E-04
23000	2.27E-05	280000	1.12E-04
24000	2.32E-05	290000	1.15E-04
25000	2.36E-05	300000	1.19E-04
26000	2.39E-05	310000	1.23E-04
27000	2.43E-05	320000	1.26E-04
28000	2.47E-05	330000	1.30E-04
29000	2.51E-05	340000	1.34E-04
30000	2.55E-05	350000	1.37E-04
31000	2.59E-05	360000	1.41E-04
32000	2.63E-05	370000	1.45E-04
33000	2.67E-05	380000	1.48E-04
34000	2.70E-05	390000	1.52E-04
35000	2.74E-05	400000	1.56E-04
36000	2.78E-05	410000	1.59E-04
37000	2.82E-05	420000	1.63E-04
38000	2.86E-05	430000	1.67E-04
39000	2.89E-05	440000	1.70E-04
40000	2.93E-05	450000	1.74E-04
41000	2.96E-05	460000	1.78E-04
42000	2.99E-05	470000	1.81E-04
43000	3.03E-05	480000	1.85E-04
44000	3.07E-05	490000	1.89E-04
45000	3.10E-05	500000	1.92E-04
46000	3.14E-05	510000	1.96E-04
47000	3.17E-05	520000	2.00E-04
48000	3.21E-05	530000	2.03E-04

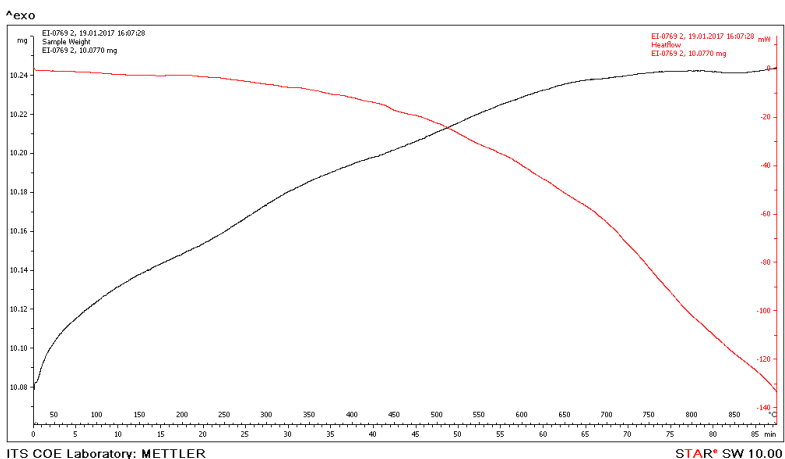
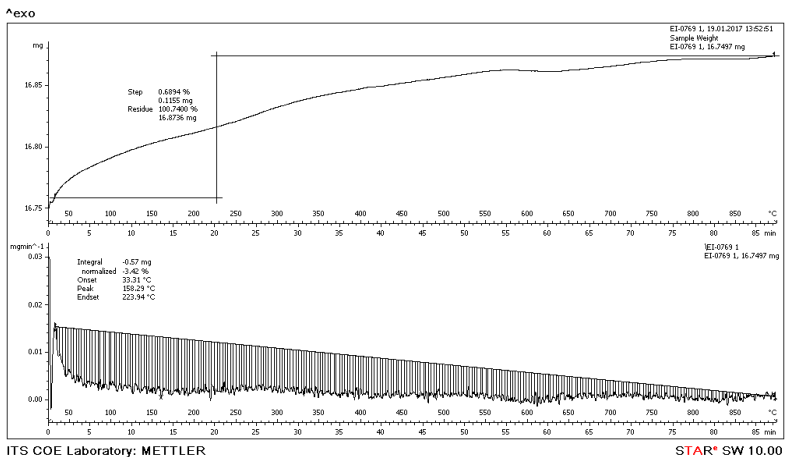


49000	3.24E-05	540000	2.07E-04
50000	3.28E-05	550000	2.11E-04
51000	3.31E-05	560000	2.15E-04
52000	3.33E-05	570000	2.19E-04
53000	3.37E-05	580000	2.23E-04
54000	3.40E-05	590000	2.27E-04
55000	3.43E-05	600000	2.31E-04
56000	3.46E-05	610000	2.35E-04
57000	3.50E-05	620000	2.39E-04
58000	3.53E-05	630000	2.43E-04
59000	3.57E-05	640000	2.46E-04
60000	3.60E-05	650000	2.50E-04
61000	3.63E-05	660000	2.54E-04
62000	3.66E-05	670000	2.58E-04
63000	3.70E-05	680000	2.62E-04
64000	3.74E-05	690000	2.66E-04
65000	3.78E-05	700000	2.69E-04
66000	3.81E-05	710000	2.73E-04
67000	3.84E-05	720000	2.77E-04
68000	3.87E-05	730000	2.81E-04
69000	3.90E-05	740000	2.85E-04
70000	3.93E-05	750000	2.89E-04
71000	3.97E-05	760000	2.93E-04
72000	4.00E-05	770000	2.96E-04
73000	4.03E-05	780000	3.00E-04
74000	4.06E-05	790000	3.04E-04
75000	4.09E-05	800000	3.08E-04
76000	4.12E-05	810000	3.12E-04
77000	4.16E-05	820000	3.16E-04

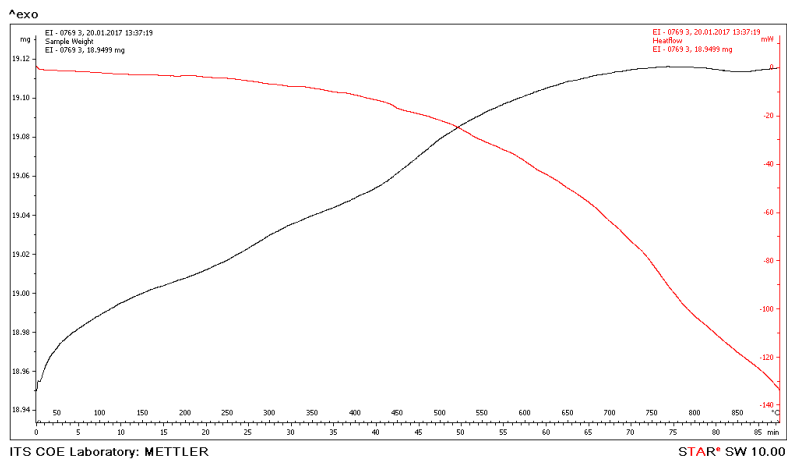
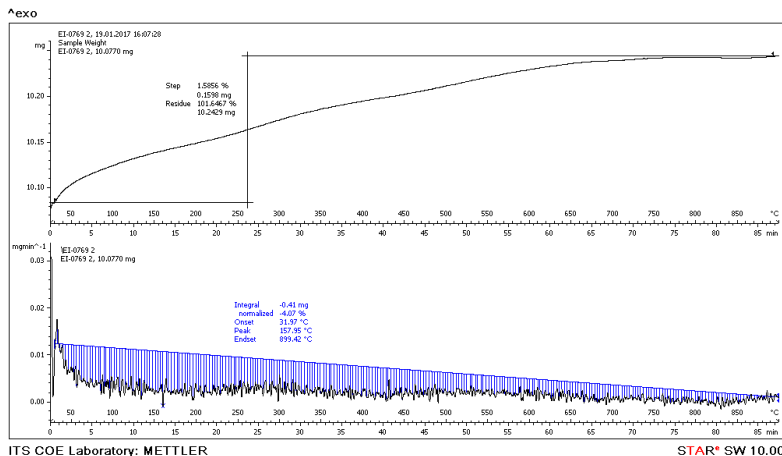
78000	4.20E-05	830000	3.19E-04
79000	4.23E-05	840000	3.23E-04
80000	4.26E-05	850000	3.27E-04
81000	4.29E-05	860000	3.31E-04
82000	4.32E-05	870000	3.35E-04
83000	4.35E-05	880000	3.39E-04
84000	4.39E-05	890000	3.43E-04
85000	4.42E-05	900000	3.45E-04
86000	4.45E-05	910000	3.49E-04
87000	4.48E-05	920000	3.52E-04
88000	4.53E-05	930000	3.56E-04
89000	4.56E-05	940000	3.60E-04
90000	4.60E-05	950000	3.64E-04
91000	4.63E-05	960000	3.68E-04
92000	4.66E-05	970000	3.71E-04
93000	4.69E-05	980000	3.75E-04
94000	4.73E-05	990000	3.79E-04
95000	4.76E-05	999000	3.83E-04

## Lampiran F: Hasil Uji DSC/TGA dan DTG

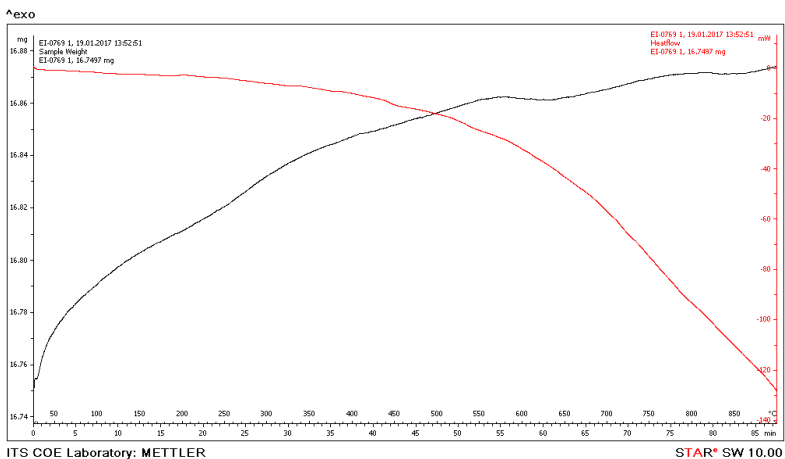
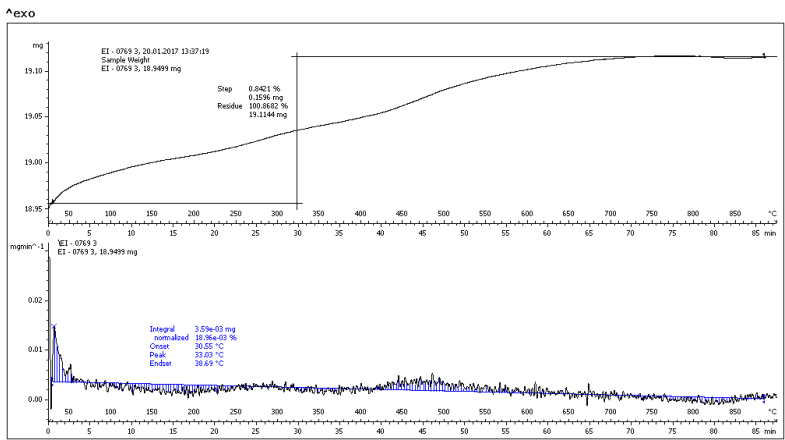
### 1. ZnO Doping 1 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)



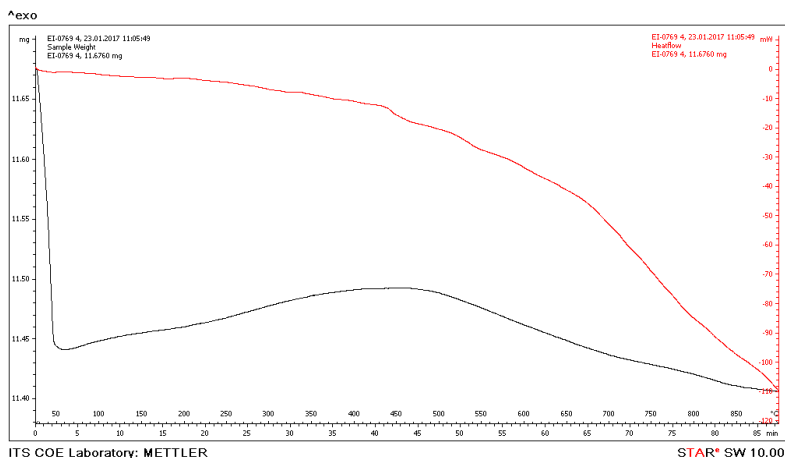
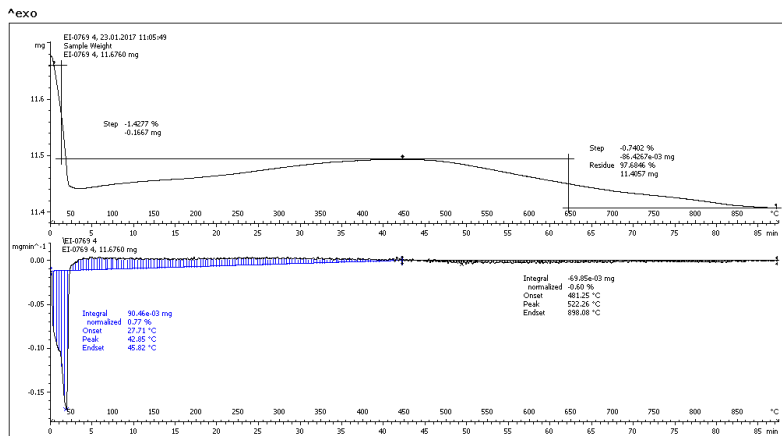
## 2. ZnO Doping 2 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)



### 3. ZnO Doping 3 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)



## 4. ZnO Doping 4 %, Mechanical Milling 2 H (Temperatur Sintering 800°C)



## BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Nurul Lailatul Muzayadah yang lahir di Jember pada tanggal 23 Agustus 1995. Penulis merupakan putri pertama dari tiga bersaudara pasangan Bapak Mokh Haderi S.Ag,M.Pdi dan Ibu Umi Kulsum S.Ag. Penulis menempuh pendidikan formal di Jember, yakni SDN Tegal Gede 01 Jember, SMPN 1 Jember, dan SMAN 2 Jember. Pada tahun 2013, penulis lulus dari SMA dan melanjutkan studi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS. Selama berkuliah, penulis aktif berorganisasi antara lain di Badan Eksekutif Mahasiswa ITS, Staf Kementerian Sosial Masyarakat Periode 2014-2015. SC-PSDM Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS, 2015-2016, Jurnalis ITS Online Periode 2014-2016. Penulis mendapatkan beasiswa dari Mutiara-SDM IPTEK. Penulis sempat melaksanakan kerja praktik di PT PERTAMINA EP, Cepu, Blora dan PT Lentera Angin Nusantara, Tasikmalaya. Penulis juga pernah menjadi *Speaker* dalam acara *The 9th Conference of Indonesian Students Association in Seoul, Republic Of Korea*, 3-4 September 2016. Penulis menutup kuliah di ITS dengan Tugas Akhir berjudul **“PENGARUH PENAMBAHAN  $Al_2O_3$  TERHADAP SIFAT LISTRIK DAN TERMAL  $Zn_{(1-x)}Al_xO$  METODE MECHANICAL MILLING SEBAGAI KANDIDAT MATERIAL TERMOELEKTRIK”**.

**Email: [nurullailatul49@gmail.com](mailto:nurullailatul49@gmail.com)**

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Allah SWT serta Nabi Muhammad SAW yang selalu memberikan rahmat, karunia, kemudahan, dan kelancaran dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Ayah, Ibu, adik-adik penulis, Abdullah Faqih, Imam Tantowi atas doa, dukungan, dan pengertian yang diberikan selama ini.
3. Keluarga besar dari Mokh Haderi dan Umi Kulsum selalu memberikan dukungan baik nasehat maupun finansial dan doa kepada penulis.
4. Ibu Rindang Fajarin, S.Si., M.Si. dan Vania Mitha Pratiwi, S.T, MT, selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang selalu memberikan saran, masukan, bimbingan, dukungan, dan motivasi kepada penulis.
5. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng., selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama berkuliah di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi.
6. Bapak Wikan Jatimurti., S.T., M.Sc., selaku dosen wali yang selalu memberikan motivasi untuk menjadi lebih baik di setiap semester.
7. Seluruh dosen dan civitas akademik Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS, yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat serta pengalaman selama berkuliah di jurusan ini.
8. Partner Tugas Akhir, Amelthia Rahel dan Ilham Ramadhan Putra, yang selalu memberikan semangat, motivasi, membagikan ilmu, serta suka duka selama mengerjakan Tugas Akhir.
9. Mbak Iis, yang dengan sabar membantu penulis dan partner Tugas Akhir penulis dalam melakukan berbagai pengujian sampel dan karakterisasi sampel.
10. Mas Ridha, Pak Soleh, dan Mbak Vita yang telah membagikan ilmu dan pengalaman kepada penulis serta membantu penulis dalam membuat dan menguji sampel.

11. Sahabat-sahabat terbaik, Ilmi Mayuni Bumi, Adven Hutajulu, Saktia Golda, Selfie, Ipeh, Idang, Bunga, Mia Kristina yang selalu memberikan doa, dukungan, motivasi, nasehat, dan bantuan kepada penulis.
12. Teman-Teman ITS Socio Gathering, dan MKT saat saya menjadi Ketua Pelaksana Acara BEM ITS yang selalu membuat saya menjadi semangat dan lebih dewasa.
13. Hana, Peter, Fiqhi, Deshinta yang selalu menyemangati
14. Teman-teman Laboratorium Fisika Material yang selalu berbagi ilmu dan suka dukabersama penulis dalam proses mengerjakan Tugas Akhir.
15. Teman-teman MT 15 yang selalu ada ketika penulis membutuhkan bantuan selama berkuliah di jurusan ini.
16. Departemen PSDM-SC HMMT FTI ITS periode 2015/2016 yang telah memberikan banyak pengalaman, suka duka, dan pembelajaran dalam berorganisasi.
17. Teman-teman ITS Online, yang selalu menemani penulis dalam mengarungi lautan perjuangan untuk menjadi pribadi yang lebih bermanfaat.
18. Keluarga Mutiara V, SPV dan Manager Mutiara V, yang selalu memberikan support dan semangat kepada penulis.
19. Kementerian Sosial Masyarakat BEM ITS 2014-2015 yang selalu memberikan semangat dan motivasi kepada penulis untuk menjadi pribadi yang lebih baik.
20. Patimura Class dan Paskibra, Anak KP LAN yang selalu memberikan semangat untuk selalu berbagi dengan sesama.
21. Seluruh rekan dan kawan penulis dimanapun berada.

Semoga, Tugas Akhir ini dapat memberikan manfaat untuk para pembaca dan dapat melengkapi referensi terkait pengetahuan akan material termoelektrik.

Surabaya, 7 Juli 2017

Nurul L Muzayadah

