



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS NANOPARTIKEL $Zn_{1-x}Cu_xO$
DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**Dyah Ayu Daratika
NRP 1112 100 040**

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

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2016**



FINAL PROJECT - SF 141501

**SYNTHESIS OF $Zn_{1-x}Cu_xO$ NANOPARTICLES
USING COPRECIPITATION METHOD**

**Dyah Ayu Daratika
NRP 1112 100 040**

**Advisor
Prof. Dr. Darminto, M.Sc**

**Department of Physics
Faculty of Mathematics and Natural Science
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2016**

SINTESIS NANOPARTIKEL $Zn_{1-x}Cu_xO$ MENGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

TUGAS AKHIR

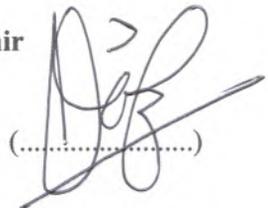
Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Sains Pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Disusun Oleh:

DYAH AYU DARATIKA
NRP 1112100040

Disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
NIP. 19600303 198701.1.002



(.....)



Surabaya, 25 Juli 2016

SINTESIS NANOPARTIKEL $Zn_{1-x}Cu_xO$ DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Nama : Dyah Ayu Daratika
NRP : 1112 100 040
Jurusan : Fisika, FMIPA-ITS
Pembimbing I : Prof. Dr. Darminto, M.Sc

Abstrak

Dalam penelitian ini, sintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ telah dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi. Bahan dasar yang digunakan antara lain zinc acetat dihydrate, serbuk tembaga, larutan HCl, dan NH_4OH . Variasi konsentrasi doping serbuk tembaga yang digunakan yaitu 0, 1, 2, 3, 4, 5, dan 6% wt Cu. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan pengujian X-Ray Diffractometer (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), spektrofotometer UV-vis, dan LCR meter. Analisis hasil pengujian XRD dilakukan menggunakan software Rietica, dan MAUD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kalsinasi pada temperatur $400^{\circ}C$ telah terbentuk fasa $Zn_{1-x}Cu_xO$. Pola difraksi menunjukkan bahwa nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ mengkristal dalam struktur wurtzite. Ukuran kristal diperoleh melalui analisa menggunakan software MAUD diketahui dalam rentang 28 nm - 79 nm. Dan hasil analisis dari pengujian UV-vis menggunakan metode Tauc-Plot menunjukkan bahwa terjadi penurunan energi gap dari 3,10 eV hingga 2,80 eV, dan mengalami kenaikan untuk pendopingan > 4% wt Cu. Hasil ini selaras dengan nilai konduktivitas listrik yang meningkat seiring bertambahnya konsentrasi dopan tembaga (Cu) dari $1,18 \times 10^{-8}$ S/cm hingga $24,25 \times 10^{-8}$ S/cm, namun mengalami penurunan untuk pendopingan > 4% wt Cu.

Kata Kunci : Doping, Konduktivitas, Kopresipitasi, Tembaga, $Zn_{1-x}Cu_xO$

SYNTHESIS OF $Zn_{1-x}Cu_xO$ NANOPARTICLES USING COPRECIPITATION METHOD

Name : Dyah Ayu Daratika
NRP : 1112 100 040
Department : Physics, FMIPA-ITS
Advisor : Prof. Dr. Darminto, M.Sc

Abstract

In this research, $Zn_{1-x}Cu_xO$ nanoparticles were synthesized by using coprecipitation method. The raw material used in this experiments were the powders of zinc acetat dihydrate, copper, HCl solution, and NH_4OH solution. The doping of copper were used in concentrations 0, 1, 2, 3, 4, 5, and 6% wt Cu. The sample characterized by using X-ray diffractometer (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), UV-vis spectrophotometer, and LCR meter. The analysis of diffraction data was carried out using Rietica, and MAUD software. From the analysis thermal showed that after calcination at $400^{\circ}C$, $Zn_{1-x}Cu_xO$ phase were formed. The diffraction patterns indicated that $Zn_{1-x}Cu_xO$ nanoparticles crystallizes in the wurtzite structure. The crystal size was known by using MAUD software, and found in range 28 nm - 79 nm. And the analysis result of measurement UV-vis spectrophotometer by using Tauc-Plot methods showed that the value of energy gap decrease from 3,10 eV to 2,80 eV, and then increase after doping more than 4% wt Cu. This result giving a reason why the value of the electrical conductivity increases by adding copper as a dopant from $1,18 \times 10^{-8}$ S/cm to $24,25 \times 10^{-8}$ S/cm, but decrease after doping more than 4% wt Cu.

Keywords: *Doping, Conductivity, Coprecipitation, Copper, $Zn_{1-x}Cu_xO$*

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kepada ALLAH SWT yang telah melimpahkan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir (TA) dengan judul :

“Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan Metode Kopresipitasi”

Adapun tujuan penulisan Tugas Akhir ini adalah sebagai syarat untuk menyelesaikan program studi Strata-1 di Jurusan Fisika ITS. Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Darminto, M.Sc selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, motivasi, dan pengarahan selama proses penelitian dan penyusunan Laporan Tugas Akhir ini.
2. Keluarga tercinta. Ibu Sudartik, Ayah Djoko Waluyo, Adik Renny Rachmatya, dan Vannesa Nathania. Terima kasih atas suntikan semangat disaat terberat sekalipun, serta doa restu yang tulus anda berikan kepada penulis selama ini.
3. Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi yang telah memberikan beasiswa Peningkatan Prestasi Akademik (PPA) kepada penulis.
4. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono, M.Eng selaku Ketua Jurusan Fisika ITS, dan Dr. Rer. Nat. Eko Minarto, M.Si selaku sekretaris Jurusan Fisika ITS.
5. Ibu Linda Silvia, M.Si selaku dosen yang dengan baik memberikan bantuan dalam permasalahan yang penulis hadapi disaat proses penyusunan Tugas Akhir ini.

6. Mbak Nurul Rosyidah, Mbak Rini, dan Putra Dewangga Candra Seta selaku partner yang telah banyak membantu penulis selama proses penelitian, dan penyusunan Tugas Akhir.
7. Teman-teman bimbingan Tugas Akhir Prof. Darminto, Arie, Azis, Martha, Safril, yang sudah dengan tulus menyemangati penulis. Mari saling berjabat tangan memberikan selamat karena masing-masing telah melakukan yang terbaik yang kita punya.
8. Sahabat terbaik penulis, Irwansyah Ramadhani, Amalia Dwi Arifin, Laili Muflich, Arie Fauzi Kurniawan, dan Mega Putri Kusumaningtyas, yang selalu memberikan dukungan penuh lewat senyum tulusnya.
9. Keluarga Besar MESON Fisika 2012, yang selalu memberikan semangat dan dukungan kepada penulis selama masa kuliah, serta atas kebersamaan, dan kekeluargaan yang selama ini saya rasakan.
10. Sahabat semasa sekolah yang selalu memacu penulis untuk tidak pernah menyerah dengan keadaan, dan untuk tidak hanya mempunyai mimpi di angan, namun sebisa mungkin diatas tangan, Eli Pratama Setya Budi, dan Lia Putri Sugestiani.
11. Kakak-kakak senior yang selalu siap membantu dan memberikan arahan kepada penulis.
12. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang senantiasa mendoakan penulis .

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan Laporan Tugas Akhir ini. Oleh karena itu, penulis berharap dapat menerima kritik dan saran yang membangun untuk perbaikan selanjutnya. Semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan manfaat bagi pembaca. Amiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, 25 Juli 2016

Dyah Ayu Daratika

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER PAGE	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Manfaat Penelitian	5
1.6 Sistematika Penulisan.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Senyawa <i>Zinc Oxide</i> (ZnO).....	7
2.1.1 Struktur Kristal	9
2.2 Sifat Optik <i>Zinc Oxide</i> (ZnO).....	11
2.3 Sifat Listrik <i>Zinc Oxide</i> (ZnO)	12
2.4 Nanopartikel <i>Zinc Oxide</i> (ZnO)	13
2.4.1 Metode Sintesis Nanopartikel <i>Zinc Oxide</i> (ZnO)....	15
2.5 Pengaruh Dopan Copper (Cu) pada Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	17
2.6 Metode Kopresipitasi	20

BAB III METODOLOGI.....	23
3.1 Alat dan Bahan	23
3.1.1 Alat.....	23
3.1.2 Bahan	23
3.2 Prosedur Penelitian.....	23
3.2.1 Formulasi	23
3.2.2 Proses Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	25
3.2.3 Pengujian Termal	25
3.3 Karakterisasi Material	27
3.3.1 XRD (<i>X-ray Diffractometer</i>).....	27
3.3.1.1 Analisa Kualitatif.....	28
3.3.1.2 Analisa Kuantitatif	29
3.3.1.3 Metode Analisis Ukuran Partikel dengan <i>Software MAUD</i>	30
3.3.2 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	31
3.3.3 Spektrofotometer <i>UV-vis</i>	32
3.3.4 Analisa Sifat Listrik dengan LCR meter	35
3.4 Diagram Alir Penelitian.....	36
 BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	 37
4.1 Hasil Pengujian DSC-TGA	37
4.2 Karakterisasi Struktur Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	40
4.2.1 Analisa Hasil Pengujian XRD pada Sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ Sebelum Kalsinasi.....	40
4.2.2 Analisa Hasil Pengujian XRD pada Sampel Zn_{1-x} - Cu_xO Setelah Kalsinasi	43
4.3 Analisis Ukuran Kristal dengan <i>Software MAUD</i>	48
4.4 Analisis Hasil Pengujian SEM	52
4.5 Karakterisasi Sifat Optik Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ Menggunakan Spektrofotometer <i>UV-vis</i>	54
4.6 Karakterisasi Sifat Listrik Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ Menggunakan LCR meter	60
 BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	 63
5.1 Kesimpulan.....	63

5.2 Saran.....	64
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN.....	71
BIOGRAFI PENULIS.....	97

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kristal <i>Zinc Oxide</i> (ZnO)	10
Gambar 2.2	Metode Sintesis Nanopartikel	15
Gambar 2.3	Metode Pembuatan Nanopartikel	17
Gambar 2.4	Perubahan Ukuran Partikel pada Proses Pengendapan	22
Gambar 3.1	Perangkat Alat Uji DSC-TGA.....	26
Gambar 3.2	XRD <i>Philips X'Pert</i> MPD.....	28
Gambar 3.3	Alat Uji SEM.....	32
Gambar 3.4	Alat Uji <i>Genesys 10S Spectrophotometer</i> UV-Vis	34
Gambar 3.5	Alat Uji LCR Meter.....	35
Gambar 3.6	Diagram Alir Penelitian	36
Gambar 4.1	Grafik Pengujian DSC-TGA Sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$	37
Gambar 4.2	Pola Difraksi Sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ Sebelum Kalsinasi.....	40
Gambar 4.3	Pola Difraksi Hasil Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu)	43
Gambar 4.4	Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ dengan database ZnO dengan menggunakan <i>software</i> Rietica	47
Gambar 4.5	Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ dengan database ZnO menggunakan <i>software</i> MAUD.....	48
Gambar 4.6	Grafik Hubungan antara Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu) dengan Ukuran Kristal Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	52
Gambar 4.7	Hasil Uji SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>) Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan Konsentrasi	

	Dopan Tembaga (Cu), (a) $x = 0\%$ wt Cu, dan (b) $x = 3\%$ wt Cu dengan Perbesaran 20.000 Kali.....	53
Gambar 4.8	Grafik Hubungan antara Absorbansi dengan Panjang Gelombang Sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	54
Gambar 4.9	Grafik Hubungan antara Transmittansi dengan Panjang Gelombang Sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	55
Gambar 4.10	Grafik <i>Tauc Plot</i> ($h\nu$) dan $(ah\nu)^2$ serta Estimasi Energi Celah Pita Optik (Eg) Sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	57
Gambar 4.11	Grafik Hubungan antara Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu) dengan Energi Celah Pita Optik (Eg) Sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	58
Gambar 4.12	Grafik Hubungan antara Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu) dengan Nilai Konduktivitas Listrik Sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$	61

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Parameter Fisik <i>Zinc Oxide</i> (ZnO)	7
Tabel 2.2 Parameter Listrik <i>Zinc Oxide</i> (ZnO)	12
Tabel 4.1 Hasil Analisis Termal Menggunakan DSC-TGA pada sampel $Zn_{0.97}Cu_{0.03}O$	38
Tabel 4.2 Posisi 2 Theta dari Puncak Difraksi <i>Zinc Oxide</i>	41
Tabel 4.3 Data Hasil Analisis Parameter Kisi Menggunakan <i>Software Rietica</i>	45
Tabel 4.4 Nilai Ukuran Kristal $Zn_{1-x}Cu_xO$ untuk Variasi Konsentrasi Dopan <i>Copper</i> (Cu).....	49
Tabel 4.5 Energi Celah Pita Optik (Eg) Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$	58
Tabel 4.6 Nilai Konduktivitas Listrik Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ Hasil Pengujian LCR Meter	60

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A	Grafik Pola Difraksi Sinar-X.....	71
LAMPIRAN B	Hasil Analisis Parameter Kisi Menggunakan <i>Software Rietica</i>	75
LAMPIRAN C	Hasil Analisis Pola Pencocokan Menggunakan <i>Software MAUD</i>	83
LAMPIRAN D	Hasil Penentuan Nilai Energi Gap Menggunakan Metode <i>Tauc Plot</i>	87
LAMPIRAN E	Hasil Karakterisasi Sifat Listrik Menggunakan LCR meter	91
LAMPIRAN F	Data AMCSD (<i>American Mineralogist Crystal Structure Database</i>).....	95

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5. 1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dengan judul “Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan Metode Kopresipitasi” maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Berdasarkan pengujian XRD diketahui bahwa setelah kalsinasi $400^{\circ}C$ fasa $Zn_{1-x}Cu_xO$ terbentuk dengan struktur kristal *wurtzite*.
2. Penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ menurunkan nilai parameter kisi, *volume cell*, dan memperkecil ukuran kristal berkisar antara 28 nm hingga 79 nm.
3. Berdasarkan pengujian SEM teridentifikasi bahwa bentuk morfologi dari nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ adalah *nanowire*.
4. Dari hasil analisis menggunakan metode *Tauc Plot* diketahui bahwa penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dapat menurunkan nilai energi gap (Eg) untuk konsentrasi dopan 0 % wt Cu (3,10 eV) hingga 4 % wt Cu (2,80 eV) yang mengindikasikan ion Cu^+ dan Cu^{2+} mensubstitusi sebagian ion Zn^{2+} dalam kisi ZnO, sedangkan untuk penambahan dopan $\geq 4\%$ wt Cu nilai energi gap (Eg) meningkat kembali disebabkan adanya heterogenitas fasa dalam sampel.
5. Dari hasil pengujian LCR meter diketahui bahwa penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ meningkatkan nilai konduktivitas listrik hingga *doping* sebesar 4% wt Cu yang mengindikasikan kehadiran ion Cu^+ dan Cu^{2+} dapat menciptakan level energi akseptor, sehingga mempersempit celah pita energi (*band gap*).

6. Kejenuhan *pendopingan* terjadi penambahan dopan tembaga (Cu) ≥ 4 %wt Cu disebabkan adanya heterogenitas fasa dalam sampel, yang membuat *band gap* semakin lebar, sehingga nilai konduktivitas listriknya menurun.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk menghasilkan data yang lebih valid. Terutama pada karakterisasi sifat listrik, dan sifat optik. Karena hingga saat ini belum ada penelitian mengenai topik ini yang telah dipatenkan kebenarnya, beberapa peneliti baik nasional maupun internasional masih banyak berspekulasi mengenai hasil penelitian yang didapatkan, dikarenakan satu sama lain masih mendapatkan hasil yang berbeda serta menggunakan metode yang berbeda-beda pula.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2012. Pengantar Nanosains. Bandung: Penerbit ITB.
- Abdullah, M dan Khairurrijal. 2008. Review : Karakterisasi Nanomaterial. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi Vol.2 No.1, Februari 2009
- Al-Ghamdi, A.A., Al-Hartomy, O.A., El Okr, M., Nawar, A.M., El-Gazzar, S., El-Tantawy, F., Yakuphanoglu, F., 2014. Semiconducting properties of Al doped ZnO thin films. Spectrochim. Acta. A. Mol. Biomol. Spectrosc. 131, 512–517. doi:10.1016/j.saa.2014.04.020
- Al-Khanbashi, H.A., Shirbeeny, W., Al-Ghamdi, A.A., Bronstein, L.M., Mahmoud, W.E., 2014. Spectroscopic ellipsometry of $Zn_{1-x}Cu_xO$ thin films based on a modified sol–gel dip-coating technique. Spectrochim. Acta. A. Mol. Biomol. Spectrosc. 118, 800–805. doi:10.1016/j.saa.2013.09.085
- Aristia, Gabriela A.G. 2013. Analisis Komposisi Fasa Komposit Pasir Silika dan MgO. Surabaya:ITS.
- Beiser, A., 1995. Konsep Fisika Modern. Erlangga, Jakarta.
- Callister, J.W.D., 2003. Materials Science and Engineering: An Introduction. John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Callister, William D, 2007, Materials Science and engineering an Introduction. John Wiley and Sons.
- Day, Jr, R. A., Underwood, A. L. 1989. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga.

- Gupta, S., Aditee Joshi., Manmeet Kaur. 2010. Development of gas sensors using ZnO nanostructures. *Journal of Chemical Science* 122 : 57-62.
- Horikoshi, Satoshi, Nick Serpone. 2013. *Microwave in Nanoparticle Synthesis*. Wiley-VHC Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Horikoshi, S., Serpone, N., 2013. Introduction to nanoparticles. *Microw. Nanoparticle Synth. Fundam. Appl.* 1–24.
- Hunter, B.A., 1998. Rietica – A Visual Rietveld Program. In *Newsletter of International Union of Crystallography* 20, 21.
- Kabongo, Guy Leba. 2013. *Luminescence Investigation of Zinc Oxide Nanoparticles Doped with Rare Earth Ions*. University of South Africa.
- Khairiah. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Pertumbuhan Nanopartikel ZnS dengan Metode Kopesipitasi*. Medan: Universitas Medan.
- Lutteroti, Luca. 2006. *MAUD (Material Analysis Using Diffraction)*. Italy : University of Trento.
- Ma, L., Ma, S., Chen, H., Ai, X., Huang, X., 2011. Microstructures and optical properties of Cu-doped ZnO films prepared by radio frequency reactive magnetron sputtering. *Appl. Surf. Sci.* 257, 10036–10041. doi:10.1016/j.apsusc.2011.06.134
- Mhamdi, A., Mimouni, R., Amlouk, A., Amlouk, M., Belgacem, S., 2014. Study of copper doping effects on structural, optical and electrical properties of sprayed ZnO thin films. *J. Alloys Compd.* 610, 250–257. doi:10.1016/j.jallcom.2014.04.007

- Mittal, M., Sharma, M., Pandey, O.P., 2014. UV–Visible light induced photocatalytic studies of Cu doped ZnO nanoparticles prepared by co-precipitation method. *Sol. Energy* 110, 386–397. doi:10.1016/j.solener.2014.09.026
- Muthukumaran, S., Gopalakrishnan, R., 2012. Structural, FTIR and photoluminescence studies of Cu doped ZnO nanopowders by co-precipitation method. *Opt. Mater.* 34, 1946–1953. doi:10.1016/j.optmat.2012.06.004
- Pratapa, S., 2004. Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X. Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.
- Pratapa, S. 2009. Analisis data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld. Surabaya.
- Park, H.-W., Chung, K.-B., Park, J.-S., Ji, S., Song, K., Lim, H., Jang, M.-H., 2015. Electronic structure of conducting Al-doped ZnO films as a function of Al doping concentration. *Ceram. Int.* 41, 1641–1645. doi:10.1016/j.ceramint.2014.09.102
- Rosydah, Nurul. 2013. Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Kopresipitasi. Surabaya:ITS.
- Rosydah, Nurul. 2016. Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Listrik. Surabaya:ITS.
- Singhal, S., Kaur, J., Namgyal, T., Sharma, R., 2012. Cu-doped ZnO nanoparticles: Synthesis, structural and electrical properties. *Phys. B Condens. Matter* 407, 1223–1226. doi:10.1016/j.physb.2012.01.103
- Song, D., 2005. Zinc oxide TCOs (transparent conductive oxides) and polycrystalline silicon thin-films for photovoltaic

applications. The University of New South Wales Sydney, Australia.

- Tshabalala, M.A., B.F. Dejene, and H.C. Swart. 2012. Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles Using Polyethylene Glycol (PEG). *Physica B: Condensed Matter* 407, no. 10 : 1668–1671.
- Yantiningtyas, D., 2010. Sintesis Serbuk Nano Brucite dengan Metode Kopresipitasi.
- Wang, H., Bhattacharjee, R., Hung, I.-M., Li, L., Zeng, R., 2013. Material characteristics and electrochemical performance of Sn-doped ZnO spherical-particle photoanode for dye-sensitized solar cells. *Electrochimica Acta* 111, 797–801. doi:10.1016/j.electacta.2013.07.199
- Yousefi, R., Zak, A.K., Jamali-Sheini, F., 2013. The effect of group-I elements on the structural and optical properties of ZnO nanoparticles. *Ceram. Int.* 39, 1371–1377. doi:10.1016/j.ceramint.2012.07.076
- Yuan, H., Xu, M., Huang, Q.Z., 2014. Effects of pH of the precursor sol on structural and optical properties of Cu-doped ZnO thin films. *J. Alloys Compd.* 616, 401–407. doi:10.1016/j.jallcom.2014.07.070
- Zaharescu, M., Mihaiu, S., Toader, A., Atkinson, I., Calderon-Moreno, J., Anastasescu, M., Nicolescu, M., Duta, M., Gartner, M., Vojisavljevic, K., Malic, B., Ivanov, V.A., Zaretskaya, E.P., 2014. ZnO based transparent conductive oxide films with controlled type of conduction. *Thin Solid Films* 571, 727–734. doi:10.1016/j.tsf.2014.02.090
- Zhang, S., Cao, Q., 2013. First-principles and experimental studies of the IR emissivity of Sn-doped ZnO. *Mater. Sci.*

Semicond. Process. 16, 1447–1453.
doi:10.1016/j.mssp.2013.04.010

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis “Dyah Ayu Daratika” merupakan anak pertama dari 3 bersaudara yang lahir di Kota Surabaya pada 10 Januari 1993. Penulis menempuh pendidikan di SD Negeri Dupak VI Surabaya, dilanjutkan dengan SMP Negeri 3 Surabaya, dan SMK Negeri 5 Surabaya Jurusan Teknik Kimia (Kimia Industri). Setelah lulus dari SMKN 5 Surabaya pada tahun 2012, penulis mengikuti seleksi jalur tulis SNMPTN, dan diterima di jurusan Fisika FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya pada tahun 2012, terdaftar dengan NRP 1112 100 040. Di Jurusan Fisika ini, penulis mengambil bidang minat material.

Semasa kuliah penulis pernah bergabung dalam organisasi HIMASIKA ITS sebagai staff departement sosial masyarakat periode 2013-2014, serta aktif dalam kepanitiaan olimpiade fisika nasional (*Physics Summit*). Penulis juga aktif mengikuti kegiatan karya tulis ilmiah seperti Program Kreativitas Mahasiswa (PKM). Selain itu, penulis juga berpengalaman kerja praktek di PT. Kencana Gemilang (Miyako) untuk menganalisis alur produksi dan pengolahan limbah, serta berpengalaman kerja praktek di PT. Petrokimia Gresik mempelajari teknik *Non-Destructive Test*. Waktu luang penulis diisi dengan menjalankan kegiatan bisnis LBB Privat.

Harapan penulis adalah dapat memanfaatkan masa muda ini untuk terus belajar dan berkarya, untuk membela harga diri bangsa. Akhir kata bila ada saran dan kritik dapat dikirimkan ke : Deeahayudaratika@gmail.com.

BAB I

PENDAHULUAN

1. 1 Latar Belakang

Pada era modern ini, teknologi dan industri telah berkembang dengan pesat. Peneliti dari berbagai penjuru dunia memberikan perhatian khusus di bidang nanoteknologi. Dalam bidang material, perkembangan nanoteknologi tersebut mendorong dilakukannya penelitian mengenai rekayasa material untuk meningkatkan kualitas dan efisiensi suatu perangkat elektronik, maupun optoelektronik, yang dikenal dengan nanomaterial. Material nano merupakan suatu material dengan ukuran kurang dari atau sama dengan 100 nanometer (nm), sehingga memiliki luas permukaan yang lebih luas dari material yang berukuran mikro. Hal ini menyebabkan gaya antar permukaan yang terjadi juga lebih besar, sehingga menjadi salah satu keunggulan nanomaterial untuk dimanfaatkan dalam berbagai macam aplikasi.

Beberapa dekade terakhir, penelitian mengenai nanopartikel oksida logam banyak dilakukan, material oksida logam tersebut antara lain TiO_2 , WO_3 , SnO_2 , In_2O_3 , dan ZnO . Senyawa ZnO merupakan semikonduktor oksida golongan II-VI yang transparan dengan lebar energi gap 3,37 eV, dan energi ikat eksiton sebesar 60 meV, serta memiliki mobilitas elektron tinggi pada temperatur ruang. Di samping itu, ZnO memiliki sifat mekanik, magnetik, optik, dan listrik yang baik, sehingga berpotensi untuk dikembangkan dalam berbagai aplikasi antara lain sensor gas/kimia, perangkat memori optik dan magnetik, *piezoelectric transducers*, *photodiodes*, *photodetectors*, *UV-light emitting diodes* (UV-LED), *biomedical*, *solar cell*, dan *transparent conductive oxide* (Al-Ghamdi et al., 2014).

Oksida konduktif transparan atau *transparent conductive oxide* (TCO) merupakan komponen yang penting untuk berbagai perangkat elektronik transparan antara lain elektroda transparan dalam teknologi *touch screen*, *photovoltaic cell*, *flat-panel*

displays, liquid crystal displays, light emitting displays, dan heat-mirror window-coatings (Al-Khanbashi et al., 2014). Karakteristik material oksida konduktif transparan adalah semikonduktor yang memiliki lebar energi gap antara 2,5 – 4,5 eV, konduktivitas listrik, stabilitas termal dan kimia yang tinggi, serta transparansi yang tinggi pada panjang gelombang tampak (Song, 2005). Dalam aplikasinya, material yang biasa digunakan sebagai bahan dasar pembuatan oksida konduktif transparan yaitu In_2O_3 dan SnO_2 atau biasa disebut ITO (*indium tin oxide*). Hal ini dikarenakan ITO memiliki resistivitas yang rendah sekitar $2 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$, serta transmitansi yang tinggi yaitu lebih dari 85% (Park et al., 2015). Namun, ITO memiliki beberapa kelemahan diantaranya indium sebagai unsur penyusun senyawa ITO langka keberadaannya di alam sehingga harganya mahal, tidak stabil, dan beracun. *Zinc oxide* (ZnO) merupakan material alternatif yang potensial digunakan sebagai bahan dasar pembuatan *transparent conductive oxide* (TCO). Disamping material ini memiliki sifat listrik, dan transparansi optik yang tinggi, *zinc oxide* (ZnO) juga merupakan material oksida logam yang murah, tidak beracun, dan tahan terhadap radiasi, serta memiliki stabilitas termal/kimia yang tinggi (Al-Ghamdi et al., 2014).

Dalam implementasinya, *transparent conductive oxide* (TCO) untuk generasi mendatang akan melibatkan *p-n junction*, sehingga fabrikasi semikonduktor oksida logam membutuhkan TCO tipe-*n*, dan tipe-*p*. Namun, perkembangan *thin film* TCO berkualitas tinggi masih sebatas meningkatkan konduktivitas tipe-*n*. Sementara itu, *thin film* TCO tipe-*p* sulit untuk di fabrikasi, sehingga masih menjadi tantangan yang besar hingga sekarang. Untuk membuat TCO tipe-*p*, serta untuk meningkatkan transparansi optik, dan konduktivitas listrik, maka perlu dilakukan rekayasa dalam struktur ZnO dengan adanya penambahan *doping* ekstrinsik berupa unsur logam transisi seperti N (Danciu et al., 2014), Ag (Khosravi-Gandomani et al., 2014), Li (Danciu et al., 2014), dan Cu (Singhal et al., 2012). Diantara logam transisi tersebut, logam tembaga (Cu) merupakan dopan yang potensial

untuk dapat meningkatkan sifat listrik ZnO, dimana tembaga memiliki resistivitas yang rendah yaitu $1,67 \times 10^{-6} \Omega \text{ cm}$ (Singhal et al., 2012). Keberadaan logam tembaga (Cu) digunakan sebagai variabel konduktansi listrik, sehingga dapat mengontrol konduktivitas listrik ZnO. Radius ionik Cu^+ dan Cu^{2+} hampir sama dengan radius ionik Zn^{2+} dengan koordinasi tetrahedral, sehingga ion Cu^+ atau Cu^{2+} dapat mensubstitusi ion Zn^{2+} . Keduanya juga memiliki struktur kulit elektronik yang sama, sehingga terdapat banyak kesamaan sifat fisika, dan sifat kimianya (Yuan et al., 2014).

Sintesis nanopartikel ZnO dengan penambahan *doping* logam transisi dapat dilakukan dengan menggunakan beberapa metode antara lain *auto-combustion* (Elilarassi et al., 2010), *ball milling* (Suwanboon et al., 2011), *sol-gel process* (Liu et al., 2010), *hydrothermal route* (Sahoo et al., 2011), dan *co-precipitation method* (Meng et al., 2011). Salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang menjanjikan adalah metode kopresipitasi. Metode ini merupakan salah satu metode sintesis yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu senyawa secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Dalam prosesnya, metode kopresipitasi ini menggunakan suhu rendah dan dapat dilakukan pengontrolan terhadap ukuran partikel dengan mudah, serta dapat dilakukan dalam waktu yang relatif singkat.

Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan menggunakan metode kopresipitasi. Penambahan dopan tembaga (Cu) dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap sifat optik, dan sifat listrik pada material ZnO. Variasi *doping* yang digunakan antara lain 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 % wt Cu, serta ZnO tanpa *doping* sebagai material pembanding. Zat yang digunakan sebagai pelarut serbuk *zinc acetat dihydrate* $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ yaitu HCl, dan NH_4OH sebagai agen pengendap. Untuk analisis termal sampel nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dilakukan dengan melakukan pengujian DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis*). Dan karakterisasi dilakukan dengan

beberapa pengujian yaitu uji difraksi sinar-X (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Ultraviolet-Visible Spectrophotometer* (UV-Vis) dan uji sifat listrik material dilakukan dengan menggunakan LCR meter.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dapat dirumuskan permasalahan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana proses sintesis material nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ menggunakan metode kopresipitasi ?
2. Bagaimana pengaruh variasi dopan Cu terhadap struktur kristal nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ (0, 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 % wt Cu)?
3. Bagaimana pengaruh variasi dopan Cu terhadap energi gap nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ (0, 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 % wt Cu)?
4. Bagaimana pengaruh variasi dopan Cu terhadap sifat listrik nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ (0, 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 % wt Cu)?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah diatas, maka tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui cara sintesis material nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan menggunakan metode kopresipitasi.
2. Mengetahui pengaruh variasi dopan Cu terhadap struktur kristal nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$.
3. Mengetahui pengaruh variasi dopan Cu terhadap energi gap nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$.
4. Mengetahui pengaruh variasi dopan Cu terhadap sifat listrik material nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$.

1.4 Batasan Masalah

Pada penelitian ini, permasalahan dibatasi pada pembentukan material nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan menggunakan metode kopresipitasi serta karakterisasi struktur kristal, sifat optik, dan sifat listrik terhadap adanya variasi massa dopan tembaga (Cu) pada material nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$.

1.5 Manfaat penelitian

Manfaat dari hasil penelitian ini adalah memberikan pemahaman tentang bagaimana pengaruh *doping* tembaga (Cu) terhadap pembentukan fasa $Zn_{1-x}Cu_xO$ yang disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi, serta memberikan informasi tentang bagaimana pengaruh *doping* Cu terhadap struktur kristal, energi gap, dan sifat listrik dari nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan Laporan Tugas Akhir ini dapat diuraikan sebagai berikut :

1. Bab I – Pendahuluan, berisi uraian mengenai latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, dan sistematika penulisan.
2. Bab II - Tinjauan Pustaka, berisi uraian mengenai dasar-dasar teori yang digunakan sebagai landasan penelitian yang diambil dari berbagai sumber pustaka, serta mendukung analisis.
3. Bab III - Metodologi Penelitian, berisi uraian mengenai langkah-langkah penelitian, dan peralatan karakterisasi sampel yang akan dilakukan untuk didapatkan data-data yang diperlukan dalam penelitian.
4. Bab IV - Analisa Data dan Pembahasan, menjelaskan tentang analisa data, dan interpretasi data-data penelitian, serta pembahasan pada setiap hasil uji.
5. Bab V - Kesimpulan dan Saran, berisi uraian mengenai kesimpulan yang dapat diambil dari hasil penelitian, saran-saran yang ditujukan untuk penelitian selanjutnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa *Zinc Oxide* (ZnO)

Zinc oxide atau seng oksida merupakan senyawa anorganik dengan rumus kimia ZnO. Secara umum, serbuk *zinc oxide* digunakan sebagai bahan aditif dalam pembuatan produk-produk antara lain *pulpdent* (semen untuk menambal lubang gigi), kaca, karet, semen, baterai, plastik, dan keramik. *Zinc oxide* memiliki struktur kovalen sehingga digolongkan dalam material keramik yang memiliki titik lebur yang tinggi yaitu 1975⁰C. Karakteristik senyawa ZnO lainnya dapat diamati pada Tabel 2.1. Dalam bentuk mineral yang ada dikerak bumi *zinc oxide* (ZnO) dikenal sebagai mineral *zincite*, namun produksi ZnO secara komersial dilakukan dengan cara sintesis (Song, 2005).

Tabel 2.1 Parameter Fisik *Zinc Oxide* (ZnO)

Rumus molekul	ZnO
Fasa stabil	<i>Wurtzite</i>
<i>Space group</i>	C_{6v}^4 ($C6_3mc$)
Parameter kisi pada 300 K	$a_0 = 0,32495$ $c_0 = 0,52069$ $\frac{c_0}{a_0} = 1,602$
Massa jenis (ρ)	5,606 gram/cm ³
Konduktivitas termal pada temperatur 300 K	0,6, 1 – 1,2 W cm ⁻¹ K ⁻¹
Ekspansi termal linear	$6,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ pada a_0 $3,0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ pada c_0
Titik lebur	1975 ⁰ C
Indeks bias	2,008 2,029

(Song, 2005)

Senyawa ZnO merupakan semikonduktor oksida golongan II-VI yang transparan dengan lebar energi gap 3,37 eV, dan energi ikat eksiton sebesar sekitar 60 meV. Oleh karena itu, ZnO banyak diaplikasikan untuk perangkat optoelektronik. Disamping itu, material ZnO merupakan senyawa kimia yang mudah untuk bereaksi dengan senyawa lain. Semikonduktor ZnO ini memiliki banyak keunggulan lain seperti transparansi yang tinggi dalam panjang gelombang tampak, celah pita energi yang lebar, konduktivitas listrik yang tinggi, tahan pada temperatur tinggi, *luminescence* yang kuat pada suhu ruang, mobilitas elektron, dan stabilitas yang tinggi, serta tidak beracun, sehingga ramah lingkungan. Kelebihan ZnO dalam sifat optik dan sifat listrik inilah yang menjadikannya tergolong kedalam material yang menjanjikan untuk banyak aplikasi antara lain perangkat akustik (LEDs), *blue and ultraviolet (UV) light emitters*, elektroda transparan, *solar cell*, *spintronics*, perangkat *photovoltaic*, serta sensor gas (Mhamdi et al., 2014).

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

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

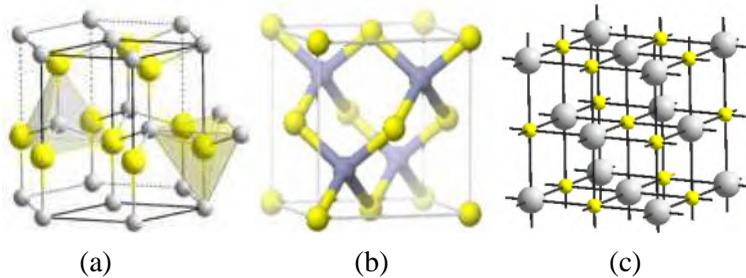
kemungkinan hasil kali kelarutan endapan, sehingga endapan akan mulai terbentuk (Rosyidah, 2013).

2.1.1 Struktur Kristal

Struktur kristal dibentuk oleh atom-atom atau molekul-molekul penyusun bahan, yang mengatur dirinya secara teratur, dan berulang dalam arah tiga dimensi, serta berjangkauan panjang. Dalam orde atomik dari padatan kristal menunjukkan suatu kelompok atom yang membentuk pola pengulangan tak berhingga. Pola pengulangan terkecil dalam struktur kristal disebut sel satuan (*unit cell*), dimana sel satuan ini mempunyai volume terbatas, masing-masing memiliki ciri yang sama dengan kristal secara keseluruhan. Jarak pengulangan dalam pola yang panjang dari kristal akan selalu tetap, yang biasa disebut sebagai konstanta kisi (a).

Dalam disertasinya, Kebongo (2013) menjelaskan bahwa *zinc oxide* (ZnO) mengkristal dalam dua jenis struktur yaitu heksagonal, dan kubik. Struktur heksagonal *zinc oxide* (ZnO) disebut sebagai struktur *wurtzite*, sedangkan struktur kubik dibagi menjadi dua antara lain struktur kubik *zinblend* (seng blenda) dan *rocksalt* (struktur garam batu), dimana struktur *rocksalt* serupa dengan struktur natrium klorida (NaCl). Struktur *wurtzite* (heksagonal) merupakan struktur yang paling stabil pada lingkungan ruang dari senyawa ZnO. Struktur *wurtzite* ini memiliki dua sub kisi antara lain Zn^{2+} dan O^{2-} yang bergantian membentuk suatu bidang dasar. Bilangan koordinasi *zinc* (Zn) berpindah ke bilangan koordinasi oksigen dengan dikelilingi empat kation dan empat anion pada sudut tetrahedral dan sebaliknya. Susunan atom tetrahedral dalam struktur *wurtzite* adalah struktur *non-centrosymmetric* yang menimbulkan momen dipol. Hal tersebut merupakan karakteristik dari senyawa *zinc oxide* yang mengkristal dengan struktur *wurtzite*, sehingga dapat menimbulkan sifat yang unik pada senyawa ini, salah satunya adalah *piezoelectric*. Sedangkan struktur kubik *zinblend* dapat menjadi stabil

apabila ditumbuhkan pada medium yang memiliki struktur kubik juga. Struktur *zincblende* dan *rocksalt* memiliki struktur kristal kubik dengan jumlah bilangan koordinasi sebanyak empat. Struktur *zincblende* dapat dikenali dengan adanya dua buah struktur kubik yang saling berpusat muka, yang dibentuk oleh kation dan anion. Sebuah sel unit untuk struktur *zincblende* dapat dimodelkan dengan anion menempati posisi pusat muka dan menempati sudut kubus, serta kation menempati setengah dari posisi tetrahedral. Namun, untuk struktur kubik *rocksalt* hanya dapat ditemui pada tekanan sekitar 10 GPa (Callister, 2007).



Gambar 2.1 Struktur Kristal Zinc Oxide (ZnO),
(a) Struktur Wurtzite, (b) Struktur Zincblende,
(c) Struktur Rocksalt

Struktur kristal *wurtzite* dan *zinc blende* pada senyawa *zinc oxide* (ZnO) tidak memiliki simetri inversi, dimana simetri inversi merupakan refleksi dari kristal relatif pada suatu titik tertentu, dan tidak mengubahnya menjadi struktur kristalnya sendiri. Struktur *wurtzite* memiliki *space group* C_{6v}^4 ($C6_3mc$) dengan dua unit formula per sel primitif. Parameter kisi struktur *wurtzite* pada senyawa ZnO pada temperatur kamar 300 K antara lain nilai $a = b = 3,2495 \text{ \AA}$, dan $c = 5,2069 \text{ \AA}$, serta rasio (perbandingan dimensi kisi) $\frac{c}{a} = 1,602$ yang mendekati nilai rasio struktur *hexagonal close packed* (HCP) yang ideal yaitu 1,633 (Song, 2005).

2.2 Sifat Optik Zinc Oxide (ZnO)

Zinc oxide (ZnO) merupakan semikonduktor dengan celah pita langsung (*direct band gap*) 3,37 eV pada temperatur ruang (Zhang et al, 2013). Nilai *band gap* yang lebar menyebabkan *zinc oxide* menjadi semikonduktor yang transparan pada daerah sinar tampak yaitu dalam rentang panjang gelombang 400 - 700 nm. Tanpa adanya pendambahan *doping* logam transisi, ZnO dikelompokkan kedalam semikonduktor tipe-*n*. Hal ini dikarenakan adanya cacat alami (*native defect*) dalam kristal ZnO yang berasal dari ionisasi kelebihan atom seng (Zn) pada posisi interstitial, dan kekosongan (*vacancies*) oksigen. ZnO memiliki energi ikat eksiton sebesar 60 meV pada temperatur ruang, sehingga menghasilkan emisi sinar ultraviolet (UV) yang kuat. Sifat inilah yang menjadi dasar aplikasi ZnO sebagai material dasar pembuatan perangkat optoelektronik, seperti film tipis (*thin film*) sel surya, dan TCO (*Transparent Conductive Oxide*). Dalam bentuk film, *zinc oxide* memiliki indeks bias sebesar 19,3 – 2,0, sedangkan dalam bentuk *bulk* (ukuran besar) indeks bias sebesar ~ 2,0 (Song, 2005).

ZnO merupakan material yang penting untuk aplikasi optoelektronik. Material ini menarik untuk dikembangkan karena memiliki efisiensi yang tinggi sebagai *low-voltage phosphor*. *Zinc oxide* peka terhadap susunan kesempurnaan kristal dan morfologi permukaannya. Kristalinitas film ZnO ditentukan bukan hanya oleh proses pertumbuhan partikelnya, namun juga dipengaruhi oleh dopan, impuritas, surfaktan, dan *surface modifier*. Secara umum spektrum ZnO terdiri dari dua pita, yaitu *near band edge* (NBE) *exitonic UV emission* dan *defect related deep level emission* (DLE) pada sekitar warna pita hijau-kuning dari 2,9 eV sampai 1,65 eV. Pita ini hampir dapat menangani seluruh jangkauan *visible light* dari spektrum gelombang elektromagnetik (Tshabalala et al., 2012).

Pada bahan semikonduktor dapat diketahui sifat optik, dan energi celah pita optik (energi gap) dengan dilakukan analisis mengenai kemampuan absorpsi yang bersesuaian dengan energi

eksitasi elektron yang berpindah dari pita valensi menuju pita konduksi (Rosydah, 2016).

2.3 Sifat Listrik *Zinc Oxide* (ZnO)

Zinc oxide (ZnO) merupakan material semikonduktor golongan II – VI, dikarenakan pada tabel periodik seng dan oksigen masing-masing berada pada golongan II, dan VI. ZnO mempunyai celah pita langsung (*direct band gap*), dengan lebar 3,1 – 3,3 eV untuk ZnO kristal tunggal. Sedangkan, lebar *band gap* untuk polikristal film ZnO sebesar 3,28 – 3,3 eV dalam berbagai metode deposisi (Song, 2005). Besarnya nilai *band gap* ini akan mempengaruhi besarnya gaya luar (misalnya tegangan, panas, cahaya) yang diperlukan untuk membuat material tersebut dapat menghantarkan listrik, kemampuan untuk bertahan dibawah medan listrik yang kuat, *noise* elektronik yang rendah, serta kemampuannya untuk beroperasi pada temperatur, dan daya tinggi.

Secara alami, dimana tanpa adanya penambahan atom dopan, senyawa ZnO tergolong kedalam semikonduktor tipe-*n* yang berasal dari ionisasi kelebihan atom *zinc* (Zn) pada posisi interstisial, dan terdapat *vacancies* (kekosongan) oksigen (Mhamdi et al., 2014). Posisi interstisial Zn menciptakan tingkat energi donor yang dangkal (*shallow donor*), dimana tingkat energi donor tersebut sebesar 0.025 – 0.03 eV dibawah pita konduksi (Song, 2005).

Tabel 2.2 Parameter Listrik *Zinc Oxide* (ZnO)

<i>Band gap</i> (E_g) pada 300 K	3,1 – 3,3 eV
Koefisien tekanan ($\frac{dE_g}{dp}$)	2,33 meV kbar ⁻¹
Konstanta dielektrik statis ($\frac{\epsilon_s}{\epsilon_0}$)	8,0 8,5
Massa efektif elektron dalam pita konduksi (m_e^*)	0,28 m_0

Massa efektif <i>hole</i> dalam pita valensi (m_h^*)	1,8 m_0
Afinitas elektron	4,35 eV
<i>Work function</i>	4,45 eV 4,35 eV 4,37 eV
Tingkat donor ($E_c - E_d$)	0,03 eV
Mobilitas elektron pada 300 K	200 cm ² /Vs
Mobilitas <i>hole</i> pada 300 K	180 cm ² /Vs

(Song, 2005)

Zinc oxide (ZnO) memiliki emisi ultraviolet (UV) yang kuat, hal ini dikarenakan tingginya energi ikatan eksiton ZnO sebesar 60 meV pada temperatur ruang. Nilai energi ikatan eksiton ZnO ini jauh lebih tinggi jika dibandingkan dengan *gallium nitride* (GaN) yang memiliki energi ikatan eksiton 25 meV dengan lebar *band gap* yang hampir sama dengan ZnO yaitu ~ 3.4 eV pada temperatur ruang (Rosydah, 2016).

Kelebihan sifat listrik pada *zinc oxide* (ZnO) menyebabkan material oksida ini banyak digunakan dalam aplikasi elektronik, maupun optoelektronik. Dalam aplikasinya, *zinc oxide* dapat *didoping* dengan unsur logam transisi untuk dapat meningkatkan kualitas kristal, maupun untuk memperbaiki sifat optik, magnetik dan sifat listriknya (Singhal et al. 2012).

Menurut Wang et al. (2013), dalam upaya untuk meningkatkan efisiensi *dye sensitized solar cell* (DSSC), dapat dilakukan rekayasa material ZnO dengan cara menambahkan berbagai macam unsur dopan antara lain Sn (timah), Al (aluminium), Ga (galium), F (flour), In (indium), dan Cu (tembaga).

2.4 Nanopartikel *Zinc Oxide* (ZnO)

Pada tahun 1970, pengembangan teknologi dibidang material telah dilakukan hingga orde nanometer yang dikenal dengan

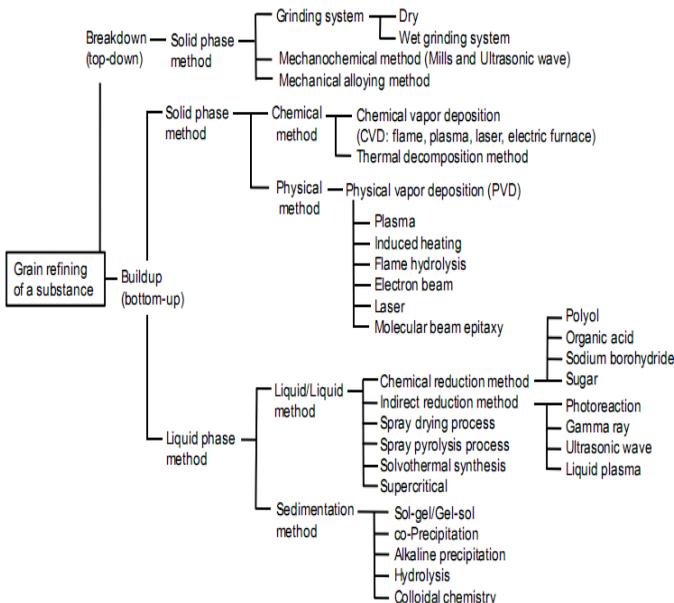
nanomaterial. Penelitian mengenai material nanopartikel banyak dikembangkan untuk berbagai aplikasi dikarenakan biaya yang murah, dan proses sintesis yang sederhana untuk menghasilkan suatu material berukuran nanometer dengan kualitas tinggi. Nanopartikel merupakan suatu partikel padat yang berukuran antara 1 sampai 100 nm. Dalam pengembangannya akan melibatkan rekayasa material pada orde atomik dan molekuler baik dengan cara penggabungan kelompok tunggal atom atau dengan pemecahan ukuran material yang besar (*bulk*) menjadi material berukuran nanometer (nm). Hal ini bertujuan untuk mendapatkan sifat fisik, sifat kimia, sifat optik, dan sifat listrik material nanopartikel yang lebih baik dari material *bulk*-nya (Horikoshi and Serpone, 2013).

Prinsip dasar rekayasa material nanopartikel antara lain dengan memanfaatkan pengaruh ukuran partikel, pengaruh luas permukaan, dan interaksi antara nanopartikel dengan material lain. Material nanopartikel dapat memiliki sifat yang berbeda dari material sejenis yang berukuran besar (*bulk*). Hal ini dikarenakan ukuran yang kecil (nanometer) pada nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar apabila dibandingkan dengan partikel sejenis yang ukurannya lebih besar, sehingga akan ada lebih banyak atom-atom pada permukaan material nanopartikel yang bersentuhan langsung dengan material lain yang menyebabkan material nanopartikel ini bersifat lebih reaktif.

Nanopartikel *zinc oxide* (ZnO) merupakan material nanopartikel semikonduktor yang mendapat perhatian khusus dari peneliti, dikarenakan sifat optik, mekanik, dan sifat listrik yang dimilikinya. Oleh karena sifat-sifat inilah, nanopartikel ZnO diaplikasikan sebagai fotokatalis, sensor gas, *electrochromic windows* (jendela yang dapat mengatur pencahayaannya sendiri menjadi transparan-gelap), *thin film* (lapisan tipis) *solar cell*, serta *transparent conducting oxide* (TCO) pada layar LCD dan LED (Gupta et al., 2010).

2.4.1 Metode Sintesis Nanopartikel Zinc Oxide (ZnO)

Nanopartikel ZnO dapat disintesis dengan menggunakan dua metode antara lain *top-down*, dan *bottom-up*. Beberapa tahun belakangan ini, banyak dilakukan penelitian dengan menggunakan metode *bottom-up* untuk mendapatkan tingkat keseragaman (homogenitas) yang tinggi. Metode ini dapat dilakukan dengan beberapa cara antara lain *chemical vapor deposition*, *sol gel*, *spray pyrolysis*, dan kopresipitasi, yang masih dikembangkan dalam fabrikasi untuk mendapatkan morfologi, serta ukuran yang seragam. Dalam penggunaannya, metode sedimentasi seperti metode kopresipitasi menggunakan suatu agen pengendap untuk mendapatkan nanopartikel ZnO (Rosyidah, 2013).



Gambar 2.2 Metode Sintesis Nanopartikel (Satosi et al., 2013)

Sintesis material nanopartikel dapat dilakukan dalam fasa gas, cair, maupun padat. Proses sintesisnya dapat berlangsung baik secara fisika atau kimia. Proses sintesis secara fisika ini tidak melibatkan reaksi kimia, dimana hanya terjadi pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer yang sejenis, atau penggabungan material berukuran sangat kecil, menjadi partikel berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Proses sintesis secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (prekursor) sehingga dihasilkan material lain yang berukuran nanometer (Abdullah, 2012).

Teknik sintesis material nanopartikel dapat dikelompokkan ke dalam dua kelompok seperti yang dapat diamati pada Gambar 2.2, yaitu:

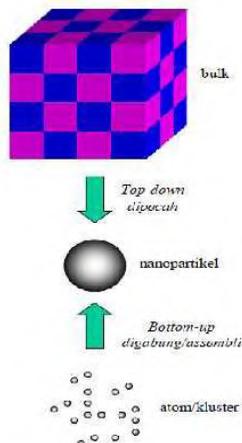
a) *Top-down*

Metode *breakdown* atau *top-down* (pengecilan ukuran) merupakan suatu proses fisika dimana material padatan berukuran besar dihancurkan dengan menggunakan gaya eksternal yang diberikan pada material padatan sehingga menjadi partikel berukuran nanometer. Metode ini hanya dapat dilakukan dalam fasa padat, yang dalam prosesnya mengaplikasikan penggilingan dalam keadaan kering maupun basah.

b) *Bottom-up*

Metode *buildup* atau *bottom-up* (penyusunan atom-atom) merupakan suatu proses kimia yang dimulai dari atom-atom atau molekul-molekul yang dirangkai membentuk partikel berukuran nanometer yang dikehendaki. Metode ini dapat dilakukan dalam fasa padat, dan cair. Dalam fasa padat dapat dilakukan dengan menggunakan proses kimia, dan fisika. Perbedaan kedua metode tersebut antara lain pada metode *chemical vapor deposition* (CVD) dalam prosesnya melibatkan reaksi kimia, sedangkan metode *physical vapor deposition*

(PVD) menggunakan pendinginan pada material yang menguap. Metode *bottom-up* yang dilakukan dalam fasa cair juga dapat dibagi menjadi dua kelompok yaitu metode cair, dan metode sedimentasi (pengendapan). Metode pengendapan yang prosesnya sederhana, dan menjanjikan hasil material berukuran nanometer antara lain metode *sol-gel* dan *co-Precipitation*. Pada penelitian ini digunakan metode kopresipitasi untuk mensintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$.



Gambar 2.3 Metode Pembuatan Nanopartikel (Abdullah, 2012)

2.5 Pengaruh *Doping* Tembaga pada Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Tembaga (*copper*) merupakan unsur kimia golongan IB dalam tabel periodik yang memiliki rumus kimia Cu dengan nomor atom 29. Logam ini merupakan logam berat non ferro yang berperan sebagai konduktor listrik, dan panas yang baik, serta memiliki keuletan yang tinggi, dan tahan terhadap korosi. Tembaga murni dalam wujud serbuk berwarna jingga kemerahan. Struktur kristal tembaga adalah kubik berpusat muka atau *face centered cubic* (FCC). Tembaga tergolong dalam kelompok logam

transisi, yang memiliki titik leleh sebesar $1084,62^{\circ}\text{C}$, dan resistivitas yang rendah $1,67 \times 10^{-6} \Omega \text{ cm}$ (Singhal et al., 2012).

Pemberian *doping* pada nanopartikel *zinc oxide* (ZnO) dengan unsur-unsur logam yang memiliki karakteristik lebih baik dari unsur seng (Zn) diharapkan dapat memperbaiki sifat optik, dan sifat listriknya. Istilah *doping* dapat diartikan suatu proses penambahan dopan sebagai impuritas (pengotor) pada material, dengan tujuan untuk merekayasa karakteristik elektroniknya agar didapatkan sifat optik, magnetik, maupun sifat listrik yang optimal. Suatu semikonduktor intrinsik yang *didoping* dengan suatu unsur pengotor akan menjadi semikonduktor ekstrinsik. Semikonduktor ekstrinsik ini dikelompokkan menjadi semikonduktor tipe-*p*, dan tipe-*n*. Namun, *zinc oxide* (ZnO) tanpa penambahan *doping* dikelompokkan kedalam semikonduktor tipe-*n*. Hal ini dikarenakan adanya ionisasi kelebihan atom *zinc* (Zn) pada posisi interstisial, dan terdapat *vacancies* (kekosongan) oksigen (Mhamdi et al., 2014). Beberapa unsur logam yang telah digunakan sebagai dopan nanopartikel *zinc oxide* (ZnO) antara lain Al (aluminium), Co (kobalt), Ga (galium), Sn (timah), dan Cu (tembaga) (Muthukumaran and Gopalakrishnan, 2012).

Zinc oxide (ZnO) memiliki sifat mekanik, magnetik, optik, dan listrik yang baik, sehingga berpotensi untuk dikembangkan dalam berbagai aplikasi antara lain sensor gas/kimia, perangkat memori optik dan magnetik, *piezoelectric transducers*, *photodiodes*, *photodetectors*, *UV-light emitting diodes* (UV-LED), *biomedical*, *solar cell*, dan *transparent conductive oxide* (Al-Ghamdi et al., 2014).

Transparent conductive oxide (TCO) merupakan komponen yang penting untuk berbagai perangkat elektronik transparan antara lain elektroda transparan dalam teknologi *touch screen*, sel fotovoltaik, *flat-panel displays*, *liquid crystal displays*, *light emitting displays*, dan *heat-mirror window-coatings* (Al-Khanbashi et al., 2014). Karakteristik material oksida konduktif transparan adalah semikonduktor yang memiliki lebar energi gap antara 2,5 – 4,5 eV, konduktivitas listrik, stabilitas termal dan

kimia yang tinggi, serta transparansi yang tinggi pada panjang gelombang tampak (Song, 2005). *Zinc oxide* (ZnO) merupakan material alternatif yang potensial digunakan sebagai bahan dasar pembuatan *transparent conductive oxide* (TCO). Disamping material ini memiliki sifat listrik, dan transparansi optik yang tinggi, *zinc oxide* (ZnO) juga merupakan material oksida logam yang murah, tidak beracun, dan tahan terhadap radiasi, serta memiliki stabilitas termal/kimia yang tinggi (Al-Ghamdi et al., 2014).

Dalam prakteknya, implementasi *transparent conductive oxide* (TCO) akan melibatkan *p-n junction* dan fabrikasi semikonduktor oksida logam membutuhkan TCO tipe-*n*, dan tipe-*p*. Namun, perkembangan *thin film* TCO berkualitas tinggi masih sebatas meningkatkan konduktivitas tipe-*n*. Sementara itu, *thin film* TCO tipe-*p* sulit untuk di fabrikasi, sehingga membatasi pengembangan perangkat optoelektronik dengan bahan dasar *zinc oxide* (ZnO). Untuk membuat TCO tipe-*p*, dapat direalisasikan dengan menambahkan doping unsur golongan I dan IB antara lain Li (litium), Na (natrium), K (kalium), Ag (perak), dan Cu (tembaga) pada posisi Zn (seng), atau dengan menambahkan doping unsur golongan V antara lain N (nitrogen), P (fosfor), As (arsen), dan Sb (antimony) pada semikonduktor *zinc oxide* (ZnO). Yousefi et al. (2013), melaporkan bahwa unsur golongan I merupakan material dopan yang lebih baik dibandingkan unsur golongan V dalam mendangkalkan tingkat energi akseptor (Zaharescu et al., 2014).

Diantara bermacam-macam unsur yang *didopingkan* kedalam nanopartikel ZnO, unsur logam transisi Cu (tembaga) diyakini dapat membentuk tingkat energi akseptor pada ZnO, sehingga dapat merubah ZnO semikonduktor tipe-*n* menjadi semikonduktor tipe-*p* (Yuan et al., 2014). Unsur tembaga (Cu) merupakan aktivator luminesensi yang terkemuka sifat optiknya diantara unsur golongan II –VI (Ma et al., 2011).

Struktur kulit elektronik (*electronic shell*) ion Cu^+ dan Cu^{2+} hampir sama dengan ion Zn^{2+} , dimana radius ionik Zn^{2+} 0,074

nm yang hampir sama dengan radius ionik Cu^+ 0,077 nm dan Cu^{2+} 0,073 nm dalam koordinasi tetrahedral, dimana ion Cu^{2+} memiliki radius ionik yang lebih kecil dari ion induk Zn^{2+} . Unsur tembaga (Cu) memiliki sifat fisik, dan kimia yang serupa dengan unsur seng (Zn). Dalam prosesnya, ion Cu^+ atau Cu^{2+} mensubstitusi ion Zn^{2+} dalam kisi ZnO sangat dalam seperti halnya aseptor, dan berdekatan dengan *vacancy* O (oksigen) (Singhal et al, 2012). Berdasarkan hal ini, $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ menarik banyak perhatian peneliti pada sifat ferromagnetik, optik, dan sifat listriknya (Yuan et al., 2014).

Dalam penelitiannya, Muthukumaran dan Gopalakrishnan (2012) melaporkan bahwa dengan adanya penambahan *doping* tembaga (Cu) dalam ZnO didapatkan ukuran kristal yang semakin kecil yaitu dari 22,4 nm ($x = 0\%$ wt Cu) menjadi 15,9 nm ($x = 4\%$ wt Cu). Hasil ini dibuktikan dengan adanya penampakan morfologi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ yang didapatkan dari pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Hal ini dikaitkan dengan radius ionik Cu^{2+} yang lebih kecil dari ion induk Zn^{2+} .

Penelitian Sonawane et al. (2008) yang menunjukkan bahwa resistivitas listrik *zinc oxide* (ZnO) semakin menurun seiring dengan semakin banyak penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$, yaitu dari $16 \times 10^9 \Omega$ ($x = 0\%$ wt Cu) menurun hingga $1 \times 10^9 \Omega$ ($x = 1\%$ wt Cu). Hasil ini didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Singhal et al. (2012) melaporkan bahwa resistivitas listrik *zinc oxide* (ZnO) semakin rendah seiring dengan semakin banyak penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu). Hal ini dapat dijelaskan, dimana tembaga (Cu) memiliki resistivitas $1,67 \times 10^{-6} \Omega \text{ cm}$, yang mana nilai ini lebih kecil dibandingkan dengan resistivitas listrik seng (Zn) $5,92 \times 10^{-6} \Omega \text{ cm}$.

2.6 Metode kopresipitasi

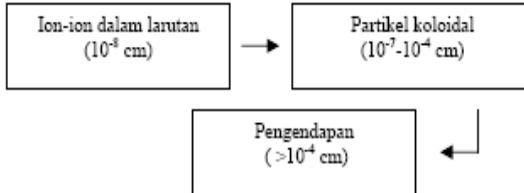
Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu senyawa secara bersama-sama ketika melewati titik

jenuh. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan temperatur rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah senyawa hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat. Apabila suatu endapan telah terpisah dari dalam larutan, maka endapan tersebut tidak harus selalu sempurna kemurniannya, melainkan dapat mengandung sejumlah impuritas yang bergantung pada sifat endapan dan kondisi pengendapan. Kontaminasi endapan oleh zat yang larut dalam cairan induk dikenal dengan kopresipitasi.

Metode kopresipitasi termasuk kedalam salah satu metode basah yang melibatkan reaksi kimia didalamnya, serta digunakan dalam fabrikasi serbuk nanokristalin, dan serbuk keramik lainnya. Pada metode ini, serbuk dasar dilarutkan dalam larutan asam kuat, sehingga dihasilkan produk garam metal. Kemudian ditambahkan larutan pengendap berupa larutan basa sedikit demi sedikit sehingga endapan yang dihasilkan mempunyai homogenitas yang tinggi. Homogenitas larutan ditentukan oleh lamanya bahan bereaksi dan temperatur yang digunakan. Hasil endapan tersebut disaring, dan dibilas dengan aquades untuk menghilangkan garam, sisa asam, dan kotoran lainnya yang ikut mengendap didalamnya.

Pada metode kopresipitasi, material-material dasar diendapkan bersama secara stokiometri dengan reaktan tertentu. Aturan umum menyatakan bahwa suatu partikel bulat diharuskan memiliki diameter lebih besar dari 10^{-4} cm agar mengendap di dalam larutan sebagai endapan. Partikel pada garis tengah 10^{-4} – 10^{-7} cm disebut koloid. Jika beberapa koloid berkoagulasi mengangkut turun sejumlah besar air maka akan menghasilkan endapan yang disebut gel atau *hydrogel* dengan air sebagai pelarutnya. Secara kimia, serbuk yang dipresipitasi (diendapkan) mempunyai kemurnian yang tinggi, ukuran partikel kecil, dan mempunyai kecenderungan untuk beraglomerasi. Kopresipitasi termasuk rekristalisasi dimana ada tujuh metode dalam proses rekristalisasinya yaitu memilih pelarut, melarutkan zat terlarut,

menghilangkan warna larutan, memindahkan zat padat, mengkristalkan larutan, mengumpul dan mencuci kristal, dan mengeringkan produknya (hasil).



Gambar 2.4 Perubahan Ukuran Partikel pada Proses Pengendapan (Day, 1989)

Senyawa-senyawa hidroksida dapat digunakan sebagai bahan pengendap, dimana biasanya digunakan NaOH. Akan tetapi kerugian menggunakan larutan NaOH ini adalah kation-kation Na^+ dapat diabsorpsi oleh endapan hidroksida, sedangkan pencucian untuk membebaskan endapan dari kation-kation ini sangat sulit dilakukan. Oleh karena itu, penggunaan NH_4OH lebih menguntungkan karena sisa NH_4OH yang mengotori endapan dapat dihilangkan dengan jalan memanaskan endapan pada suhu tinggi.

Penggunaan metode kopresipitasi memiliki keunggulan dibandingkan dengan metode konvensional lainnya, yaitu: tingkat kemurnian yang tinggi, proses pengendapannya sangat sederhana sehingga memudahkan dalam pemisahannya pada temperatur rendah, waktu yang dibutuhkan relatif cepat serta dengan peralatan yang sederhana, dan membutuhkan biaya yang relatif murah. Kelarutan zat diharapkan dapat melewati masa larutan jenuh dimana konsentrasi zat terlarut lebih besar dibandingkan keadaan kesetimbangan sistem yang akan menghasilkan pembentuk inti kristal. Proses ini memungkinkan untuk menghasilkan serbuk dengan ukuran kristal yang kecil (Khairiah, 2011).

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca digital, *crucible*, indikator pH (*universal indicator*), *aluminium foil*, pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*), *oven* dan *furnace* tipe RHF 1400. Untuk analisis termal sampel digunakan alat uji DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis*) untuk mengetahui temperatur kalsinasi. Karakterisasi sampel dilakukan melalui pengujian XRD (*X-ray Diffractometer*) yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terkandung didalam sampel, uji SEM (*Scanning Elektron Microscopy*) digunakan untuk identifikasi morfologi sampel, uji spektrofotometer UV-Vis untuk mengidentifikasi sifat optik dan energi gap, serta uji LCR meter yang digunakan untuk identifikasi sifat listrik.

3.1.2 Bahan

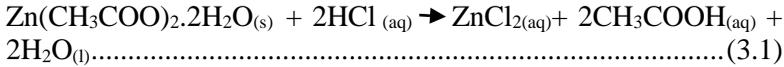
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu serbuk *zinc acetate dihydrate* [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] (*merck*), larutan HCl (*merck*), larutan NH_4OH (*merck*), dan serbuk tembaga murni (*merck*).

3.2 Prosedur Penelitian

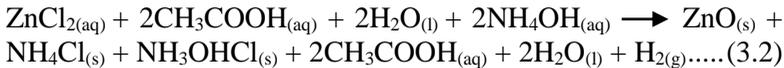
3.2.1 Formulasi

Dalam penelitian ini, sintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ menggunakan metode kopresipitasi, dimana dalam prosesnya diperlukan suatu formulasi khusus untuk diperoleh hasil yang optimal. Hasil yang diharapkan pada pencampuran menggunakan metode kopresipitasi ini adalah terbentuknya endapan $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$. Langkah awal yang harus dilakukan sebelum sintesis adalah membuat formulasi.

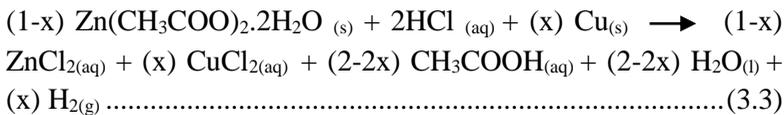
Pembentukan ZnO melibatkan beberapa tahap antara lain pemisahan *zinc acetate dihydrate* [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] dengan cara dilarutkan ke dalam larutan encer HCl dengan reaksi seperti pada persamaan 3.1.



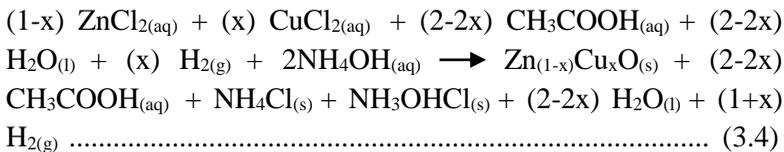
Faktor yang sangat mempengaruhi proses pengendapan *zinc oxide* adalah keasaman medium elektrolit. Pengaturan pH larutan elektrolit dilakukan dengan penambahan *ammonium hydroxide* [NH_4OH]. Reaksi yang terjadi pada proses ini dapat diamati seperti pada persamaan 3.2.



Persamaan reaksi untuk ZnO yang *didoping* dengan serbuk tembaga murni (Cu) dapat diamati seperti pada persamaan 3.3.



Persamaan reaksi untuk penambahan *ammonium hydroxide* [NH_4OH] pada ZnO yang *didoping* dengan serbuk tembaga murni (Cu) dapat diamati seperti pada persamaan 3.4.



3.2.2 Proses Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Proses pertama yaitu pelarutan serbuk $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ dan serbuk tembaga murni (Cu) dengan variasi konsentrasi dopan Cu ($x = 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6\%$ wt) dilakukan dengan menambahkan larutan HCl 37% yang telah diencerkan menjadi larutan HCl 0,5 M. Dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 6 mod. Kemudian dilakukan penambahan larutan NH_4OH 0,5 M sedikit demi sedikit hingga larutan tercampur. Setelah itu larutan prekursor diuji pH-nya dengan menggunakan kertas uji (*indicator universal*). Setelah itu dilakukan penambahan larutan NH_4OH pekat dengan metode titrasi sampai tercapai pH larutan prekursor yang diinginkan (pH = 9).

Setelah larutan prekursor berada pada pH yang diinginkan, maka langkah selanjutnya yaitu larutan prekursor diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kontrol temperatur larutan prekursor yang diinginkan ($85^\circ C$) di*holding* selama 4 jam. Dari proses tersebut, akan terbentuk endapan berwarna putih kebiruan. Setelah disaring endapan yang terbentuk dicuci dengan menggunakan larutan aquades dan dilakukan proses pengeringan dalam oven dengan temperatur sebesar $100^\circ C$ selama 24 jam. Kemudian dikalsinasi pada temperatur $400^\circ C$ selama 3 jam, sesuai dengan hasil analisa dari pengujian DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis*). Sampel dikarakterisasi menggunakan pengujian XRD (*X-ray Diffractometer*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), UV-Vis (*Ultraviolet-Visible Spectrophotometer*), serta LCR Meter.

3.2.3 Pengujian Termal

Pengujian termal yang dilakukan dalam penelitian ini menggunakan DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry - Thermogravimetric Analysis*). Dari pengujian ini, dapat ditentukan temperatur kalsinasi sampel. Termogravimetri merupakan suatu teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai

fungsi dari temperatur ataupun waktu. Hasil dari pengujian ini biasanya berupa rekaman diagram yang kontinu. Sedangkan analisa termal diferensial merupakan suatu teknik dimana temperatur dari sampel dibandingkan dengan material referen inert selama perubahan temperatur terprogram. Dimana temperatur sampel, dan referen akan sama apabila tidak terjadi perubahan. Namun, saat terjadi beberapa peristiwa termal seperti pelelehan, dekomposisi atau perubahan struktur kristal pada sampel, maka dapat diamati dalam diagram terbentuk puncak yang menyatakan reaksi eksotermik, dan terdapat bentuk lembah untuk menyatakan reaksi endotermik.

Analisis termal menggunakan pengujian DSC-TGA dilakukan pada sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ dengan temperatur 0 – 1000°C untuk mengetahui pengaruh perubahan temperatur terhadap perubahan massa dan perubahan kalor pada sampel. Dari hasil uji DSC-TGA ini, maka akan diketahui temperatur kalsinasi dari sampel, sehingga setelah dilakukan kalsinasi pada temperatur hasil analisis DSC-TGA diharapkan didapatkan sampel dengan kemurnian tinggi (bebas dari fasa pengotor) yang kemudian dikarakterisasi menggunakan pengujian difraksi sinar-X (XRD), SEM, UV-Vis, dan LCR meter.



Gambar 3.1 Perangkat Alat Uji DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis*)

3.3 Karakterisasi Material

3.3.1 XRD (*X-ray Diffractometer*)

Karakterisasi material menggunakan XRD (*X-ray Diffractometer*) bertujuan untuk mendapatkan pola difraksi sinar-X. Pola puncak difraksi sinar-X dapat digunakan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk, serta struktur material dengan mengukur tingginya intensitas yang dipancarkan, dan posisi sudut difraksi dari puncak yang muncul. Perubahan lebar maupun posisi puncak dapat digunakan untuk menentukan komposisi fasa, ukuran kristal, dan persentase volume dari sampel uji.

Sinar-X merupakan sumber radiasi gelombang elektromagnetik transversal dalam *range* panjang gelombang dari 0,1 hingga 1000 Å yang terdiri dari partikel tidak bermuatan (Beiser, 1995). Sinar-X dapat terbentuk apabila suatu logam sasaran ditembak dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam alat uji digunakan sinar-X monokromatis. Ketika suatu berkas sinar-X diradiasikan pada material, dan mengenai kristal dalam material, maka kristal tersebut akan memberikan hamburan yang kuat jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar-X (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg, seperti pada persamaan 3.5.

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \dots\dots\dots (3.5)$$

Dimana n merupakan orde (0, 1, 2, 3, ...), λ merupakan panjang gelombang sinar-X, d merupakan jarak antar bidang kristal, dan θ merupakan sudut sinar datang. Hamburan yang memenuhi hukum Bragg tersebut akan membentuk puncak-puncak difraksi sehingga dapat memberikan informasi mengenai fasa yang terkandung dalam sebuah sampel (Callister, 2003).

Gambar 3.2 merupakan perangkat XRD Tipe *Philips X'Pert MPD* di Laboratorium Difraksi Sinar-X Teknik Material dan Metalurgi ITS Surabaya, yang digunakan dalam pengambilan data difraksi. Pengukuran ini akan dilakukan pada sudut $20 - 70^\circ$ dan *step size* $0,04^\circ$ pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA, dengan menggunakan target Cu $K_{\alpha 1}$ ($1,54056 \text{ \AA}$) dan Cu $K_{\alpha 2}$ ($1,54439 \text{ \AA}$). Perangkat alat uji XRD dapat diamati pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Alat Uji XRD *Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer) System*

3.3.1.1 Analisis Kualitatif

Analisis kualitatif dari data difraksi sinar-X yaitu dengan identifikasi fasa yang terbentuk dari sampel hasil sintesis. Dalam prosesnya, identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data dengan menggunakan metode *Search and Match* menggunakan *software Match!*. Data yang didapatkan dari pengujian XRD (*X-ray Diffractometer*) berupa pola puncak-puncak difraksi. Pola puncak difraksi ini dapat digunakan untuk menganalisa terbentuk fasa kristal atau masih dalam bentuk *amorf*. Fasa kristal dapat dikenali dengan terbentuknya puncak-puncak difraksi yang simetris dan teratur, sedangkan fasa *amorf* dapat

diketahui dari bentuk pola difraksi yang berbentuk puncak atau intensitas latar yang tidak teratur.

Proses pencocokan (*matching*) dilakukan pada pola puncak difraksi terukur dengan pola difraksi model yang telah ada pada PDF (*Powder Diffraction File*) dalam *software Match!*. Sekuens 2 Theta (2θ), intensitas dan *list* bidang hkl yang cocok antara pola puncak difraksi terukur dengan model (*phase candidate*), mengindikasikan bahwa sampel yang didifraksi tersebut mengkristal dengan struktur yang dimiliki model, dan dengan fasa, serta struktur kristal yang sama.

3.3.1.2 Analisa Kuantitatif

Analisis kuantitatif memiliki tujuan untuk mengetahui komposisi material penyusun sampel yang sedang diuji dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffractometer*). Hal ini didasarkan pada intensitas pola difraksi suatu fasa dalam sampel yang bergantung pada konsentrasi fasa sampel tersebut. Analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan parameter keluaran hasil penghalusan yang dapat dimanfaatkan untuk menganalisis komposisi fasa (Yantiningtyas, 2010).

Analisa kuantitatif komposisi fasa dilakukan dengan menggunakan *software Rietica* yang berbasis pada penghalusan *Rietveld* dijalankan untuk menginvestigasi struktur kristal, komposisi fasa yang terkandung dalam masing-masing sampel dalam % berat ataupun % volume (Pratapa, 2009).

Metode *Rietveld* adalah metode kuadrat terkecil, dimana dilakukan proses pencocokan ataupun penghalusan pola difraksi sinar-X terhitung (model) dengan pola difraksi terukur. Pola difraksi terhitung merupakan model pola difraksi yang dibuat berdasarkan data kristalografi yang sudah ada, sedangkan pola difraksi terukur merupakan pola difraksi yang berasal dari hasil eksperimen (sampel).

Penghalusan (*refinement*) melibatkan perubahan parameter dengan tujuan untuk meminimalisir nilai dari selisih kuadrat intensitas. Secara matematis, nilai selisih kuadrat terkecil dicapai menggunakan algoritma *Newton-Rapshon* (Hunter, 1998).

Beberapa langkah yang bisa dilakukan dalam proses analisis Rietveld adalah melakukan identifikasi fasa, yaitu untuk mengetahui fasa-fasa yang terkandung dalam material. Penyusunan format data, yaitu menyusun format data terukur dengan perangkat data yang akan digunakan, membuat model untuk material yang dianalisis, data diambil dari *data base* sesuai dengan nomor ICSD, dan melakukan *refinement* (penghalusan), yang bertujuan untuk mendapatkan kecocokan antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung.

Hasil dari *refinement* dapat diterima bila telah memenuhi nilai-nilai dari indeks reabilitas (*R*) yang terdiri dari *Figures of merit (FoM)* yaitu *R-profile* (R_p), *R-weighted profile* (R_{wp}), *R-expected* (R_{exp}) kurang dari 20 %, dan *Goodness of fit (GoF)* kurang dari 4 %. Fungsi puncak yang digunakan dalam analisis ini adalah *Pseudo-Voigt* dan parameter-parameter yang *direfine* adalah *background* (B_0 , B_1 , B_2), *sample displacement*, *lattice parameter*, *phase scale*, *overall thermal*, *U parameter*, *Gamma parameter* (*Gamma 0*, *Gamma 1* dan *Gamma 2*), dan *preferred orientation*.

3.3.1.3 Metode Analisis Ukuran Partikel dengan Software MAUD

MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) dipakai untuk ekstraksi data ukuran kristal dan distribusi ukuran kristal atau untuk mengetahui regangan sisa/perubahan regangan akibat penggilingan material. *Software* MAUD merupakan salah satu *software* yang digunakan untuk penghalusan data dengan menggunakan

bentuk fungsi puncak *Pseudo-Voight*. Dalam pengoperasiannya, pada *software* MAUD dapat dilakukan *refinement* (penghalusan) pada parameter *background*, faktor skala, parameter kisi, faktor termal, parameter pelebaran puncak, ukuran kristal, distribusi ukuran kristal (Dv), dan distribusi *microstrain* secara berurutan. Setelah dilakukan penghalusan menggunakan *software* MAUD, didapatkan ukuran kristal yang dapat dilihat secara langsung dari hasil *output* MAUD (*analysis, result*) (Pratapa, 2004).

Fitur yang terdapat dalam *software* MAUD antara lain analisis fasa kuantitatif, analisis mikrostruktur (termasuk ukuran kristal, *r.m.s. microstrain* dan distribusi ukuran serta regangan kristal), analisis tekstur dengan model-model (*March-Dollase, harmonic, exponential harmonic*, dan *strandart function*), ketebalan film dan model absorpsi, data input dengan *extention *cpi*, serta pengumpulan data instrument sebagai koreksi instrumen dalam ekstraksi informasi mikrostruktur.

3.3.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

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

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

Pengujian SEM pada penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi morfologi dari sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$. Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium COE (*Center of Energy*) Gedung Robotika ITS Surabaya. Perangkat alat uji SEM dapat diamati pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Alat Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) di Laboratorium COE (*Center of Energi*) ITS Surabaya.

3.3.3 Spektrofotometer UV-Vis (*Ultraviolet-Visible*)

Spektrofotometer merupakan alat untuk mengukur transmitansi atau absorbansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrofotometer UV-Vis merupakan instrumen yang digunakan untuk mengukur interaksi materi dengan energi yang berasal dari sinar UV dan cahaya tampak. Oleh karenanya, spektrofotometer UV-Vis merupakan gabungan dari spektrofotometer UV dan spektrofotometer *Visible* (cahaya tampak). Baik spektrofotometer UV maupun spektrofotometer Vis (*Visible*) termasuk kedalam spektrofotometer berkas tunggal, sedangkan spektrofotometer

UV-Vis termasuk dalam berkas ganda. Daerah spektrum elektromagnetik untuk sinar UV adalah berada pada besar 10 nm hingga 350 nm, sedangkan untuk cahaya tampak berada pada 350 nm hingga 770 nm.

Spektrofotometer UV-Vis menggunakan sumber cahaya yang berbeda, yaitu sumber cahaya UV dan sumber cahaya tampak (*visible*). Sumber cahaya yang digunakan adalah kombinasi antara lampu tungsten halogen dan lampu deuterium (D2). Lampu tungsten halogen menghasilkan cahaya tampak dalam daerah panjang gelombang 350-800 nm. Lampu tersebut terbuat dari tabung kuarsa yang berisi filamen tungsten dan sejumlah kecil *iodine*. Lampu deuterium mampu menghasilkan cahaya dalam daerah 160-380 nm. Namun, beberapa spektrofotometer yang kini digunakan hanya menggunakan satu lampu sebagai sumber cahaya. Lampu yang digunakan sebagai sumber cahaya yaitu *photodiode* yang telah dilengkapi monokromator.

Spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk melakukan analisis nilai lebar celah pita energi (*energy gap*) pada material semikonduktor. Nilai lebar celah pita energi semikonduktor bersesuaian dengan panjang gelombang dari cahaya tampak ke ultraviolet.

Spektrum transmisi yang diperoleh diolah menggunakan metode *Tauc Plot* untuk mendapatkan celah pita optik (*band gap*). Hubungan antara koefisien absorpsi (α) dan energi foton datang ($h\nu$) dapat ditulis seperti pada persamaan 3.6.

$$(\alpha h\nu)^{1/n} = A(h\nu - E_g) \dots\dots\dots (3.6)$$

Di mana A adalah sebuah konstanta dan E_g adalah lebar celah pita optik bahan semikonduktor, sedangkan eksponen n bergantung pada jenis transisi di dalam bahan. Untuk transisi langsung (*direct band gap*) $n = 1/2$ sedangkan untuk transisi tak langsung (*indirect band gap*) $n = 2$. Pada penelitian ini,

ZnO merupakan semikonduktor yang memiliki *direct band gap* atau transisi langsung antara pita valensi dan pita konduksi, maka digunakan nilai $n = 1/2$ (Muthukumar, and Gopalakrishnan, 2012).

Sifat optik material $Zn_{1-x}Cu_xO$ ditentukan oleh koefisien absorpsinya. Koefisien absorpsi (α) dapat dihitung dengan menggunakan persamaan *Lambert* seperti yang dapat diamati pada persamaan 3.7.

$$\alpha = (-\ln T)/d \dots\dots\dots (3.7)$$

Di mana α adalah koefisien absorpsi, T adalah nilai transmitansi dan d adalah lebar kuvet. Pengujian UV-Vis dalam penelitian ini menggunakan kuvet dengan lebar 1 cm (Abdullah, 2012).

Penentuan nilai energi gap dilakukan dengan menggunakan metode *Tauc Plot* dengan membuat grafik hubungan $h\nu$ (energi) pada sumbu x (horizontal) dan $(\alpha h\nu)^2$ pada sumbu y (vertikal). Kemudian dari kurva hubungan antara $h\nu$ (energi) dan $(\alpha h\nu)^2$ dapat ditentukan energi gap masing-masing sampel dengan cara memperkirakan bagian linier dari kurva hubungan antara $h\nu$ (energi) dan $(\alpha h\nu)^2$, dan dari perpanjangan garis linear tersebut diperoleh nilai $h\nu$ dari sumbu horizontal yang merupakan nilai energi celah pita optik (*energy gap*).



Gambar 3.4 Alat Uji *Genesys 10S Spectrophotometer Uv-vis*

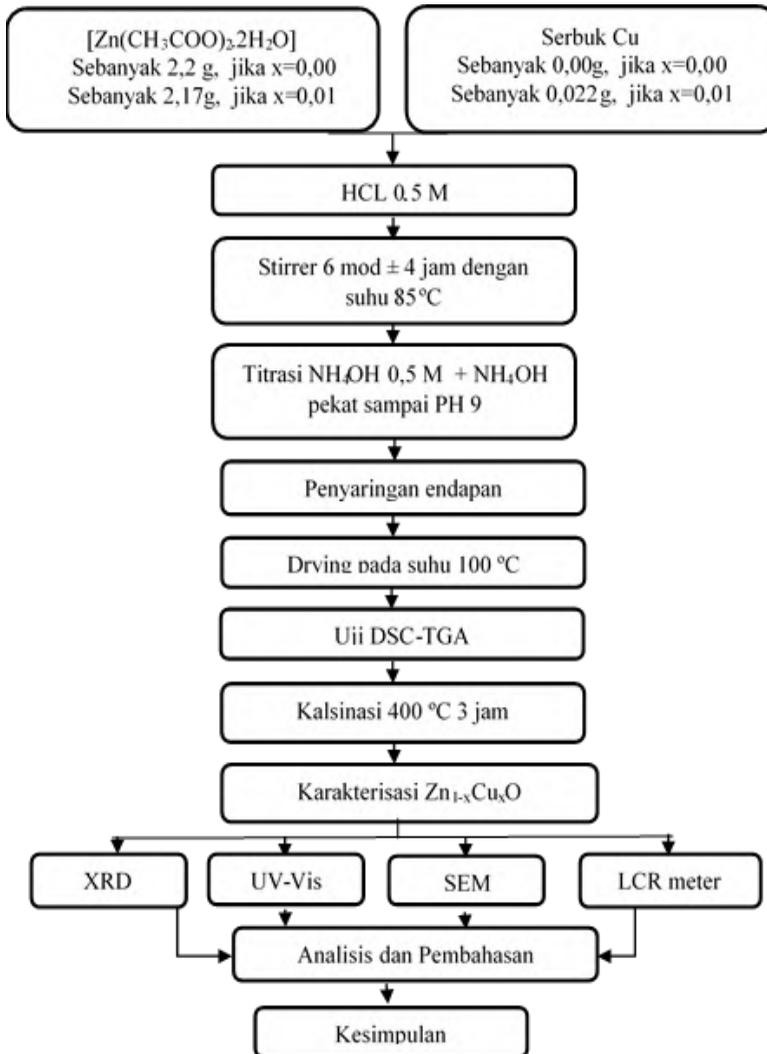
3.3.4 Analisis Sifat Listrik dengan LCR meter

LCR meter adalah sebuah perangkat elektronik yang digunakan untuk mengukur resistansi, kapasitansi, dan induktansi dari suatu material terhadap fungsi frekuensi. Frekuensi yang digunakan adalah 0,1 Hz hingga 100.000 Hz dengan tegangan 1 Volt. Alat ini mengukur impedansi secara internal, kemudian dikonversikan menjadi nilai kapasitansi atau induktansi, yang ditampilkan pada layar. Pengujian LCR meter dapat digunakan untuk mengukur konstanta dielektrik maupun nilai konduktivitas listrik suatu material pada frekuensi dan temperatur tertentu. Pengujian nilai konduktivitas listrik dilakukan dengan metode *two point probe* atau *four point probe* dengan sampel yang berbentuk pelet. Pengujian konduktivitas listrik nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dilakukan di BATAN dengan menggunakan alat uji LCR meter HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER. Alat uji LCR meter yang digunakan dalam penelitian ini dapat diamati pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Alat Uji LCR Meter HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER

3.4 Diagram Alir Penelitian

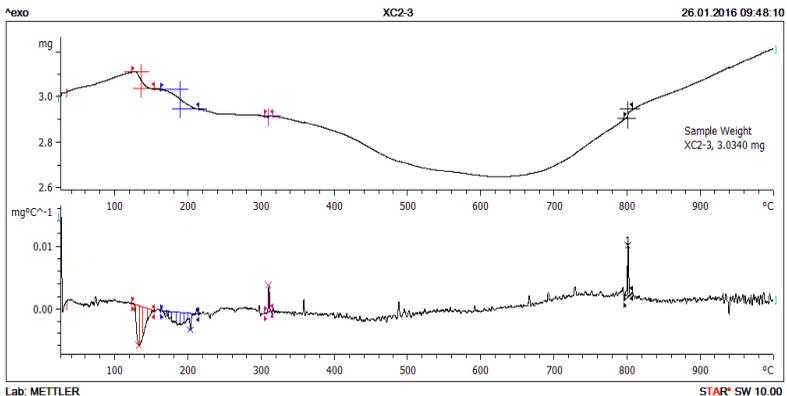


Gambar 3.6 Diagram Alir Penelitian

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Hasil Pengujian DSC-TGA

Dalam penelitian ini, analisis termal dilakukan menggunakan alat uji DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry - Thermogravimetry Analysis*). Analisis termal dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh perubahan temperatur terhadap fenomena fisis dan kimia yang terjadi pada sampel berdasarkan pengurangan massa dan jumlah energi (reaksi eksotermik dan reaksi endotermik) yang terjadi. Dalam penelitian ini, pengujian DSC-TGA digunakan untuk mengetahui temperatur kalsinasi agar terbentuk fasa $Zn_{1-x}Cu_xO$. Pengujian DSC-TGA dilakukan pada sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$. Temperatur yang digunakan adalah $25^{\circ}C$ hingga $1000^{\circ}C$ dengan laju pemanasan $10^{\circ}C$ /menit dan massa awal sampel 3,0340 mg.



Gambar 4.1 Grafik Pengujian DSC-TGA Sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$

Gambar 4.1 merupakan grafik yang didapatkan dari hasil pengujian DSC-TGA. Hasil tersebut menunjukkan terdapat dua kali penurunan massa dan dua kali kenaikan massa yang terjadi pada rentang temperatur $25^{\circ}C$ hingga $1000^{\circ}C$. Penurunan massa

yang terjadi pada sampel mengindikasikan terjadinya proses reaksi endotermik yang dapat memberikan informasi bahwa pada temperatur tersebut terjadi transformasi fasa ataupun terbentuknya fasa kristalin baru. Sedangkan kenaikan massa yang terjadi pada sampel mengindikasikan terjadinya reaksi eksotermik, yang mana berhubungan dengan reaksi rekristalisasi. Proses eksotermik tersebut menandakan penurunan entalpi sampel yang mengindikasikan perubahan ke struktur yang lebih stabil. Pada Gambar 4.1 dapat diamati bahwa terdapat tiga temperatur yang berbeda antara lain *onset*, *peak*, dan *endset*. Temperatur *onset* mengindikasikan awal mula terjadinya reaksi eksotermik ataupun reaksi endotermik. Temperatur *peak* merupakan temperatur puncak terjadinya reaksi kimia tertentu. Sedangkan temperatur *endset* merupakan temperatur yang menandakan berakhirnya reaksi yang terjadi.

Tabel 4.1 Hasil Analisis Termal Menggunakan DSC-TGA pada sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$

No	T_{onset} ($^{\circ}C$)	T_{peak} ($^{\circ}C$)	T_{endset} ($^{\circ}C$)	Δm (mg) ($\times 10^{-3}$)
1.	138,21	143,48	157,52	75,8767
2.	211,95	213,95	215,88	85,2921
3.	319,91	321,56	323,17	-1,6980
4.	802,42	804,01	805,78	-40,3099

Pada Tabel 4.1 dapat diamati hasil analisis termal dari pengujian menggunakan DSC-TGA yang memberikan beberapa informasi berupa temperatur *onset*, *peak*, *endset*, dan penurunan serta kenaikan massa yang terjadi pada sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$. Berdasarkan hasil pengujian DSC-TGA pada Tabel 4.1, diketahui bahwa penurunan massa yang pertama terjadi pada temperatur $138,21^{\circ}C$ dengan berkurangnya $75,8767 \times 10^{-3}$ mg massa sampel yang berakhir pada temperatur $157,52^{\circ}C$. Penurunan massa yang kedua terjadi pada temperatur $211,95^{\circ}C$ dengan berkurangnya $85,2921 \times 10^{-3}$ mg massa sampel yang berakhir pada temperatur

215,88^oC. Total massa sampel Zn_{0,97}Cu_{0,03}O yang berkurang sebesar 0,1611688 mg (5,31%) dari massa sampel awal sebesar 3,0340 mg. Sedangkan kenaikan massa pada hasil pengujian DSC-TGA yang pertama terjadi pada temperatur 319,91^oC dengan bertambahnya 1,6980 x 10⁻³ mg massa sampel yang berakhir pada temperatur 323,17^oC. Kenaikan massa yang kedua terjadi pada temperatur 802,42^oC dengan bertambahnya 40,3099 x 10⁻³ mg massa sampel yang berakhir pada temperatur 805,78^oC. Total massa sampel Zn_{0,97}Cu_{0,03}O yang bertambah sebesar 0,0420079 mg.

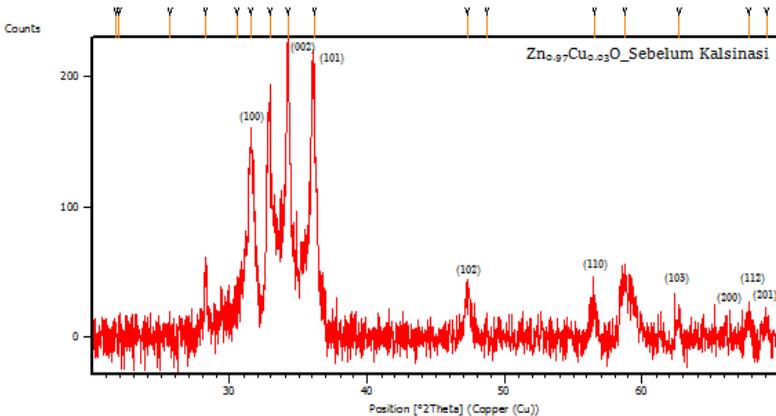
Berdasarkan grafik DSC-TGA, maka dapat dijelaskan reaksi-reaksi yang terjadi. Pada temperatur 25^oC hingga 138^oC grafik DSC-TGA terlihat cukup stabil. Namun, setelah melewati temperatur tersebut terjadi penurunan massa pada temperatur 138,21^oC hingga 157,52^oC, dimana pada rentang temperatur ini terjadi reaksi endotermik pertama. Penurunan massa yang pertama tersebut terjadi sebagai akibat dari hilangnya air dari sampel, yang disebut dengan dehidrasi. Pada proses endotermik pertama, sampel mengabsorpsi sejumlah energi yang dibutuhkan untuk melepaskan air yang ada dalam sampel. Selanjutnya penurunan massa kedua terjadi pada temperatur 211,95^oC, dimana temperatur ini merupakan temperatur awal terjadi reaksi endotermik kedua, yang mengindikasikan terjadinya dekomposisi fasa tertentu pada sampel. Dekomposisi fasa ini terus terjadi hingga temperatur 215,88^oC. Pada proses endotermik kedua ini, sampel mengabsorpsi sejumlah energi yang dibutuhkan untuk melakukan dekomposisi terhadap fasa pengotor (impuritas), sehingga terjadi transformasi fasa ataupun terbentuknya fasa kristalin baru. Kemudian pada temperatur 319,91^oC hingga 323,17^oC merupakan rentang temperatur terjadinya reaksi eksotermik yang pertama, yang ditandai dengan adanya kenaikan massa pada sampel. Kenaikan massa pertama yang terjadi menunjukkan bahwa struktur yang diadopsi pada rentang suhu antara ~210^oC hingga ~325^oC bersifat metastabil. Reaksi eksotermik tersebut menandakan adanya penurunan entalpi sampel yang mengindikasikan perubahan ke

dalam struktur yang lebih stabil. Hal ini menjadi indikator bahwa fasa yang diinginkan pada sampel yaitu fasa $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ telah terbentuk dengan struktur yang lebih stabil pada temperatur 400°C yang kemudian digunakan sebagai temperatur kalsinasi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ pada penelitian ini.

4.2 Karakterisasi Struktur Nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$

4.2.1 Analisis Hasil Pengujian *X-Ray Diffractometer* (XRD) Pada Sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ Sebelum Kalsinasi

Pengujian *X-Ray Diffractometer* (XRD) dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk pada sampel, dan untuk mengetahui struktur kristal $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$. Alat uji yang digunakan adalah XRD Tipe *Philips X'Pert MPD* dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha_1$ sebesar $1,540598 \text{ \AA}$ dan $\text{Cu K}\alpha_2$ sebesar $1,544426 \text{ \AA}$. Pengukuran XRD pada penelitian ini dilakukan pada sudut $20^\circ\text{C} - 70^\circ\text{C}$ yang beroperasi pada 40 kV dan 30 mA .



Gambar 4.2 Pola Difraksi Sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ Sebelum Kalsinasi

Gambar 4.2 merupakan pola difraksi sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ sebelum kalsinasi yang didapatkan dari pengujian *X-Ray Diffractometer* (XRD). Dari pola difraksi tersebut didapatkan

kesesuaian puncak difraksi dengan *database* ZnO. Analisis pola difraksi dilakukan dengan menggunakan *software Match!*. Hasil analisis dengan *software Match!* didapatkan pola difraksi sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-079-0208 yang merupakan fasa *zinc oxide* (ZnO) dengan puncak-puncak yang muncul disekitar sudut 2 theta (2θ) seperti pada Gambar 4.2.

Tabel 4.2 Posisi 2 Theta dari Puncak Difraksi *Zinc Oxide* (ZnO)

No.	Posisi [$^{\circ}2\theta$]	Bidang Kristal (hkl)
1	31,60	(100)
2	34,25	(002)
3	36,04	(101)
4	47,39	(102)
5	56,45	(110)
6	62,66	(103)
7	66,19	(200)
8	67,78	(112)
9	68,72	(201)

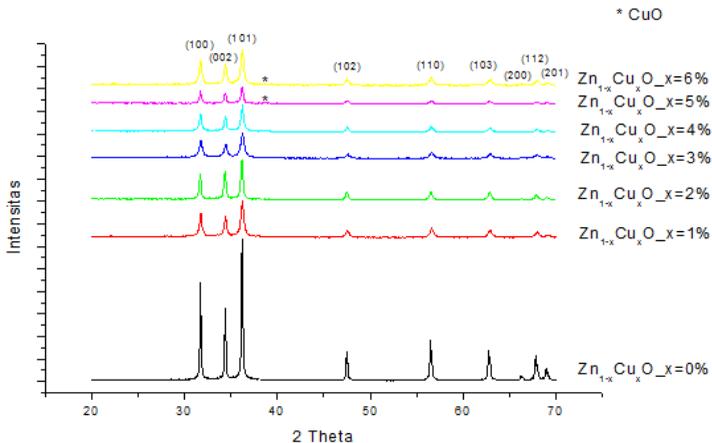
Berdasarkan pada Tabel 4.2 yang merepresentasikan pola difraksi pada Gambar 4.2 dapat diamati bahwa terbentuk fasa *zinc oxide* (ZnO) dengan struktur kristal heksagonal (*wurtzite*). Hasil analisa pola difraksi dengan menggunakan *software Match!* menunjukkan puncak-puncak difraksi *matching* (cocok) dengan fasa ZnO, dikarenakan ion tembaga (Cu^{2+}) merupakan dopan yang akan mensubstitusi ion seng (Zn^{2+}), sehingga pola difraksi fasa $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ akan tidak jauh berbeda dengan pola difraksi untuk fasa ZnO. Oleh karena itu, dengan munculnya fasa ZnO dalam pencocokan fasa menggunakan *software Match!* maka dapat diasumsikan bahwa fasa $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ telah terbentuk.

Berdasarkan pola difraksi yang ditunjukkan Gambar 4.2 dapat diamati bahwa terdapat fasa pengotor (impuritas) didalam sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ sebelum dikalsinasi. Dari hasil pencocokan menggunakan *software Match!* didapatkan bahwa fasa pengotor tersebut sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-001-1044 yang merupakan fasa *ammonium chloride* (NH_4Cl). Persentase fasa ZnO dan NH_4Cl antara lain 83,15% (ZnO) : 16,85% (NH_4Cl). Hal ini menunjukkan bahwa proses sintesis $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan menggunakan metode kopresipitasi menggunakan temperatur rendah sudah mengindikasikan terbentuknya fasa $Zn_{1-x}Cu_xO$. Akan tetapi, pola puncak difraksi dari hasil pengujian XRD pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa dalam sampel masih terdapat fasa kedua (*secondary phase*) yang merupakan fasa pengotor (impuritas) yang tidak dikehendaki kehadirannya, yaitu fasa NH_4Cl .

Dalam prosesnya, kehadiran fasa NH_4Cl merupakan konsekuensi dari reaksi kimia yang dilakukan dalam proses sintesis sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ dengan menggunakan metode kopresipitasi. Namun, kehadiran fasa NH_4Cl telah diminimalisir dengan adanya proses pencucian sampel dengan menggunakan aquades yang bertujuan untuk melarutkan garam *ammonium chloride* (NH_4Cl) yang masih ikut mengendap bersama fasa $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ didalam sampel. Khairiah (2011) melaporkan bahwa penggunaan NH_4OH dalam proses sintesis menggunakan metode kopresipitasi lebih menguntungkan dibandingkan penggunaan $NaOH$. Hal ini dikarenakan sisa NH_4OH (dalam bentuk garam seperti NH_4Cl) yang mengotori endapan dapat dihilangkan dengan jalan memanaskan endapan pada temperatur tinggi. Oleh karena itu, berdasarkan pada hasil pengujian DSC-TGA maka dilakukan kalsinasi pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan menggunakan temperatur $400^\circ C$ yang bertujuan untuk menghasilkan fasa $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan kemurnian tinggi, dimana tidak lagi terdapat fasa pengotor (impuritas). Kalsinasi suatu sampel dengan menggunakan temperatur $400^\circ C$ masih tergolong ke dalam rentang temperatur rendah untuk menghasilkan suatu fasa tertentu.

4.2.2 Analisis Hasil Pengujian *X-Ray Diffractometer* (XRD) pada Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ Setelah Kalsinasi

Pola puncak difraksi nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ (untuk nilai $x = 0, 1, 2, 3, 4, 5,$ dan 6% wt Cu) yang merupakan hasil sintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi dan dikalsinasi pada temperatur $400^{\circ}C$ selama 3 jam ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pola Difraksi Hasil Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu)

Gambar 4.3 di atas menunjukkan pola difraksi nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan variasi konsentrasi dopan tembaga (Cu) dari yang terendah yaitu $x = 0\%$ wt Cu hingga konsentrasi dopan tertinggi yaitu $x = 6\%$ wt Cu. Dari hasil analisis pola difraksi dengan menggunakan *software Match!* didapatkan bahwa pola difraksi tersebut sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-079-0207 yang merupakan fasa dari *zinc oxide* (ZnO) dengan struktur kristal heksagonal (*wurtzite*). Berdasarkan Gambar 4.3 didapatkan kesesuaian pola puncak difraksi dengan *database* ZnO yaitu pada bidang (hkl) (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), dan (201) yang menempati posisi sudut 2 theta (2θ) antara lain $31,72^{\circ}$; $34,38^{\circ}$; $36,19^{\circ}$; $47,46^{\circ}$; $56,48^{\circ}$; $62,75^{\circ}$; $66,26^{\circ}$; $67,81^{\circ}$; dan $68,94^{\circ}$. Namun, pada posisi sudut 2 theta (2θ) sebesar

38,73⁰ untuk konsentrasi dopan tembaga (Cu) 5% wt, dan 6% wt pada sampel nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO dapat diamati muncul puncak kecil dari fasa pengotor (impuritas) yang mana kehadirannya tidak diinginkan dalam proses sintesis nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO. Dalam analisisnya menggunakan *software Match!* tidak didapati *candidate phase* yang cocok untuk puncak tersebut. Hal ini dikarenakan terbatasnya data PDF (*Powder Diffraction File*) dan kecilnya intensitas dari puncak fasa pengotor (impuritas) yang muncul. Namun, puncak ini sesuai dengan *powder pattern* dari data COD (*Crystallography Open Database*) nomor 9016057 yang merupakan fasa *copper oxide* (CuO). Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Muthukumar, dan Gopalakrishnan (2012), yang mendapati adanya fasa CuO pada saat sintesis *nanopowder Cu-doped ZnO* dengan konsentrasi dopan tembaga (Cu) yang tinggi ($\geq 6\%$ wt Cu). Sehingga dapat diketahui bahwa terdapat kejenuhan dalam sampel yang menyatakan batasan konsentrasi pemberian dopan tembaga (Cu) pada ZnO, dimana sebaiknya tidak dilakukan dengan konsentrasi dopan tembaga (Cu) lebih dari 4% wt Cu, dikarenakan adanya pembentukan *cluster* dari fasa CuO yang kemudian diisolasi sebagai fasa pengotor (*impurity phase*).

Dari pola difraksi pada Gambar 4.3 juga dapat diamati bahwa tampak adanya pergeseran pola puncak-puncak difraksi ke arah kanan seiring dengan bertambahnya konsentrasi dopan tembaga (Cu). Hal ini mengindikasikan adanya perubahan jarak antar bidang *Bragg* dan terjadinya pergeseran nilai parameter kisi, yang juga membuktikan bahwa dopan ion Cu⁺ atau Cu²⁺ berhasil mensubstitusi sebagian posisi ion Zn²⁺ pada senyawa induk *zinc oxide* (ZnO). Dari asumsi tersebut dapat diketahui, bahwa pada penelitian ini telah berhasil dilakukan sintesis nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO, sehingga dapat dilakukan karakterisasi lebih lanjut.

Dalam prosesnya, tidak dapat diketahui secara pasti ion Cu⁺ atau ion Cu²⁺ yang telah mensubstitusi ion Zn²⁺. Secara teori dijelaskan bahwa unsur tembaga (Cu) dengan nomor atom 29 memiliki konfigurasi elektron yang berakhir pada sub kulit *d*,

sehingga berlaku aturan penuh setengah penuh. Sifat ini berhubungan erat dengan hibridisasi elektron. Konfigurasi elektron tembaga (Cu) $[\text{Ar}] 3d^9 4s^2$ mengikuti aturan penuh setengah penuh menjadi $[\text{Ar}] 3d^{10} 4s^1$. Hal ini menyebabkan keberadaan ion Cu^+ dan ion Cu^{2+} sangat mungkin terdapat pada sampel. Kehadiran ion Cu^+ dalam kisi ZnO berkontribusi sebagai dopan ekstrinsik yang dapat menciptakan level energi akseptor dalam struktur level energy ZnO, yang menyebabkan ZnO yang awalnya merupakan semikonduktor tipe-*n* menjadi semikonduktor tipe-*p* (Yuan et al., 2014)

Berdasarkan hasil pola difraksi pada Gambar 4.3 dapat diamati bahwa terjadi pergeseran parameter kisi. Analisis pergeseran parameter kisi pada sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dapat dilakukan dengan menggunakan *software Rietica*. Pada Tabel 4.3 dapat diamati hasil analisis parameter kisi menggunakan *software Rietica*.

Tabel 4.3 Data Hasil Analisis Parameter Kisi Menggunakan *Software Rietica*

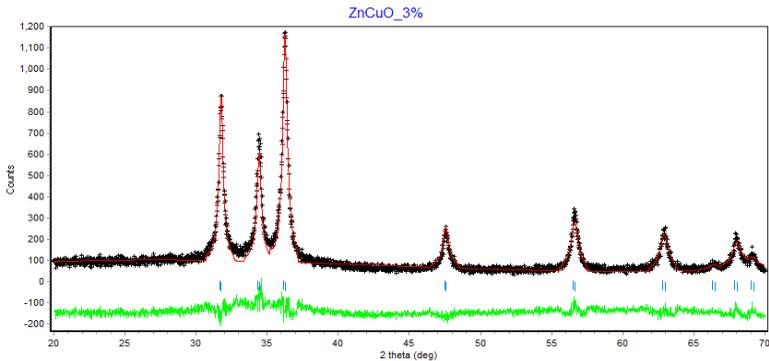
Konsentrasi Dopan Cu (x)	Parameter Kisi				
	a = b (Å)	c (Å)	$\alpha = \beta$ (°)	γ (°)	Volume Cell
0 % wt	3,254066	5,211942	90	120	47,795048
1 % wt	3,251919	5,208255	90	120	47,698223
2 % wt	3,250603	5,205092	90	120	47,630676
3 % wt	3,250454	5,205212	90	120	47,627419
4 % wt	3,250161	5,205280	90	120	47,619465
5 % wt	3,248422	5,202350	90	120	47,541725
6 % wt	3,248306	5,199845	90	120	47,515450

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diamati bahwa nilai parameter kisi semakin kecil seiring dengan bertambahnya konsentrasi dopan tembaga (Cu). Hal ini menjadi penyebab semakin kecilnya pula nilai *volume cell*. Hasil yang didapatkan dari analisis menggunakan *software Rietica* ini menunjukkan kesesuaian

dengan hipotesa dari analisis pola puncak difraksi pada Gambar 4.3 yang mengalami pergeseran ke arah kanan yang juga mengindikasikan adanya perubahan jarak antar bidang *Bragg* dan terjadinya pergeseran nilai parameter kisi yang semakin kecil. Dengan adanya pergeseran pola puncak difraksi yang dibuktikan dengan adanya data analisis parameter kisi menggunakan *software Rietica* ini mengindikasikan bahwa ion dopan Cu^{2+} telah berhasil mensubstitusi sebagian posisi ion Zn^{2+} pada senyawa *zinc oxide* (ZnO) sehingga terbentuk senyawa $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$. Perubahan parameter kisi yang semakin kecil seiring dengan bertambahnya konsentrasi dopan juga dapat dijelaskan dengan meninjau radius ionik atom dopan. Singhal et al. (2012) menuliskan bahwa ion Cu^{2+} memiliki radius ionik (r) sebesar $0,73\text{\AA}$, sedangkan ion Zn^{2+} memiliki radius ionik (r) sebesar $0,74\text{\AA}$. Dikarenakan radius ionik Cu^{2+} lebih kecil dari radius ionik Zn^{2+} , sehingga ion Cu^{2+} mudah untuk menyusup ke dalam kisi *zinc oxide* (ZnO), dan mensubstitusi ion Zn^{2+} . Ketika ion Cu^{2+} telah berhasil mensubstitusi ion Zn^{2+} dalam kisi ZnO maka akan terjadi penyempitan jarak antar atom yang dikarenakan radius ionik unsur dopan lebih kecil dari radius ionik unsur basis (ion Zn^{2+}). Hal ini akan mengakibatkan semakin kecilnya *volume cell* sampel seiring dengan penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu).

Dalam prakteknya terdapat kemungkinan bahwa tidak semua ion Zn^{2+} disubstitusi oleh ion Cu^{2+} , melainkan terdapat beberapa ion Cu^+ yang juga dapat mensubstitusi posisi ion Zn^{2+} . Namun, seberapa besar jumlah ion Cu^+ dan ion Cu^{2+} yang berhasil mensubstitusi posisi ion Zn^{2+} tidak dapat diketahui secara pasti, dikarenakan kita tidak dapat mengontrol pertumbuhan ion-ion tersebut. Dengan mengamati data hasil analisis parameter kisi menggunakan *software Rietica* pada Tabel 4.3, dimana seiring dengan penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) didapatkan nilai parameter kisi dan *volume cell* yang semakin kecil, maka dapat diketahui bahwa ion Cu^+ hanya mensubstitusi sebagian kecil posisi ion Zn^{2+} . Hal ini dikarenakan ion Cu^+ memiliki radius ionik (r) sebesar $0,77\text{\AA}$ yang mana radius ionik ini lebih besar dari radius

ionik Zn^{2+} , dimana dengan data ini dapat diasumsikan bahwa hanya terdapat sebagian kecil ion Cu^+ yang berhasil mensubstitusi posisi ion Zn^{2+} .



Gambar 4.4 Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ dengan *database* ZnO dengan menggunakan *software Rietica*

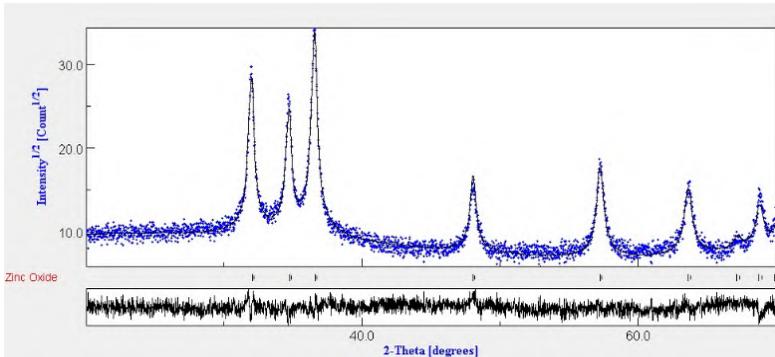
Hasil keluaran grafik pola pencocokan dengan menggunakan *software Rietica* untuk sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ dapat ditunjukkan seperti pada Gambar 4.4. Parameter kecocokan (*Figures of Merit*) yang dapat dipakai sebagai ukuran kesesuaian model dengan pola difraksi terukur salah satunya yaitu *GoF* atau biasa disebut *Good of Fitting* memiliki nilai $< 4\%$. Berdasarkan Gambar 4.4, maka dapat diamati pola pencocokan data difraksi terukur yang telah sesuai dengan model untuk sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$, dengan nilai *GoF* sebesar 2,748.

Dari Gambar 4.4 dapat diamati bahwa terdapat grafik dengan warna yang berbeda-beda antara lain warna merah, hitam, dan hijau. Pola difraksi terhitung (model) digambarkan dengan grafik warna merah, pola difraksi terukur (dari pengujian XRD) digambarkan dengan grafik warna hitam, dan grafik warna hijau menunjukkan selisih antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung. Sedangkan garis-garis tegak dibawah grafik berwarna hitam dan merah tersebut menyatakan posisi-posisi

puncak Bragg. Pencocokan grafik XRD dengan menggunakan *software Rietica* dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi terukur dari sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ dengan *database* ZnO yang telah ditambahkan ion dopan Cu^{2+} pada pola difraksi terhitung (model).

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

Hasil pengujian *X-Ray Diffractometer* (XRD) menghasilkan pola puncak difraksi yang merepresentasikan tingkat kekristalan suatu bahan. Selain itu, pola puncak difraksi mengindikasikan ukuran kristal dari fasa yang muncul dalam pola difraksi tersebut. Apabila pola puncak difraksi memiliki bentuk yang semakin lebar dan pendek, maka ukuran kristalnya akan semakin kecil. Analisis ukuran kristal pada sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dilakukan dengan menggunakan *software MAUD* (Lutteroti, 2006).



Gambar 4.5 Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $\text{Zn}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{O}$ dengan *database* ZnO menggunakan *software MAUD*

Dari Gambar 4.5 dapat diamati bahwa terdapat grafik dengan warna yang berbeda-beda antara lain warna hitam, dan biru. Pola pencocokan difraksi terukur (dari pengujian XRD) digambarkan dengan grafik warna biru, dan pola difraksi terhitung (model) yang digambarkan dengan grafik warna hitam. Sedangkan grafik

berwarna hitam pada bagian bawah merupakan plot selisih antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung. Sedangkan garis-garis tegak dibawah grafik berwarna biru dan hitam tersebut menyatakan posisi-posisi puncak Bragg.

Hasil plot *refinement* (penghalusan) pada data terukur dari pengujian XRD untuk sampel $Zn_{0,97}Cu_{0,03}O$ ditunjukkan pada Gambar 4.5. Dari hasil pencocokan antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur diperoleh nilai luaran hasil berupa parameter-parameter *refinement*. Hasil *refinement* menggunakan *software* MAUD yang dilakukan pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dapat dinyatakan *acceptable* apabila memiliki nilai $Sig < 2\%$, yang berarti bahwa pola puncak difraksi terukur dengan pola puncak difraksi terhitung (model) memiliki kecocokan lebih dari 98%. Dalam penelitian ini, seluruh data yang diolah dengan menggunakan *software* MAUD memiliki nilai $Sig < 2\%$, sehingga dapat dikatakan bahwa hasil *refinement acceptable* (dapat diterima).

Berdasarkan hasil analisis pola pencocokan data difraksi terukur (dari hasil pengujian XRD) dengan *database* ZnO (pola difraksi model) dengan menggunakan *software* MAUD didapatkan informasi berupa ukuran kristal dari sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ seperti yang ditampilkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Nilai Ukuran Kristal $Zn_{1-x}Cu_xO$ untuk Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu)

No	Konsentrasi dopan Cu (x)	Ukuran Kristal (nm)
1	0 % wt	79
2	1 % wt	65
3	2 % wt	55
4	3 % wt	50
5	4 % wt	37
6	5 % wt	30
7	6 % wt	28

Berdasarkan hasil pengolahan data XRD dengan menggunakan *software* MAUD pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ untuk seluruh variasi konsentrasi dopan tembaga (Cu), dapat diketahui bahwa seiring dengan penambahan konsentrasi dopan terjadi perubahan terhadap ukuran kristal. Semakin tinggi konsentrasi dopan tembaga (Cu) yang didiberikan maka ukuran kristal sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ akan semakin kecil. Ukuran kristal dari $Zn_{1-x}Cu_xO$ kurang dari 100 nanometer, yaitu dalam rentang 79 nm ($x = 0$ % wt Cu), hingga 28 nm ($x = 6$ % wt Cu).

Ukuran kristal sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ untuk semua variasi penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) yang didapatkan dari hasil pengolahan menggunakan *software* MAUD ini menghasilkan nilai ukuran kristal rata-rata dibawah 100 nm, sehingga dapat dikatakan bahwa sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ merupakan nanopartikel. Semakin kecilnya ukuran kristal sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ seiring dengan semakin tingginya konsentrasi dopan tembaga (Cu) disebabkan dopan ion Cu^{2+} memiliki radius ionik lebih kecil (0,73 Å) dibandingkan dengan ion Zn^{2+} (0,74 Å), sehingga menyebabkan ion Cu^{2+} mudah untuk menyusup kedalam kisi *Zinc Oxide* (ZnO) dan mensubstitusi ion Zn^{2+} . Ketika ion Cu^{2+} telah berhasil mensubstitusi ion Zn^{2+} dalam kisi ZnO maka akan terjadi penyempitan jarak antar atom yang dikarenakan radius ionik unsur dopan lebih kecil dari radius ionik unsur basis (ion Zn^{2+}). Hal ini dapat menjadi salah satu faktor penyebab semakin kecilnya ukuran kristal seiring dengan semakin tingginya konsentrasi dopan *Copper* (Cu) yang diberikan, meskipun tidak dapat dipungkiri terdapat sebagian kecil ion Cu^+ yang juga mensubstitusi ion Zn^{2+} .

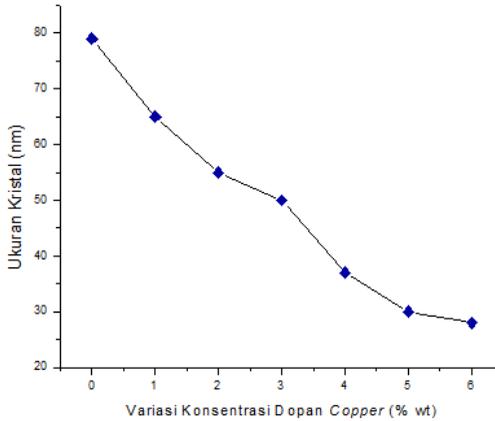
Dari hasil analisis data XRD yang dapat diamati pada Gambar 4.3, untuk pemberian dopan tembaga (Cu) dengan konsentrasi 5% wt Cu dan 6% wt Cu pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ didapati adanya fasa pengotor (*impurity phase*) berupa fasa CuO, yang menghasilkan ukuran kristal yang juga semakin kecil. Hal ini dikarenakan Cu-O memiliki panjang ikatan yang lebih pendek dari pada panjang ikatan Zn-O, dimana panjang ikatan Cu-O sebesar $\pm 1,980$ Å, dan

panjang ikatan Zn-O adalah sebesar $\pm 2,089 \text{ \AA}$ (Singhal et al., 2012).

Pada Tabel 4.4 dapat diamati bahwa sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan konsentrasi dopan $\geq 1\%$ wt Cu mempunyai ukuran kristal yang lebih kecil dari pada sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ ($x = 0\%$ wt Cu) tanpa *doping*. Hal ini berkaitan dengan pencegahan pertumbuhan partikel yang meliputi penghambatan gerak *grain boundary* (batas butir).

Dalam proses sintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$, saat pemanasan awal (temperatur rendah) belum terjadi pertumbuhan butir kristal dikarenakan pergerakan batas butir tertahan oleh partikel-partikel material dasar yang belum larut. Batas butir merupakan titik pertemuan pertumbuhan partikel berbagai inti. Pada temperatur yang lebih tinggi, terjadi proses pembentukan butir yang diawali dengan terbentuknya kelompok atom pada permukaan cairan yang kemudian menjadi inti partikel padat atau biasa disebut dengan proses nukleasi. Selama proses kimia berlangsung, inti yang pertama akan bertambah besar akibat adanya atom dari cairan yang berpindah ke dalam bahan padat. Pertumbuhan butir ini terjadi akibat adanya pergerakan batas butir.

Pergerakan batas butir dapat dicegah dengan adanya pengendapan *secondary phase* (fasa sekunder) atau dengan mengkontaminasi permukaan *zinc oxide* (ZnO). Ketika terjadi pergerakan batas butir disertai dengan peristiwa interstisi ion Zn^{2+} , dan substitusi ion Cu^+ atau Cu^{2+} , maka pergerakan batas butir akan terhalang oleh generasi dari gaya perlambatan. Apabila gaya perlambatan tersebut lebih besar dari *driving force* (gaya penggerak) untuk pertumbuhan butir, maka partikel tidak akan dapat tumbuh lagi, sehingga didapatkan partikel dengan ukuran yang lebih kecil dari $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ ($x = 0\%$ wt Cu) tanpa *doping*. Jadi kehadiran ion Cu^+ atau Cu^{2+} dalam kisi *zinc oxide* (ZnO) dapat berguna untuk melarang pertumbuhan butir kristal. Hal inilah yang menyebabkan adanya variasi ukuran kristal dengan adanya penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada sampel nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$.



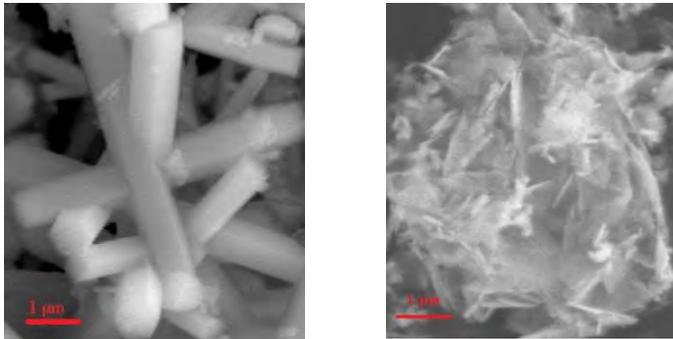
Gambar 4.6 Grafik Hubungan antara Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu) dengan Ukuran Kristal Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Dalam penelitiannya, Muthukumaran dan Gopalakrishnan (2012) melaporkan bahwa dengan adanya penambahan *doping* ion Cu^{2+} dalam $Zn_{1-x}Cu_xO$ didapatkan ukuran kristal yang semakin kecil yaitu dari 22,4 nm ($x = 0\%$ wt Cu) menjadi 15,9 nm ($x = 4\%$ wt Cu). Hasil ini dibuktikan dengan adanya penampakan morfologi nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ yang didapatkan dari pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang juga memperlihatkan bahwa penambahan *doping* ion Cu^{2+} menghasilkan ukuran partikel yang semakin kecil. Hal ini dikaitkan dengan radius ionik Cu^{2+} yang lebih kecil dari ion induk Zn^{2+} , dimana ion Cu^{2+} telah mensubstitusi sebagian ion Zn^{2+} .

4.4 Analisis Hasil Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi dari nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan variasi konsentrasi dopan tembaga (Cu). Berdasarkan hasil pengujian SEM pada Gambar 4.7 dapat

diketahui bahwa bentuk morfologi dari partikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ yaitu *nanowire*. Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Sul Lee (2008) yang telah mensintesis nanopartikel *zinc oxide* (ZnO) dengan metode *simple polyol* yang menghasilkan morfologi ZnO *nanowire*.



(a)

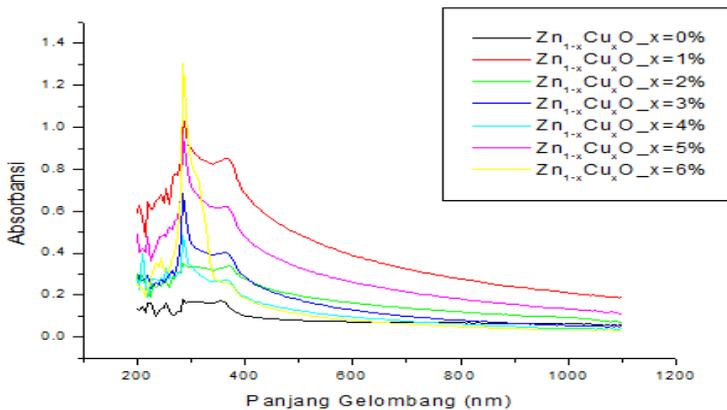
(b)

Gambar 4.7 Hasil Uji SEM Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu), (a) $x = 0\%$ wt Cu, dan (b) $x = 3\%$ wt Cu dengan Perbesaran 20.000 Kali

Dari hasil pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*) pada Gambar 4.7 dapat diketahui bahwa dengan penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ menghasilkan nanopartikel dengan ukuran yang lebih kecil (semakin halus). Hasil ini dapat dihubungkan dengan hasil analisis pengolahan data XRD dengan menggunakan *software* MAUD, dimana didapatkan ukuran kristal yang semakin kecil dengan seiring adanya penambahan dopan ion Cu^{2+} yang dikarenakan ion Cu^{2+} memiliki radius ionik lebih kecil ($0,73 \text{ \AA}$) dibandingkan dengan ion Zn^{2+} ($0,74 \text{ \AA}$), sehingga ketika ion Cu^{2+} telah berhasil mensubstitusi ion Zn^{2+} dalam kisi ZnO maka akan terjadi penyempitan jarak antar atom sehingga dihasilkan kristal dengan ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan ZnO tanpa *doping*.

4.5 Karakterisasi Sifat Optik Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis (*Ultraviolet-Visible*)

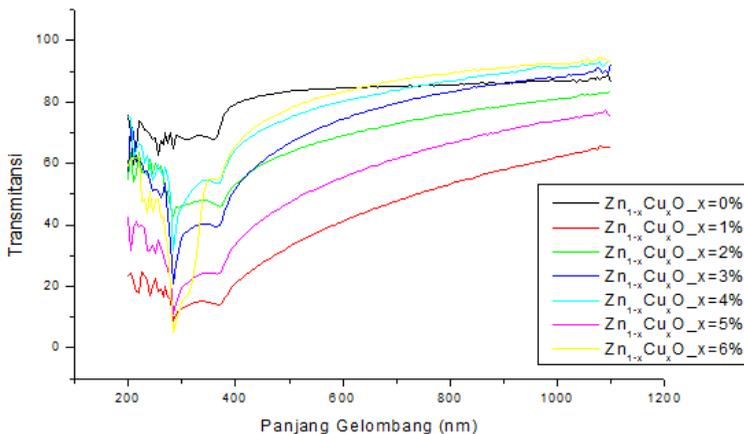
Sifat optik nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dikarakterisasi dengan menggunakan *Genesys 10S Spectrophotometer UV-vis* untuk mengetahui spektrum penyerapannya. Hasil dari pengujian spektrofotometer UV-Vis adalah hubungan absorbansi dan transmitansi dengan panjang gelombang (λ) pada jangkauan 200 - 1100 nm. Pada Gambar 4.8, dan Gambar 4.9 dapat diamati spektrum absorbansi dan transmitansi dari nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan variasi konsentrasi dopan ($x = 0, 1, 2, 3, 4, 5,$ dan 6% wt Cu) dalam rentang cahaya ultraviolet dan rentang cahaya tampak.



Gambar 4.8 Grafik Hubungan Antara Absorbansi dengan Panjang Gelombang sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Gambar 4.8 menyatakan hubungan antara panjang gelombang (λ) dan nilai absorbansi. Pada pengujian spektrofotometer UV-vis sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ disinari dengan gelombang elektromagnetik, sehingga sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ akan menyerap energi yang diberikan. Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ merupakan suatu bahan semikonduktor. Pada semikonduktor, terdapat pita energi yang memperbolehkan adanya keberadaan elektron, yaitu pita valensi dan pita konduksi. Namun,

kedua pita tersebut dipisahkan oleh sebuah pita terlarang yang biasa disebut *band gap*. Dalam karakterisasi sifat optik menggunakan UV-vis, ketika sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ disinari maka foton-foton (paket kuantum energi yang berasal dari sinar) akan menumbuk elektron yang ada pada material, sehingga foton tersebut akan mentransfer semua energinya kepada elektron yang ditumbuk. Setelah menyerap energi foton, apabila energi yang serap elektron melebihi energi minimum eksitasi, maka elektron yang mula-mula berada pada puncak pita valensi akan tereksitasi ke tingkat energi lebih tinggi yaitu menuju ke pita konduksi. Dalam hal ini, elektron dalam material dapat dikatakan mengabsorpsi energi foton. Jarak antara kedua tingkat energi tersebut sama dengan lebar celah pita energi (*band gap*). Namun, apabila energi foton yang ditransfer pada elektron kurang dari lebar celah pita energi (*band gap*) maka elektron tidak memiliki energi yang cukup untuk tereksitasi ke pita konduksi, sehingga elektron akan tetap berada pada posisi awalnya di pita valensi. Dalam keadaan ini, elektron dapat dikatakan tidak menyerap energi foton, sehingga ketika radiasi diberikan pada material maka radiasi tersebut akan ditransmisikan menembus material.



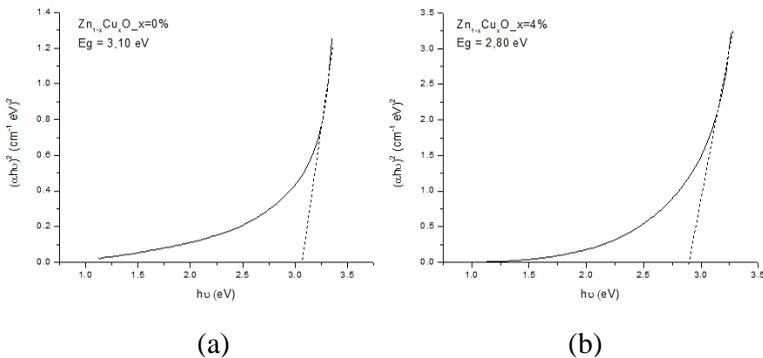
Gambar 4.9 Grafik Hubungan Antara Transmittansi dengan Panjang Gelombang sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Frekuensi gelombang erat hubungannya dengan panjang gelombang. Pada panjang gelombang besar memiliki frekuensi gelombang kecil, sehingga gelombang tersebut akan memiliki energi yang juga kecil. Setiap material berpotensi untuk dapat menyerap energi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan lebar celah pita energi (*band gap*) yang dimiliki material tersebut.

Berdasarkan hasil karakterisasi sifat optik menggunakan spektrofotometer UV-vis didapatkan hubungan panjang gelombang (λ) dengan absorbansi (Gambar 4.8) dan transmitansi (Gambar 4.9) pada rentang panjang gelombang antara 200 nm hingga 1100 nm. Rentang ini mencakup daerah panjang gelombang *Ultraviolet* atau UV (10 nm – 380 nm), dan panjang gelombang cahaya tampak atau *visible light* (380 nm – 780 nm). Dari Gambar 4.8 dapat diamati bahwa terjadi perubahan spektrum penyerapan pada panjang gelombang diantara 200-400 nm. Hal ini menunjukkan bahwa elektron yang ada pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dapat menyerap energi foton pada panjang gelombang rendah yaitu pada energi yang tinggi. Dari spektrum transmitansi yang diperoleh seperti pada Gambar 4.9, kemudian dapat diolah dengan menggunakan metode *Tauc Plot* untuk mendapatkan energi celah pita optik atau biasa disebut energi gap (E_g), dimana energi gap (E_g) merupakan selang energi antara pita konduksi minimum dan pita valensi maksimum.

Penentuan nilai energi gap dengan menggunakan metode *Tauc Plot* yang dilakukan dengan membuat grafik hubungan $h\nu$ yang menunjukkan energi gap (E_g) pada sumbu horizontal (sumbu x) dan $(\alpha h\nu)^{1/n}$ pada sumbu vertikal (sumbu y). Nilai koefisien absorpsi (α) untuk masing-masing panjang gelombang pada tiap sampel ditentukan dengan menggunakan persamaan *Lambert 3.7*, dengan lebar kuvet yang digunakan dalam pengujian UV-vis adalah 1 cm. Dasar penentuan nilai energi gap sesuai dengan persamaan 3.6 dengan diketahui bahwa nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ memiliki celah pita langsung (*direct band gap*) sehingga digunakan nilai $n = 1/2$. Kemudian dibuat grafik hubungan antara $(h\nu)$ dan $(\alpha h\nu)^2$, sehingga dapat ditentukan energi gap untuk

sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$. Penentuan nilai energi gap tersebut dilakukan dengan cara menarik garis linier dari grafik hubungan antara (hv) dan $(ahv)^2$ hingga sampai pada sumbu horizontal (sumbu x), sehingga didapatkan nilai (hv) yang merupakan nilai energi gap (E_g) seperti yang dapat diamati pada Gambar 4.10.



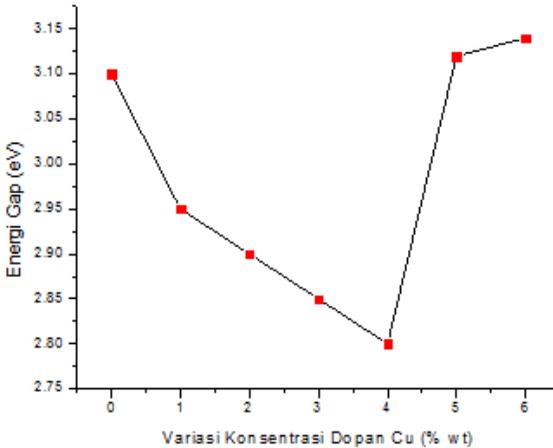
Gambar 4.10 Grafik *Tauc Plot* (hv) dan $(ahv)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ untuk Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu), (a) $x = 0\%$ wt Cu, dan (b) $x = 4\%$ wt Cu

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Mittal et al. (2014), nilai energi gap (E_g) dari sampel *Cu-doped ZnO* nanopartikel yang disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi didapatkan menurun pada *doping* dengan konsentrasi rendah dari 3,24 eV ($x = 0\%$ wt Cu) hingga menjadi 2,73 eV ($x = 4\%$ wt Cu), namun seiring dengan penambahan konsentrasi dopan Cu yang lebih tinggi didapatkan meningkatnya nilai energi gap (E_g) dari 2,73 eV ($x = 4\%$ wt Cu) menjadi 3,19 eV ($x = 5\%$ wt Cu).

Pada penelitian ini dilaporkan hasil estimasi energi gap (E_g) menggunakan metode *Tauc Plot* untuk seluruh variasi konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dapat diamati pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Energi Celah Pita Optik (E_g) Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Konsentrasi Dopan Cu (x)	Energi Celah Pita Optik
0 % wt	3,05 eV
1 % wt	2,90 eV
2 % wt	2,88 eV
3 % wt	2,85 eV
4 % wt	2,80 eV
5 % wt	3,06 eV
6 % wt	3,10 eV

**Gambar 4.11** Grafik Hubungan antara Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu) dengan Energi Gap (E_g) Sampel Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Berdasarkan Gambar 4.11 dapat diketahui bahwa nilai energi gap (E_g) menurun pada *doping* dengan konsentrasi rendah dari 3,05 eV ($x = 0\%$ wt) menjadi 2,80 eV ($x = 4\%$ wt), namun seiring dengan penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) yang lebih besar ($> 4\%$ wt Cu) didapatkan nilai energi gap (E_g)

meningkat kembali dari 2,80 eV ($x = 4\%$ wt Cu) hingga menjadi 3,10 eV ($x = 6\%$ wt Cu). Hal ini dapat dijelaskan berkaitan dengan kehadiran ion Cu^+ dan ion Cu^{2+} yang mensubstitusi sebagian dari posisi ion Zn^{2+} pada kisi ZnO, sehingga menciptakan tingkat energi akseptor. Oleh karena itu, kehadiran dopan tembaga (Cu) menyebabkan ZnO yang awalnya merupakan semikonduktor tipe- n menjadi semikonduktor tipe- p .

Zinc oxide (ZnO) merupakan semikonduktor tipe- n yang berasal dari ionisasi kelebihan atom seng (Zn) pada posisi interstitial, dan kekosongan (*vacancy*) oksigen, dimana keduanya merupakan *native defects* (cacat asli). Semikonduktor tipe- n mempunyai sejumlah elektron bebas yang ada pada kristal semikonduktor, sehingga pembawa muatan mayoritasnya adalah elektron. Pada semikonduktor tipe- n ini akan muncul tingkat energi donor yang berada dibawah energi pita konduksi terendah, sehingga pada suhu kamar hampir semua elektron yang berada pada tingkat energi donor dapat berpindah ke pita konduksi. Sedangkan pada semikonduktor tipe p akan menyediakan sejumlah besar lubang (*hole*) dalam semikonduktor, dimana lubang ini dapat menerima elektron, sehingga mayoritas pembawa muatannya adalah lubang (*hole*). Pemberian impuritas pada semikonduktor tipe- p akan memunculkan tingkat energi akseptor yang berada pada bagian atas tingkat energi pita valensi tertinggi. Oleh karena itu, hanya diperlukan energi yang kecil saja untuk elektron dari pita valensi berpindah ke tingkat energi akseptor, sebagai akibatnya akan timbul *hole* di pita valensi.

Penambahan dopan dengan konsentrasi hingga 4% wt Cu pada *zinc oxide* (ZnO) menunjukkan adanya penurunan nilai energi gap (E_g). Hal ini dikarenakan seiring dengan penambahan dopan tembaga (Cu) maka akan meningkatkan konsentrasi pembawa muatan (*carrier concentration*). Semakin tinggi konsentrasi akseptor, maka akan menyebabkan semakin sempitnya celah pita energi (*band gap*), sehingga dengan adanya sedikit energi dari luar (misalnya cahaya) maka akan dapat mengeksitasi elektron menuju ke pita konduksi.

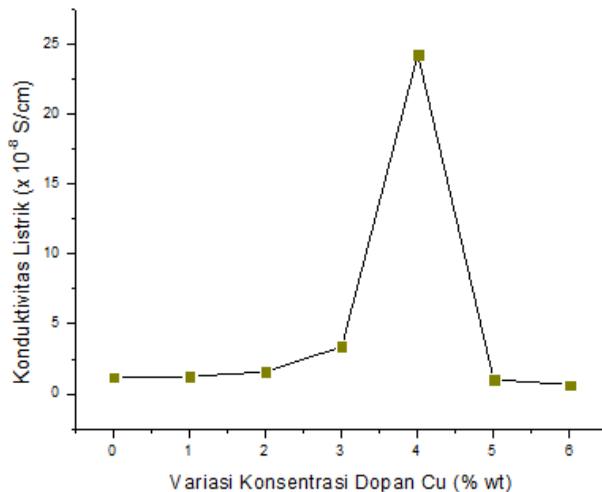
Namun, untuk penambahan dopan tembaga (Cu) dengan konsentrasi lebih tinggi dari 4 %wt Cu pada sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ menunjukkan adanya peningkatan nilai energi celah pita optik (energi gap) hingga pada konsentrasi dopan tembaga (Cu) 6 % wt. Hal ini berkaitan dengan munculnya fasa sekunder (*secondary phase*) berupa fasa *copper oxide* (CuO) seperti yang dapat diamati pada pola difraksi sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ hasil pengujian XRD dengan variasi konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada Gambar 4.3. Adanya fasa sekunder yang merupakan fasa pengotor (impuritas) meengindikasikan adanya kejenuhan *pendopingan* pada sampel yang berakibat pada terjadinya heterogenitas dalam sampel sehingga menyebabkan terjadinya penurunan nilai energi gap.

4.6 Karakterisasi Sifat Listrik Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ Menggunakan LCR meter

Pengujian sifat listrik untuk sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ yang disintesis dengan metode kopresipitasi dengan variasi dopan tembaga (Cu) dilakukan dengan menggunakan LCR meter. Hasil pengujian sifat listrik menggunakan LCR meter diperoleh data berupa nilai konduktivitas listrik dari masing-masing sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ yang dapat diamati pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Nilai Konduktivitas Listrik Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dari Hasil Pengujian LCR Meter

Konsentrasi Dopan Cu (x)	Nilai Konduktivitas Listrik ($\times 10^{-8}$)
0 % wt	1,18 S/cm
1 % wt	1,25 S/cm
2 % wt	1,57 S/cm
3 % wt	3,38 S/cm
4 % wt	24,25 S/cm
5 % wt	1,03 S/cm
6 % wt	0,65 S/cm



Gambar 4.12 Grafik Hubungan antara Variasi Konsentrasi Dopan Tembaga (Cu) dengan Nilai Konduktivitas Listrik Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$

Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Sonawane et al. (2008) yang mensintesis *Cu-doped ZnO* nanopartikel dengan metode kopresipitasi. Dalam penelitiannya didapatkan penurunan nilai resistivitas pada sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dari $1,6 \times 10^{10} \Omega$ ($x = 0\%$ wt Cu) hingga $1 \times 10^9 \Omega$ ($x = 1\%$ wt Cu). Dan untuk *doping* lebih besar dari 1 % wt Cu, nilai resistivitasnya mengalami peningkatan kembali sebesar $3,5 \times 10^9 \Omega$ pada penambahan konsentrasi dopan 1,5% wt Cu.

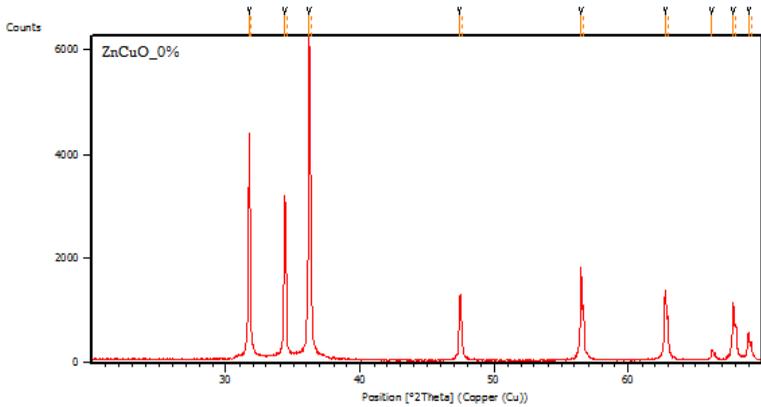
Berdasarkan Tabel 4.6 dapat diamati nilai konduktivitas listrik untuk semua variasi konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$. Dari tabel tersebut didapatkan bahwa seiring dengan bertambahnya konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ maka nilai konduktivitas listriknya meningkat yaitu dari $1,18 \times 10^{-8}$ S/cm ($x = 0\%$ wt Cu) hingga $24,25 \times 10^{-8}$ S/cm ($x = 4\%$ wt Cu). Hal ini dikarenakan seiring dengan adanya penambahan dopan tembaga (Cu) maka akan

meningkatkan konsentrasi pembawa muatan (*carrier concentration*). Semakin tinggi konsentrasi akseptor, maka akan menyebabkan semakin sempitnya celah pita energi (*band gap*), sehingga dibutuhkan energi yang semakin sedikitnya untuk dapat mengeksitasi elektron ke pita konduksi. Namun untuk penambahan konsentrasi dopan tembaga (Cu) pada sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ lebih tinggi dari 4 % wt Cu, maka akan mengalami penurunan nilai konduktivitas listrik. Hal ini dikarenakan adanya kejenuhan dalam *pendopingan* lebih tinggi dari 4% wt Cu sehingga terjadi heterogenitas fasa dalam sampel seperti yang dapat diamati pada analisis hasil XRD pada Gambar 4.3. Heterogenitas fasa yang terjadi pada sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ ditandai dengan munculnya fasa pengotor berupa *copper oxide* (CuO), sehingga berakibat pada menurunnya nilai konduktivitas untuk konsentrasi dopan tembaga (Cu) yang lebih tinggi.

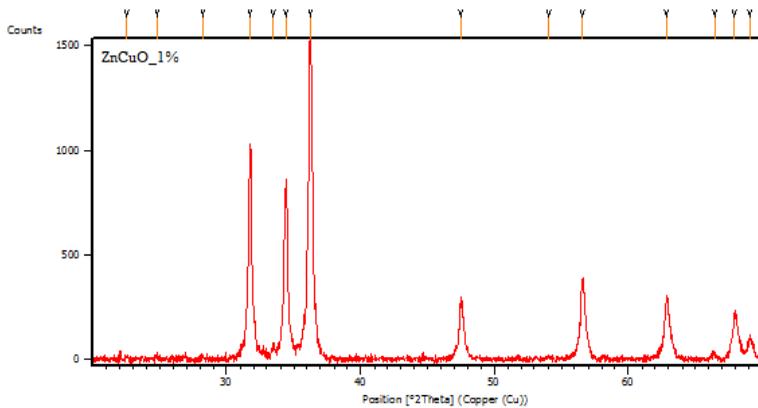
Hasil konduktivitas listrik dari pengujian LCR meter pada penelitian ini sesuai dengan penelitian sebelumnya, dan hasil ini juga sesuai dengan analisis hasil uji pengujian UV-vis. Dari hasil pengujian UV-vis didapatkan nilai energi gap (Eg) untuk masing-masing sampel. Besar nilai energi gap berhubungan erat dengan besarnya nilai konduktivitas listrik dari sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$, dimana sampel akan mempunyai nilai konduktivitas listrik yang tinggi apabila energi gap sampel tersebut memiliki nilai kecil. Dengan nilai energi gap yang semakin kecil, maka apabila material semikonduktor tersebut dikenai suatu energi luar (misalnya dari cahaya) akan menyebabkan elektron dari pita valensi akan lebih mudah membutuhkan energi luar yang semakin sedikit untuk dapat tereksitasi ke pita konduksi, jika dibandingkan dengan bahan yang memiliki nilai energy gap yang besar. Dengan demikian dapat diketahui dengan penambahan dopan tembaga (Cu) sampel nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ bersifat semakin konduktif, namun terdapat batas kejenuhan *pendopingan* tembaga (Cu) untuk penambahan konsentrasi dopan yang lebih besar dari 4 % wt Cu pada nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$.

LAMPIRAN A

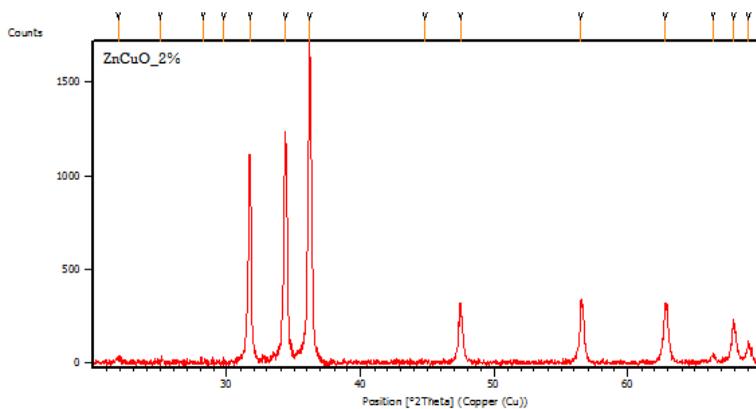
GRAFIK POLA DIFRAKSI SINAR-X



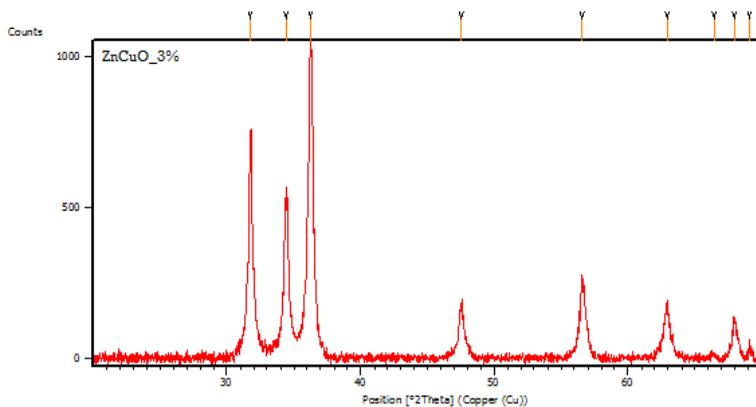
Gambar 1. Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 0\%$ wt Cu



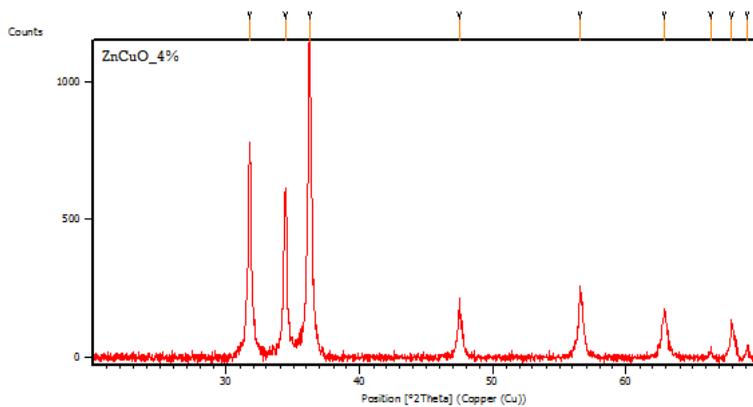
Gambar 2. Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 1\%$ wt Cu



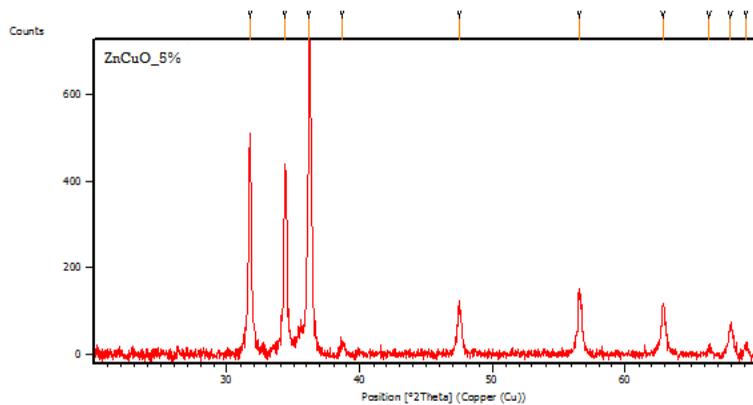
Gambar 3. Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 2\%$ wt Cu



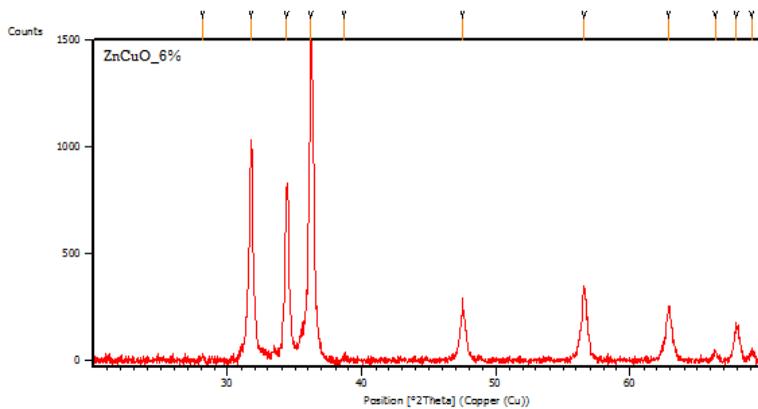
Gambar 4. Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 3\%$ wt Cu



Gambar 5. Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 4\%$ wt Cu



Gambar 6. Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 5\%$ wt Cu



Gambar 7. Grafik Pola Difraksi $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = \% \text{ wt Cu}$

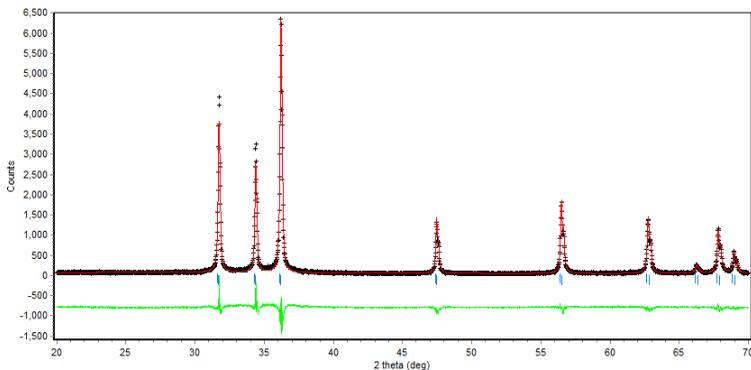
LAMPIRAN B

HASIL ANALISIS PARAMETER KISI MENGGUNAKAN *SOFTWARE RIETICA*

Sampel	: ZnO
Metode	: Normal
Parameter kisi (\AA)	: a = 3.254066 \pm 0.000455 b = 3.254066 \pm 0.000455 c = 5.211942 \pm 0.000750
Volume sel (\AA^3)	= 47.795048 \pm 0.011693
Densitas (gr/cm^3)	= 5.652
Berat molekul	= 162.763

Parameter Kecocokan

GOF	= 0.3431E+01
Rp	= 10.76
Rwp	= 14.24
Rexp	= 7.69
R-Bragg Factor	= 3.98

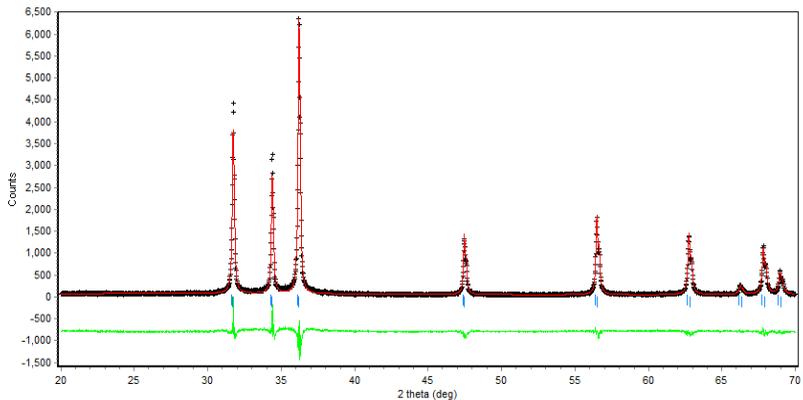


Gambar 1. Grafik Hasil Pengolahan Menggunakan *Software Rietica* untuk Sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan $x = 0\%$ wt Cu

Sampel	: $Zn_{1-x}Cu_xO_{1\%}$
Metode	: Normal
Parameter kisi (\AA)	: $a = 3.251919 \pm 0.000414$ $b = 3.251919 \pm 0.000414$ $c = 5.208255 \pm 0.000695$
Volume sel (\AA^3)	= 47.698223 ± 0.010693
Densitas (gr/cm^3)	= 5.663
Berat molekul	= 162.727

Parameter Kecocokan

GOF	= 0.3431E+01
Rp	= 12.69
Rwp	= 16.70
Rexp	= 9.04
R-Bragg Factor	= 7.10

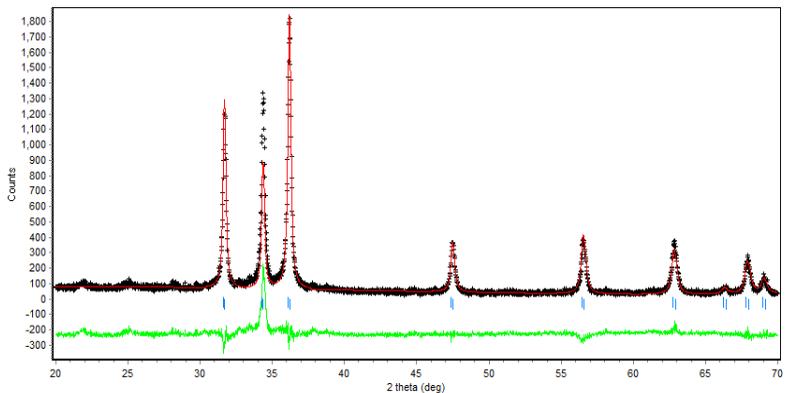


Gambar 2. Grafik Hasil Pengolahan Menggunakan *Software* Rietica untuk Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 1\%$ wt Cu

Sampel : $Zn_{1-x}Cu_xO_{-2\%}$
Metode : Normal
Parameter kisi (\AA) : $a = 3.250603 \pm 0.000302$
 $b = 3.250603 \pm 0.000302$
 $c = 5.205092 \pm 0.000513$
Volume sel (\AA^3) = 47.630676 ± 0.007817
Densitas (gr/cm^3) = 5.669
Berat molekul = 162.690

Parameter Kecocokan

GOF = $0.3184E+01$
Rp = 13.58
Rwp = 17.82
Rexp = 9.99
R-Bragg Factor = 7.56

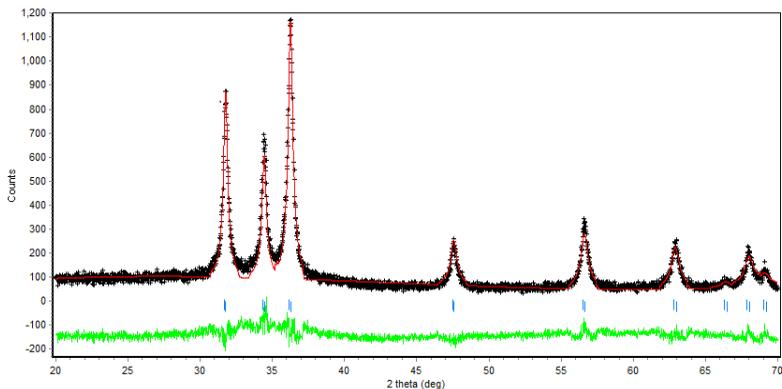


Gambar 3. Grafik Hasil Pengolahan Menggunakan *Software* Rietica untuk Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 2\%$ wt Cu

Sampel : $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_{3\%}$
Metode : Normal
Parameter kisi (\AA) : $a = 3.250454 \pm 0.000595$
 $b = 3.250454 \pm 0.000595$
 $c = 5.205212 \pm 0.000959$
Volume sel (\AA^3) = 47.627419 ± 0.015137
Densitas (gr/cm^3) = 5.668
Berat molekul = 162.653

Parameter Kecocokan

GOF = 0.2748E+01
Rp = 11.79
Rwp = 15.32
Rexp = 9.24
R-Bragg Factor = 5.61

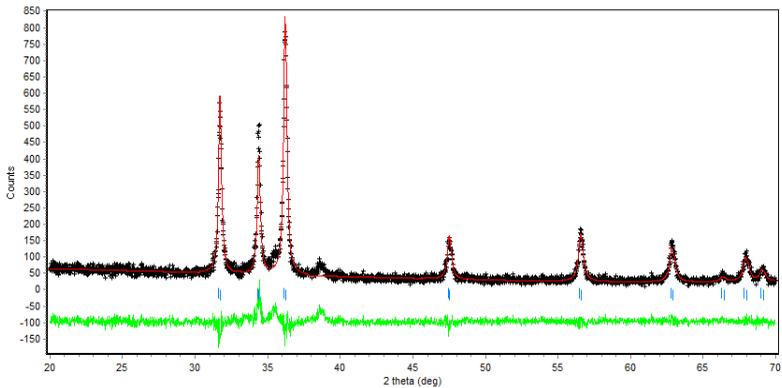


Gambar 4. Grafik Hasil Pengolahan Menggunakan *Software* Rietica untuk Sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan $x = 3\%$ wt Cu

Sampel : $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_{-4\%}$
Metode : Normal
Parameter kisi (\AA) : $a = 3.250161 \pm 0.000400$
 $b = 3.250161 \pm 0.000400$
 $c = 5.205280 \pm 0.000658$
Volume sel (\AA^3) = 47.619465 ± 0.010239
Densitas (gr/cm^3) = 5.668
Berat molekul = 162.617

Parameter Kecocokan

GOF = $0.1605\text{E}+01$
Rp = 12.58
Rwp = 16.56
Rexp = 13.07
R-Bragg Factor = 4.60

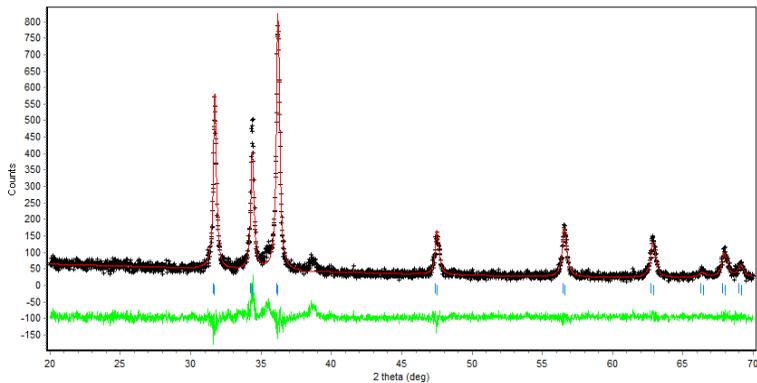


Gambar 5. Grafik Hasil Pengolahan Menggunakan *Software* Rietica untuk Sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan $x = 4\%$ wt Cu

Sampel : $Zn_{1-x}Cu_xO_{5\%}$
Metode : Normal
Parameter kisi (\AA) : $a = 3.248422 \pm 0.000538$
 $b = 3.248422 \pm 0.000538$
 $c = 5.22350 \pm 0.000658$
Volume sel (\AA^3) = 47.541725 ± 0.013816
Densitas (gr/cm^3) = 5.676
Berat molekul = 162.580

Parameter Kecocokan

GOF = 0.1603E+01
Rp = 12.55
Rwp = 16.55
Rexp = 13.07
R-Bragg Factor = 4.57

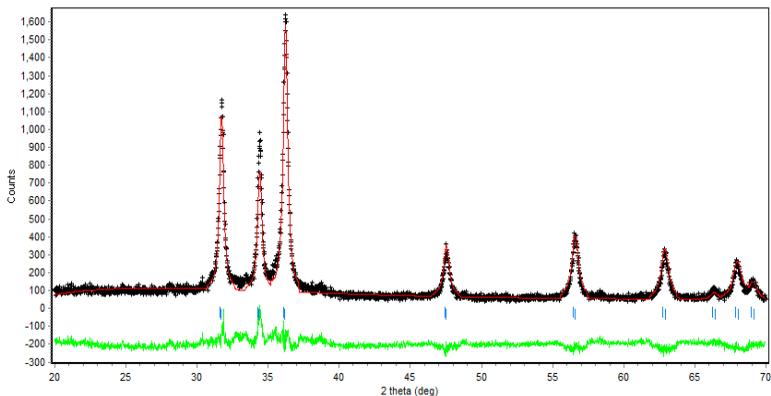


Gambar 6. Grafik Hasil Pengolahan Menggunakan *Software* Rietica untuk Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ dengan $x = 5\%$ wt Cu

Sampel : $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_{5\%}$
Metode : Normal
Parameter kisi (\AA) : $a = 3.248322 \pm 0.000579$
 $b = 3.248322 \pm 0.000579$
 $c = 5.199871 \pm 0.000658$
Volume sel (\AA^3) = 47.516167 ± 0.014856
Densitas (gr/cm^3) = 5.678
Berat molekul = 162.544

Parameter Kecocokan

GOF = 0.3084E+01
Rp = 12.19
Rwp = 15.46
Rexp = 8.80
R-Bragg Factor = 8.42

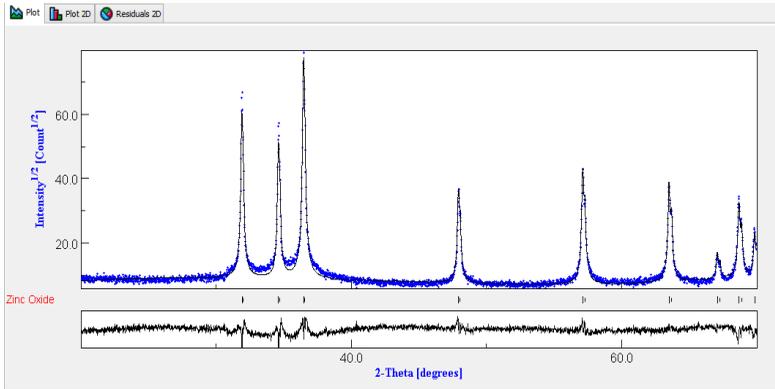


Gambar 7. Grafik Hasil Pengolahan Menggunakan *Software* Rietica untuk Sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan $x = 6\%$ wt Cu

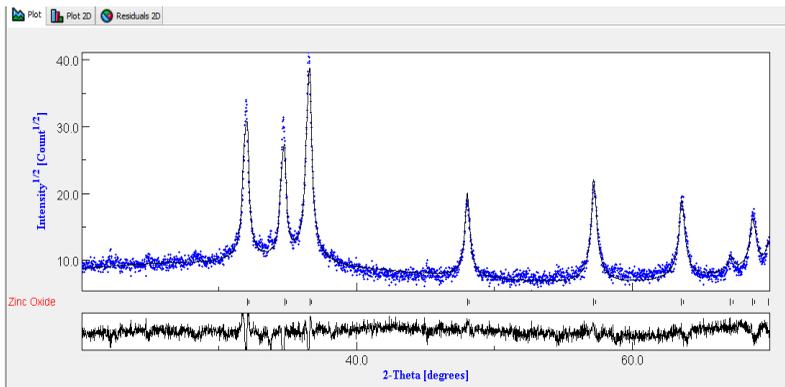
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN C

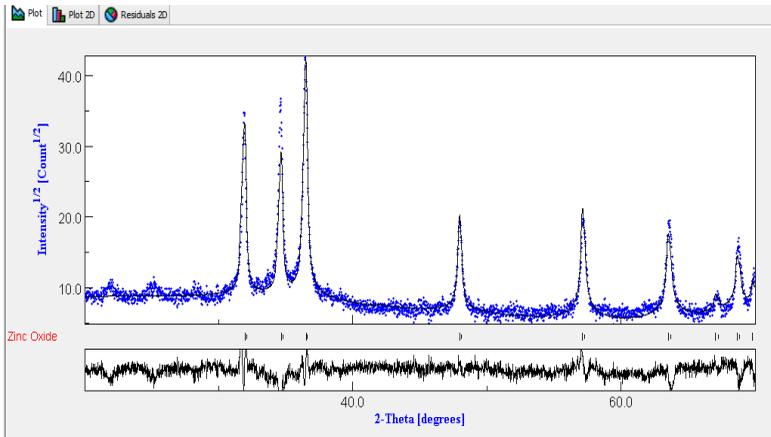
HASIL ANALISIS POLA PENCOCOKAN MENGUNAKAN *SOFTWARE MAUD*



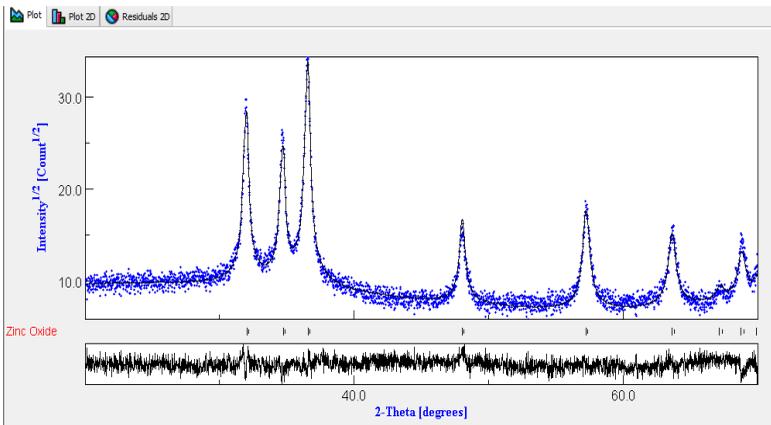
Gambar 1. Grafik Pencocokan Menggunakan *Software MAUD* untuk Sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan $x = 0\%$ wt Cu



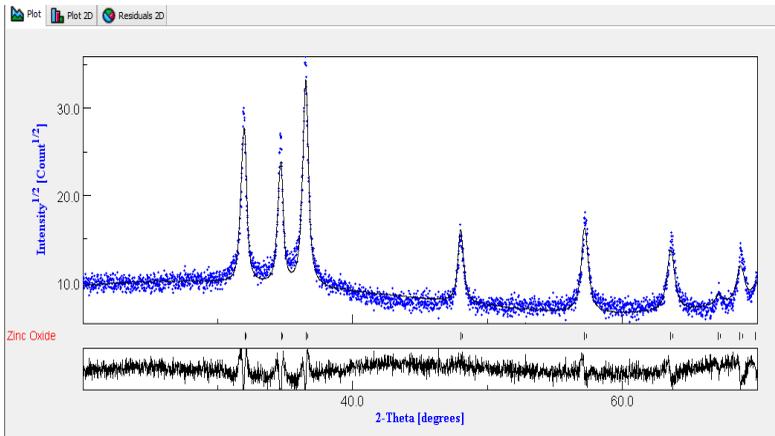
Gambar 2. Grafik Pencocokan Menggunakan *Software MAUD* untuk Sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$ dengan $x = 1\%$ wt Cu



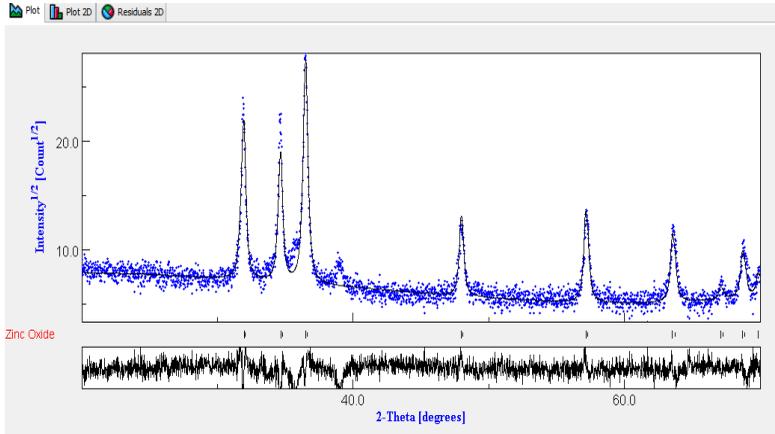
Gambar 3. Grafik Pencocokan Menggunakan *Software MAUD* untuk Sampel Zn_{1-x}Cu_xO dengan x = 2% wt Cu



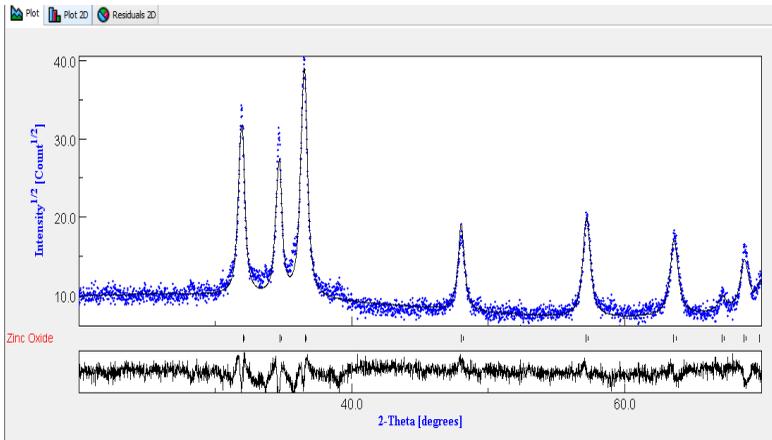
Gambar 4. Grafik Pencocokan Menggunakan *Software MAUD* untuk Sampel Zn_{1-x}Cu_xO dengan x = 3% wt Cu



Gambar 5. Grafik Pencocokan Menggunakan *Software MAUD* untuk Sampel Zn_{1-x}Cu_xO dengan x = 4% wt Cu



Gambar 6. Grafik Pencocokan Menggunakan *Software MAUD* untuk Sampel Zn_{1-x}Cu_xO dengan x = 5% wt Cu



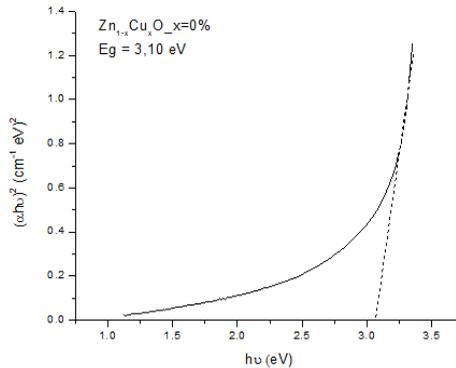
Gambar 7. Grafik Pencocokan Menggunakan *Software MAUD* untuk Sampel Zn_{1-x}Cu_xO dengan x = 6% wt Cu

Tabel 1. Hasil *Refinement* dengan Metode Rietveld Menggunakan *Software MAUD* pada Sampel Zn_{1-x}Cu_xO untuk Variasi Konsentrasi Dopan *Copper* (Cu)

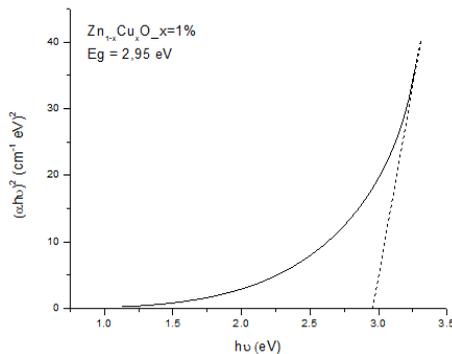
Konsentrasi Dopan	Ukuran Kristal (nm)	<i>FoM (Figures of Merit)</i>				
		Sig	Rw (%)	Rwnb (%)	Rb (%)	Rexp (%)
x = 0 % wt	79.34±0.0064	1.91	14.64	12.38	11.36	7.66
x = 1 % wt	64.77±0.8993	1.59	14.32	13.85	11.27	9.01
x = 2 % wt	55.53±0.2739	1.89	18.74	19.88	14.99	9.93
x = 3 % wt	50.33±0.8065	1.26	11.60	9.61	9.03	9.20
x = 4 % wt	36.79±0.2079	1.51	14.72	14.70	11.90	9.73
x = 5 % wt	29.93±0.1128	1.37	17.79	18.96	13.87	13.02
x = 6 % wt	28.51±0.0864	1.55	13.57	12.48	10.85	8.78

LAMPIRAN D

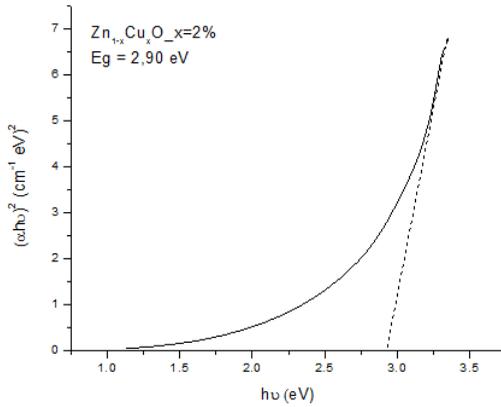
HASIL PENENTUAN NILAI ENERGI GAP MENGUNAKAN METODE *TAUC PLOT*



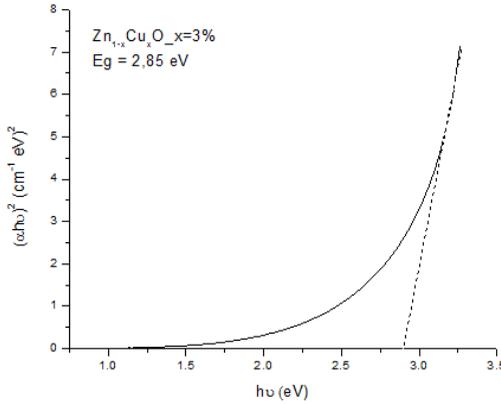
Gambar 1. Grafik *Tauc Plot* ($h\nu$) dan $(\alpha h\nu)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO untuk Konsentrasi Dopan $x = 0\%$ wt Cu



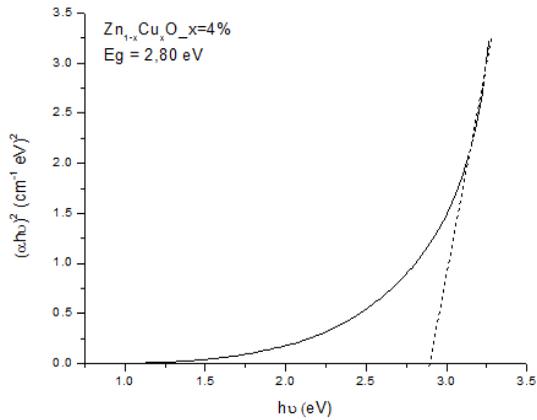
Gambar 2. Grafik *Tauc Plot* ($h\nu$) dan $(\alpha h\nu)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO untuk Konsentrasi Dopan $x = 1\%$ wt Cu



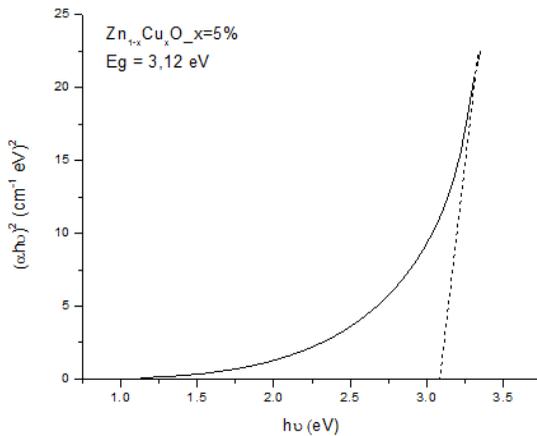
Gambar 3. Grafik *Tauc Plot* ($h\nu$) dan $(\alpha h\nu)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO untuk Konsentrasi Dopan $x = 2\%$ wt Cu



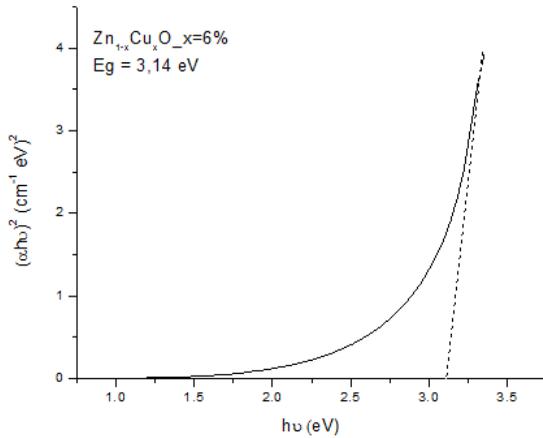
Gambar 4. Grafik *Tauc Plot* ($h\nu$) dan $(\alpha h\nu)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO untuk Konsentrasi Dopan $x = 3\%$ wt Cu



Gambar 5. Grafik *Tauc Plot* ($h\nu$) dan $(\alpha h\nu)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO untuk Konsentrasi Dopan $x = 4\%$ wt Cu



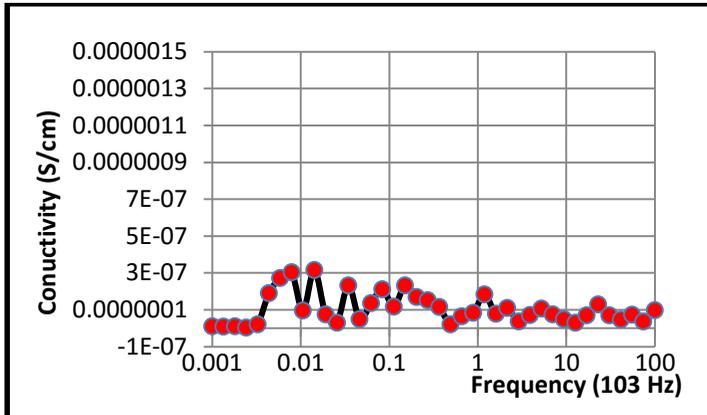
Gambar 6. Grafik *Tauc Plot* ($h\nu$) dan $(\alpha h\nu)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel Zn_{1-x}Cu_xO untuk Konsentrasi Dopan $x = 5\%$ wt Cu



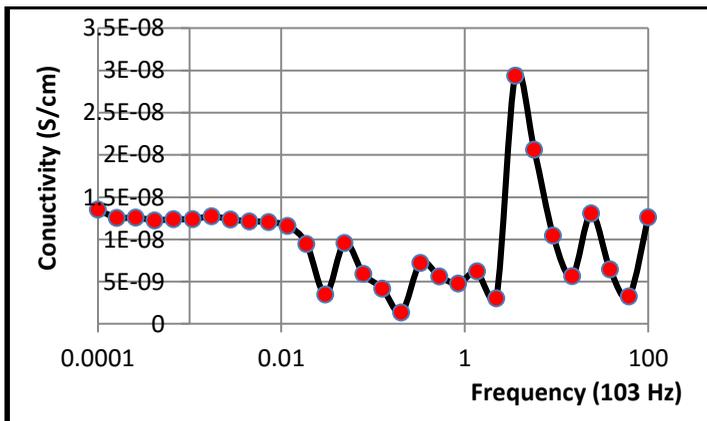
Gambar 7. Grafik *Tauc Plot* ($h\nu$) dan $(\alpha hv)^2$ serta Estimasi Energi Gap (E_g) Nanopartikel $Zn_{1-x}Cu_xO$ untuk Konsentrasi Dopan $x = 6\% \text{ wt Cu}$

LAMPIRAN E

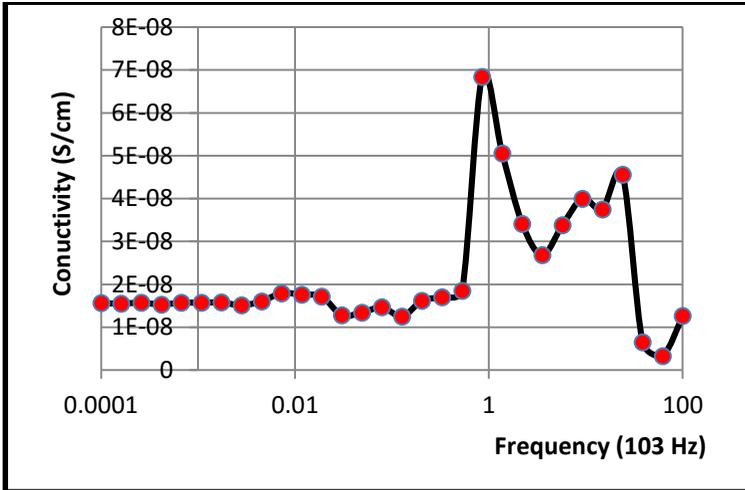
HASIL KARAKTERISASI SIFAT LISTRIK MENGUNAKAN LCR METER



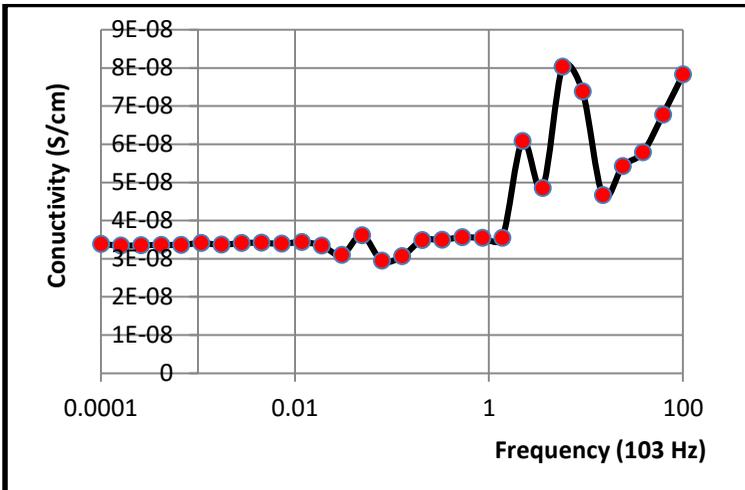
Gambar 1. Nilai Konduktivitas Sampel Zn_{1-x}Cu_xO (x = 0% wt)



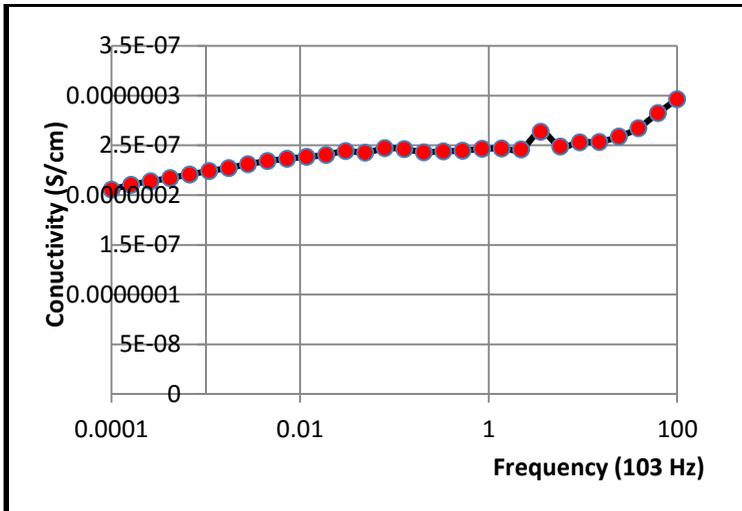
Gambar 2. Nilai Konduktivitas Sampel Zn_{1-x}Cu_xO (x = 1% wt)



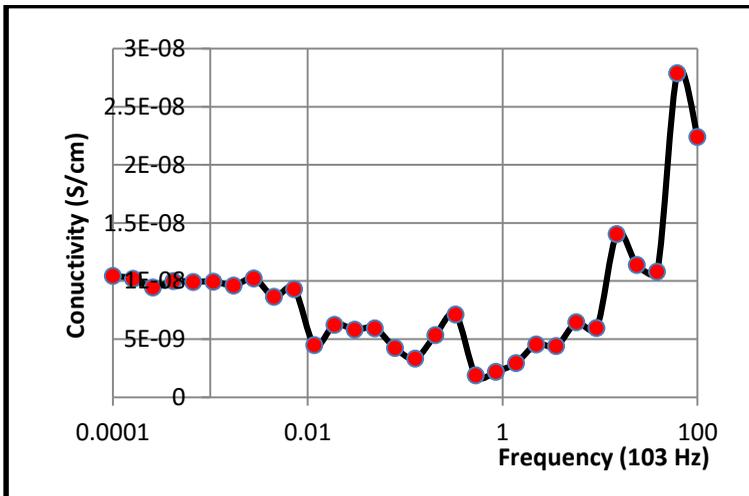
Gambar 3. Nilai Konduktivitas Sampel Zn_{1-x}Cu_xO (x = 2% wt)



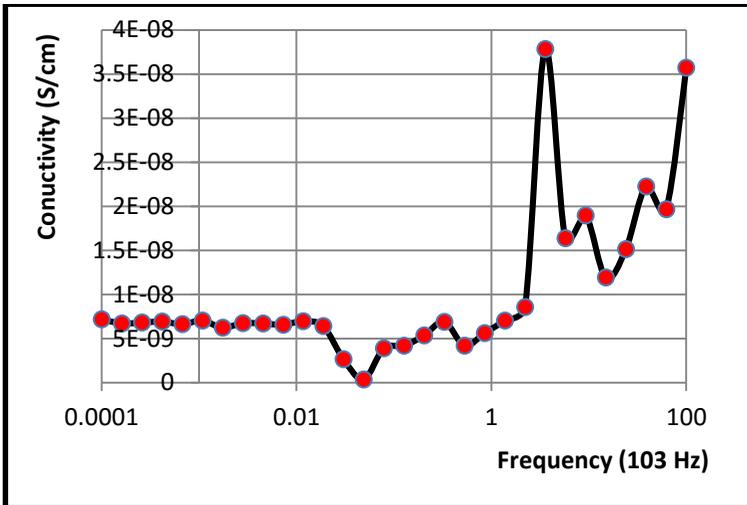
Gambar 4. Nilai Konduktivitas Sampel Zn_{1-x}Cu_xO (x = 3% wt)



Gambar 5. Nilai Konduktivitas Sampel Zn_{1-x}Cu_xO (x = 4% wt)



Gambar 6. Nilai Konduktivitas Sampel Zn_{1-x}Cu_xO (x = 5% wt)



Gambar 7. Nilai Konduktivitas Sampel $Zn_{1-x}Cu_xO$ ($x = 6\%$ wt)

LAMPIRAN F

DATA AMCSD (*AMERICAN MINERALOGIST CRYSTAL STRUCTURE DATABASE*)

Sampel *Zinc Oxide* (ZnO)

General	
Origin	AMS-DATA
Mineral Name	<i>Zincite</i>
Formula	Zn O
Bibliographic data	
Author(s)	Kihara K, dan Donnay G
Publication title	<i>Anharmonic thermal vibrations in ZnO Model at T = 473 K</i>
Phase data	
Space-group	P 63 m c (186) - hexagonal
Cell	a=3.2533 Å c=5.2073 Å
	c/a=1.6006
	V=47.73 Å ³ dan Z=2

Atomic Parameter							
Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
Zn1	2	2b	3m.		0.33	0.67	0
O1	-2	2b	3m.		0.33	0.67	0.382