

## Studi Karakterisasi Sintesis Nano Partikel ZnO Menggunakan Metode Kopresipitasi dengan Varian Konsentrasi *Dopping* Cu

Radityo M Rangkti <sup>1\*</sup>, Heru Harsono<sup>1</sup>, Muhammad Ghufron <sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan

### Informasi Artikel

Naskah Diterima : 17 Sept 2018

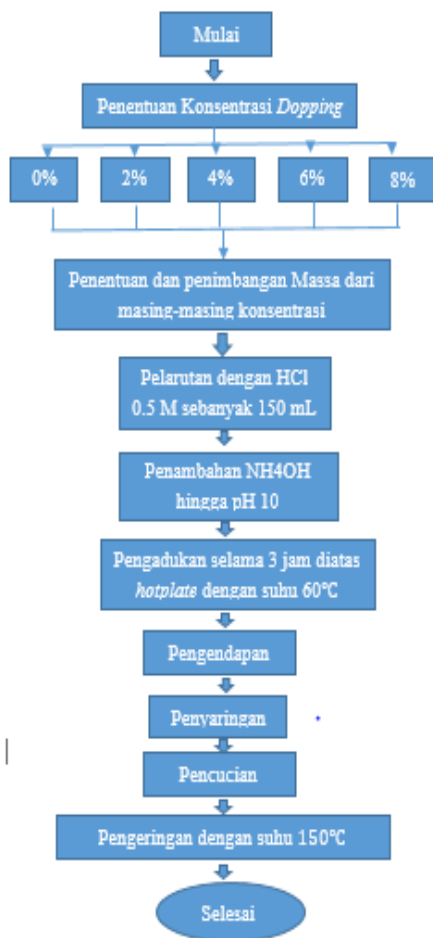
Direvisi : 21 Oktober 2018

Disetujui : 25 Desember 2018

\*Korespondensi Penulis:

radityo.rangkti@gmail.com

### Graphical abstract



### Abstract

Synthesis of ZnO nano particles using co-precipitation method with variation of Cu-doped concentration has been done. This research divided by two part, the first part is synthesis process, and the second part is characterization process. The first step of synthesis process is by measuring Zn acetate and CuSO<sub>4</sub> mass to get variation of Cu-Doped concentration which is 0%, 2%, 4%, 6%, and 8%, then dissolved it with 150 ml HCl 0.5 M. The next step is by dropping NH<sub>4</sub>OH on solution slowly until pH 10, then the solution stirred on a hotplate for 3 hours with 60 °C temperature. Next, the synthesis proceed is done after following this process which is precipitation, purification, and drying with 150 °C. Characterization process has been done by using SEM-EDX and XRD. Result by using XRD ZnO phase found in 0%, 4%, 6%, and 8% Cu-doped. The smallest average of diameter crystalline acquired from a sample without Cu-doped which is 29 nm, and the largest is acquired from a sample with 8% Cu-doped which is 37 nm. SEM-EDX result shown particles morphology and the percentage of mass and atom. As it result can be concluded The percentage of mass and atom Cu greater along the concentration

**Keyword :** Zinc Oxide, nano particles, coprecipitation, Cu-Doped

### Abstrak

Sintesis partikel nano ZnO menggunakan metode presipitasi presipitasi dengan variasi Cu-doped terdapat telah dilakukan. Penelitian ini dibagi menjadi dua bagian, bagian pertama adalah proses sintesis, dan bagian kedua adalah proses karakterisasi. Langkah pertama proses sintesis adalah dengan mengukur Zn asetat dan massa CuSO<sub>4</sub> untuk mendapatkan variasi konsentrasi Cu-Doping yaitu 0%, 2%, 4%, 6%, dan 8%, kemudian dilarutkan dengan 150 ml HCl 0,5 M. Langkah selanjutnya adalah dengan menjatuhkan [NH<sub>4</sub>]<sub>4</sub> OH pada larutan secara perlahan sampai pH 10, kemudian larutan tersebut dikeringkan di atas kompor listrik selama 3 jam dengan suhu 60 °C. Selanjutnya, proses sintesis dilakukan setelah mengikuti prosedur ini yaitu presipitasi, pemurnian, dan pengeringan dengan 150 °C. Proses karakterisasi telah dilakukan dengan menggunakan SEM-EDX dan XRD. Hasil dengan menggunakan fase ZNO XRD ditemukan pada 0%, 4%, 6%, dan 8% Cu-doped. Rata-rata terkecil diameter kristal yang diperoleh dari sampel tanpa Cu-doped yaitu 29 nm, dan yang terbesar adalah diperoleh dari sampel dengan 8% Cu-doped yaitu 37 nm. Hasil SEM-EDX menunjukkan partikel morfologi dan persentase massa dan atom. Karena itu dapat disimpulkan Persentase massa dan atom Cu lebih besar di sepanjang konsentrasi

**Katakunci :** Zinc Oxide, nano particles, coprecipitation, Cu-Doped

© 2018 Penerbit Jurusan Teknik Elektro UNTIRTA Press. All rights reserved

## 1. PENDAHULUAN

Teknologi dibuat oleh manusia dikarenakan keinginan manusia untuk terus maju. Pada awal abad 20, manusia yang memiliki kekuasaan apabila telah menguasai teknologi mikro, dimana komponen-komponen dasar pembentuk sebuah perangkat berukuran mikro. Tidak puas dengan teknologi mikro, manusia terus belajar dan mengembangkan sebuah teknologi hingga berukuran nano. Semakin kecil ukuran sebuah material, ternyata semakin baik performa material tersebut. Hal tersebutlah yang memacu manusia untuk mengeksplorasi ke dunia nano. Pada partikel yang berukuran nano, banyak sekali perubahan sifat dan karakter dari material

tersebut, sehingga penting untuk mempelajari partikel nano tersebut. Hal yang utama dalam mempelajari nano partikel adalah “cara pembuatannya.”

Nano partikel dapat dibuat dengan banyak metode. Salah satu metode pembuatan nanopartikel adalah dengan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pengendapan. Digunakannya metode kopresipitasi dikarenakan metode tersebut merupakan metode yang mudah dan memakan biaya yang tidak besar dalam pembentukan nano partikel.

Pembuatan nano partikel dengan metode kopresipitasi dapat dilakukan menggunakan bahan *Zinc Oxide* (ZnO). Bahan tersebut juga dapat *didopping* menggunakan atom-atom lainnya diantaranya Fe, Mn, Cu dan Ni. Jika dilihat pada tabel periodik tembaga (Cu) memiliki nilai massa atom yang dekat dengan Zn sehingga memiliki jari-jari atom yang mirip, maka dari itu Cu diharapkan dapat *mendopping* Zn dengan baik.

Zinc Oxide merupakan sebuah bahan semikonduktor, sedangkan Cu (tembaga) merupakan bahan dengan konduktivitas yang baik, Sehingga dengan *didoppingnya* bahan *Zinc Oxide* dengan Cu diharapkan dapat meningkatkan nilai konduktivitasnya. Namun dengan *didoppingnya* bahan Zinc Oxide dengan Cu akan mempengaruhi beberapa aspek, diantaranya ukuran diameter partikel. Dilakukannya penelitian ini ditujukan untuk mengetahui apa pengaruh dari *dopping* Cu pada pembuatan nano partikel ZnO.

## 2. KAJIAN LITERATUR

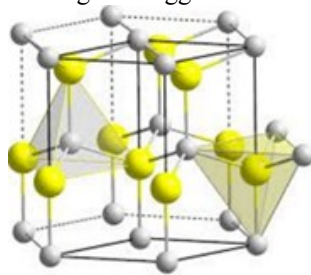
Sintesis nano partikel dengan bahan ZnO menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi konsentrasi *dopping* Cu telah dilakukan, karakterisasi bahan menggunakan alat instrumen XRD dan SEM-EDX.

Nano Partikel merupakan sebuah partikel dengan ukuran 1 hingga 100 nanometer. Sebuah ilmu fisika mempelajari tentang bagaimana merencanakan sebuah material dengan meninjau struktur, sifat, dan perilaku dalam ukuran nano. Nano partikel terbagi menjadi beberapa kategori yaitu nanopartikel satu dimensi (*quantum dot*), nano partikel 2 dimensi (nano wire, nanotube), dan nano partikel 3 dimensi (*thin film*) [1]. Nano partikel menjadi kajian yang menarik dikarenakan partikel dengan ukuran nano memiliki performa yang lebih unggul dibandingkan dengan partikel dengan ukuran yang besar [5].

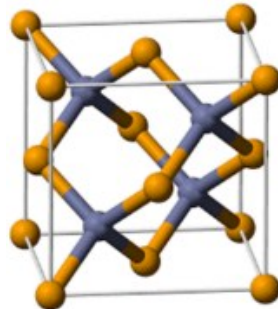
Nano partikel dapat dibuat dengan banyak metode. Salah satu metode pembuatan nanopartikel adalah dengan metode kopresipitasi. Digunakannya metode kopresipitasi dikarenakan metode tersebut merupakan metode yang mudah dan memakan biaya yang tidak besar dalam pembentukan nano partikel. Pembuatan nano partikel dengan metode kopresipitasi dapat dilakukan menggunakan bahan *Zinc Oxide* (ZnO). Bahan tersebut juga dapat *didopping* menggunakan atom-atom lainnya diantaranya Fe, Mn, Cu dan Ni [7]. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pengendapan [8]

ZnO atau *Zinc Oxide* merupakan senyawa anorganik yang berbentuk bubuk putih jika pada suhu rendah dan berwarna kuning pada suhu tinggi, dan tidak berbau. ZnO sulit dan hampir tidak dapat larut dalam air, namun dapat larut dalam asam, contohnya dalam *hydrochloric acid* [10]. ZnO mengkristal dalam tiga macam bentuk yaitu *wurtzite* (gambar 1) dengan sudut enam, *zinblend* berbentuk kubus (gambar 2) dan garam batu berbentuk kubus yang merupakan bentuk yang paling jarang diamati [9].

Tembaga adalah unsur kimia dengan simbol Cu (dari bahasa Latin : tembaga) dan nomor atom 29. Tembaga memiliki konduktivitas listrik yang cukup tinggi yaitu ( $59,6 \times 10^6$  S / m) dan konduktivitas termal demikian yang juga tinggi. Konduktivitas tembaga tertinggi kedua di antara logam murni pada suhu kamar [2].



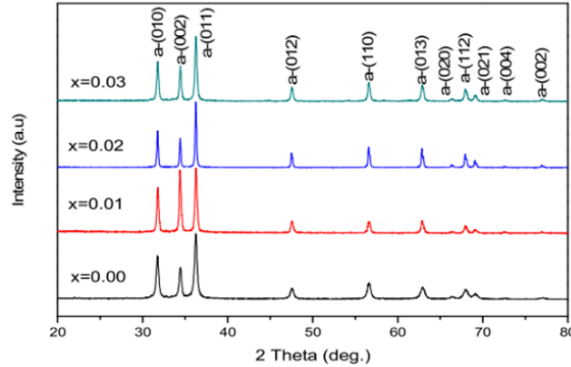
Gambar 1 Unit sel zno struktur [8]



Gambar 2 Unit sel zno struktur zinblend [8]

Scanning Electron Microscopy atau biasa disebut dengan SEM adalah sebuah instrumentasi untuk menghasilkan citra gambar. Tiga komponen utama dari SEM yaitu elektro gun, specimen, dan pendeteksi [6].

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material. Selain itu juga untuk menganalisis sifat-sifat struktur (seperti stress, ukuran butir, fasa komposisi orientasi kristal, dan cacat kristal) dari tiap fasa. Metode ini menggunakan gelombang elektromagnetik yaitu sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan sebuah karakteristik dari sampel [3]. Gambar 3 merupakan pola difraksi dari bahan ZnO



Gambar 3 Pola difraksi znO [4]

3. METODE

Alat yang digunakan pada penelitian ini untuk pembuatan sampel diantaranya adalah *Magnetic stirrer, oven*, kertas saring, gelas ukur 400 mL, kertas pH, Termometer. Untuk karakterisasi sampel tersebut digunakan alat instrumentasi diantaranya adalah SEM-EDX dengan tipe JSM 6510 LA dan XRD dengan tipe *Panalytical Empyrean*. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah Zinc Asetat, CuSO<sub>4</sub>, HCl 37% yang telah diencerkan menjadi HCl 0,5 M, dan NH<sub>4</sub>OH.

Secara umum penelitian ini dibagi menjadi 2 tahap yaitu pembuatan sampel dan karakterisasi sampel. Sampel yang dibuat menggunakan pH dan suhu yang tetap namun konsentrasi dari bahan *dopping* divariasi.

Penentuan massa bahan untuk mendapatkan konsentrasis *dopping* dilakukan dengan persamaan 1 dan persamaan 2 sebagai berikut :

Massa Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O =

$$\frac{M(1-x)Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O}{M(1-x)Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + M(x)(CuSO_4 \cdot 5H_2O)} \cdot 10 \text{ gram} \tag{1}$$

Massa CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O =

$$\frac{M(x)(CuSO_4 \cdot 5H_2O)}{M(1-x)Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + M(x)(CuSO_4 \cdot 5H_2O)} \cdot 10 \text{ gram} \tag{2}$$

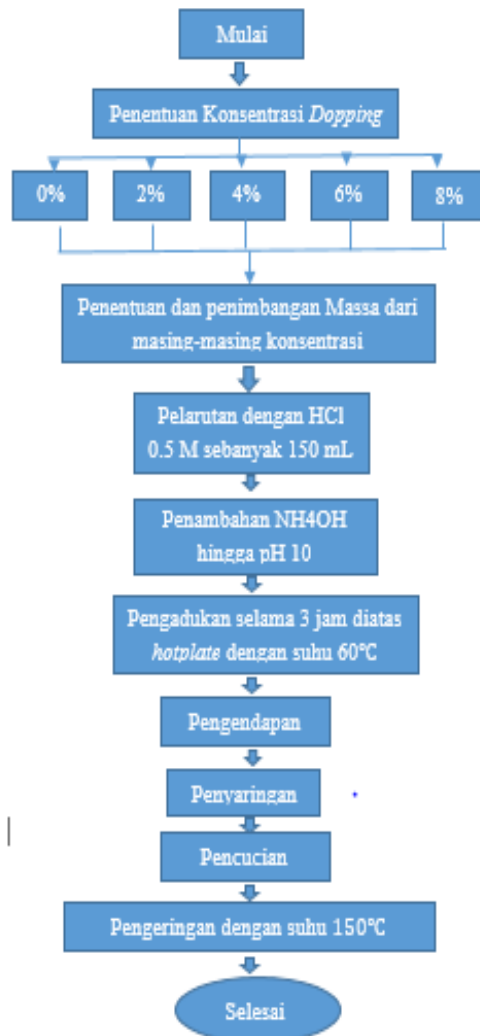
Dengan nilai x adalah 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 Sehingga didapatkan perbandingan massa sebagai Tabel 1 pada berikut:

Tabel 1 Penentuan massa bahan

Konsentrasi <i>Dopping</i> Cu	Massa Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub>	Massa CuSO <sub>4</sub>
0%	10,000	0,000
2%	9,8501	0,1499
4%	9,6987	0,3013
6%	9,5457	0,4543
8%	9,3911	0,6089

Setelah didapatkan massa yang akan digunakan selanjutnya dilakukan proses sintesis. Tahap yang dilakukan pertama-tama adalah dengan melarutkan bahan dengan HCl 0,5 M dan penambahan NH<sub>4</sub>OH hingga mencapai pH 10. Kemudian dilakukan pengadukan diatas *hotplate* dengan suhu 60<sup>0</sup> C selama 3 jam. Setelah itu sampel diendapkan, disaring, dicuci, dan dikeringkan dengan suhu 150<sup>0</sup> C.





Gambar 4 Proses pembuatan sampel  
Sampel yang sudah jadi kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX.



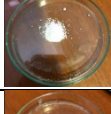




Gambar 5 Proses karakterisasi sampel

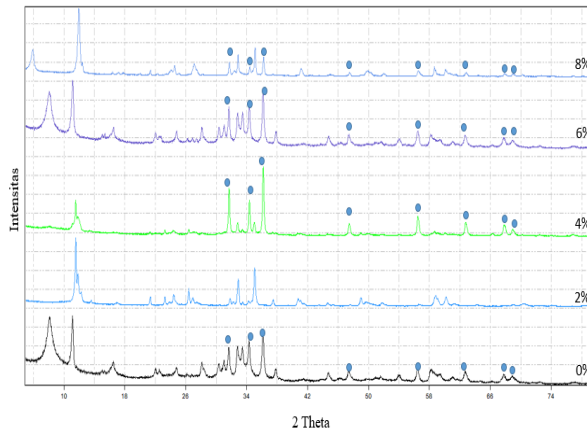
**4. HASIL DAN PEMBAHASAN**

Hasil dari pembuatan sampel dapat dilihat dari tabel 2 dibawah ini

Tabel 2 Hasil pembuatan sampel ZnO dengan metode kopresipitasi

% Cu	Foto	Massa (gr)	Warna
0		3,606	Putih
2		3,265	Biru Gelap
4		2,872	Putih Kebiruan
6		3,524	Putih Kebiruan
8		3,003	Biru Terang

Hasil sampel tersebut kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan dilakukan analisa menggunakan *software* “Macth!” untuk mengetahui diantaranya fase, letak peak, dan FWHM.



Gambar 6 Pola difraksi dari data hasil XRD

Gambar 6 merupakan data hasil karakterisasi menggunakan XRD. Puncak fase ZnO ditandai dengan simbol “dot” diatas puncaknya. Persentase fase ZnO pada sampel tersebut dapat dilihat pada tabel 3 berikut :

Tabel 3 Fase yang terbentuk

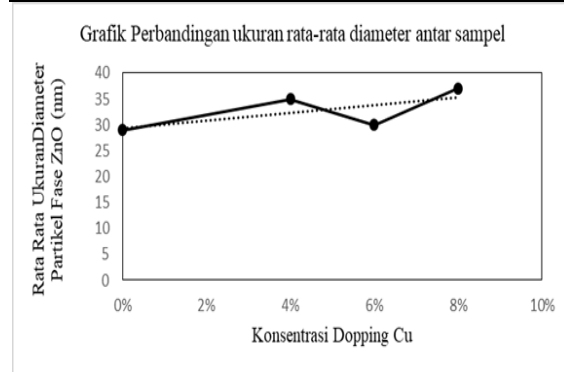
Konsentrasi <i>dopping</i> Cu	Fase yang terbentuk	Persentase Fase
0%	ZnO	36,4%
	Simonkolleite	63,6%
2%	Montetrisaite	28%
	Copper(I) copper zinc molybdat (1/1/1.75/3)	72%
4%	ZnO	64,7%
	CMF-3	35,3%
6%	ZnO	38%
	Simonkolleite	62%
8%	ZnO	20,2%
	Montetrisaite	79,8%

Dari tabel 3 tersebut dapat dilihat bahwa fase ZnO tidak terbentuk pada sampel dengan konsentrasi *dopping* 2% dengan ciri sampel berwarna biru gelap.

Fase ZnO yang terbentuk dianalisa diameternya dengan menggunakan Hukum Scherrer dan didapatkan hasil sebagai berikut :

Tabel 4 Rata-rata ukuran diameter

Konsentrasi <i>Dopping</i> Cu	Rata-Rata Ukuran Diameter Partikel
0%	29 ± 2,54 nm
4%	35 ± 3,53 nm
6%	30 ± 2,35 nm
8%	37 ± 2,55 nm



Gambar 7 Grafik rata-rata ukuran diameter

Jika Tabel 4 dibuat menjadi grafik dapat dilihat pada gambar 7 . Garis hitam putus-putus merupakan *trendline* dari grafik tersebut. Jika diamati dari *trendline* grafik tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi *dopping* yang digunakan, semakin besar pula ukuran rata-rata diameter partikel yang terbentuk.

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX digunakan untuk mengetahui morfologi dan kandungan dari sampel yang terbentuk. Dari hasil morfologinya kita dapat mengetahui bentuk dari fase ZnO. Berikut merupakan morfologi sampel dengan perbesaran 3500 kali :

Tabel 5 Morfologi Sampel

Konsentrasi <i>Dopping</i> Cu	Hasil Karakterisasi SEM
0%	
2%	
4%	
6%	
8%	

Seperti yang telah diketahui bahwa persentase dari fase ZnO dengan nilai paling besar adalah pada sampel dengan *dopping* Cu 4%. Dari hasil SEM pada sampel tersebut dapat diamati bahwa terlihat bahwa bentuk partikel seperti batang.

Kandungan sampel hasil SEM-EDX dapat dilihat pada tabel 6, tabel 7, tabel 8, tabel 9 dan tabel 10 berikut:

Tabel 6 Kandungan sampel ZnO murni

Elemen	Persentase Massa	Persentase Atom
C	50,077%	67,940%
O	24,602%	25,058%
Cl	3,279%	1,507%
Zn	22,043%	5,495%

Tabel 7 Kandungan sampel ZnO *dopping* Cu 2%

Elemen	Persentase Massa	Persentase Atom
C	15,43%	28,85%
O	38,54%	54,09%
S	3,33%	2,33%
Cu	6,32%	2,23%
Zn	36,375%	12,49%

Tabel 8 Kandungan sampel ZnO *dopping* Cu 4%

Elemen	Persentase Massa	Persentase Atom
C	16,58%	33,87%
O	29,08%	44,58%
S	1,69%	1,29%
Cl	1,50%	1,04%
Cu	2,36%	0,91%
Zn	48,79%	18,31%

Tabel 9 Kandungan sampel ZnO *dopping* Cu 6%

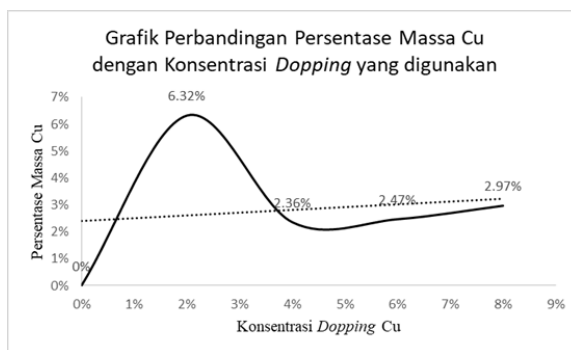
Elemen	Persentase Massa	Persentase Atom
C	7,62%	18,62%
O	25,75%	47,22%
S	0,51%	0,47%
Cl	10,55%	8,73%
Cu	2,47%	1,14%
Zn	53,10%	23,83%

Tabel 10 Kandungan sampel ZnO *dopping* Cu 8%

Elemen	Persentase Massa	Persentase Atom
C	12,93%	27%
O	32,5%	50,97%
S	1,91%	1,49%
Cl	0,81%	0,62%
Cu	2,97%	1,17%
Zn	48,81%	18,74%

Kandungan persentase massa Cu antar satu sampel dengan sampel lainnya dapat dilihat pada grafik 8. Dari *trendline* gambar 8 dapat diamati bahwa semakin besar konsentrasi yang digunakan pada percobaan ini, semakin besar pula persentase massa dan atomnya. Namun terjadi keanehan pada sampel dengan *dopping* Cu 2%. Sampel dengan konsentrasi *dopping* Cu 2% memiliki persentase massa dan persentase atom yang relatif lebih besar dibandingkan dengan sampel dengan konsentrasi *dopping* Cu yang lebih dari 2%. fase ZnO pada sampel ZnO dengan *dopping* Cu 2% dikarenakan tidak lunturnya warna biru pada saat proses pencucian sampel. Dari ciri sampel dapat diketahui bahwa sampel dengan warna biru gelap, persentase massa Cu-nya akan lebih besar





Gambar 8 Perbandingan persentase massa Cu antar sampel

## 5. KESIMPULAN

Telah dilakukan pembuatan nano partikel ZnO tanpa *dopping* dan dengan *dopping* Cu 2%, 4%, 6%, dan 8% menggunakan metode kopresipitasi dengan suhu pengadukan yang konstan yaitu 60<sup>0</sup> C, nilai pH10, dan waktu pengadukan selama 3 jam, kemudian dilakukan pengendapan, pencucian dan pengeringan pada oven dengan suhu 150<sup>0</sup> C selama 3 jam. Telah dilakukan juga karakterisasi menggunakan alat Instrumentasi XRD dan SEM-EDX. Berdasarkan analisa dari data hasil XRD diketahui bahwa fase ZnO ditemukan pada sampel dengan *dopping* Cu 0%, 4%, 6%, dan 8% dengan ukuran diameter partikel berkisar antara 29 nm sampai 37 nm. Hasil SEM memperlihatkan morfologi partikel, dimana pada sampel dengan *dopping* Cu 0%, 4%, 6%, dan 8% ditemukan partikel-partikel dengan bentuk silinder. Dari hasil SEM-EDX dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi *dopping* Cu semakin besar pula persentase massanya. Dari ciri - ciri sampel penelitian ini dapat disimpulkan bahwa tidak didapatkan fase Zincite pada sampel dengan warna biru yang gelap, hal tersebut diamati pada sampel ZnO dengan *dopping* Cu 2%.

## REFERENSI

- [1] Anonymous. (2007). *Nano Partikel*. Institute Teknologi Bandung. Retrieved from <http://digilib.itb.ac.id/files/disk1/552/jbptitbpp-gdl-dianperdan-27551-2-2007ta-1.pdf>
- [2] Anonymous. (2010). BAB II. Retrieved from [http://eprints.undip.ac.id/47843/6/BAB\\_II.pdf](http://eprints.undip.ac.id/47843/6/BAB_II.pdf)
- [3] Beutol, J. (2000). *Medical Imagine. Production* (Vol. 1). Washington: Spie Press. <https://doi.org/10.1088/0031-9120/5/6/113>
- [4] Harsono, H., Wardana, I. N. G., Sonief, A. A., & Darminto. (2015). Crystallography, Impurities and Magnetic Properties of Mn-Doped ZnO Nanoparticles Prepared by Coprecipitation Method. *Journal of Nano Research*, 35, 67–76. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JNanoR.35.67>
- [5] Jacobsson, T. J. (2009). Synthesis and characterisation of ZnO An experimental investigation of some of their size dependent quantum effects. *Materials Chemistry*, 1–73.
- [6] Kim, E., Iroaga, E., & Murmann, B. (2004). Brief Introduction to Scanning Electron Microscopy (SEM). [Http://Cfamm.Ucr.Edu/Documents/Sem-Intro.Pdf](http://Cfamm.Ucr.Edu/Documents/Sem-Intro.Pdf), (i), 35–37. <https://doi.org/10.12659/MSMBR.893327>
- [7] Mukhtar, M., Lusitra, M., & Saleh, R. (2012). Co-Precipitation Synthesis and Characterization of Nanocrystalline Zinc Oxide Particles Doped with Cu<sup>2+</sup> Ions. *Materials Sciences and Applications*, 3(August), 543–551. <https://doi.org/10.4236/msa.2012.38077>
- [8] Rosydhah, N., Purwaningsih, S. Y., & Darminto. (2009). Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Teknik POMITS*, 7(2), 1–7.
- [9] Tawainella, R. D., Riana, Y., Fatayati, R., Kato, T., & Iwata, S. (2014). Sintesis Nanopartikel Manganese Ferrite ( MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya, *XVIII(April)*, 1–7.
- [10] Witjaksono, A. (2011). *Karakterisasi Nanokristalin Zno Hasil Presipitasi Dengan Perlakuan Pengeringan, Anil Dan Pasca-Hidrotermal*. Universitas Indonesia.