

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NANO ZnO DOPED CU

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANO ZnO DOPING CU

Siltiwi Mandar¹⁾, Rahadian Zainul²⁾

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420

¹siltiwim@gmail.com²rahadianzmsiphd@yahoo.com

Abstract — The photodegradation process is a combination of photochemical processes with catalysts which are generally semiconductor materials. One of the photocatalysts that is being developed is zinc oxide (ZnO) in nanometer size to optimize the degradation process of organic compounds. Synthesis Nano zinc oxide (ZnO) can use the sol-gel method, the sol-gel method is the best method in making nanoparticles that produce uniform size and high purity. XRD (X-Ray Diffraction) test results show the size of Nano zinc oxide (ZnO) which is 26-30 nm. Nano zinc oxide (ZnO) has a band band 3.37 eV so that it is less suitable to be applied to visible light. Therefore it is necessary to do coupling with other metals such as Cu. The results of Nano zinc oxide (ZnO) doped Cu 7% have a low band gap of 2.57 eV so that it is easy to excite valence band electrons to the conduction band.

Keywords: Nano seng oksida (ZnO) doping Cu 7%, Sol-gel method, RD and UV-Vis DRS spectrophotometer

I. Pendahuluan

Fotokatalis merupakan kombinasi proses fotokimia dengan katalis[1]. Cahaya maupun katalisnya, keduanya dibutuhkan dalam mengakselerasi reaksi kimia [2], sehingga fotokatalis dapat didefinisikan sebagai akselerasi fotoreaksi oleh adanya katalis. Penambahan katalis dalam proses fotolisis dapat meningkatkan penguraian senyawa organik menjadi senyawa yang lebih sederhana yang disebut dengan fotokatalisis[3-5]. Fotokatalis yang dipakai biasanya adalah semikonduktor[6]. Senyawa organik yang didegradasi contohnya metil violet [7], metil blue [8-11] Salah satu fotokatalis yang sedang dikembangkan untuk degradasi senyawa organik adalah ZnO, karena murah, mudah didapatkan dan proses pembuatannya yang mudah [12-17]

Zink oksida (ZnO) memiliki celah pita energi 3,37 eV [18], sehingga tidak cocok untuk cahaya tampak sehingga perlu pendampingan untuk menurunkan band gap ZnO [19, 20]. Berbagai riset telah dikembangkan untuk pembuatan ZnO yang di doping untuk mendegradasi senyawa organik [21-25].

Partikel ZnO memiliki kelemahan seperti area permukaan kecil, maka banyak riset yang mengembangkan sintesis ZnO dalam ukuran nanometer. Nanomaterial adalah material yang memiliki skala dalam skala nano meter yang berkisar dari 1nm-100nm [26, 27], sehingga dapat

memperbesar luas permukaan katalis yang berkontak dengan senyawa organik [28].

II. Metodologi

Sintesis nano ZnO doping Cu 7% dengan metoda sol-gel dilakukan di Laboratorium penelitian kimia, FMIPA, UNP.

A. Sintesis Nano ZnO Doping Cu 7% dengan Metoda Sol-Gel

Zink (II) asetat dihidrat $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ sebanyak 2,743 gram dilarutkan dengan 50 mL isopropanol dalam gelas kimia 100 mL, dan ditutup dengan aluminium foil. Diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 40 menit. Ditambahkan tembaga (II) asetat monohidrat $Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ sebagai bahan doping, ditutup lagi dengan aluminium foil dan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 40 menit. Setelah itu ditambahkan MEA sebanyak 1,4 mL dan pengadukan dilanjutkan selama 90 menit dihasilkan sol. Sol didiamkan satu malam, setelah itu dimasukkan kedalam cawan penguap, dikeringkan didalam oven pada suhu 110 °C selama 1 jam. Gel yang terbentuk dimasukkan kedalam furnace, dipanaskan pada suhu 500 °C selama 2 jam. Produk yang terbentuk disimpan dalam desikator, dan digerus [29]. Setelah itu diuji dengan XRD (X-ray diffraction) dan spektro UV-Vis DRS (UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy).

B. XRD (X-ray diffraction)

Pola XRD direkam pada suhu kamar, dilakukan untuk menentukan sifat kristalinitas ZnO doping Cu 7%. XRD banyak digunakan untuk mengkarakterisasi bahan kristal karena metode ini tidak merusak. XRD memberikan informasi tentang struktur, fase, tekstur, kristalinitas dan ukuran kristal dari senyawa. Ukuran materi kristalit dihitung menggunakan persamaan Scherrer [30] :

$$d = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Di mana d adalah ukuran kristalit, λ adalah panjang gelombang radiasi sinar-X, β adalah lebar penuh setengah maksimum dan θ adalah sudut difraksi.

C. UV-Vis DRS (UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy)



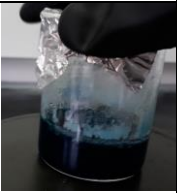



Spektrofotometri UV-Vis Diffuse Reflectance merupakan metoda yang digunakan untuk mengetahui besarnya band gap suatu material semikonduktor. Metoda ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel padat yang dikenai cahaya pada rentang panjang gelombang UV-Vis.

III. Hasil dan Pembahasan

A. Sintesis Nano ZnO Doping Cu Melalui Metoda Sol-Gel

Zn(CH₃COO)₂.2H₂O dalam 50 mL isopropanol diaduk dengan magnetic stirrer, terjadi gaya sentrifugal yang menyebabkan atom-atom terdistribusi secara homogen. Atom Zn mengikat oksigen menjadi molekul oksida. Kemudian ditambahkan Cu(CH₃COO)₂.H₂O sebagai bahan doping dan dilanjutkan dengan penambahan MEA 1,4 mL yang berfungsi sebagai zat aditif menghasilkan sol yang stabil dan homogen. Pengadukan dilanjutkan 90 menit dan hasilnya didiamkan satu malam, setelah itu dimasukkan kedalam cawan penguap, dikeringkan didalam oven pada suhu 110 °C selama 1 jam. Gel yang terbentuk dimasukkan kedalam furnace, dipanaskan pada suhu 500 °C selama 2 jam. Produk yang terbentuk disimpan dalam desikator, dan digerus. Nano ZnO doping Cu yang dihasilkan berwarna biru gelap, warna biru yang dihasilkan berasal dari Cu yang terdistribusi dalam ZnO. Nano ZnO doping Cu 7% yang telah digerus berbentuk serbuk halus. Setelah dihasilkan produk, Nano ZnO doping Cu 7% karakterisasi menggunakan XRD dan spektro UV-Vis DRS.

Tabel 1. Table pengamatan pembuatan nano ZnO doping Cu 7%

Perlakuan Sampel	Pengamatan	Keterangan
Zn(CH ₃ COO) ₂ .2H ₂ O dilarutkan dalam 50 mL isopropanol diaduk dengan magnetic stirrer	Terbentuk molekul oksida	
Ditambahkan Cu(CH ₃ COO) ₂ .H ₂ O sebagai bahan doping, diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 40 menit	Terbentuk molekul oksida yang telah terdistribusi atom Cu	
Setelah itu ditambahkan MEA sebanyak 1,4 mL dan pengadukan dilanjutkan selama 90 menit	Terbentuk sol	
Sol didiamkan satu malam, setelah itu dimasukkan kedalam cawan penguap, dikeringkan didalam oven pada suhu 110 °C selama 1 jam.	Terbentuk gel	
Gel yang terbentuk dimasukkan kedalam furnace, dipanaskan pada suhu 500 °C selama 2 jam.	Terbentuk nano ZnO doping Cu 7%	
Produk yang terbentuk disimpan dalam desikator, dan digerus	Nano ZnO doping Cu 7% berwarna biru pekat berbentuk bubuk halus	

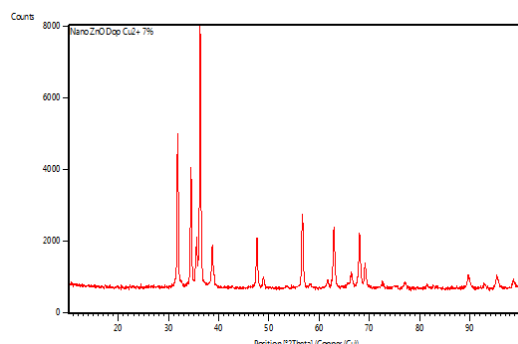
B. XRD (X-ray diffraction)

Pengujian XRD didapat data ukuran nano ZnO doping Cu 7% dengan data pada tabel berikut :

Tabel 2. Hasil XRD nano ZnO doping Cu 7%

No	Pos. [°2Th.]	Iobs [cts]	calc [cts]	Iback [cts]
1	10.0131	830.0058	822.6762	822.6762
2	10.0391	821.0952	820.887	820.887
3	10.0651	840.6093	819.0978	819.0978
4	10.0911	857.4693	817.3086	817.3086
5	10.1171	825.3557	815.5194	815.5194

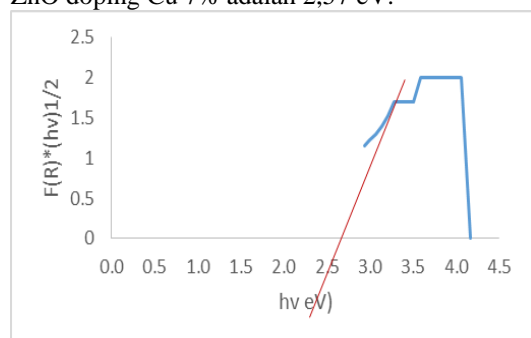
Pada data tersebut didapatkan ukuran nano ZnO doping Cu 7% adalah 26-30 nm, hal ini akan mengoptimalkan kerja katalis karena dalam berukuran nano dapat memperbesar luas permukaan katalis yang berkontak dengan sampel. Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mendapatkan struktur nano ZnO doping Cu 7%. Hasil karakterisasi secara keseluruhan dapat dipelajari dari difraktogram. Pola difraksi nano ZnO doping Cu 7%. dapat dilihat pada gambar dibawah



Gambar 1. Difraktogram nano ZnO doping Cu 7%.

C. DRS (UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy).

Pengujian spektro UV-Vis DRS untuk menentukan angka bandgap material, bandgap ZnO doping Cu 7% adalah 2,57 eV.



Gambar 2. Grafik nilai band gap nano ZnO doping Cu 7%

IV. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa nano ZnO doping Cu 7% yang dikarakterisasi dengan XRD besar ukurannya yaitu 26-30 nm, dan menggunakan Spektro UV-Vis DRS untuk menentukan angka band yaitu 2.57 eV.

REFERENSI

- Nasution, A.W., R.N. Putri, and E. Mayendra, *Mengkaji Karakteristik Pemakai Teknologi Pengolahan Air Bersih Di Indonesia*. 2019.
- Mudhofir, F., I. Yulianti, and S. Sujarwata, *T-FANTYQ 09: Teknologi Lingkungan Penyaring Udara Sebagai Upaya Degradasi Polutan Asap Rokok*. Jurnal Mipa, 2018. 41(1): p. 1-5.
- Putro, H. and R. Kokoh, *Degradasi Surfaktan (Linear Alkyl Benzene) Pada Limbah Laundry Dengan Metode Fotokatalis Zno*. Jurnal Envirotek, 2019. 11(1).
- Firmansyah, W.B., M. Rokhmat, and E. Wibowo, *Pelapisan Titanium Dioksida Pada Plastik Sebagai Fotokatalis Untuk Mendegradasi Metilen Biru*. eProceedings of Engineering, 2019. 6(1).
- Zainul, R., *Design and Modification of Copper Oxide Electrodes for Improving Conversion Coefficient Indoors Lights (PV-Cell) Photocells*. 2016.
- Zainul, R., et al. *Thermal and Surface Evaluation on The Process of Forming a Cu2O/CuO Semiconductor Photocatalyst on a Thin Copper Plate*. in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2018. IOP Publishing.
- Sanjaya, H., *Degradasi Metil Violet Menggunakan Katalis Zno-Tio2 Secara Fotosonolisis*. EKSAKTA: Berkala Ilmiah Bidang MIPA, 2018. 19(1): p. 91-99.
- Sanjaya, H., *Degradasi Methylene Blue Menggunakan Katalis Zno-Peg Dengan Metode Fotosonolisis*. EKSAKTA: Berkala Ilmiah Bidang MIPA, 2017. 18(02): p. 21-29.
- Amananti, W., *Analisis Mikrostruktur Lapisan Tipis Tio2: Zno Yang Dideposisikan Diatas Subtrat Kaca Dengan Metode Spray Coating Untuk Degradasi Limbah Zat Warna*. Eksakta: Berkala Ilmiah Bidang MIPA, 2017. 18(02): p. 210-215.
- Ramadhani, A., et al., *Degradasi Methyl Violet Dan Methylene Blue Oleh Fotokatalis Tio2*. EKSAKTA, 2014. 1.
- Yulfriska, N., et al. *Microstructure of magnetite-polyvinylidene fluoride*

- (Fe₃O₄/PVDF) nanocomposite prepared by spin coating method. in *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. IOP Publishing.
12. Pinem, S.K. and N. Siregar, *Pengaruh Waktu Tahan Kalsinasi Film Tipis Zn Terhadap Efisiensi Dssc (Dye Sensitized Solar Cell) Yang Menggunakan Dye Dari Buah Naga Merah*. Einstein E-Journal, 2019. 5(3).
 13. Zainul, R., J. Effendi, and M. Mashuri, *Phototransformation of Linear Alkylbenzene Sulphonate (LAS) Surfactant Using ZnO-CuO Composite Photocatalyst*. KnE Engineering, 2019. 1(2): p. 235-247.
 14. Zainul, R., *Effect of Temperature and Particle Motion against the ability of ZnO Semiconductor Photocatalyst in Humic Acid*. 2016.
 15. Zainul, R., *Determination of the half-life and the quantum yield of ZnO semiconductor photocatalyst in humic acid*. 2016.
 16. Zainul, R., J. Effendi, and M. Mashuri, *Phototransformation of Linear Alkylbenzene Sulphonate (LAS) Surfactant Using ZnO-CuO Composite Photocatalyst*. KnE Engineering, 2019: p. 235–247-235–247.
 17. Liza, Y.M., et al., *Sol Gel: Principle And Technique (A Review)*. Retrieved from osf.io/dnp8r, 2018.
 18. Senol, S.D., et al., *Band Gap Engineering of Mg Doped ZnO Nanorods Prepared by a Hydrothermal Method*. Crystal Research and Technology, 2019. 54(3): p. 1800233.
 19. Aryanto, D., et al., *Karakterisasi Struktur dan Sifat Listrik Film Tipis Zinc Oxide Didoping Gallium dan Aluminium*. Jusami| Indonesian Journal of Materials Science, 2018. 15(3): p. 129-132.
 20. Pérez-González, M., et al., *Sol-gel synthesis of Ag-loaded TiO₂-ZnO thin films with enhanced photocatalytic activity*. Journal of Alloys and Compounds, 2019. 779: p. 908-917.
 21. Azadi, M., et al., *Application of ZnO-Ag-Nd nanocomposite as a new synthesized nanophotocatalyst for the degradation of organic compounds: kinetic, thermodynamic and economic study*. Toxicology and industrial health, 2019. 35(1): p. 1-10.
 22. Ebrahimi, R., et al., *Photocatalytic degradation of organic dyes using WO₃-doped ZnO nanoparticles fixed on a glass surface in aqueous solution*. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 2019. 73: p. 297-305.
 23. Darajat, S., H. Aziz, and A. Alif, *Seng Oksida (ZnO) sebagai Fotokatalis pada Proses Degradasi Senyawa Biru Metilen*. Jurnal Riset Kimia, 2015. 1(2): p. 179.
 24. Perdana, N.D., S. Wardhani, and M.M. Khunur, *Pengaruh Penambahan Hidrogen Peroksida (H₂O₂) Terhadap Degradasi Methylene Blue Dengan Menggunakan Fotokatalis ZnO-Zeolit*. Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya, 2014. 2(2): p. pp. 576-582.
 25. Rahmadhanty, S. and R. Zainul, *Design Of Humat Acid Solid Solution Reactor Through Phototransformation Of Copper Oxide (Cu) Semiconductor Plate*. 2018.
 26. Rabiee, M., et al., *Nanomaterials: concepts*. Introduction to Nanomaterials in Medicine, 2019.
 27. Fatimah, P., et al., *A REVIEW Teknik Blended: Prinsip dan Dasar-Dasar*. 2018.
 28. Kustiningsih, I., et al., *Pengaruh Morfologi Tio₂ Dan Dopant Platina Terhadap Produksi Hidrogen*. Jusami| Indonesian Journal of Materials Science, 2019. 13(1): p. 11-16.
 29. Ningsih, S.K.W., *Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Zn Doped Cu²⁺ Melalui Metoda Sol-Gel*. EKSAKTA: Berkala Ilmiah Bidang MIPA, 2017. 18(02): p. 39-51.
 30. Tamarani, A., R. Zainul, and I. Dewata, *Preparation and Characterization of XRD Nano Cu-TiO₂ using Sol-Gel Method*. 2015. 8(2): p. 131.
 31. Zainul, R., et al., *Disain Geometri Reaktor Fotosel Cahaya Ruang*. Jurnal Riset Kimia, 2015. 8(2): p. 131.
 32. Zainul, R., et al., *Modifikasi dan Karakteristik IV Sel Fotovoltaik Cu₂O/Cu-Gel Na₂SO₄ Melalui Iluminasi Lampu Neon*. Eksakta, 2015. 2: p. 50.
 33. Tamarani, A., R. Zainul, and I. Dewata. *Preparation and characterization of XRD nano Cu-TiO₂ using sol-gel method*. in *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. IOP Publishing.
 34. Zainul, R., et al., *Zinc/Aluminium-Quinlorac Layered Nanocomposite Modified Multi-Walled Carbon Nanotube Paste Electrode for Electrochemical Determination of Bisphenol A*. Sensors, 2019. 19(4): p. 941.
 35. Zainul, R., & Isara, L. P. (2019, April). *Preparation of Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) using anthocyanin color dyes from jengkol shell (Pithecellobium lobatum Benth.) by the gallate acid copigmentation*. In *Journal of Physics: Conference Series (Vol. 1185, No. 1, p. 012021)*. IOP Publishing