

ISBN: 978-602-98559-2-0

B.7

# PROSIDING SEMINAR

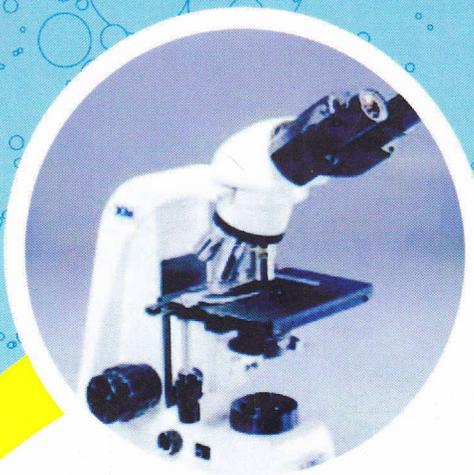
**Bidang Kimia**

**SEMINAR DAN RAPAT TAHUNAN**

**BIDANG ILMU MIPA 2013**

**BKS PTN BARAT**

**Universitas Lampung, 10-12 Mei 2013**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG**

**Universitas Lampung, 10-12 Mei 2013**

**Didukung oleh:**



# **PROSIDING**

## **SEMINAR DAN RAPAT TAHUNAN**

**Bidang MIPA BKS PTN Wilayah Barat Tahun 2013**  
**Bandar Lampung, 10 - 12 Mei 2013**

**ISBN 978-602-98559-2-0**

### ***Dewan Penyunting***

Warsito  
Sutopo Hadi  
Tati Suhartati  
Simon Sembiring  
Mulyono  
Muslim Ansori  
Mustofa Usman  
Kurnia Muludi  
Endang Linirin W  
Sumardi  
Buhani  
Suripto Dwi Yuwono  
Jani Master  
Sugeng Sutiarto  
Abdurrahman  
Nismah Nukmal

### ***Penyunting Pelaksana***

Heri Satria  
Kamisah D Pandiangan  
Elly Lestari  
Febriandi Hasibuan  
Rifqi Almusawi R



**Diterbitkan oleh FMIPA Universitas Lampung**  
**Bandar Lampung**  
**Penyunting: Warsito dkk.**  
**ISBN 978-602-98559-2-0**  
**Cetakan Pertama, Tahun 2013**  
**©copyright FMIPA Unila**

SINTESIS MIKRO PARTIKEL ZNO TERDOPING SULFUR ALAM (ZNO:S) MELALUI METODE MECHANOCHEMICAL <i>Evi Maryanti, Sal Prima Yudha S, Fadli</i>	137-142
STUDI KONDUKTIVITAS IONIK POLIMER ELEKTROLIT PEO - BENTONIT - LICLO4 DAN PEO – GETAH DAMAR - LICLO4 <i>Ghufira*, Sal Prima Yudha, Eka Angasa, Febdani TRIYOGO, Endang Fitrianingih</i>	143-148
EFEKTIVITAS MEMBRAN HIBRID NILON6,6-KAOLIN PADA PENYARINGAN ZAT WARNA BATIK PROCION <i>G. Yosephani, A. Linggawati, Muhdarina, P. Helzayanti, H. Sophia, T. Ariful Amri</i>	149-154
DYE SENSITIZED SOLAR CELLS (DSSC) BERBASIS NANOPORI TIO <sub>2</sub> MENGGUNAKAN ANTOSIANIN DARI BERBAGAI SUMBER ALAMI <i>Hardeli, Suwardani, Riky, Fernando T, Maulidis, Silvia Ridwan</i>	155-162
PENGARUH Penggunaan LABORATORIUM VIRTUAL TERHADAP PSIKOMOTOR SISWA PADA PRAKTIKUM LAJU REAKSI KELAS XI IPA SMAN 7 SAROLANGUN <i>Haryanto</i>	163-166
ISOLASI DAN KARAKTERISASI FLAVONOID PADA FRAKSI AKTIF ANTIOKSIDAN DARI DAGING BUAH MAHKOTA DEWA ( <i>PHALERIA MACROCARPA</i> (SCHEFF) BOERL) <i>Hasnirwan<sup>1</sup>, Sanusi Ibrahim<sup>2</sup>, dan Melida Yanti<sup>3</sup></i>	167-172
THE ISOLATION OF CAROTENOIDS FROM GREEN LEAFY VEGETABLES <i>Hazli Nurdin, Sri Benti Etika, Ikhlas Armin</i>	173-178
PENGUNAAN BIJI ASAM JAWA ( <i>TAMARINDUS INDICA</i> L.) DAN BIJI KECIPIR ( <i>PSOPHOCARPUS TETRAGONOLOBUS</i> L.) SEBAGAI KOAGULAN ALAMI DALAM PERBAIKAN KUALITAS AIR TANAH <i>Hendrawati<sup>1</sup>, Delsy Syamsumarsih<sup>1</sup>, Nurhasni<sup>1</sup></i>	179-192
STUDI HIDROGENASI SENYAWA HIDROKARBON GOLONGAN ALKENA DAN ALKUNA SECARA KOMPUTASI <i>Nyoman Candra</i>	193-198
KARAKTERISASI KINERJA MEMBRAN SELULOSA BAKTERI MENGGUNAKAN <i>IN TAKE</i> PDAM KOTA BENGKULU SEBAGAI MODEL <i>Irfan Gustian<sup>a</sup>, Morina Adfa<sup>a</sup>, Yosie Andriani<sup>a</sup>, Elya Roza<sup>b</sup></i>	199-206
PEMBUATAN ION SELEKTIF ELEKTRODA MENGGUNAKAN IONOFOR DTODC UNTUK PENENTUAN MERKURI (ISE-HG)	207-212

## Sintesis Mikro Partikel ZnO Terdoping Sulfur Alam (ZnO:S) Melalui Metode Mechanochemical

Evi Maryanti, Sal Prima Yudha S, Fadli

Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Bengkulu

e-mail : evimaryanti82@yahoo.com

**Abstrak.** Partikel ZnO terdoping sulfur alam dari kawasan Bukit Kaba Bengkulu telah berhasil disintesis. Sintesis dilakukan menggunakan metode *mechanochemical* dengan suhu pemanasan 90 °C dan 180 °C serta variasi lama penggerusan yaitu 1 jam dan 8 jam. Hasil karakterisasi menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD) menunjukkan senyawa hasil sintesis murni senyawa ZnO dengan struktur heksagonal wurtzit yang terdoping Sulfur (ZnO:S). Hasil karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan adanya peningkatan ukuran partikel dengan meningkatnya suhu pemanasan, dan penurunan ukuran partikel dengan bertambahnya lama waktu penggerusan. Sedangkan hasil Energy Dispersive X-Ray Fluorescence (EDX) memperlihatkan adanya penurunan persen massa sulfur dengan meningkatnya suhu pemanasan dan lama waktu penggerusan dimana pada waktu penggerusan selama 1 jam menghasilkan persen massa Sulfur sebesar 4,55% dan waktu penggerusan selama 8 jam sebesar 0,81%. Peningkatan suhu pemanasan juga menyebabkan terjadinya penurunan persen massa Sulfur yaitu 4,55 % pada T=90 °C dan 1,35 % pada T=180 °C.

**Kata Kunci :** Mikropartikel, ZnO, doping, Sulfur, *Mechanochemical*

### PENDAHULUAN

Selama beberapa dekade ini, penelitian mengenai material berstruktur mikro dan nano satu dimensi (1-D) telah menjadi salah satu topik menarik dalam ilmu fisika, kimia dan material sains. Hal ini disebabkan oleh luasnya bidang kajian material ini baik dalam bidang dasar maupun dalam bidang teknologi. ZnO merupakan salah satu material semikonduktor penting karena memiliki celah pita energi yang lebar dan energi eksiton yang tinggi sehingga dapat diaplikasikan sebagai solar sel, sensor gas, elektroda transparan, divais optoelektronik dan lainnya [1]. ZnO juga merupakan material yang aman dan cocok digunakan langsung pada aplikasi biomedis tanpa proses pelapisan. Material ZnO dapat disintesis dengan berbagai ukuran dan dimensi tergantung jenis metode dan prekursor yang digunakan. Win, M.H (2007) melaporkan bahwa ukuran dan morfologi ZnO dapat dipengaruhi oleh

komposisi pelarut, prekursor, waktu reaksi dan temperatur serta kebasaaan larutan [2]. Ukuran partikel dan morfologi material ZnO yang berbeda dapat menghasilkan sifat dan aktivitas yang berbeda pula.

Modifikasi sifat-sifat ZnO melalui inkorporasi pengotor akhir-akhir ini menjadi isu penting untuk aplikasi pada optoelektronik ultraviolet dan elektronik spin. Pendopongan semikonduktor dengan unsur-unsur selektif merupakan suatu metode efektif untuk meningkatkan sifat listrik, optik dan magnetik material tersebut. Beberapa penelitian tentang pendopongan material ZnO telah dilaporkan. Beberapa unsur logam telah berhasil didoping pada nanopartikel ZnO, diantaranya yaitu Ag, Au, Cu, Pd, Ga, In, dan Mn untuk tujuan yang berbeda-beda. Pendopongan anion khususnya unsur-unsur kalkogenida belum banyak dilakukan pada ZnO. Doping unsur S pada ZnO diharapkan mampu memodifikasi sifat listrik dan optik karena perbedaan keelektronegatifan dan



ukuran antara S dan O yang besar. Namun karena perbedaan yang signifikan antara stabilisasi S dan temperatur pertumbuhan ZnO, menyebabkan unsur S jarang didoping pada ZnO [3]. Shen *et al* (2005a) telah berhasil mensintesis *nanowires* ZnO terdoping S dengan proses *chemical solution-conversion* pada suhu kamar menggunakan prekursor *nanowires* ZnO dan tiourea. Shen *et al* (2005b) juga telah mensintesis nanostruktur ZnO terdoping S seperti *nanonails* dan *nanowires* melalui proses evaporasi termal bebas katalis pada skala besar. Wang *et al* (2007) melaporkan telah mendoping unsur S dan N pada ZnO dengan metode *mechanochemical* menggunakan alat Ball Mill sebagai mesin penggiling dan dikalsinasi pada suhu tinggi. Cho *et al* (2012) juga telah berhasil mensintesis *nanostars* ZnO terdoping S melalui metode hidrotermal menggunakan prekursor zink nitrat, heksamin dan tiourea.

Berdasarkan penelusuran literatur tersebut, belum ada dilakukan sintesis partikel ZnO berstruktur mikro atau nano yang terdoping S menggunakan metode dengan peralatan sederhana, suhu rendah dan biaya murah. Untuk itulah, pada penelitian ini dipilih metode *mechanochemical* dengan menggunakan mortar dan stamper sebagai alat pencampur ZnO dan Sulfur. Digunakan metode *mechanochemical* dikarenakan metode ini sangat tepat untuk mendoping suatu unsur non logam pada suatu partikel halus oksida. Secara umum, pada metode mekanik akan terjadi reaksi keadaan padat pada permukaan partikel yang diikuti dengan penurunan ukuran partikel ke ukuran nano dengan bertambahnya waktu pengadukan. Selain itu metode *mechanochemical* merupakan metode ramah lingkungan sehingga sangat menunjang tujuan untuk menciptakan *green chemistry*. Sulfur yang digunakan sebagai pendoping pada penelitian ini merupakan sulfur alam lokal Bengkulu yang diambil dari kawasan wisata

Bukit Kaba, Kabupaten Kepahyang, Provinsi Bengkulu.

## METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari Zink Oksida (99%, E-Merck) dan Sulfur alam yang diambil dari kawasan cagar alam Bukit Kaba, Kabupaten Kepahyang, Provinsi Bengkulu. Sebelum digunakan sulfur terlebih dahulu diayak dan dibersihkan dari kotoran-kotoran seperti batu, tanah dan pasir. Sebanyak 3,6 gram ZnO ditambahkan dengan 0,4 gram sulfur, kemudian digerus dalam mortar selama 1 jam, 8 jam dan 16 jam. Campuran ZnO dan sulfur yang berwarna kuning muda kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 90 °C dan 180 °C masing-masing selama 4 jam. Sampel masing-masing diberi kode ZS1 (suhu 90 °C, 1 jam), ZS2 (suhu 90 °C, 8 jam), ZS3 (suhu 180 °C, 1 jam). Sampel kemudian dikarakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD, Phillips PW-1710) dan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX, JEOL JSM-6360).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Berat sampel sebelum dan sesudah dipanaskan mengalami pengurangan. Hal ini disebabkan karena adanya sampel yang melekat pada mortar selama proses penggerusan dan adanya sulfur yang menguap selama proses pemanasan terutama pada pemanasan suhu 180 °C. Jumlah perubahan berat sampel sebelum dan sesudah pemanasan dapat dilihat pada Tabel 1.

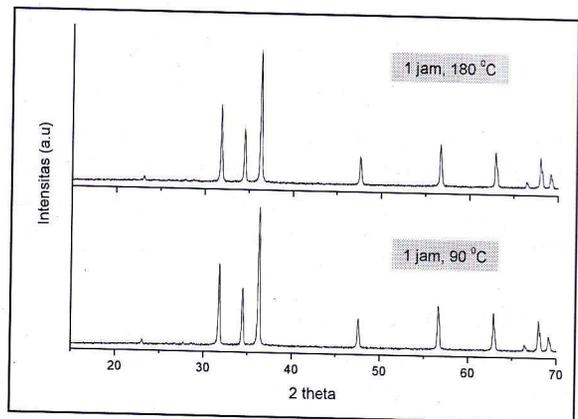
TABEL 2 Perubahan berat sampel sebelum dan sesudah proses pemanasan

No	Kode sampel	Berat sebelum pemanasan (gram)	Berat setelah pemanasan (gram)
1	ZS1	3,8264	3,8208
2	ZS2	3,7296	3,7284
3	ZS3	3,7983	3,7765



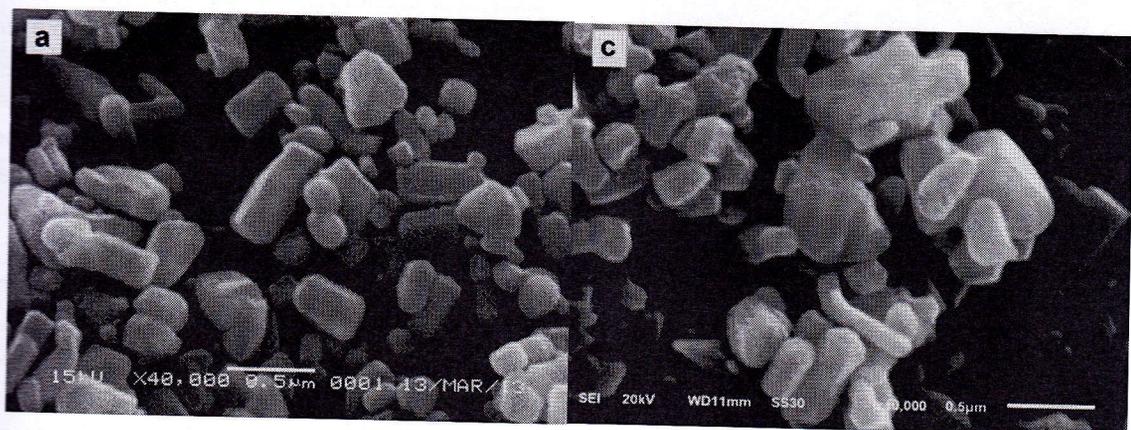
### 1. Pengaruh Suhu Pemanasan Terhadap Ukuran dan Morfologi Kristal ZnO Terdoping Sulfur (ZnO:S)

Hasil karakterisasi menggunakan Difraksi Sinar-X terhadap seluruh sampel menunjukkan difraktogram yang dihasilkan merupakan puncak-puncak karakteristik dari senyawa zincite, ZnO dengan struktur heksagonal wurtzit (JCPDS no. 36-1451). Puncak-puncak karakteristik tersebut terdapat pada  $2\theta = 31,769^\circ, 34,421^\circ, 36,252^\circ, 47,538^\circ, 56,602^\circ, 62,862^\circ, 66,378^\circ, 67,961^\circ, \text{ dan } 69,098^\circ$ . Selain itu, terlihat juga adanya puncak difraksi pada  $2\theta = 23,075^\circ$  dan  $27,745^\circ$  yang merupakan puncak karakteristik dari sulfur (JCPDS No.08-0247). Hal ini memperlihatkan bahwa senyawa yang disintesis merupakan senyawa murni ZnO yang terdoping Sulfur (ZnO:S). Difraktogram senyawa hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 1. Adanya penurunan intensitas dengan bertambahnya suhu pemanasan menunjukkan adanya penurunan kristalinitas partikel ZnO:S.



GAMBAR 14 Pola difraksi Kristal ZnO terdoping S (ZnO:S) pada suhu  $90^\circ\text{C}$  dan  $180^\circ\text{C}$

Hasil karakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) menunjukkan adanya perbedaan ukuran partikel dan persen massa sulfur dalam sampel pada berbagai suhu pemanasan. Ukuran partikel dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer disertai dengan koreksi alat. Ukuran partikel pada sampel ZnS1 dengan suhu pemanasan  $90^\circ\text{C}$  rata-rata sebesar  $\pm 390 \text{ nm}$ , ZnS3 pada suhu  $180^\circ\text{C}$  sebesar  $537 \text{ nm}$ .



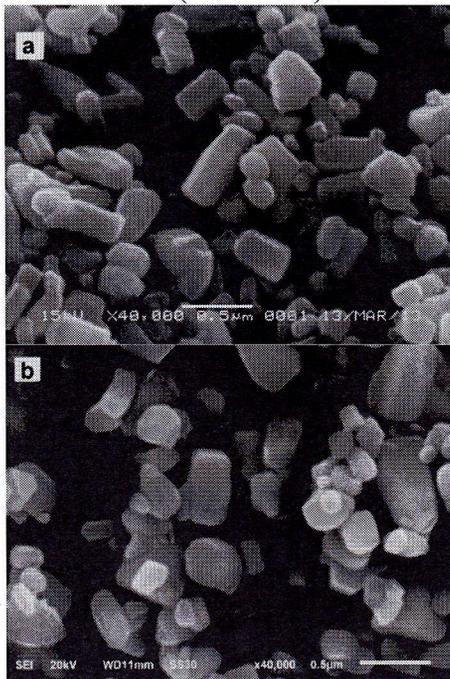
GAMBAR 15 Foto SEM partikel ZnO terdoping S (ZnO:S) pada pemanasan (a). Suhu  $90^\circ\text{C}$

(c). Suhu  $180^\circ\text{C}$

Adanya peningkatan ukuran partikel dengan meningkatnya suhu pemanasan disebabkan terjadinya agglomerasi terhadap partikel primer oleh sulfur sebagai unsur pendoping [4]. Pada Gambar 2 dapat dilihat morfologi kristal ZnO yang sedikit berbeda dimana pada suhu pemanasan 180 °C (Gambar b), partikel ZnO:S membentuk agregat (gumpalan) sehingga ukuran partikel menjadi lebih besar.

## 2. Pengaruh Lama Penggerusan Terhadap Ukuran dan Morfologi Kristal ZnO Terdoping Sulfur (ZnO:S)

Pada perlakuan variasi lama penggerusan terhadap partikel ZnO terdoping S didapatkan ukuran partikel yang menurun dengan bertambahnya lama penggerusan. Pada sampel ZnO:S dengan waktu penggerusan selama 1 jam didapatkan ukuran partikel rata-rata sebesar ± 390 nm dan waktu penggerusan selama 8 jam didapatkan ukuran partikel rata-rata sebesar ± 259 nm (Gambar 3).

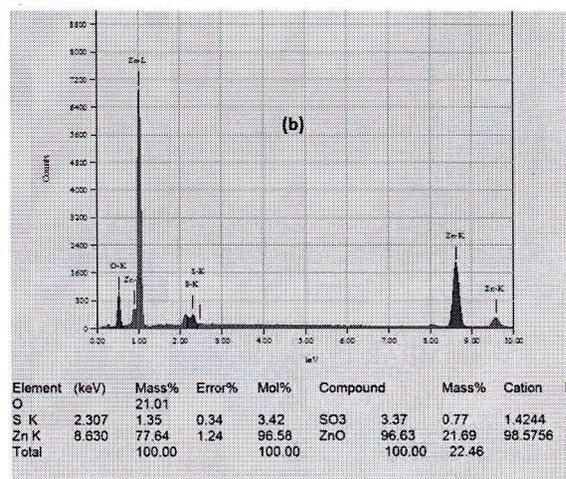
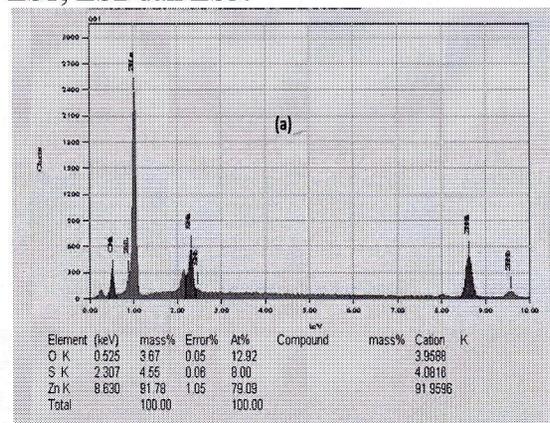


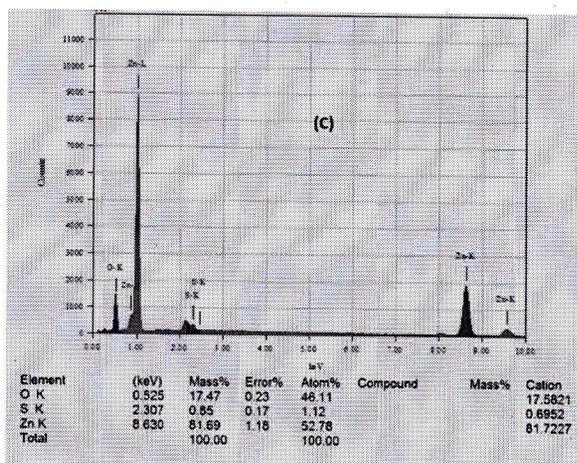
GAMBAR 16 Foto Sem Mikropartikel ZnO:S dengan waktu penggerusan selama (a) 1 jam, (b) 8 jam

Terjadinya penurunan ukuran partikel dengan bertambahnya waktu penggerusan disebabkan karena proses penggerusan dapat menstimulasi terjadinya ikatan kimia antara dua unsur untuk membentuk suatu prekursor, dan prekursor ini akan dipadatkan dengan adanya perlakuan panas [4]. Ukuran partikel ZnO:S yang masih di atas 100 nm (mikropartikel) menunjukkan suhu pemanasan atau lama penggerusan yang belum maksimal.

## 3. Pengaruh Suhu Pemanasan dan Lama Penggerusan Terhadap Persen Massa Sulfur Dalam Kristal ZnO:S

Untuk mengetahui komposisi unsur pada sampel yang disintesis digunakan Energy Dispersive X-Ray (EDX). Gambar 4 merupakan hasil spektrum EDX sampel ZS1, ZS2 dan ZS3.





GAMBAR 17 Spektra EDX mikropartikel ZnO:S pada (a).  $T=90^{\circ}\text{C}$ ,  $t=1$  jam, (b).  $T=90^{\circ}\text{C}$ ,  $t=8$  jam dan (c).  $T=180^{\circ}\text{C}$ ,  $t=1$  jam

Terjadinya penurunan persen massa sulfur dengan meningkatnya suhu pemanasan dan lama penggerusan dapat disebabkan karena melekatnya sulfur pada dinding mortar dan adanya sulfur yang menguap pada suhu pemanasan  $180^{\circ}\text{C}$ .

### KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil dikembangkan suatu metode sederhana untuk mensintesis partikel ZnO terdoping Sulfur berbahan dasar Sulfur alam pada suhu rendah. Suhu pemanasan dan waktu penggerusan memberikan pengaruh terhadap ukuran dan morfologi partikel, persen massa unsur yang tentunya akan menghasilkan sifat optik, listrik dan magnetik yang berbeda. Ukuran partikel ZnO:S yang dihasilkan pada penelitian ini belum mencapai skala nano, sehingga perlu dilanjutkan pada suhu pemanasan dan waktu penggerusan yang lebih tinggi.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini merupakan salah satu bagian dari rancangan penelitian yang

dilakukan oleh penulis dalam rangkaian Hibah Penelitian Hibah bersaing Tahun 2013. Untuk itu kami mengucapkan terimakasih kepada DIKTI yang telah mendanai penelitian ini, serta kepada Laboratorium SEM FMIPA dan Laboratorium Teknik Geologi Institut Teknologi Bandung yang telah membantu dalam karakterisasi sampel.

### DAFTAR PUSTAKA

- Shen, G., Cho, J.H., Jung, S.I., Lee, C.J. 2005. Synthesis and characterization of S-doped ZnO nanowires produced by a simple solution-conversion process. *Chemical Physics Letters*, 401, 529–533
- Win Maw Hlaing Oo. 2007. *Infrared Spectroscopy of Zinc Oxide and Magnesium Nanostructures*. Disertasi Washington state university Materials science program
- Shen, G., Cho, J.H., Yoo, J.K., Yi, G.C., Lee, C. 2005. Synthesis and Optical Properties of S-Doped ZnO Nanostructures: Nanonails and Nanowires *J. Phys. Chem. B*, 109, 5491–5496.
- Wang, J., Lu, J.F., Zhang, Q.W., Yin, S., sato, T, Saito, F. 2007. Mechanochemical doping of a non-metal element into Zinc Oxide. *Chemistry for Sustainable Development*, 15, 249–253.
- Cho, J., Lin, Q., Yang, S., Simmons, J.G., Cheng, Y., Lin, E., Yang, J., Foreman, J.V., Everitt, H.O., Yang, W., Kim, J., Liu, J. 2011. Sulfur-Doped Zinc Oxide (ZnO) Nanostars: Synthesis and Simulation of Growth Mechanism. *Nano res*, DOI 10.1007/s12274-011-0180-3.