

Karakterisasi Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Intensitas Emisi Material Luminisensi ZnO:Zn

Diky Anggoro,* Raidah Syarifah, Hasto Sunarno, Faridawati, dan Bachtera Indarto
Departemen Fisika-FIA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

Intisari

Karakterisasi pengaruh temperatur pada intensitas emisi material luminisensi ZnO:Zn telah dilakukan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui sifat optik dari ZnO:Zn sebagai material luminisensi dan akan dianalisis pengaruh temperatur terhadap intensitas emisi material luminisensi ZnO:Zn pada konsentrasi dopan 5%. Sintesis ZnO dilakukan dengan metode *solution phase* dan dalam mendapatkan material luminisensi ZnO:Zn digunakan metode *milling*. Spektrum absorbansi terbaik dihasilkan oleh ZnO:Zn dengan temperatur tertinggi kalsinasi yaitu 400°C. Berdasarkan dari karakterisasi spektrum *photoluminescence* diketahui bahwa material luminisensi ZnO:Zn dengan variasi temperatur mampu mengemisikan cahaya hijau dengan rentang panjang gelombang 523 nm. Variasi temperatur yang diberikan akan berpengaruh pada tingginya intensitas emisi ZnO:Zn yang dihasilkan seiring meningkatnya temperatur yang diberikan.

ABSTRACT

Characterization of the effect of temperature on emission intensity ZnO:Zn luminance material has been carried out. This research was conducted to determine the optical properties of ZnO:Zn as a luminous material and the effect of temperature on emission intensity of ZnO luminance material will be analyzed: Zn at 5% dopant concentration. ZnO synthesis was carried out using the solution phase method and in obtaining the ZnO:Zn luminous material, the milling method was used. The best absorbance spectrum is produced by ZnO:Zn with the highest calcination temperature of 400°C. Based on the photoluminescence spectrum characterization it is known that ZnO:Zn luminance material with temperature variations is capable of emitting green light with a wavelength range of 523 nm. Temperature variation given will affect the high intensity of ZnO emission: Zn produced as the temperature increases.

KATA KUNCI: luminisensi, zinc oxide, emisi.
<http://dx.doi.org/10.12962/j24604682.v14i3.4165>

I. PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi tepat guna dalam mengurangi jumlah kebutuhan energi yang berlebihan telah banyak dijadikan sebagai topik dalam penelitian. Inovasi teknologi tepat guna ini harus yang mempunyai efisiensi yang tinggi, ramah terhadap lingkungan sekitar dan memiliki nilai jual yang ekonomis. Salah satunya dengan pembuatan lampu hemat energi seperti LED (*Light Emitting Diodes*) [1, 2]. LED telah banyak digunakan sebagai pengganti lampu pijar dikarenakan menggunakan daya yang lebih sedikit dan waktu pemakaian yang lebih lama [3]. Dalam pembuatan LED bahan semikonduktor memegang peranan yang sangat penting yaitu sifat luminisensinya sebagai penghasil cahaya, seperti pada bahan semikonduktor yang mulai digunakan sejak tahun 2010 yaitu ZnO [4, 5]. Ada beberapa karakteristik yang membedakan ZnO dengan material semikonduktor lain. ZnO memiliki nilai band gap 3,44 eV pada temperatur rendah dan 3,37 eV pada temperatur kamar. Sebagai perbandingan, nilai band gap GaN 3,50 eV dan 3,44 eV pada temperatur rendah dan temperatur kamar [6], dimana GaN merupakan material

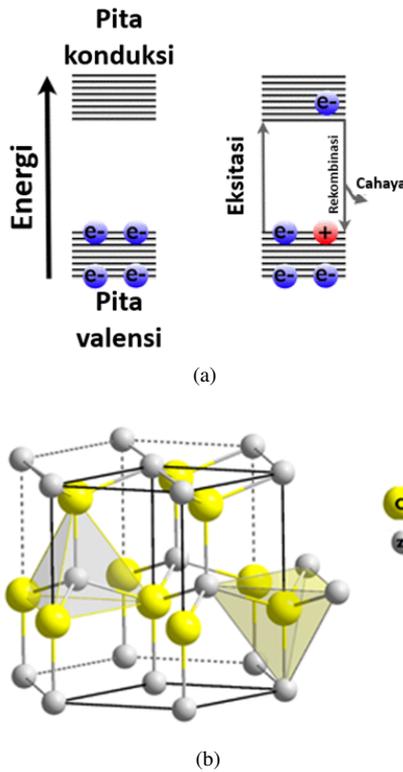
semikonduktor yang telah lebih dahulu digunakan. Sehingga material semikonduktor ZnO cocok digunakan sebagai bahan aplikasi fosfor dikarenakan sifatnya sebagai luminisensi kuat pada spektrum biru-hijau serta memiliki kelebihan yaitu keberadaannya yang melimpah di alam.

Material luminisensi merupakan material yang dapat mengkonversi berbagai macam energi menjadi radiasi elektromagnetik. Radiasi elektromagnetik yang diemisikan oleh fosfor biasanya dalam rentang cahaya tampak, namun terdapat juga di daerah spektrum ultraviolet atau infra merah. Ion fosfor dapat tereksitasi oleh banyak jenis energi [7], contohnya fotoluminisensi tereksitasi oleh foton, katodoluminisensi oleh elektron, elektroluminisensi oleh tegangan listrik, triboluminisensi oleh energi mekanik (contohnya penumbukan), *x-ray* luminisensi oleh sinar-x, kemoluminisensi oleh energi dari reaksi kimia dan sebagainya [4, 5]. Material semikonduktor ditandai dengan adanya *band gap*, yaitu celah pita energi yang terletak diantara pita valensi yang berisi elektron penuh dengan pita konduksi yang kosong seperti terlihat pada Gambar 1. Celah pita energi ini berkaitan dengan sifat luminesen material: eksitasi tahap pertama pada semikonduktor adalah pada elektron di bawah pita konduksi dan hole pada pita valensi bagian atas.

Tren penelitian saat ini mengenai material luminisensi adalah mengurangi penggunaan doping bahan tanah jarang

*E-MAIL: anggoro@physics.its.ac.id

II. METODE PENELITIAN



Gambar 1: Ilustrasi pita energi material semikonduktor dan struktur Wurtzite heksagonal ZnO [3].

[3], seperti namanya bahan doping berbasis tanah jarang selain langka keberadaannya harganya sangat mahal, sehingga pengembangan material luminesensi yang tidak berbasis doping tanah jarang sangat signifikan untuk dikembangkan dan di teliti lebih lanjut. ZnO merupakan salah satu persenyawaan dari logam Zn yang tergolong senyawa oksida. Secara umum, ZnO dapat dibuat dengan mereaksikan logam Zn dan oksigen pada temperatur rendah hingga temperatur tinggi, reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Pers.(1):



Pada struktur kristal, ZnO mempunyai sifat *piezoelectric* dan *thermionic* serta memiliki kisi kristal dengan struktur *wurtzit* dan memiliki kisi terdiri dari Zn^{2+} dan O^{2-} , setiap ion seng dikelilingi oleh ion O_2 yang berbentuk tetrahedral [8, 9]. Struktur sangat dipengaruhi oleh pita energi dan dinamika kisi. Besarnya *band gap* semikonduktor ZnO adalah 3,37 eV pada temperatur kamar dan besar eksitasi energi ikat 60 meV. Material ZnO memiliki *band gap* yang baik jika dibandingkan dengan material lainnya. ZnO sebagai material keramik semikonduktor merupakan bahan dengan konduktivitas yang berada diantara isolator dan konduktor [10, 11]. Material semikonduktor bersifat sebagai isolator pada temperatur yang sangat rendah dan bersifat sebagai konduktor pada temperatur ruangan. Semikonduktor sangat berguna karena sifat konduktifitasnya dapat dirubah dan dikontrol dengan memberi material lain atau menambahkan ketidamurnian (doping).

Langkah awal dalam penelitian ini yaitu menyiapkan bahan-bahan berupa serbuk ZnO (Zinc Oxide) yang berasal dari sintesis seng asetat dihidrat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) dengan menggunakan metode *solution phase* yang kemudian dikalsinasi pada temperatur tertentu sehingga didapatkan serbuk ZnO. Proses sintesis seng oksida dengan metode *solution phase* menggunakan larutan yang dibuat dari prekursor 5 gram seng asetat dihidrat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) dilarutkan kedalam 100 ml aquades dengan perlakuan pemanasan. Digunakan temperatur pemanasan $\pm 100^\circ C$ selama 8 jam dan dilakukan di atas hot plate magnetic stirrer. Proses pemanasan larutan dimaksudkan agar aquades mencapai *melting point* dan untuk mempercepat pelarutan. Untuk mengikat H_2O yang terdapat pada $(Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O)$, digunakan PEG (4000) sebanyak 11 gram. PEG dimasukkan pada larutan ketika aquades mencapai titik didih dalam kondisi pengadukan. PEG akan mengikat H_2O tanpa melepas ikatan Zn dengan CH_3COO . Seng oksida yang larut memiliki butir yang sangat kecil sehingga larutan akan tampak bening. Selanjutnya sintesis material ZnO:Zn dibuat dengan komponen utama yaitu ZnO yang telah berhasil dibuat sebelumnya dan seng asetat dihidrat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) sebagai prekursor dopan.

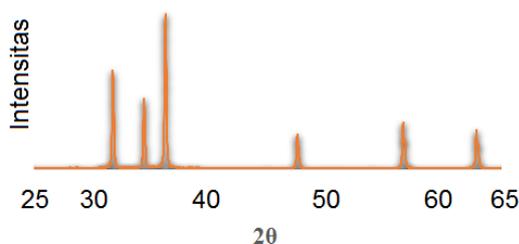
Dalam memperoleh material luminesensi ZnO:Zn, diberikan perlakuan milling selama 1 jam serta kalsinasi dengan temperatur tertentu. Untuk mendapatkan material luminesensi ZnO:Zn bentuk serbuk, ZnO (0,4 g) yang telah dihasilkan pada metode sebelumnya digerus dengan seng asetat dihidrat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) (0,057 g) selama 1 jam. Digunakan konsentrasi dopan sebesar 5%. Selanjutnya diberikan perlakuan kalsinasi dengan variasi temperatur 200, 300, dan $400^\circ C$ dengan *holding time* masing-masing 1 jam. Sampel hasil dari perlakuan kalsinasi kemudian digerus dengan tujuan untuk memperoleh serbuk ZnO:Zn yang lebih homogen. Dalam mendapatkan informasi fasa, akan dikarakterisasi dengan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD) dan untuk mengetahui sifat optik akan diuji dengan spektrometer Uv Vis serta dalam mengetahui emisi luminesensi akan diuji dengan PL Spektra.

III. HASIL DAN DISKUSI

Analisis fasa ZnO dan ZnO:Zn

Teknik preparasi material luminesensi ZnO melalui metode *solution phase* telah berhasil dilakukan pada penelitian ini. Serbuk ZnO berhasil diperoleh melalui proses kalsinasi dengan temperatur $800^\circ C$. Untuk mengetahui fasa, struktur kristalit, dan ukuran kristal material luminesensi ZnO tanpa dopan dilakukan pengujian XRD.

Setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran akan disesuaikan dengan JCPDS atau standar difraksi sinar-X. Dengan menggunakan program *Match!* sebagai referensi *database* kisi Kristal berbagai senyawa, maka diper-



Gambar 2: Pola XRD ZnO pada temperatur 800°C.

oleh nilai 2θ yang bersesuaian untuk masing-masing Kristal. Uji XRD dilakukan dengan jangkauan sudut 2θ dari sudut 25° sampai dengan 65° . Pola XRD ZnO pada temperatur 800°C dapat dilihat pada Gambar 2.

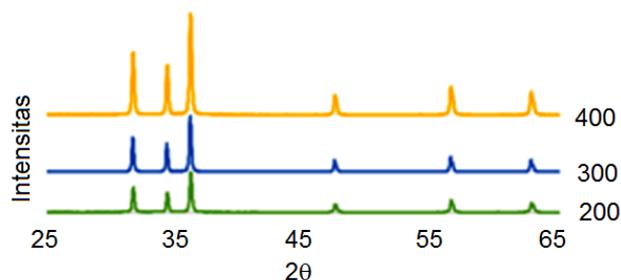
Pola XRD pada Gambar 2 menunjukkan bahwa puncak-puncak difraksi ZnO pada temperatur 800°C terdapat pada 2θ : 31,75 ; 34,41 ; 36,23 ; 47,53 ; 56,57 ; 62,84 [PDF 96-900-4180]. Pada pola difraksi ZnO yang telah diuji tidak ditemukan fase lain. Hasil ini sesuai dengan pola difraksi ZnO struktur heksagonal dengan *space group* P 63 mc dan parameter *unit cell* $a = 3,253 \text{ \AA}$, dan $c = 5,2 \text{ \AA}$. Dalam memperoleh ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer [3, 12]. Dari perhitungan yang telah dilakukan diperoleh hasil rata-rata ukuran kristal ZnO pada temperatur 800°C yaitu sebesar 180,77 nm.

Setelah memperoleh informasi fasa yang terbentuk pada ZnO, maka dibuat material luminisensi ZnO:Zn dengan variasi temperatur kalsinasi. ZnO dengan dopan Zn sebagai material luminesensi telah berhasil didapatkan melalui teknik *milling* (penggerusan). Setelah melalui proses *milling*, sampel diberi perlakuan kalsinasi pada variasi temperatur 200, 300 dan 400°C . Dilakukan pengujian XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Berdasarkan dari hasil uji yang telah dilakukan didapatkan fasa tunggal yang terbentuk yaitu ZnO dengan struktur wurtzit tanpa adanya fasa lain. Hal ini dibuktikan dengan pola XRD yang terbentuk pada Gambar 3 yang menunjukkan bahwa puncak-puncak difraksi ZnO:Zn terdapat pada 2θ : 31,75 ; 34,41 ; 36,25 ; 47,53 ; 56,50 ; 62,86 untuk temperatur 200°C , 31,68 ; 34,50 ; 36,34 ; 47,64 ; 56,75 ; 62,93 untuk temperatur 300°C , dan 31,76 ; 34,42 ; 36,24 ; 47,54 ; 56,58 ; 62,86[96-230-0113] untuk temperatur 400°C yang dapat dilihat pada Gambar 3.

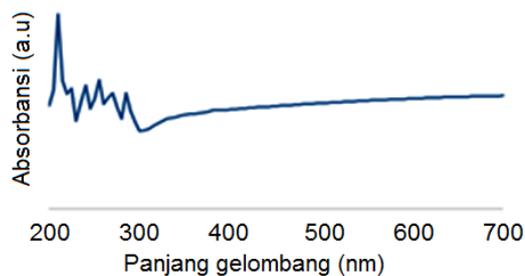
Pada pola difraksi material luminisensi ZnO:Zn yang telah diuji tidak ditemukan puncak baru atau dengan kata lain fasa yang terbentuk merupakan fasa tunggal. Hal ini membuktikan bahwa doping Zn tidak mempengaruhi fasa ZnO yang terbentuk. Hasil ini sesuai dengan pola difraksi ZnO struktur heksagonal dengan *space group* P 63 mc dan parameter *unit cell* $a = 3,2494 \text{ \AA}$, dan $c = 5,2054 \text{ \AA}$.

Analisis Sifat Optik Absorbansi dan Transmittansi ZnO dan ZnO:Zn

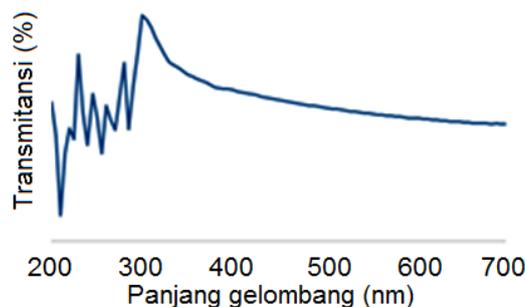
Spektrofotometer UV-Vis merupakan suatu gambaran yang menyatakan hubungan antara panjang gelombang atau frekuensi serapan terhadap intensitas serapan. Pengujian



Gambar 3: Pola XRD ZnO:Zn dengan variasi temperatur 200, 300, dan 400°C .



(a)

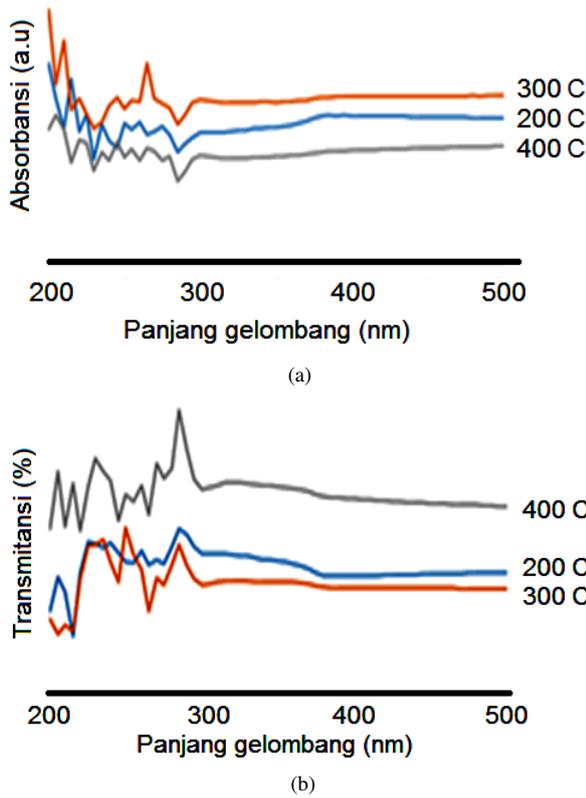


(b)

Gambar 4: Spektrum absorbansi dan transmittansi ZnO pada temperatur kalsinasi 800°C .

spektrofotometer UV-Vis-NIR dilakukan pada ZnO dengan temperatur kalsinasi 800°C untuk mengetahui absorbansi dan transmittansi dari ZnO pada rentang panjang gelombang 200 hingga 700 nm.

Pada Gambar 4 menunjukkan kemampuan absorbansi ZnO pada rentang sinar ultraviolet yaitu panjang gelombang 200 nm sampai 300nm dengan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 210 nm. Absorbansi merupakan kemampuan suatu material dalam menyerap suatu cahaya atau energi. Absorbansi pada suatu material luminisen sangat berpengaruh terhadap intensitas emisi pada material ZnO, sedangkan terlihat pada Gambar 4 yang menunjukkan transmittansi dari ZnO dengan rentang panjang gelombang maksimum 300 nm. Apabila suatu molekul menyerap radiasi ultraviolet, di dalam molekul tersebut terjadi perpindahan tingkat energi elektron-elektron ikatan pada orbital molekular paling luar

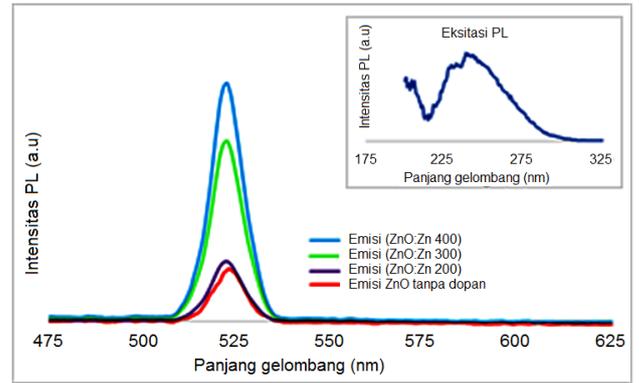


Gambar 5: Spektrum absorpsi dan transmitansi ZnO:Zn dengan variasi temperatur kalsinasi 200, 300, dan 400°C.

dari tingkat energi yang lebih rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi. Transmittansi merupakan bagian cahaya yang diteruskan melalui larutan.

Proses pengujian sifat optik ZnO:Zn dilakukan dengan menggunakan alat UV-Vis untuk memperoleh nilai absorpsi dan transmittansi pada rentang panjang gelombang sinar ultraviolet sampai cahaya tampak. Pada proses spektroskopi UV-Vis digunakan spectrometer UV-Vis dengan sampel larutan koloid ZnO:Zn dengan aquades sebagai pelarut yang telah melalui proses kalsinasi dengan variasi temperatur. Hasil pengujian sifat optik ZnO:Zn dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis menghasilkan spektra absorpsi ZnO:Zn pada rentang panjang gelombang antara 200 sampai 500 nm.

Gambar 5 menunjukkan absorpsi dan transmittansi maksimum ZnO:Zn berada pada temperatur 400°C dibandingkan dengan ZnO:Zn pada temperatur 200 dan 300°C. Hal ini ditunjukkan dari terbentuknya puncak spektrum maksimum berada pada rentang panjang gelombang 290 nm. Absorpsi cahaya pada suatu material merupakan bentuk interaksi gelombang cahaya dan atom molekulnya. Energi cahaya diserap oleh atom untuk bertransisi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Pada material luminesensi ZnO:Zn untuk temperatur kalsinasi 400°C memiliki kemampuan absorpsi lebih baik dibandingkan dengan pada temperatur 200°C dan 300°C yang berkebalikan dengan kemampuan transmittansinya. Hal ini disebabkan tingginya absorpsi berpen-



Gambar 6: Spektrum PL ZnO:Zn dengan variasi temperatur 200, 300, dan 400°C.

aruh pada banyaknya cahaya yang akan diserap sedangkan cahaya yang akan dilewatkan sedikit.

Analisis emisi material luminesensi ZnO:Zn

Intensitas emisi yang dipancarkan pada masing-masing ZnO:Zn dengan variasi temperatur 200, 300 dan 400°C meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur pada rentang panjang gelombang 500-530 nm. Dengan demikian warna pada cahaya tampak yang dihasilkan akan semakin kuat atau terang. Puncak intensitas emisi pada ZnO tanpa dopan dan dengan dopan Zn terletak pada 532 nm yang merupakan panjang gelombang warna hijau sesuai dengan Gambar 6.

Pada Gambar 6 emisi yang tertinggi dipancarkan oleh ZnO:Zn pada temperatur 400°C dengan panjang gelombang maksimum 525,5 nm. Sebaliknya pada panjang gelombang yang sama, emisi justru tampak menurun yaitu pada temperatur 200°C. Semakin tinggi temperatur kalsinasi semakin banyak atom yang dapat meninggalkan posisi kesetimbangannya dan semakin banyak kekosongan yang dapat dijumpai pada kristal. Akibat dari banyaknya kekosongan yang terjadi maka dopan akan masuk menggantikan kekosongan pada kristal. Apabila banyak energi foton yang terserap maka akan semakin banyak elektron yang tereksitasi hal ini menyebabkan intensitas emisi yang akan dipancarkan turut membesar. Hal ini menunjukkan bahwa temperatur akan berpengaruh terhadap emisi yang dipancarkan. Temperatur kalsinasi yang dilakukan belum mencapai titik *quenching*, sehingga bila diberikan variasi temperatur kalsinasi yang lebih tinggi besar kemungkinan intensitas dari kurva PL semakin tinggi dan menghasilkan emisi cahaya hijau yang lebih baik.

IV. SIMPULAN

Material luminesensi ZnO:Zn untuk temperatur kalsinasi 400°C memiliki kemampuan absorpsi yang baik yaitu pada rentang panjang gelombang sinar ultraviolet 290 nm dan berkebalikan dengan kemampuan transmittansinya. Hal ini disebabkan tingginya absorpsi berpengaruh pada

banyaknya cahaya yang akan diserap sedangkan cahaya yang akan dilewatkan sedikit. Pengaruh temperatur terhadap intensitas emisi material luminisen ZnO:Zn pada konsentrasi dopan 5% yaitu semakin tinggi temperatur pada 200, 300, dan 400°C

dihasilkan intensitas emisi yang semakin tinggi. Emisi yang tertinggi dipancarkan oleh ZnO:Zn pada temperatur 400°C dengan panjang gelombang maksimum 525,5nm.

-
- [1] C. Panatarani, D. Anggoro, and F. Faizal, "Solution Phase Synthesis and Photoluminescent Properties of Nanocrystal $\text{LaPO}_4:\text{Eu}^{3+}$ ", *AIP Conf. Proc.*, vol. 1284, pp. 77-80, 2010.
- [2] D. Anggoro and T. Winata, "Penumbuhan Silikon Nanowire dengan Nanokatalis Perak menggunakan Metode HWC-In Plasma-VHF-PECVD melalui Optimasi Tekanan", *J. Fis. dan Apl.*, vol. 10, pp. 84-89, 2014.
- [3] D. Anggoro, R. Yuniasari, and H. Sunarno, "Pengaruh Konsentrasi Doping terhadap Intensitas Emisi Material Luminisensi ZnO:Zn", *J. Fis. dan Apl.*, vol. 14, pp. 1-4, 2018.
- [4] B.G.G. Blasse, "Luminescent Materialse", Springer Netherlands, 1994.
- [5] S. Nakamura, "The Blue Laser Diode:GaN Based Light Emitter and Lasers", Springer, Berlin, 1997.
- [6] S. Chakraborty and P. Kumbhakar, "Effect of polyethylene glycol on the particle size and photoluminescence emissions characteristics of chemically synthesized ZnO nanoparticles", *Opt. Commun.*, vol. 318, pp. 61-66, 2014.
- [7] D. Anggoro and Endarko, "Evaluating Capacitive Deionization for Measurements of the Salt-Removal of NaCl, KCl and MgCl at Various Cell Voltages", *Adv. Mater. Res.*, vol. 1112, pp. 271-274, 2015.
- [8] R. Bhaskar, A. R. Lakshmanan, M. Sundarajan, T. Ravishankar, M. T. Jose, and N. Lakshminarayan, "Mechanism of green luminescence in ZnO", *Indian J. Pure Appl. Phys.*, vol. 47, no. 11, pp. 772-774, 2009.
- [9] M. A. Tshabalala, B. F. Dejene, and H. C. Swart, "Synthesis and characterization of ZnO nanoparticles using polyethylene glycol (PEG)", *Phys. B Phys. Condens. Matter*, vol. 407, no. 10, pp. 1668-1671, 2012.
- [10] J. Xu, "Luminescence in ZnO", *Mater. luminiscence*, vol. 78, December, pp. 41-47, 2004.
- [11] N. Shakti, "Structural and Optical Properties of Sol-gel Prepared ZnO Thin Film", *Appl. Phys. Res.*, vol. 2, no. 1, pp. 19-28, 2010.
- [12] D. Anggoro, M.S. Muntini, I. Fatimah, Sudarsono, "Modelling Dynamics of ZnO Particles in The Spray Pyrolysis Reactor Tube", *UNEJ e-Proceeding*, vol. 1, pp. 177-180, 2017.