

Pengaruh Variasi Holding Time Terhadap Struktur dan Sifat Resistifitas dan Konduktifitas ZnO Dengan Doping Ni

Golfrid Gultom^{1*}, Enda Rasilta Tarigan², Dejoy Irfian Situngkir¹,
Abdul Azis Rahmansyah¹

¹Program Studi Teknik Mekanika, Politeknik Teknologi Kimia Industri Medan

²Program Studi Agribisnis Kelapa Sawit, Politeknik Teknologi Kimia Industri Medan

*Email: golfridg@ptki.ac.id

Abstract

This study aims to determine the effect of holding time variations on the structure, electrical and magnetic properties of ZnO doped with Ni. The fabrication of the samples used the solid state reaction method with a high speed shaker mill and continued with sintering at temperature of 900°C with variable holding time of 2, 4 and 8 hours. Samples doped with Ni have a hexagonal wurtzite polycrystalline structure. The holding time treatment causes a shift in the diffraction peak in the Ni-doped ZnO. This indicates a change in crystal parameters such as lattice parameters and crystal size. The crystal size of $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ increased with increasing holding time. The longer the holding time, the longer the diffusion that occurs from the heat effect, so that the small grains have sufficient time to combine (agglomerate) into large grains. The resistivity of $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ samples with holding time of 2, 4 and 8 hours was obtained increasing which caused a decrease in the conductivity value of $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$.

Keywords: ZnO, resistivity, conductivity, holding time

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi waktu penahanan pada struktur, sifat listrik dan magnetik ZnO yang didoping dengan Ni. Fabrikasi sampel menggunakan metode reaksi *solid state* dengan shaker mill kecepatan tinggi dan dilanjutkan dengan sintering pada suhu 900°C dengan waktu penahanan variabel 2, 4 dan 8 jam. Sampel yang didoping dengan Ni memiliki struktur polikristalin wurtzite heksagonal. Perlakuan waktu penahanan menyebabkan pergeseran puncak difraksi di ZnO yang didoping Ni. Ini menunjukkan perubahan parameter kristal seperti parameter kisi dan ukuran kristal. Ukuran kristal $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ meningkat dengan bertambahnya waktu penahanan. Semakin lama waktu penahanan, semakin lama difusi yang terjadi dari efek panas, sehingga butir kecil memiliki waktu yang cukup untuk bergabung (aglomerat) menjadi butir besar. Resistivitas sampel $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ dengan waktu penahanan 2, 4 dan 8 jam diperoleh meningkat yang menyebabkan penurunan nilai konduktivitas $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$.

Kata kunci: ZnO, resistivitas, konduktivitas, waktu penahanan

1. PENDAHULUAN

Pengendalian dan tuning sifat elektromagnetik di dalam dilute magnetic semiconductor (DMS) seperti ZnO, TiO₂, dan SnO₂ telah banyak dipelajari pada beberapa dekade terakhir

ini. ZnO memiliki kelebihan dibanding dengan material yang lain, seperti murah, tidak beracun dan ramah lingkungan [1]. ZnO merupakan material semikonduktor memiliki stabilitas kimia dan termal yang tinggi, dengan celah energy yang besar yaitu 3.37 eV dan energi ikat sebesar 60 MeV [2,11]. Hal itu menjadikan ZnO berpotensi dalam banyak aplikasi, seperti sel surya, optoelektronik, magnetic tunnel junctions, photovoltaics, light-emitting diodes, perangkat berbasis spintronik, dan sensor [3]. Temperatur ruang ferromagnetik (Room-temperature ferromagnetism) dalam sistem ZnO doping transisi metal khususnya Ni telah dipelajari secara intensif dalam beberapa tahun ini [4]. Pengendalian muatan elektron dalam semikonduktor telah berhasil dilakukan untuk memperoleh *integrated circuit devices* dengan frekuensi tinggi misalnya pada perangkat spintronic. Penelitian tentang perangkat *spintronic* ini berawal dari prediksi secara teoritis yang melaporkan bahwa substitusi sejumlah kecil unsur logam transisi dalam senyawa *host* kristal semikonduktor dapat meningkatkan sifat magnetik material [5]. Diprediksi bahwa sifat magnet yang stabil dengan suhu curie (T_C) yang tinggi terdapat dalam material ZnO yang didoping dengan Fe, Co, Ni, atau Mn [6]. Material yang didoping ini dikenal sebagai *Diluted Magnetic Semiconductor* (DMS) [6,7]

ZnO adalah semikonduktor yang mempunyai struktur *hexagonal wurtzite* dengan celah pita yang lebar (~3,4 - 3,7 eV) [2]. ZnO memiliki kelebihan dibanding dengan material yang lain, seperti murah, tidak beracun dan ramah lingkungan. Temperatur ruang ferromagnetik (Room-temperature ferromagnetism) dalam sistem ZnO doping transisi metal khususnya Ni telah dipelajari secara intensif dalam beberapa tahun ini, Nikel (Ni) merupakan logam transisi yang memiliki jari-jari mendekati jari-jari Seng (Zn). Hal tersebut mengakibatkan ion Ni^{2+} lebih mudah mensubstitusi ion Zn^{2+} di dalam kristal ZnO [4]. Nikel adalah unsur yang efisien sebagai dopan untuk memperbaiki sifat listrik dan magnet dari semikonduktor ZnO karena jari-jari ionik Ni dengan Zn yang hampir sama, dan keadaan elektron yang divalent [8]. Membuat Ni menjadi dopan yang baik karena dapat dengan mudah masuk ke dalam kisi kristal ZnO atau mensubstitusi posisi Zn didalam kristal posisi ZnO [12].

ZnO doping Ni telah dipelajari dengan berbagai metode sintesa yang berbeda, seperti solid state reaction, sol-gel, kopresipitasi, sputtering dan hidrotermal [13]. Hal ini karena metode *solid state reaction* adalah metode yang paling sederhana dibandingkan dengan metode yang lain. Selain itu, biayanya murah dan hasil pabrikasinya dapat digunakan untuk target keramik dalam deposisi lapisan tipis [8]. Metode *solid state reaction* menggunakan alat milling merupakan metode sederhana dalam skala laboratorium. Pada paper ini, kami melakukan sintesa ZnO doping Ni dengan metode solid state reaction menggunakan High speed shaker mill. Efek holding time terhadap struktur, sifat listrik dan magnet dari ZnO doping Ni dipelajari.

2. METODOLOGI PENELITIAN

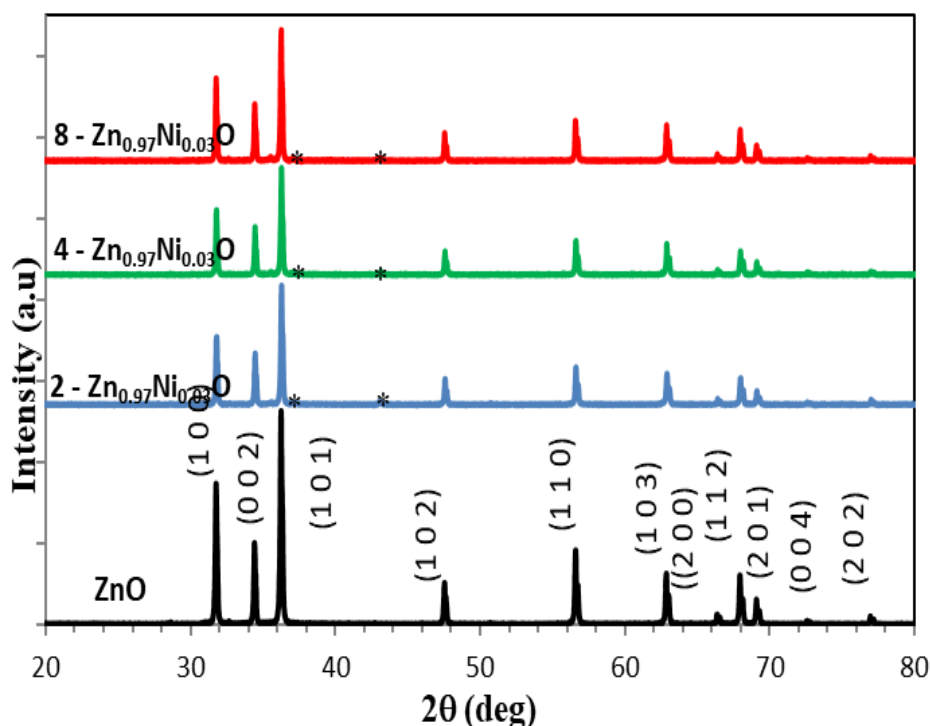
Fabrikasi ZnO doping Mn dilakukan dengan menggunakan metode *solid state reaction*. Sumber material utama berbasis oksida keramik (ZnO) sedangkan material doping (Ni) berasal dari NiO. Material ZnO dan NiO ditimbang menurut rasio stoikimetri sesuai dengan persamaan reaksi $Zn_{0,97}Ni_{0,03}O$. Kemudian sampel dimixing dan dimilling menggunakan *High Speed Shaker Mill* secara *wet milling* selama 3 jam. Perbandingan serbuk dan bola adalah 1:10. Serbuk hasil milling dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 3 jam. Serbuk kemudian disintering pada atmosfer udara dengan suhu 900°C masing-masing dengan waktu penahanan 2, 4 dan 8 jam. Sampel serbuk yang

sudah disintering kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, I-V meter, C-V meter dan VSM untuk mempelajari struktur, sifat listrik dan sifat magnet pada sampel.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

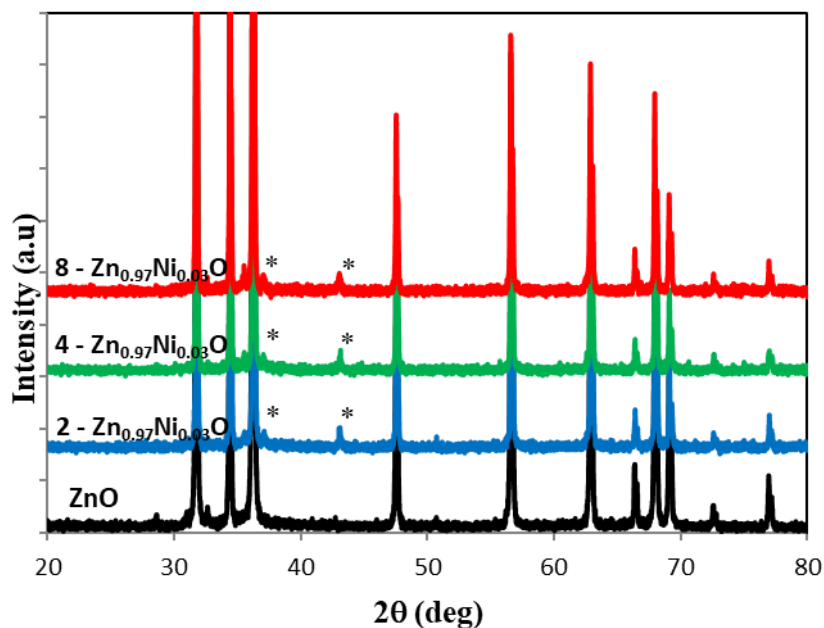
Analisa X-Ray Diffraction (XRD) pada konsentrasi 3% dengan *Holding time 2, 4 dan 8 jam.*

Hasil karakterisasi XRD dari semua puncak yang berurutan dari sudut 2θ dari 20° - 80° yang secara berurutan berhubungan dengan bidang (100) (002) (101) (102) (110) (103) (200) (112) (201) (004) dan (202) struktur wurtzite ZnO. Gambar 1 memperlihatkan bahwa sampel yang telah disintesa dari konsentrasi dopan 3 % atom Ni dengan variasi *holding time 2, 4 dan 8 jam* memiliki struktur utama ZnO hexagonal wurtzite Hal ini dapat dilihat dengan jelas pada puncak difraksi dari ketiga sampel yaitu pada sudut $31,77^\circ$ dimana berhubungan dengan bidang (1 0 0) pada struktur wurtzite ZnO. Puncak tambahan yang berhubungan dengan impuritas terjadi pada semua sampel.



Gambar 1. Terbentuk fasa pada hasil XRD dari sampel dari sampel $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ pada *holding time 2, 4 dan 8 jam* dengan suhu sintering $900^\circ C$.

Puncak tambahan yang berhubungan dengan impuritas, terjadi pada semua sampel $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ dengan *holding time 2, 4 dan 8 jam* pada sudut 2θ sekitar $37,15^\circ$ dengan intensitas puncak yang relatif sama, kehadiran puncak tambahan pada sampel ZnO didop Ni pada semua sampel berdasarkan *holding time* dapat dilihat jelas pada Gambar 1. Pada *holding time 2 jam* terbentuk fasa $Zn_{0.1}Ni_{0.90}O$, pada *holding time 4 jam* terbentuk fasa NiO dan *holding time 8 jam* terbentuk $Zn_{0.3}Ni_{0.70}O$.



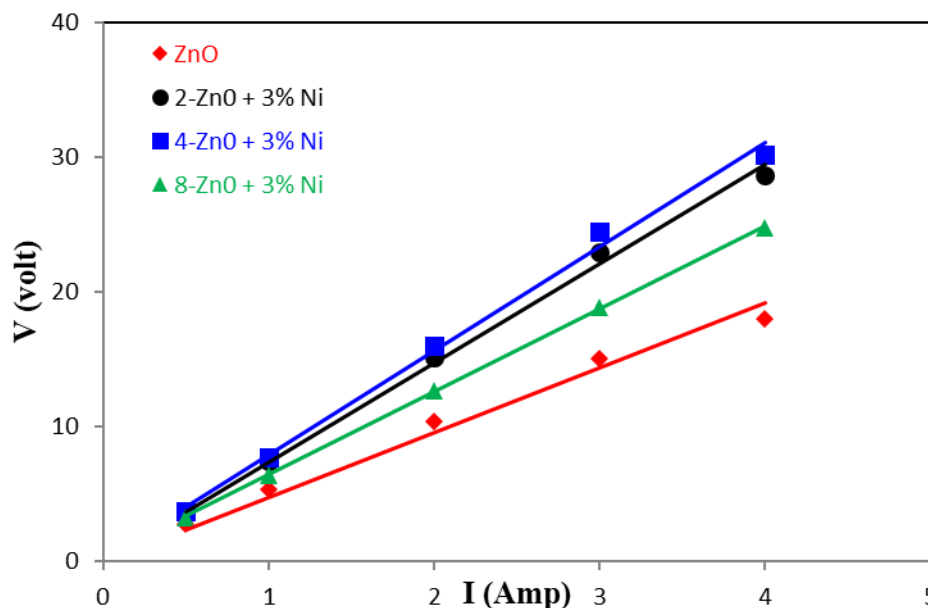
Gambar 2. Terbentuk fasa pada hasil XRD dari sampel dari sampel $\text{Zn}_{0.97}\text{Ni}_{0.03}\text{O}$ dengan *holding time* 2, 4 dan 8 jam dengan suhu sintering $900\text{ }^{\circ}\text{C}$

Dari gambar 2. menunjukkan pergeseran puncak–puncak difraksi pada bidang (1 0 0) ke arah sudut 2θ yang lebih besar, FWHM menurun dengan kenaikan *holding time* dari sampel ZnO didop Ni, pada FWHM yang menurun seiring dengan penambahan kenaikan *holding time*, yang menyebabkan ukuran rata-rata kristalite bertambah. Nilai FWHM pada posisi puncak (1 0 0) ditunjukkan dalam Tabel 1. Ukuran kristal dari $\text{Zn}_{0.97}\text{Ni}_{0.03}\text{O}$ bertambah besar dengan meningkatnya *holding time*. Semakin lama *holding time* menyebabkan difusi yang terjadi dari efek panas lebih lama, sehingga butiran kecil memiliki waktu yang cukup untuk bergabung (aglomerasi) menjadi butiran besar.

Tabel 1. Parameter kisi sampel $\text{Zn}_{0.97}\text{Ni}_{0.03}\text{O}$ pada *holding time* 2, 4 dan 8 jam dengan suhu sintering $900\text{ }^{\circ}\text{C}$

Sampel $\text{Zn}_{0.97}\text{Ni}_{0.03}\text{O}$	a (Å)	c (Å)	c/a	d (Å)	FWHM ($^{\circ}$)	Intensitas (cps)	D (Å)
0	3.249	5.205	1.602	2.814	0.165	1543.9	500.6
2	3.248	5.202	1.601	2.810	0.158	765.8	519.9
4	3.245	5.198	1.601	2.810	0.157	684.1	525.8
8	3.248	5.202	1.601	2.813	0.146	864.9	562.7

Nilai a dan c dari $\text{Zn}_{0.97}\text{Ni}_{0.03}\text{O}$ didapatkan berubah dengan peningkatan *holding time*. Nilai c/a juga konstan untuk perubahan *holding time*. Hal ini berarti bahwa *holding time* tidak begitu banyak/kuat berkontribusi pada parameter kisi. Namun nilai parameter kisi dalam pekerjaan ini lebih kecil jika dibandingkan dari teori (JCPDS No. 00-005-0664, $a = 3,249\text{ \AA}$, dan $c = 5,205\text{ \AA}$). Hal ini dikarenakan sebagian ion Ni^{2+} telah mensubstitusi ion Zn^{2+} dalam kisi Zn



Gambar 3. Grafik hasil pengukuran I-V sampel ZnO + 3% Ni dengan *holding time* 2, 4 dan 8 jam dengan suhu sintering 900 °C

Dengan menggunakan persamaan hukum ohm ($V = I.R$) diperoleh nilai resistansi dari sampel $Zn_{1-x}Ni_xO$ ($x = 3\%$ atom) pada *holding time* 2, 4 dan 8 jam dengan suhu sintering 900 °C. Konduktivitas listrik σ (S/cm) berhubungan dengan resistivitas ρ ($\Omega.m$) sesuai dalam Nilai resistansi, resistivitas dan konduktivitas dari sampel $Zn_{1-x}Ni_xO$ ($x = 3\%$ atom) pada *holding time* 2, 4 dan 8 jam.

Tabel 2. Hasil perhitungan resistivitas dan konduktivitas sampel $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ pada *holding time* 2,4 dan 8 jam dengan suhu sintering 900 °C.

<i>Holding time</i> (jam)	Konsentrasi Ni (at.%)	R (ohm)	ρ (ohm.cm)	σ (S/cm)
2	3	7×10^6	3.91×10^7	2.56×10^{-8}
4	3	6×10^6	4.10×10^7	2.44×10^{-8}
8	3	8×10^6	6.91×10^7	1.45×10^{-8}

Dari hasil perhitungan diperoleh bahwa sampel ZnO murni mempunyai nilai resistivitas ($\rho = 3,44 \times 10^5$ ohm.m) sedangkan konduktivitas ($\sigma = 2,90 \times 10^{-6}$ S/m), yang menunjukkan dalam rentang nilai bahan semikonduktor.

4. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian diperoleh resistivitas sampel $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ dengan *holding time* 2, 4 dan 8 jam diperoleh semakin meningkat dengan meningkatnya *holding time* juga menyebabkan perubahan nilai konduktivitas dari $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ menurun. Ini disebabkan perbedaan antara jari-jari ion Zn^{2+} dan ion Ni^{2+} menyebabkan internal stress pada sistem kisi ZnO [12] yang menyebabkan cacat pada batas butir. Pergerakan muatan terhambat oleh kehadiran cacat pada batas butir. Selain itu, kekosongan oksigen juga

diyakini berkontribusi pada nilai konduktivitas listrik [10]. *Holding time* pada proses sintering juga berpengaruh pada pengurangan cacat pada batas butir ataupun cacat karena vacansi oksigen. Dengan demikian, *holding time* pada pekerjaan ini memiliki peranan penting dalam memperbaiki struktur, dan sifat listrik dari $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$. Pada sampel $Zn_{0.97}Ni_{0.03}O$ dengan kenaikan *holding time* menyebabkan terjadinya aglomerasi yang didukung dengan hasil karakterisasi XRD.

5. REFERENSI

- [1] J.Das,D.K. Mishra, V.V. Srinivasu, D.R. Sahu, and B.K. Roul, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2015, 111–116.
- [2] G.Vijayaprasath, R. Murugana, S. Asaithambia, P. Sakthivela, T. Mahaling, Y. Hayakawa and G.Ravi, *Ceramics International*, 2015
- [3] V. A. Coleman and C. Jagadish, Department of Electronic Materials Engineering, Research School of Physical Sciences and Engineering, The Australian National University, Canberra, ACT 0200, 2006, Australia
- [4] Jeevan Jadhav, Mahesh Patange, and Somnath Biswas, *Carbon – Science and Technology*, 2013
- [5] K.P. Shinde, R.C.Pawar, B.B.Sinha, H.S.Kima, S.S.Oha, K.C.Chung, *Ceramics International*. 2014
- [6] Abdel-wahab, Asim Jilani, I.S. Yahia, Attieh A. Al-Ghamdi, *Superlattices and Microstructures*, 2016
- [7] Min Zhong, Ying Li, Muhammad Tariq, Yemin Hu, Wenxian Li, Mingyuan Zhu, Hongmin Jin, Yibing Li, *Journal of Alloys and Compound*, 2016
- [8] M. Kakazey a,n, M.Vlasov, Y.Vorobiev, I.Leon, M. Cabecera Gonzalez, Edgar Arturo Chávez Urbiola, *Physica B*, 2014
- [9] C K Ghosh, S Malkhandi M.K Mitraand K.K Chattopadhyay, IOP Publishing Ltd *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2008
- [10] Jeevan Jadhav and Somnath Biswas, Shape-controlled magnetic nanoplatelets of Ni-doped ZnO synthesized via a chemical precursor* Department of Physics, The LNM Institute of Information Technology, Jaipur – 302031, India. 2015
- [11] Gunjan Srinet, Dielectric studies of Ni and Ba doped Zno Samples; *Ceramic International*, vol. 40, pp. 4025, 2014. *AIP Conference Proceedings*, vol. 1536, pp. 247, 2013
- [12] Dianguang Liu, Yan Gao, Jinling Liu, Yiguang Wang, Linan An, 2016, *j.ceramics internasional*.08.048. Barker, S. Crowther, D. Rees, Room temperature rf magnetron sputtered ZnO for electromechanical devices, *Sensors and Actuators A*. 58, 1997 229-235.
- [13] G. Gultom, E.R. Tarigan, E.C. Sitepu, *Metal Indonesia*, 2019, 41-46