

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSTRUKTUR TEMBAGA OKSIDA DENGAN METODE HIDROTERMAL

CITRA DELIANA DEWI SUNDARI^{1*}, RENI FITRIANI RAHAYU¹, NENENG WINDAYANI¹

¹Program Studi Pendidikan Kimia, Fakultas Tarbiyah dan Keguruan, UIN Sunan Gunung Djati Bandung, Jl. A.H. Nasution No. 105 Cipadung, Bandung 40614

*alamat email korespondensi: citra@uinsgd.ac.id

Riwayat Naskah	Abstrak/Abstract
Riwayat Naskah : Diterima pada 9 Mei 2018 Diterima setelah direvisi pada 8 Juni 2018 Diterbitkan pada 28 Juni 2018	Karakteristik material tembaga oksida (CuO) bergantung pada struktur dan morfologinya. Prosedur sintesis tembaga oksida memberikan pengaruh yang signifikan terhadap struktur dan morfologi material yang dihasilkan. Pada penelitian ini, nanostruktur tembaga oksida disintesis melalui proses hidrotermal dengan prosedur yang relatif sederhana. Karakterisasi terhadap sampel CuO yang dihasilkan menunjukkan morfologi partikel yang tidak beraturan dan berongga dengan ukuran partikel berkisar antara 300-800 nm dan ukuran rongga berkisar antara 100-300 nm. Struktur CuO dikonfirmasi dengan adanya puncak difraksi karakteristik CuO pada sudut difraksi (2θ) 35,29° dan 38,50°. Nanostruktur CuO yang dihasilkan memperlihatkan serapan maksimum pada panjang gelombang 416-422 nm.
Kata Kunci: tembaga oksida; nanostruktur CuO; metode hidrotermal.	<i>Copper oxide (CuO) material characteristics depend on the structure and morphology. The procedure for the synthesis of copper oxide has a significant influence on the structure and morphology of the material produced. In this study, copper oxide nanostructure have been synthesized via hydrothermal method with a relatively simple procedure. Characterization of the CuO sample produced showed irregular shape with particle sizes ranging from 300-800 nm and cavity sizes ranging from 100 to 300 nm. CuO structure was confirmed by the presence of CuO diffraction characteristics at diffraction angles (2θ) 35.29° and 38.50°. The resulting CuO nanostructure absorb visible light at maximum wavelengths of 416-422 nm.</i>
Keywords: copper oxide; CuO nanostructures; hydrothermal method.	

PENDAHULUAN

Tembaga (II) oksida (CuO) merupakan salah satu senyawa oksida logam transisi yang memiliki karakteristik menarik sebagai semikonduktor tipe-p. Oksida logam transisi ini memiliki celah pita energi (*band gap*) yang sempit, yaitu 1,2 eV pada fasa ruah (*bulk*) [1]. Karena sifatnya ini, tembaga (II) oksida dapat diaplikasikan sebagai sel surya, fotodetektor, fotokatalis, dan *field emission displays* (FEDs). Dalam aplikasi fotovoltaik sendiri, CuO banyak menarik perhatian karena harganya yang relatif murah, absorbansi cahaya yang tinggi, emisi termal yang rendah, tidak beracun, serta proses pembuatan yang relatif sederhana [2,3]. Selain itu, material ini memiliki kestabilan dan sifat listrik yang baik [4,5]. Material ini juga merupakan bahan dasar bagi beberapa superkonduktor suhu tinggi dan material GMR (*giant magneto resistance*) [6-12]. Untuk aplikasi-aplikasi tersebut, ukuran dan bentuk/morfologi material memainkan peranan penting, karena ukuran dan morfologi yang berbeda akan menyebabkan perbedaan karakteristik material tersebut [13].

Prosedur sintesis tembaga (II) oksida memberikan pengaruh yang signifikan terhadap

ukuran dan morfologi material yang dihasilkan [13]. Penelitian-penelitian sebelumnya telah berhasil mensintesis nanostruktur CuO melalui berbagai metode, diantaranya rute *wet-chemistry* [14], preparasi sonokimia [15], reaksi fasa padatan [16], proses sol gel [17], dan lain-lain.

Pada penelitian ini, nanostruktur CuO disintesis menggunakan metode hidrotermal. Metode ini dipilih karena memiliki beberapa kelebihan diantaranya kondisi sintesis yang relatif ringan (suhu reaksi kurang dari 300°C), prosedur sintesis yang relatif sederhana (sintesis satu tahap), ramah lingkungan, dan relatif murah [18]. Karakterisasi struktur dan morfologi oksida tembaga yang dihasilkan diukur dengan *X-ray diffraction* (XRD) *spectrometer* dan *scanning electron microscopy* (SEM). Karakteristik serapan cahaya dari CuO yang disintesis diukur dengan *UV-Vis spectrometer*.

EKSPERIMEN

Pada penelitian ini, nanostruktur tembaga oksida disintesis dengan menggunakan metode sintesis hidrotermal pada larutan prekursor Cu(II) yang dibasakan.

Material

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (p.a. Merck), *demineralized water* (aqua dm) dan NaOH (p.a. Merck).

Instrumentasi

Instrumen yang digunakan untuk sintesis hidrotermal pada penelitian ini antara lain *autoclave*, pemanas/oven Memmert, X-ray Diffraction (XRD) PANalytical X'Pert PRO PW3040/x0, Scanning Electron Microscope (SEM) JEOL JSM-6360LA, UV-Vis spectrometer Thermo Scientific Tipe Genesys 10s.

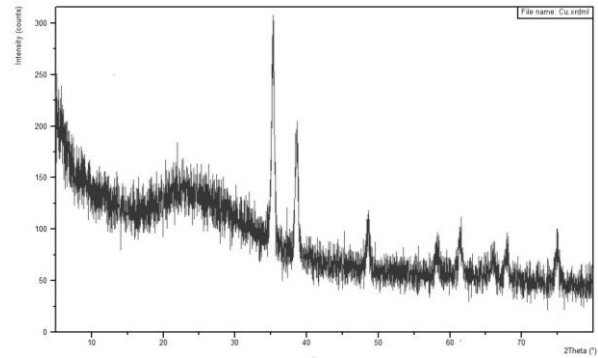
Prosedur

Larutan prekursor tembaga oksida dibuat dengan melarutkan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dalam aqua dm hingga konsentrasinya 0,1 M. Larutan prekursor dibuat menjadi basa dengan ditambahkan larutan NaOH sambil diaduk terus-menerus hingga tercapai pH 12. Larutan yang dihasilkan dimasukkan ke dalam *autoclave*, lalu dipanaskan dalam oven pada suhu 150°C selama 5 jam. Padatan yang dihasilkan dipisahkan dari fasa larutannya dengan sentrifugasi. Padatan dicuci dan dikeringkan di dalam oven selama semalam pada suhu 200°C . Serbuk tembaga oksida yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi XRD, SEM, dan UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

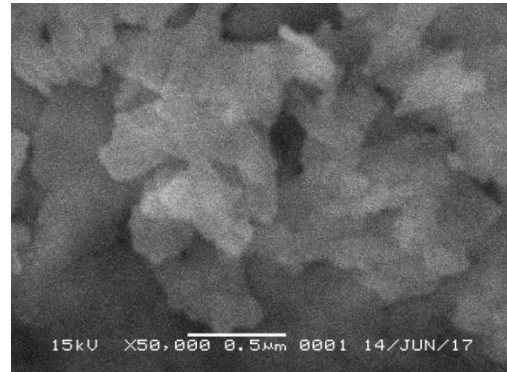
Karakteristik struktur tembaga (II) oksida (CuO) yang dihasilkan dapat dilihat pada pola difraksi X-ray yang disajikan pada **Gambar 1**. Pada pola difraksi CuO yang dihasilkan terlihat adanya puncak-puncak utama yang merupakan puncak karakteristik dari nanostruktur CuO yaitu pada sudut 2θ sebesar $35,29^\circ$ dan $38,50^\circ$. Hasil yang didapat ini juga dikonfirmasi oleh Z. Hong *et al.* [19].

Selain dua puncak utama tersebut, puncak-puncak karakteristik nanostruktur CuO yang terbentuk juga muncul pada sudut 2θ sebesar $48,63^\circ$; $58,25^\circ$; $61,40^\circ$; $65,94^\circ$; $67,98^\circ$ dan $74,89^\circ$. Puncak-puncak fasa CuO yang muncul sesuai dengan kartu standar JCPDS No. 41-0254. Puncak karakteristik nanostruktur CuO memiliki intensitas tinggi, yang menunjukkan bahwa nanostruktur CuO yang terbentuk memiliki kristalinitas cukup baik.



Gambar 1. Pola difraksi X-ray sampel CuO

Morfologi sampel padatan CuO hasil sintesis dilihat dengan menggunakan SEM perbesaran 50.000 kali yang dapat dilihat pada **Gambar 2**. Pada **Gambar 2** terlihat bentuk partikel CuO yang kurang beraturan, namun ukuran partikel CuO yang terbentuk berada pada orde nanometer dengan ukuran partikel sekitar 300-800 nm. Mikrograf sampel juga menunjukkan adanya rongga antarpartikel dengan lebar berkisar antara 100 sampai 300 nm. Nanostruktur CuO yang dihasilkan memiliki ukuran yang relatif besar (mendekati $1 \mu\text{m}$) yang dapat disebabkan oleh pengaturan pH larutan prekursor yang terlalu tinggi sehingga memicu terbentuknya padatan hidroksida yang cepat pada fasa larutan.

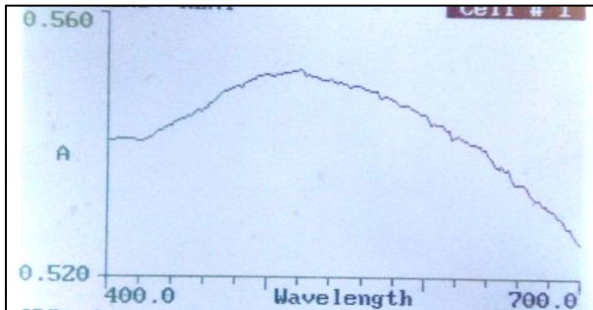


Gambar 2. Mikrograf SEM sampel CuO hasil sintesis

Sampel CuO yang dihasilkan dikarakterisasi sifat optis/serapan cahayanya melalui pengukuran spektrum UV-Vis yang hasilnya dapat dilihat pada **Gambar 3**. Pengukuran serapan cahaya pada sampel CuO menunjukkan adanya serapan maksimum cahaya tampak pada panjang gelombang, λ_{maks} , 416 nm sampai 422 nm. Nilai serapan pada λ_{maks} ini dapat digunakan untuk memperkirakan nilai celah pita energi (*band gap*) dari sampel nanostruktur CuO hasil sintesis.

Dari nilai λ_{maks} yang terukur pada serapan UV-Vis, didapatkan nilai perkiraan celah pita energi (*band gap*) sebesar 2,94 eV sampai 2,98 eV. Terdapat perbedaan nilai celah pita energi

(*band gap*) sampel nanostruktur CuO hasil sintesis dengan nilai *band gap* CuO fasa ruah (1,2 eV [1]). Hal ini dapat disebabkan oleh ukuran partikel CuO hasil sintesis yang berada pada orde nanometer. Berdasarkan hasil penelitian Rehman S. et al., semakin kecil ukuran partikel oksida CuO maka semakin besar nilai celah pita energinya (*band gap*-nya) [20].



Gambar 3. Spektrum serapan UV-Vis sampel CuO

SIMPULAN

Nanostruktur tembaga oksida (CuO) telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal dari prekursor larutan tembaga sulfat. Hasil karakterisasi nanostruktur tembaga oksida hasil sintesis menunjukkan adanya puncak difraksi karakteristik CuO pada sudut difraksi (2θ) $35,29^\circ$ dan $38,50^\circ$, morfologi partikel yang tidak beraturan dan berongga dengan ukuran partikel berkisar antara 300-800 nm dan ukuran rongga berkisar 100-300 nm, dan serapan maksimum dari sampel CuO yang terukur pada panjang gelombang 416-422 nm.

REFERENSI

- [1] D. P. Singh, N. Ali, "Synthesis of TiO_2 and CuO nanotubes and nanowires", *Science of Advanced Materials*, vol. 2, pp. 295–335, 2010.
- [2] A. H. Jayatissa, K. Guo, A. C. Jayasuriya, "Fabrication of cuprous and cupric oxide thin films by heat treatment", *Applied Surface Science*, vol. 255, pp. 9474–9, 2009.
- [3] A. Ogwu, T. Darma, E. Bouquerel, "Electrical resistivity of copper oxide thin films prepared by reactive magnetron sputtering", *Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 24, pp. 172–7, 2007.
- [4] M. Vaseem, A. Umar, S. H. Kim, Y-B. Hahn, "Low-temperature synthesis of flower-shaped CuO nanostructures by solution process: formation mechanism and structural properties", *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 112, pp. 5729–35, 2008.
- [5] D. Chauhan, V. Satsangi, S. Dass, R. Shrivastav, "Preparation and characterization of nanostructured CuO thin films for photoelectrochemical splitting of water", *Bulletin of Materials Science*, vol. 29, pp. 709–16, 2006.
- [6] S. Anandan, S. Yang, "Emergent methods to synthesize and characterize semiconductor CuO nanoparticles with various morphologies—an overview", *Journal of Experimental Nanoscience*, vol. 7, no. 2, pp. 23–56, 2007.
- [7] Y. Li, X. Y. Yang, Y. Feng, Z. Y. Yuan, B. L. Su, "One-dimensional metal oxide nanotubes, nanowires, nanoribbons, and nanorods: synthesis, characterizations, properties and applications", *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, vol. 37, pp. 1–74, 2012.
- [8] G. Filipic, U. Cvelbar, "Copper oxide nanowires: a review of growth", *Nanotechnology*, vol. 23, pp. 194001, 2012.
- [9] Y. Liu, Y. Chu, Y. Zhuo, M. Li, L. Li, L. Dong, "Anion-controlled construction of CuO honeycombs and flowerlike assemblies on copper foils", *Crystal Growth & Design*, vol. 7, pp. 467–70, 2007.
- [10] M. Vaseem, A. Umar, S. H. Kim, Y-B. Hahn, "Low-temperature synthesis of flower-shaped CuO nanostructures by solution process: formation mechanism and structural properties", *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 112, pp. 5729–35, 2008.
- [11] X. Zheng, C. Xu, Y. Tomokiyo, E. Tanaka, H. Yamada, Y. Soejima, "Observation of charge stripes in cupric oxide", *Physical Review Letters*, vol. 85, pp. 5170–3, 2000.
- [12] aH. MacDonald, "Copper oxides get charged up", *Nature*, vol. 414, pp. 409–10, 2001.
- [13] P. Mallick, S. Sahu, "Structure, Microstructure and Optical Absorption Analysis of CuO Nanoparticles Synthesized by Sol-Gel Route", *Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 2, no. 3, pp. 71-74, 2012.
- [14] X. P. Gao, J. L. Bao and G. L. Pan, "Preparation and Electro-chemical Performance of Polycrystalline and Single Crystal-line CuO Nanorods as Anode Materials for Li Ion Battery", *The Journal of*

- Physical Chemistry B*, vol. 108, pp. 5547, 2004.
- [15] R. Vijaya Kumar, R. Elgamiel, Y. Diamant, and A. Gedanken, "Sonochemical Preparation and Characterization of Nano-crystalline Copper Oxide Embedded in Poly(vinyl alcohol) and Its Effect on Crystal Growth of Copper Oxide", *Langmuir*, vol. 17, pp. 1406, 2001.
- [16] W. Wang, Y. Zhan and G. Wang, "One-step, solid-state reaction to the synthesis of copper oxide nanorods in the presence of a suitable surfactant", *Chemical Communications*, pp. 727, 2001.
- [17] M. Bibi, Q. A. Javed, H. Abbas, S. Baqi, "Outcome of temperature variation on sol-gel prepared CuO nanostructure properties (optical and dielectric)", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 192, pp. 67-71, 2017.
- ferroelectric nanocrystal/polymer composites", *Physical Properties and Applications of Polymer Nanocomposites*, pp. 108-158, 2010.
- [19] Zhong-shan Hong, Yong Cao, Jing-fa Deng, "A convenient alcohothermal approach for low temperature synthesis of CuO nanoparticles", *Materials Letters* 52Ž2002.34–38.
- [20] S. Rehman, A. Mumtaz, S. K. Hasanain, "Size effects on the magnetic and optical properties of CuO nanoparticles," *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 13, no. 6, pp. 2497–507, 2011.

- [18] A. D. Li, W. C. Liu, "Optical properties of