

FABRIKASI NANO ZNO PH NETRAL DAN ANALISIS UKURAN PARTIKEL DENGAN SOFTWARE MAUD

Nurul Rosyidah

Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Buddhi Dharma
Jalan Imam Bonjol No. 41, Tangerang, Indonesia
Email: nurulrosyidah36@gmail.com

Abstrak

Penelitian dirancang untuk fabrikasi nanomaterial ZnO pada kondisi PH netral dengan menggunakan metode kopresipitasi. Proses pembuatan nanomaterial ZnO dilakukan dari bahan dasar Zinc Acetate Dihidrat yang dilakukan pemanasan pada temperatur 90°C di atas hot plate dengan dijaga pada kondisi PH konstan netral. Serbuk Zinc Acetate Dihidrat dilarutkan pada pelarut larutan HCl dan agen pengendapnya adalah larutan NH_4OH . Proses pemanasan dengan hot plate dilakukan selama 6 jam, kemudian didapatkan serbuk hasil fabrikasi nanomaterial ZnO. Hasil fabrikasi nanomaterial ZnO ini kemudian dilakukan karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X. Berdasarkan pola Difraksi Sinar-X, diperoleh data difraksi yang kemudian diolah dengan software analisis material MAUD untuk menentukan ukuran nanomaterial ZnO. Berdasarkan hasil penelitian dan analisis data dengan software analisis material MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) berhasil diperoleh nanomaterial ZnO dengan ukuran sebesar 79 nm.

Kata Kunci

Fabrikasi, Nanomaterial, ZnO

Latar Belakang

Material nanopartikel semikonduktor yang paling banyak digunakan dalam aplikasi bidang teknologi salah satunya adalah ZnO. Fabrikasi material nanopartikel ZnO dapat dilakukan dengan banyak metode, salah satu yang cukup efektif yaitu dengan metode kopresipitasi. Serbuk nanomaterial ZnO adalah salah satu dari material semikonduktor yang banyak diaplikasikan dan dikembangkan pemanfaatannya dalam teknologi nano, karena keunggulan yang dimilikinya, dalam aspek sifat-sifat material, yaitu sifat mekanik, optik, dan elektriknya. Keunggulan tersebut bermanfaat dalam kehidupan sehari-hari, diantaranya untuk katalis dan sensor gas.

Pada penelitian sebelumnya, fabrikasi nanomaterial ZnO telah dilakukan oleh Liu Zhifeng dengan metode solgel dan menggunakan template poli etilen glikol [1]. Temperatur yang cukup tinggi, yaitu sebesar 500°C, 600°C, dan 800°C juga digunakan pada penelitian sebelumnya. Media poli etilen glikol dalam temperatur ruangan juga pernah dilakukan oleh Hou Xianming untuk mendapatkan struktur nano ZnO [2].

Fabrikasi nanomaterial ZnO dalam penelitian ini, dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi. Dalam proses metode kopresipitasi ini, akan dihasilkan senyawa anorganik. Proses pengendapan beberapa substansi dilakukan secara bersamaan, ketika mencapai titik jenuh. Fabrikasi nanomaterial dengan metode kopresipitasi lebih mudah. Hal ini disebabkan karena diprosesnya dalam temperatur yang mudah dicapai atau temperatur rendah. Selain itu, dapat

dengan mudah untuk menjaga kestabilan ukuran nanomaterial, sehingga waktu yang digunakan sangat efisien. Hasil fabrikasi nanomaterial dari metode kopresipitasi, didapatkan material dengan ukuran dalam skala nano, dan secara struktur terbentuk tingkat homogenitas yang lebih tinggi daripada metode lainnya.

Pada fabrikasi nanomaterial ZnO ini digunakan agen pengendap, yaitu basa amonium hidroksida dan agen pelarut asam klorida untuk melarutkan serbuk bahan dasar atau prekursor. Serbuk nanomaterial hasil fabrikasi, kemudian diuji dengan alat difraktometer sinar-X. Dari hasil pengujian diperoleh pola difraksi, kemudian diolah dengan software analisis material MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) untuk mengetahui nilai ukuran nanomaterial ZnO.

Metode Penelitian

Pada fabrikasi nanomaterial ZnO ini digunakan bahan dasar atau prekursor serbuk seng asetat dihidrat atau $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, larutan asam klorida, dan basa ammonium hidroksida.

Proses pertama dilakukan dengan melarutkan serbuk prekursor. Proses pelarutan dilakukan dengan agen pelarut, yaitu larutan asam klorida. Sebelumnya, asam klorida tersebut telah melewati proses pengenceran sehingga didapatkan nilai molaritas HCl 0,5 M. Kemudian, untuk mencapai larutan yang homogen, dilakukan proses stiring atau pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian dilakukan proses titrasi dengan menambahkan larutan basa amonium klorida dengan cara diteteskan perlahan, sedikit demi sedikit, sehingga larutan akan bercampur dan mencapai homogenitas. Kemudian dilakukan pengujian nilai pH larutan prekursor dengan mencelupkan kertas indikator pH. Pada proses titrasi, ditambahkan larutan amonium hidroksida pekat. Proses penambahan dilakukan hingga tercapai nilai pH larutan prekursor netral sebesar 7.

Ketika larutan prekursor mencapai pH netral, yaitu 7, maka tahap selanjutnya yaitu pengadukan larutan prekursor menggunakan *hot plate* dengan menjaga temperatur konstan pada 90°C. Proses pengadukan dilakukan dengan menggunakan *magnetic bar*. Kemudian endapan yang terbentuk dari proses tersebut disaring. Setelah proses penyaringan, kemudian dilakukan pencucian endapan dengan air suling atau larutan aquadestilata sebanyak tiga kali. Setelah itu, endapan yang telah disaring dan dicuci tersebut, kemudian dikeringkan di dalam oven. Temperatur pengeringan yang dipakai yaitu titik didih air, yaitu 100°C dalam waktu tiga jam.

Nanomaterial ZnO hasil fabrikasi, kemudian dikarakterisasi dalam perangkat difraktometer sinar-X. Dari hasil pengujian perangkat difraktometer sinar-X, didapatkan data mengenai komposisi fasa dari nanomaterial ZnO. Kemudian dari data grafik hasil karakterisasi, dilakukan analisis dengan perangkat lunak MAUD. Hasil keluaran atau output perangkat lunak MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) digunakan untuk menghitung ukuran nanomaterial ZnO.

Tinjauan Pustaka

Nanomaterial ZnO

Nanomaterial semikonduktor merupakan material yang diperhatikan pada beberapa tahun terakhir karena memiliki sifat mekanik, listrik, dan optis. Salah satu material semikonduktor yaitu *Zinc Oxide* (ZnO). Nanomaterial ZnO banyak dipelajari karena digunakan dalam beberapa aplikasi seperti energi konversi solar, varistor, fotokatalis, *electrostatic dissipative coating*, *luminescence*, *transparent UV protection film*, dan sensor kimia [3].

Seng Oksida adalah bahan semikonduktor utama dalam komposisi optis elektronik dan laser ultra violet dalam kondisi temperature di ruangan. Material ini dikembangkan karena mempunyai tingkat efisiensi tinggi. Seng oksida mempunyai sifat yang cukup sulit larut dalam air dan alkohol, tapi mudah larut dalam larutan bersifat asam seperti HCl dan larutan asam lainnya. ZnO merupakan bahan optis elektronik yang mempunyai kepekaan terhadap pola susunan kristalin dan bentuk dari morfologi permukaan [3].

ZnO adalah senyawa anorganik, secara kasat mata terlihat seperti serbuk berwarna putih yang mudah larut dalam pelarut asam, namun sulit bahkan hampir tidak bisa larut dalam air. Material ZnO ini diaplikasikan sebagai material tambahan dalam proses pembuatan banyak produk industri, seperti, industri keramik, plastik, karet, semen, pelumas, dan cat. Material seng oksida dapat ditemukan pada lapisan kerak bumi sebagai material zincite. Bubuk seng oksida didapatkan dengan cara sintesis untuk dapat digunakan secara komersial dalam produksinya [3].

Seng oksida merupakan salah satu jenis semikonduktor yang mempunyai nilai celah energi 3,3 eV. Material ini dari golongan unsur pada tabel periodik II-VI kelompok semikonduktor. Seng dan oksigen terdapat masing-masing pada golongan 2 dan 6 pada tabel periodik. Penambahan asli dari semikonduktor ini adalah tipe-n [3].

Penentuan cara terbaru untuk terbentuknya nanomaterial seng oksida dalam skala nano sangatlah vital untuk diupayakan kegiatan penelitian terobosan baru, untuk material dasar yang bermanfaat untuk beberapa aplikasi seperti yang telah disebutkan di atas. Ada banyak metode yang dilakukan untuk menghasilkan material ZnO berukuran nano, yaitu metode deposisi kimiawi, dekomposisi termal, metode solgel, dan spray pirolisis. Metode kopresipitasi masih perlu dikembangkan untuk membentuk material seng oksida berukuran dalam skala nano, bentuk morfologi permukaan yang sesuai dan ukurannya memiliki tingkat homogenitas yang tinggi [4].

Nanomaterial ZnO sangat penting dalam berbagai macam aplikasi, tidak hanya karena sifat listrik dan optiknya saja, namun juga karena berbagai macam bentuk morfologi dari nanomaterial ZnO tersebut [4].

Derajat kristalin lapisan film material seng oksida, dapat dipengaruhi oleh adanya proses pertumbuhan partikel nano seng oksida. Tingkat kemurnian dan derajat kristalin dapat dipengaruhi juga oleh faktor adanya dopan, ketidakmurnian atau impuritas, dan surfaktan, serta modifikasi permukaan material [4].

Material semikonduktor seng oksida ini memiliki banyak keistimewaan, seperti memiliki sifat transparansi yang cukup baik, perpindahan atau mobilitas elektron yang tinggi, memiliki nilai band gap atau pita energi yang cukup, dan lain-lain. Beberapa aplikasi seng oksida telah banyak diaplikasikan, yaitu sebagai penyimpanan energi. Pada aplikasi elektronik, seng oksida berperan sebagai dioda pemancar cahaya dan thin film transistor [5]. Pada skala nano, terjadi peningkatan luas permukaan spesifik yang meningkatkan reaktivitas dan energi permukaan. Di samping itu, juga menimbulkan efek kuantum yang membuat perilaku material tidak lagi mengikuti hukum fisika pada objek yang serupa dengan skala ukuran yang lebih besar (di atas skala nano) [6].

Metode Fabrikasi Nanomaterial

Proses fabrikasi nanomaterial, dapat dilakukan pada fase cair, padat, ataupun gas. Proses fabrikasi bisa terjadi baik secara fisika maupun kimiawi. Fabrikasi secara fisika tidak menggunakan reaksi kimiawi. Dalam proses fisika, terjadi pemecahan ukuran material, yaitu material besar menjadi material berukuran dalam skala nanometer. Hal ini dapat juga diartikan sebagai penggabungan material sangat kecil, seperti kluster, menjadi material berukuran nanometer tanpa terjadi perubahan sifat bahan. Proses fabrikasi secara kimia, menggunakan

reaksi kimia dari material awal (prekursor), sampai menghasilkan material baru dalam skala nanometer.

Metode Kopresipitasi

Metode fabrikasi nanopartikel secara garis besar diklasifikasikan menjadi dua jenis, yaitu metode kimia dan fisika. Pada penelitian yang pernah dilakukan oleh Yunita, ZnO dihasilkan dengan teknik hidrotermal pada temperatur 150°C [7] .

Metode kopresipitasi merupakan salah satu cara untuk membentuk senyawa non organik. Proses fabrikasi ini dilakukan dengan mengendapkan lebih dari satu substansi secara bersama-sama saat mencapai titik jenuh. Metode kopresipitasi untuk menghasilkan partikel ZnO berukuran skala nano, pernah dilakukan dalam temperatur pemanasan antara 100°C hingga 500°C untuk menghasilkan bentuk morfologi speris [8]. Penambahan surfaktan dalam larutan prekursor juga mempengaruhi terbentuknya morfologi ZnO berukuran skala nano[9] .

Metode kopresipitasi sangat efektif untuk digunakan, karena diproses dalam suhu rendah dan dapat dengan mudah untuk menjaga ukuran material. Waktu yang digunakan juga sangat singkat. Ada banyak material yang bisa dipakai sebagai agen pengendap dalam metode ini, antara lain: hidroksida, sulfat, karbonat, dan oksalat.

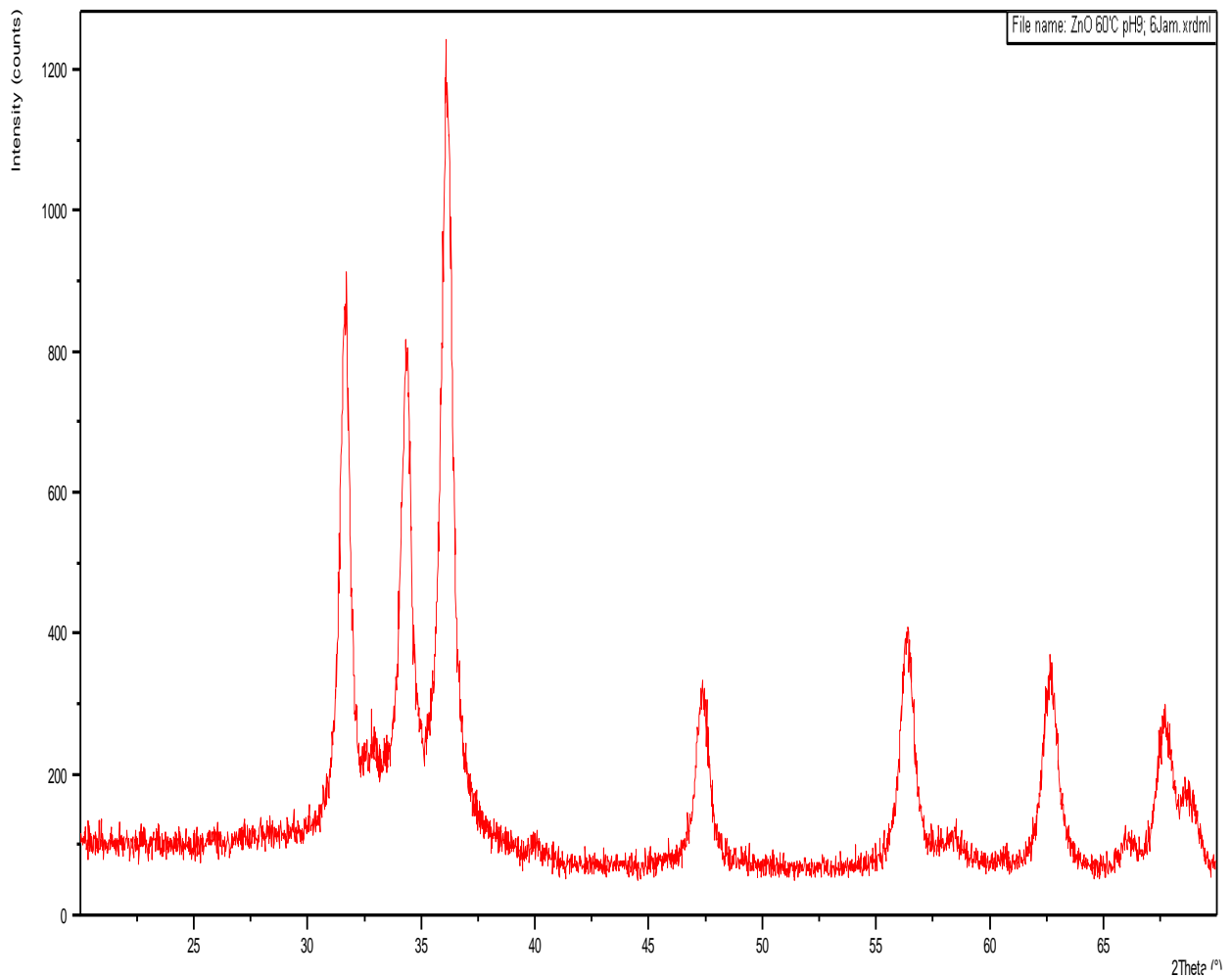
Material-material dasar dalam metode kopresipitasi, dilakukan proses pengendapan secara bersama-sama. Secara stoikiometri menggunakan reaktan tertentu. Tahapan yang dilakukan dalam proses fabrikasi dengan metode ini adalah proses pelarutan dengan air suling atau aquadestilata, kemudian pencucian, dan terakhir proses pengeringan.

Di dalam metode kopresipitasi terjadi proses pembentukan kristal kembali atau rekristalisasi. Proses rekristalisasi melalui tujuh metode, yaitu pemilihan bahan pelarut, pelarutan zat terlarut, penjernihan warna larutan, pemindahan zat padat, proses kristalinisasi larutan, pengumpulan dan pencucian kristal, serta pengeringan produk.

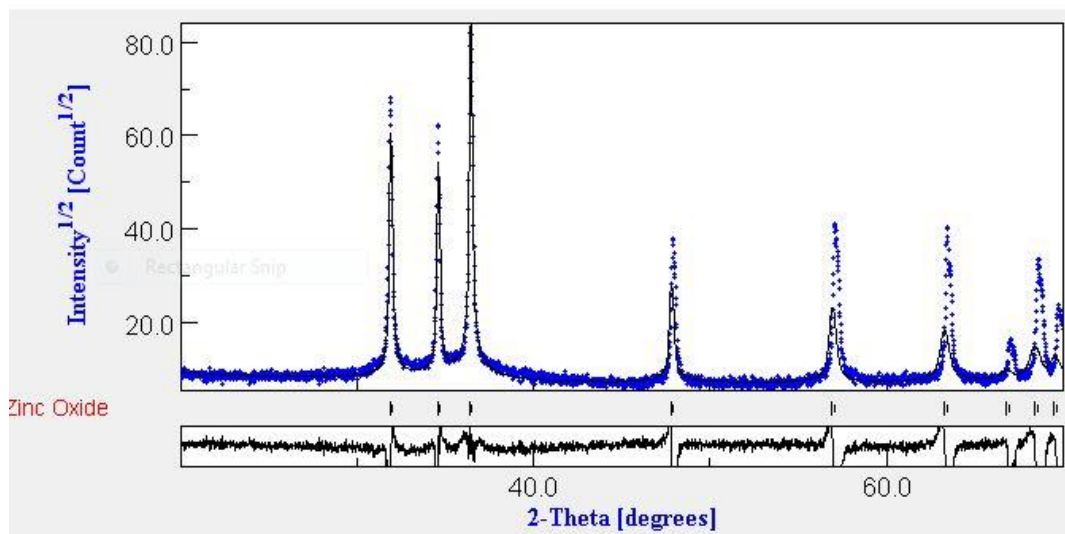
Hasil

Hasil penelitian berupa serbuk ZnO hasil proses fabrikasi dengan metode kopresipitasi, kemudian dilakukan pengujian dengan menggunakan difraktometer sinar-x. Grafik pola hasil difraksi sinar-x digunakan untuk menghitung ukuran material dengan menggunakan persamaan Scherrer dan diolah dengan *software* analisis material MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*).

Hasil pengujian difraktometer sinar-X, diperoleh pola puncak difraksi, seperti ditunjukkan pada gambar 1. Berdasarkan informasi dari gambar 1, dapat diamati adanya fasa kristalin. Fase kristalin ditunjukkan dengan terbentuknya puncak-puncak difraksi. Pola difraksi sinar-x juga dapat digunakan untuk menentukan kandungan dan komposisi fase yang ada dalam material.



Gambar 1. Grafik Difraksi Sinar-X hasil fabrikasi nanomaterial ZnO, sumbu-x menunjukkan s : difraksi dan sumbu-y menunjukkan intensitas.



Gambar 2. Pola pencocokan grafik XRD nanomaterial ZnO dengan software MAUD

Pembahasan

Berdasarkan informasi pola difraksi pada Gambar 1, menunjukkan telah terbentuk derajat kristalinitas yang tinggi dan menghasilkan fasa murni 100% ZnO. Selama proses pengadukan disertai dengan proses pemanasan dengan *hotplate* berlangsung, terjadi penyusunan ulang dan pertumbuhan nanomaterial. Pertumbuhan nanomaterial tersebut diawali dengan terbentuknya ion Zn^{2+} dan OH^- yang bersumber dari $Zn(OH)_2$. Kemudian $Zn(OH)_2$ yang belum sepenuhnya mengalami dekomposisi dapat mempengaruhi proses penyusunan dan pertumbuhan nanomaterial. Pada penelitian sebelumnya, dapat diketahui bahwa $Zn(OH)_2$ yang belum dikonversi menjadi ZnO ternyata dapat menghambat pertumbuhan partikel ZnO (*surface copping effect*).

Berdasarkan analisis pola difraksi, diketahui adanya puncak yang melebar dengan sudut 2θ dengan rentang $65-70^\circ$ yang disebabkan oleh rendahnya intensitas sinar-X yang dihamburkan oleh nanomaterial. Nanomaterial ZnO akan tumbuh menjadi lebih besar dan tingkat kristalinitasnya juga meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur. Kondisi ini ditandai dengan meningkatnya puncak XRD pada sampel nanomaterial ZnO untuk temperatur $90^\circ C$. Hal ini disebabkan karena selama proses fabrikasi berlangsung, temperatur dan tekanan yang tinggi dapat memberikan energi pendorong untuk memutuskan ikatan HO-Zn-HO yang ada pada permukaan atau interstisi kristal ZnO untuk membentuk ion radikal Zn^{2+} dan OH^- . Selanjutnya akan terjadi pertumbuhan dan penyusunan ulang nanokristalin ZnO ke arah yang lebih teratur sebagai akibat interaksi antar radikal tersebut. Susunan antar atom di dalam nanokristal suatu material yang tumbuh tersebut akan memberikan suatu bidang datar dengan jarak antar atom yang sama (*Bragg law*) sehingga hamburan sinar-X oleh bidang datar kristal dengan kisi-kisi yang teratur akan saling diperkuat [10] .

Intensitas sinar hamburan yang ditangkap oleh perangkat mesin XRD diterjemahkan ke bentuk puncak yang menajam dengan sudut 2θ yang menyempit. Dengan adanya H_2O dan energi yang diberikan selama proses pengadukan yang disertai dengan pemanasan pada temperatur $90^\circ C$, $Zn(OH)_2$ mengalami proses disosiasi kembali membentuk ion Zn^{2+} dan OH^- , yang kemudian membentuk ZnO.

Tujuan penelitian ini yaitu untuk mendapatkan produk material ZnO berukuran nano, di mana pada proses fabrikasi dilakukan pada temperatur rendah, yaitu $90^\circ C$. Pada penelitian yang telah banyak dilakukan oleh beberapa peneliti lainnya, fabrikasi dilakukan dengan temperatur kalsinasi yang sangat tinggi, yaitu antara $500-700^\circ C$. Peneliti dalam hal ini melakukan fabrikasi material nano ZnO dengan temperatur prekursor sangat rendah, yaitu $90^\circ C$, sehingga mudah untuk mencapainya.

Pencampuran pada proses sintesis nanopartikel ZnO pada temperature $90^\circ C$, akan memberikan energi pendorong untuk terjadinya reaksi lebih lanjut sehingga energi bebas dan radius embrio kritical juga akan meningkat. Hubungan fenomena ini diformulasikan pada persamaan berikut

$$r = 2g (\Delta G_v - \Delta G_s)$$

dengan r yaitu radius, g yaitu energi interfasial, ΔG_v yaitu energi bebas per satuan volum, dan ΔG_s yaitu energi strain per satuan volum [11].

Analisis perhitungan ukuran nanomaterial ZnO dilakukan dengan perhitungan metode scherrer dan perangkat lunak analisis material, yaitu software MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*). Berdasarkan informasi data yang diperoleh, kemudian digunakan untuk menghitung ukuran material. Hasil *fitting* dan pengukuran ukuran partikel hasil sintesis ZnO dengan metode kopresipitasi pada temperatur larutan prekursor $90^\circ C$ dapat dilihat pada gambar 2.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat ditarik kesimpulan, yaitu proses fabrikasi nanomaterial ZnO telah berhasil dilakukan pada temperatur 90°C, pH 7, dan waktu pemanasan dengan hotplate selama 6 jam. Terbentuknya nanomaterial ZnO dengan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi terbentuk sesuai dengan grafik hasil karakterisasi Difraksi Sinar-X, dan hasil analisa dengan software analisis material MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) diperoleh ukuran nanomaterial ZnO yaitu sebesar 79 nm.

Ucapan Terima Kasih

Terima Kasih kepada Laboratorium Fisika Material ITS Surabaya sebagai tempat penelitian dilakukan, asisten laboratorium, dan semua pihak yang terlibat dalam penelitian ini.

Referensi

- [1] Z. Liu, Z. Jin, W. Li, and J. Qiu, "Preparation of ZnO porous thin films by sol-gel method using PEG template," *Materials Letters*, vol. 59, no. 28, 2005, doi: 10.1016/j.matlet.2005.06.064.
- [2] X. Hou, F. Zhou, B. Yu, and W. Liu, "PEG-mediated synthesis of ZnO nanostructures at room temperature," *Materials Letters*, vol. 61, no. 11–12, 2007, doi: 10.1016/j.matlet.2006.09.059.
- [3] W. Callister, *Material Science and Engineering an Introduction*. New York: John Willey and Sons, 2003.
- [4] M. Abdullah, *Pengantar Nanosains*. Bandung: ITB, 2009.
- [5] Damayanti, "Analisis Tingkat Kekristalan Al₂O₃ dan Gelas Amorf," Surabaya, 2010.
- [6] F. Fajaroh, "Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2018 Malang," 2018. [Online]. Available: <http://www.understandingnano.com/nanoparticles.html>
- [7] Y. Yunita, N. Nurlina, and I. Syahbanu, "Sintesis Nanopartikel Zink Oksida (ZnO) dengan Penambahan Ekstrak Klorofil sebagai Capping Agent," *POSITRON*, vol. 10, no. 2, p. 44, Dec. 2020, doi: 10.26418/positron.v10i2.42136.
- [8] M. F. Romadhan and S. Pujilestari, "Sintesis Nanopartikel ZnO dan Aplikasinya sebagai Edible Coating Berbasis Pektin untuk Memperpanjang Umur Simpan Buah Belimbing," *JURNAL AGROINDUSTRI HALAL*, vol. 5, no. 1, pp. 030–038, Apr. 2019, doi: 10.30997/jah.v5i1.1712.
- [9] R. N. Sari, N. Nurhasni, and M. A. Yaqin, "Green Synthesis Nanoparticle ZnO Sargassum sp. Extract and The Products Characteristic," *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, vol. 20, no. 2, p. 238, Aug. 2017, doi: 10.17844/jphpi.v20i2.17905.
- [10] S. Pratapa, *Kuliah Difraksi Sinar-X*. Surabaya: ITS, 2004.
- [11] S. Pratapa, *Analisis Data Difraksi dengan Menggunakan Metode Rietveld*. Surabaya: ITS, 2009.