Pengaruh Temperatur Sintesis Hidrotermal Terhadap Diameter Nanopartikel Seng Oksida

Adine Melossa Famia*, Muldarisnur
Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas
Kampus Unand Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia
**adinemelossafamia@gmail.com*

ABSTRAK

Pengaruh temperatur terhadap diameter nanopartikel seng oksida (ZnO) yang disintesis dengan metode hidrotermal telah diteliti. Temperatur divariasikan sebesar 70 °C, 80 °C, 90 °C, 100 °C, dan 110 °C. Nanopartikel ZnO dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope* untuk mengamati morfologi permukaan dan menentukan ukuran partikel. XRD digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal. Temperatur mempengaruhi ukuran partikel setiap sampel dengan diameter yaitu, 76,72; 95,32; 170,72; 100,37; dan 54,27 nm. Ukuran kristal semua sampel berturut-turut adalah 42.07; 52.7; 52.7; 52.7; dan 42.07 nm. Diameter partikel dan ukuran kristal dipengaruhi oleh temperatur sintesis, dimana semakin tinggi temperatur sintesis, semakin kecil diameter partikel dan ukuran kristal ZnO yang terbentuk. *Nanorod* terbentuk pada temperatur 80 °C dengan aspek rasio sebesar 1,7.
Kata kunci: nanopartikel, temperatur, seng oksida (ZnO), hidrotermal

ABSTRACT

Effect of hydrothermal synthesis temperature on the diameter of synthesized zinc oxide (zno) has been investigation. Synthesis were carried at 70 °C, 80 °C, 90 °C, 100 °C, and 110 °C. Zinc oxide nanoparticle were characterized using sem to observe surface morphology and particle size and xrd was is determine crystal structure and size. Temperature effects in particle size which are 76,72, 95,32, 170,72, 100,37, dan 54,27 nm. Crystal size of zno particles are consecutively 42.07, 52.7, 52.7, 52.7, and 42.07 nm. Crytsal structure in all sample are hexagonal shape. Particle diameter and crystal size depend on synthesis temperature, where the increase at synthesis temperature decrease particle diameter and crystal size. Nanorods was formed at temperature 80 °c with aspect ratio 1.7.
Keywords: nanoparticles, temperature, zinc oxide (ZnO), hydrothermal

I. PENDAHULUAN

Salah satu bidang nanoteknologi yang banyak diteliti adalah sintesis dan aplikasi nanopartikel. Nanopartikel didefinisikan sebagai padatan berukuran antara 1 – 100 nm. Nanopartikel memiliki sifat listrik, optik, magnetik, dan mekanik yang lebih unggul dibandingkan dengan material berukuran besar (*bulk*). Sifat-sifat tersebut bergantung pada ukuran, bentuk, kemurniaan, permukaan, maupun topologi material.

Nanopartikel dapat memiliki beberapa bentuk geometri seperti bulat (*nanosphere*), batang (*nanorod*), lembaran (*nanosheet*), tabung (*nanotube*), dan kawat (*nanowire*). *Nanorod* merupakan struktur nano berbentuk silinder pejal dengan diameter kurang dari 100 nm. *Nanorod* memiliki konduktivitas elektron lebih tinggi dibandingkan dengan bentuk geometri lain karena transpor elektron yang bersifat balistik, tidak terjadi hamburan elektron (Yuwono dan Dharma, 2011). *Nanorod* banyak diaplikasikan pada sel surya berbasis DSSC karena dapat meningkatkan absorbsi cahaya. *Nanorod* juga diaplikasi pada bidang optik, elektronik, piezoelektrik, dan sensor (Sholehah, 2015).

Seng oksida (ZnO) adalah material yang memiliki banyak aplikasi, antara lain pada sel surya, laser dioda, *Light Emitting Diode* (LED), fotovoltaik, piranti elektroluminisensi, dan optoelektronika. ZnO bersifat transparan terhadap cahaya tampak, memiliki mobilitas elektron yang tinggi, memiliki *bandgap* yang lebar, tahan pada temperatur tinggi, dan merupakan penyerap sinar UV yang sangat baik.

Metode hidrotermal memungkinkan sintesis pada temperatur rendah (dibawah 150 °C) dan dengan peralatan sederhana. Proses hidrotermal memungkinkan pengontrolan ukuran kristal, morfologi, dan tingkat aglomerasi dengan pemilihan bahan baku, keasaman (pH), waktu, dan suhu. Diameter dan panjang *nanorod* ZnO dipengaruhi oleh temperatur (Stein, 2009). Metode hidrotermal menghasilkan *nanorod* ZnO dengan kristalinitas yang lebih baik

dibandingkan dengan metode sol-gel. Romero dan Garcia (2013), mensintesis *nanorod* ZnO dengan metode hidrotermal menggunakan prekursor *hexamethylenetetramine* (HMTA), surfaktan *methenamine*, dan katalis *zinc nitrate*. Pada penelitian tersebut *nanorod* ZnO disintesis dengan metode hidrotermal pada temperatur konstan 90 °C dan waktu tahan dua jam. Diameter dan panjang ZnO *nanorod* yang terbentuk sebesar 400 nm dan 4 µm.

Pada penelitian ini akan disintesis ZnO *nanorod* menggunakan metode hidrotermal dengan memvariasikan temperatur sintesis. ZnO yang disintesis akan dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

II. METODE

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan untuk pembuatan nanopartikel ZnO yaitu gelas ukur, spatula, timbangan digital, *magnetic stirrer*, oven, *furnace*, *autoclave*, *X-Ray Diffraction*, dan *Scanning Electron Microscopy*. Bahan yang digunakan aquades, *Hexamethylenetetramine* [$(CH_3)_6Na_4$], *Zincnitrat* [$Zn(NO_3)_2.6H_2O$)], dan *Methenamine* ($C_6H_{12}N_4$).

2.2 Teknik Penelitian

Bahan yang digunakan untuk pembuatan ZnO adalah prekursor dan surfaktan. Larutan prekursor dibuat dari *zincnitrat* dan surfaktan menggunakan *hexamethylenetetramine* (Romero dan Garcia, 2013). Sehingga, nanopartikel ZnO terbentuk didapatkan dari persamaan kimia sebagai berikut :

$$Zn(NO_3)_2 + 2H_2O \xrightarrow{(CH_3)_6N_4,\ 90\ ^\circ C} Zn(OH)_2 + 2HNO_3 \quad (1)$$

$$Zn(OH)_2 \longleftrightarrow Zn^{2+} + 2OH^- \quad (2)$$

$$Zn(OH)_2 + 2OH^- \longleftrightarrow [Zn(OH)_4]^{2-} \quad (3)$$

$$[Zn(OH)_4]^{2-} \longleftrightarrow Zn^{2-} + 4OH^- \quad (4)$$

$$Zn^{2+} + 2OH \longleftrightarrow ZnO + H_2O \quad (5)$$

$$Zn(NO_3)_2 + 2H_2O \xrightarrow{(CH_3)_6N_4,\ 90\ ^\circ C} ZnO + 2HNO_3 + H_2O \quad (6)$$

2.2.1 Sintesis *Nanorod* Seng Oksida (ZnO)

Nanorod ZnO disintesis menggunakan prosedur yang dikembangkan oleh Romero dan Garcia (2013). *Zincnitrat* dan *methenamine* masing-masing sebanyak 1 g dilarutkan dengan pelarut aquades dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* di gelas ukur dengan temperatur 50 °C dengan kecepatan 3 rpm selama satu jam. Kemudian 0,75 g *hexamethylenetetramine* ditambahkan ke dalam gelas ukur yang berisi larutan *zincnitrat* dan *methenamine*. Larutan diletakkan dalam teflon kemudian dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dipanaskan dengan menggunakan variasi temperatur yaitu: 70 °C, 80 °C, 90 °C, 100 °C, dan 110 °C selama dua puluh jam menggunakan oven. Selanjutnya larutan didinginkan pada temperatur ruang. Setelah pendinginan selesai, sampel dipindahkan ke *magnetic strirrer* dan dipanaskan pada suhu 100 °C. Setelah itu, larutan dimasukkan ke dalam furnace dengan suhu 600 °C selama empat jam, sehingga sampel berbentuk serbuk.

2.2.2 Karakterisasi Seng Oksida (ZnO)

Morfologi dan ukuran dari seng oksida yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Ukuran partikel ZnO diukur dari citra SEM menggunakan aplikasi ImageJ.

Kemurnian seng oksida yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan XRD. Data XRD berupa difraktogram dianalisis dan dibandingkan dengan data pola difraksi ICDD (*International Center for Diffraction Database*) dalam file *Powder Diffraction File* (PDF). Grafik puncak-puncak tertinggi setiap sampel dianalisis menggunakan aplikasi Origin 8.5.1. Ukuran kristal dari sampel ZnO akan dihitung dari difraktogram dengan menggunakan persamaan *Scherrer* yaitu :

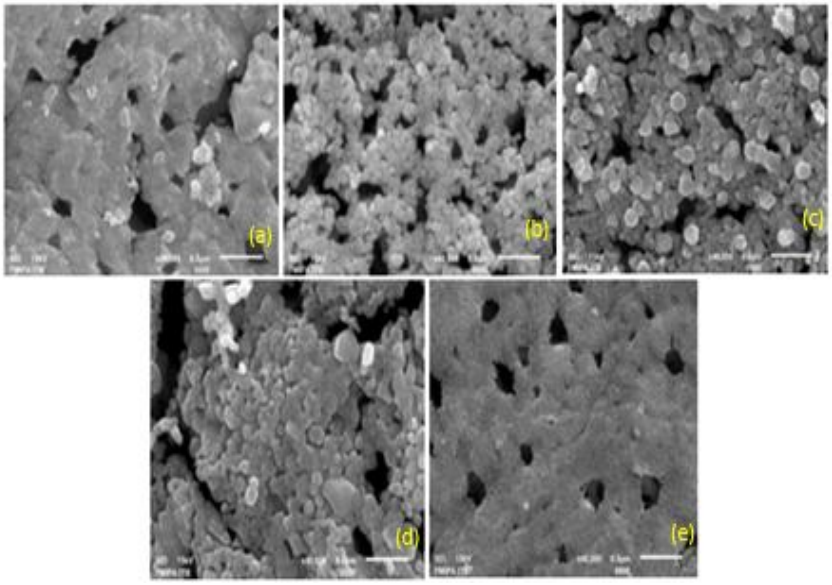
$$D = \frac{k\lambda}{B\cos\theta} \quad (7)$$

dimana D adalah ukuran kristal, *K* adalah nilai konstanta bentuk partikel (0,9), λ adalah panjang gelombang radiasi sinar-x, *B* adalah lebar penuh garis difraksi pada saat intensitas setengah maksimum, dan θ adalah sudut *Bragg*.

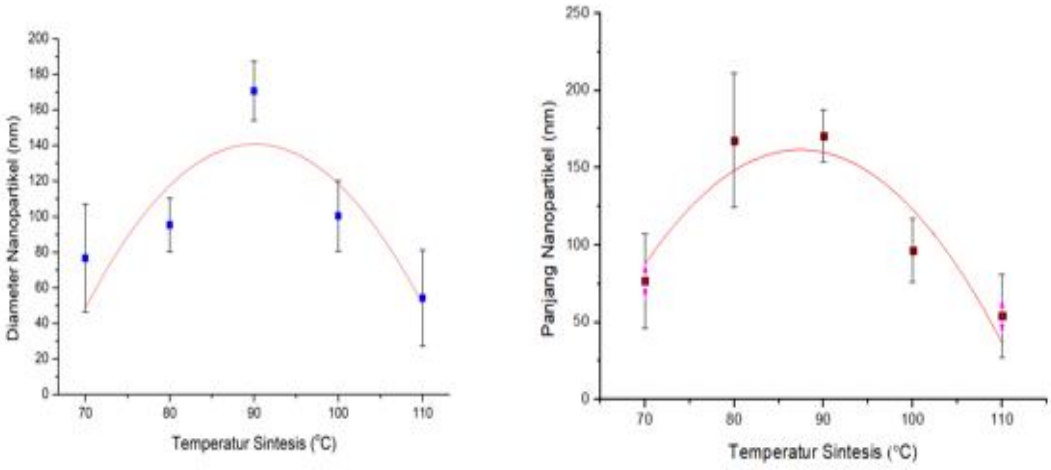
III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Morfologi dan Geometri Nanopartikel

Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap bentuk geometri serta ukuran nanopartikel ditentukan menggunakan SEM dengan perbesaran SEM 40.000 ×. Gambar 1 merupakan hasil SEM ZnO yang disintesis pada temperatur 70 °C, 80 °C, 90 °C, 100 °C, dan 110 °C. ZnO yang disintesis pada temperatur 70 °C memperlihatkan partikel yang menggumpal. Aglomerasi terjadi karena koloid ZnO cenderung mudah menggumpal pada suhu rendah, sehingga ukuran partikel cenderung menjadi tidak seragam pada suhu rendah. Aglomerasi cenderung berkurang ketika ZnO disintesis pada temperatur 80 °C, 90 °C, dan 100 °C. Permukaan sampel yang disintesis pada temperatur 80 °C - 100 °C terlihat homogen serta ukuran partikel pada permukaan lebih seragam. Gambar 2 memperkuat pernyataan bahwa sampel yang disintesis pada temperatur 80 °C partikel ZnO memiliki permukaan yang lebih homogen. Hal ini terlihat dari standar deviasi ukuran partikel pada temperatur 80 °C lebih rendah daripada sampel lain. Pada sampel dengan temperatur 110 °C partikel ZnO yang terbentuk menggumpal dan tidak homogen. Pada temperatur tinggi (diatas 100 °C) uap-uap yang terkumpul di dalam *autoclave* akan memberikan tekanan yang terlalu besar sehingga dapat menghambat pertumbuhan partikel ZnO (Stein, 2009).



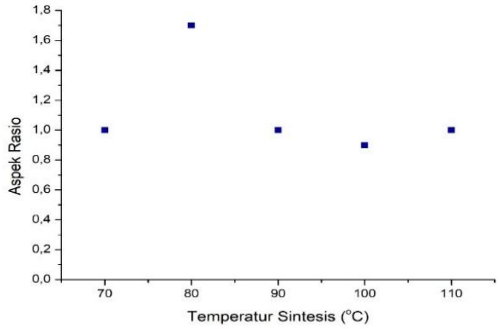
Gambar 1 SEM ZnO yang disintesis pada temperatur (a) 70 °C, (b) 80 °C, (c) 90 °C, (d) 100 °C, dan (e) 110 °C



(a) (b)

Gambar 2 (a) Grafik pengaruh temperatur sintesis terhadap diameter nanopartikel ZnO yang terbentuk dan (b) Grafik pengaruh temperatur sintesis terhadap panjang nanopartikel ZnO yang terbentuk

Gambar 2 (a) menunjukkan pengaruh temperatur terhadap diameter partikel ZnO. Diameter rata-rata untuk ZnO dengan temperatur 70 °C sebesar (76,7 ± 30,4) nm. Pada temperatur 80 °C dan 90 °C diameter rata ZnO mengalami peningkatan menjadi (95,3 ± 15,1) nm dan (170,7 ± 16,7) nm. Diameter rata-rata partikel ZnO yang disintesis pada suhu diatas 90 °C kembali berkurang menjadi (100,4 ± 19,8) nm dan (54,3 ± 26,9) nm. Diameter ZnO mengalami penurunan yang signifikan pada temperatur 110 °C. Hal ini disebabkan temperatur yang digunakan tinggi sehingga mempengaruhi diameter ZnO temperatur 110 °C menjadi tidak stabil. Menurut Stein (2009), diameter partikel ZnO dipengaruhi oleh temperatur sintesis dan tekanan. Gambar 2 (b) menunjukkan ZnO yang bertemperatur 80 °C dan 100 °C memiliki panjang rata-rata (164,7 ± 43,4) nm dan (96,7 ± 20,6) nm. Untuk ZnO dengan temperatur 70 °C, 90 °C, dan 110 °C panjang rata-ratanya adalah (76,7 ± 30,4) nm, (170,7 ± 16,7) nm, dan (54,3 ± 26,9) nm.

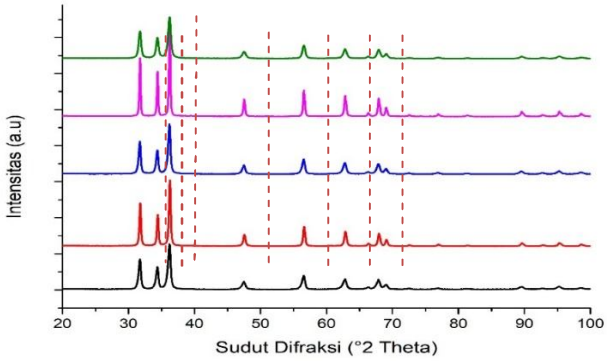


Gambar 3 Aspek rasio nanopartikel ZnO sebagai fungsi temperatur sintesis

Gambar 3 menunjukkan aspek rasio nanopartikel ZnO sebagai fungsi temperatur sintesis. Aspek rasio merupakan perbandingan panjang dengan diameter dari nanopartikel ZnO yang terbentuk. Aspek rasio ZnO dengan temperatur 70 °C, 90 °C, dan 110 °C memiliki nilai yang sama yaitu satu. Untuk temperatur 80 °C dan 100 °C nilai aspek rasio sebesar 1,7 dan 0,9. Pada temperatur 80 °C ZnO berbentuk *nanorod* disebabkan aspek rasio sebesar 1,7. Untuk temperatur 70 °C, 90 °C, dan 110 °C ZnO yang terbentuk berupa *nanosphere* dengan aspek rasio sebesar satu dan 0,9 pada ZnO dengan temperatur 100 °C berbentuk bulat.

3.2 Struktur Kristal Nanopartikel ZnO

XRD digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal nanopartikel ZnO. Difraktogram XRD menampilkan puncak-puncak difraksi informasi struktur dan ukuran kristal. Pola difraksi XRD sampel dibandingkan dengan pola difraksi standar yang dikeluarkan oleh *International Center for Diffraction Database* (ICDD). Gambar 4 memperlihatkan puncak difraksi XRD ZnO nanopartikel yang disintesis pada temperatur 70 °C, 80 °C, 90 °C, 100 °C, dan 110 °C.



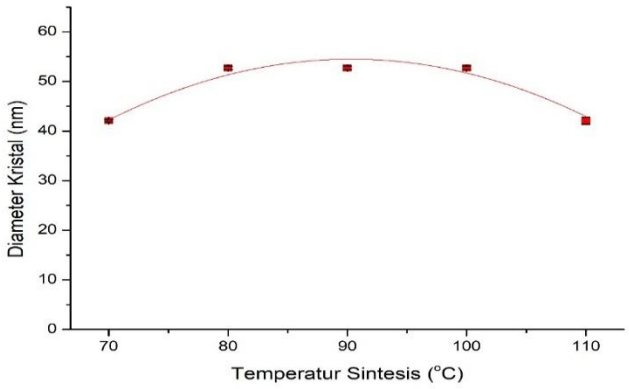
Gambar 4 Pola difraksi sinar-X nanopartikel ZnO yang disintesis pada temperatur 70 °C, 80 °C, 90 °C, 100 °C, dan 110 °C

Puncak difraksi tertinggi nanopartikel ZnO yang disintesis pada temperatur 70 °C – 110 °C berada pada sudut (2θ)= 36,2201°, 36,2633°, 36,2018°, 36,2548°, dan 36,2217°. Intensitas atau tinggi puncak difraksi mengindikasikan kristalinitas nanopartikel. Semakin tinggi puncak difraksi sinar-X berarti tingkat kristalinitas nanopartikel ZnO lebih tinggi. Dapat dilihat pada grafik ZnO yang disintesis pada temperatur 100 °C memiliki puncak yang lebih tinggi daripada sampel lainnya. Menurut Sirenden (2012), semakin kecil lebar setengah puncak maksimum, maka tingkat kristalinitas nanopartikel ZnO lebih tinggi.

Tabel 1 Perbandingan parameter kristal ZnO untuk setiap sampel

Sampel	2θ (°)	**Sistem Kristal**	A	B	γ	a (Å)	b (Å)	c (Å)
ZnO 70	36,22	*hexagonal*	90°	90°	120°	3,2522	3,2522	5,2095
ZnO 80	36,22	*hexagonal*	90°	90°	120°	3,2533	3,2533	5,2072
ZnO 90	36,22	*hexagonal*	90°	90°	120°	3,2568	3,2568	5,2125
ZnO 100	36,22	*hexagonal*	90°	90°	120°	3,2533	3,2533	5,2072
ZnO 110	36,22	*hexagonal*	90°	90°	120°	3,2522	3,2522	5,2095

Tabel 1 menunjukkan perbandingan parameter kristal ZnO untuk setiap sampel. Sistem kristal yang terbentuk pada semua sampel adalah *hexagonal* dengan parameter kisi $\alpha = \beta = 90°$ dan $\gamma = 120°$ sedangkan nilai a, b, dan c pada masing-masing sampel berbeda. Tabel 1 menunjukkan struktur kristal pada setiap sampel berbentuk *wurtzite* dengan $a = b = 3{,}2$ Å dan $c = 5{,}2$ Å. Pada ZnO 90 nilai a, b, dan c berbeda dari sampel lain akan tetapi tidak mempengaruhi struktur kristal dari nanopartikel ZnO yang terbentuk.



Gambar 5 Diagram suhu sintesis terhadap diameter kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk

Gambar 5 menampilkan pengaruh suhu sintesis terhadap diameter kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk. Diameter kristal ZnO naik ketika temperatur sintesis dinaikkan. Diatas suhu 100 °C, diamater kristal kembali mengalami penurunan. Semakin tinggi temperatur, semakin kecil diameter kristal. Menurut Sholehah (2015), semakin tinggi temperatur sintesis, semakin kecil diameter kristal nanopartikel ZnO. Pada temperatur 90 °C diameter kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk lebih besar daripada sampel yang lain. Diameter kristal nanopartikel ZnO lebih kecil daripada diameter nanopartikel ZnO, maka jenis kristal nanopartikel ZnO yang terbentuk berupa polikristal dimana perbandingan diameter nanopartikel rata-rata dengan diameter kristal rata-rata pada ZnO dengan temperatur 70 °C, 80 °C, 100 °C, dan 110 °C sebesar dua dan pada temperatur 90 °C sebesar tiga.

IV. KESIMPULAN

Temperatur sintesis mempengaruhi diameter nanopartikel ZnO yang terbentuk. Ukuran diameter nanopartikel ZnO yang terbentuk berfluktuasi terhadap temperatur sintesis dengan polinomial orde dua. Partikel ZnO dengan temperatur 80 °C yang terbentuk berupa *nanorod* dengan struktur kristal berbentuk *hexagonal*. Diameter kristal nanopartikel ZnO dipengaruhi oleh temperatur sisntesis, ukuran diameter kristal ZnO yang terbentuk fluktuasi terhadap temperatur sintesis dengan polinomial orde dua. Diameter nanopartikel ZnO lebih besar dibanding diameter kristal, sehingga dapat disimpulkan bahwa partikel yang terbentuk adalah polykristal.

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M., *Pengantar Nanosains* (Institut Teknologi Bandung (ITB), Bandung, 2009).

Yuwono, A. H., dan Dharma, H., Fabrikasi Nanorod Seng Oksida (ZnO) dengan Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Konsentrasi Polyethylene Glycol dan Waktu Tunda Evaporasi Amonia, Majalah Metalurgi, hal. 101-108, 2011.

Romero, S.L., and Garcia-H, M., Photoluminescence and Structural Properties of ZnO Nanorods Growth by Assisted Hydrothermal Method, *World Journal of Condensed Matter Physics*, hal. 123-157, 2013.

Sholehah, A., "Sintesis Nanostruktur Seng Oksida (ZnO) Berketeraturan Tinggi dengan Metode Kimiawi Basah Untuk Aplikasi Sel surya Tersensitasi Zat Pewarna", Disertasi, Universitas Indonesia, 2015.

Sirenden, A. H., "Sintesis *Nanorods* Seng Oksida (ZnO) Menggunakan Putih Telur Sebagai Biotemplate", Skripsi, Universitas Indonesia, 2012.

Stein, O. H., "Sintesis dan Karakterisasi Nanorod ZnO Hasil Proses Sol-Gel dan Hidrotermal Untuk Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Zat Pewarna Organik", Skripsi, Universitas Indonesia, 2009.