



JOURNAL OF ENERGY, MATERIAL, AND INSTRUMENTATION TECHNOLOGY

Journal Webpage <https://jemit.fmipa.unila.ac.id/>



Efek NaOH pada Pembentukan Nano ZnO Metode Hidrotermal

Rahma Fauza^{(a)*}, Posman Manurung^(b), dan Yanti Yulianti^(c)

Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia, 35141

Article Information

Article history:

Received July 2, 2021

Received in revised form

July 20, 2021

Accepted August 29th, 2021

Keywords: ZnO, NaOH, Hidrotermal

Abstract

Hydrothermal methods have been developed for the manufacture of ZnO. This study aims to find out the effects of variation on the chemical composition and structure of nanoZnO, the nanoZnO phase formed and the nanoZnO particle size formed. The NaOH variation used is 1; 2; 3; and 4 grams. The characteristics used are X-Ray Diffractions (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM). The XRD characterization results show that the diffraction peaks correspond to standard databases and show wurtzite phases with hexagon structures. The results of SEM characterization showed that the mean measurement of ZnO particles and the error value in the 1 gram variation was 67 ± 3 nm, while the 3 gram variation was 76 ± 6 nm.

Informasi Artikel

Proses artikel:

Diterima 2 Juli 2021

Diterima dan direvisi dari
20 Juli 2021

Accepted 29 Agustus 2021

Kata kunci: ZnO, NaOH, Hidrotermal

Abstrak

Telah dilakukan pembuatan ZnO dengan metode hidrotermal. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi terhadap komposisi kimia dan struktur nanoZnO, fasa nanoZnO yang terbentuk dan ukuran partikel nanoZnO yang terbentuk. Variasi NaOH yang digunakan adalah 1; 2; 3; dan 4 gram. Karakterisasi yang digunakan ialah Difraksi Sinar-X (XRD) dan Scanning Electron Microscopy (SEM). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa puncak-puncak difraksi sesuai dengan pangkalan data standar dan menunjukkan fasa wurtzite dengan struktur heksagonal. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa ukuran rata-rata partikel ZnO dan nilai eror pada variasi 1 gram adalah 67 ± 3 nm, sedangkan pada variasi 3 gram adalah 76 ± 6 nm.

1. Pendahuluan

Nanoteknologi memiliki definisi sebagai teknologi pada benda berskala nanometer (nm) dalam dimensi kisaran 1-100 nm. Kata nano berasal dari bahasa Yunani “nanos” yang mempunyai arti ukuran mini (Lauterwasser, 2006). Salah satu perkembangan nanoteknologi yang cukup luas dikenal dalam dunia sains yaitu nanomaterial. Nanomaterial memiliki beberapa jenis salah satunya adalah serbuk nano (Council, 2007) seperti nanosilika, nanotitania, nanoalumina nano-ZnO, nano-Cu dan nano-Pb (Zhai et al., 2017).

Penelitian tentang nanomaterial dengan menggunakan bahan semikonduktor oksida logam telah banyak dilakukan, salah satunya adalah nano ZnO (Ui, 2011). Nano ZnO banyak diaplikasikan dan dikembangkan karena memiliki sifat fotokatalitik, elektrik, optik (Hong et al., 2008), sel surya, sensor gas, kosmetik (Lee et al., 2008), antibakteri dan antijamur (Khan, et al., 2014). Selain itu, keistimewaan ZnO ini memiliki material semikonduktor dengan celah pita bar sebesar 3,37eV dan energi eksitasi sebesar 60 MeV (Zhang et al., 2007).

Material ZnO memiliki ukuran dan morfologi yang bergantung pada sifat fisik dan kimia. Nanokawat dan nanobatang termasuk dalam macam-macam nanopartikel ZnO, dengan nanopartikel tersebut merupakan material penting dalam skala nanometer (nm) biasa digunakan untuk peralatan elektronik, zat aditif pada cat, material keramik dan katalis (Anonymous, n.d.). Umumnya struktur ZnO yang dihasilkan adalah struktur heksagonal wurtzite namun ternyata masih ada lagi struktur *zinc blende* dan *rock salt* (Dengyuan, H. and Xiaoping, 2005).

Dalam penelitian ini bahan awal yang digunakan adalah zink nitrat karena memiliki harga yang relatif murah dan bahan bersifat tidak beracun (Darajat et al., 2015). Banyak cara untuk menghasilkan material nano ZnO seperti sintesis metode kimiawi basah, *solid state*, pengendapan, hidrotermal, dan solvothermal (Lee et al., 2008).

Di antara metode-metode tersebut, metode hidrotermal yang dipilih karena dapat menghasilkan kristalinitas yang tinggi dan dapat dibuat pada suhu yang rendah. Pertumbuhan kristal terjadi didalam alat yang terdiri dari

* Corresponding author.

E-mail address: (a) rahmafauza098@gmail.com; (b) reip65@yahoo.com; (c) yanti.yulianti@fmipa.unila.ac.id

tekanan tabung baja atau yang sering disebut dengan *autoclave*. Hidrotermal bekerja dengan proses tekanan untuk menghasilkan pengkristalan tunggal (Morey, 1953).

Keuntungan utama sintesis hidrotermal ini bila dibandingkan dengan *proses lain adalah kemampuannya untuk membentuk kristalinitas senyawa yang baik*, sehingga tidak diperlukan lagi proses perlakuan panas pada suhu yang lebih tinggi. Selain itu, reaksi ini berlangsung cukup cepat dengan *pengontrolan kristalinitas, ukuran kristal, kemurnian, dan proses pembuatan yang mudah* karena hanya memainkan suhu dan waktu sintesis (Ortiz-Landeros et al., 2012).

Pada penelitian sintesis nano ZnO dengan menggunakan metode hidrotermal, beberapa diantaranya ada yang melakukan variasi waktu untuk melihat bagaimana pengaruh waktu terhadap sifat nano ZnO tersebut. Hasil yang diperoleh pada beberapa penelitian menggunakan variasi waktu dapat menghasilkan fasa struktur hexagonal wurtzite. Dalam penelitian Hossary (2018) (Hossary et al., 2018) dengan mensintesis nano ZnO menggunakan metode hidrotermal, dengan variasi waktu yang digunakan 4; 8; 12; dan 18 jam. Bahan awal yang digunakan adalah bahan prekursor $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (zink nitrat heksahidrat), surfaktan NaOH (natrium hidroksida), air suling, dan etanol. Kemudian dihidrotermal menggunakan suhu 75°C dengan variasi waktu 4; 8; 12; dan 18 jam. Selanjutnya larutan dibilas dengan air suling ganda dan etanol, lalu dikeringkan pada suhu 100°C selama 3 jam. Hasil yang diperoleh adalah struktur heksagonal, nanopartikel ZnO yang memiliki koefisien absorpsi yang relatif tinggi dan dapat digunakan pada aplikasi fotovoltaik.

Pada artikel ini akan dibuat ZnO menggunakan metode hidrotermal dengan variasi NaOH 1; 2; 3 dan 4 gram. Dimana tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh variasi NaOH terhadap struktur dan morfologi nano ZnO serta mengetahui fasa dan ukuran partikel nano ZnO yang terbentuk.

2. Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan bahan awal zink nitrat tetrahidrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (Sigma Aldrich), natrium hidroksida (NaOH) 97% (Merck), air suling, dan etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) (Merck). Untuk mendapatkan nano ZnO harus melakukan beberapa tahapan di antaranya sintesis ZnO, pengeringan, uji karakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

Proses sintesis ZnO dilakukan dengan pembuatan larutan menggunakan bahan zink nitrat tetrahidrat sebesar 2,61 gram dan aquabides sebanyak 2 ml. Kemudian membuat variasi larutan NaOH seperti pada **Tabel 1** dan aquabides sebanyak 20 ml. Setelah itu, kedua larutan tersebut di campurkan dan *distirrer* selama 2 jam

Tabel 1. Variasi Sampel NaOH.

Sampel	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (gr)	NaOH (gr)
A	2,61	1
B	2,61	2
C	2,61	3
D	2,61	4

dengan kecepatan 900 rpm. Larutan di masukan ke dalam teflon dan dimasukkan dalam autoclave untuk melakukan metode hidrotermal dengan suhu 100°C selama 8 jam. Selanjutnya autoclave di diamkan pada suhu ruang selama 24 jam untuk proses pendinginan lalu larutan dibilas menggunakan air suling dan etanol. Kemudian endapan dikeringkan pada suhu 100°C selama 3 jam.

3. Hasil Dan Pembahasan

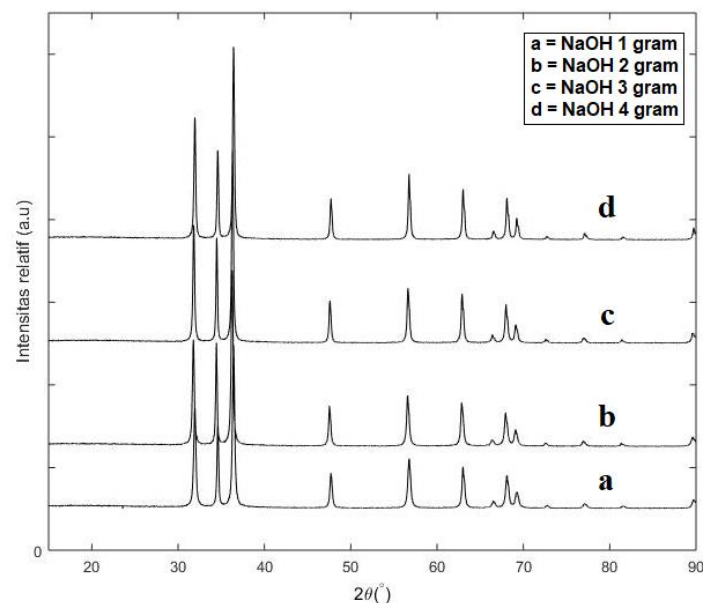
Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa dan struktur kristal pada serbuk ZnO. Data yang diperoleh ialah hubungan antara intensitas dengan nilai sudut 2 theta (2θ) yang disajikan dalam bentuk difraktogram. Difraktogram tersebut memiliki puncak-puncak difraksi sebagai ungkapan fasa dan struktur kristal.

Panjang gelombang yang digunakan yaitu $1,54059 \text{ \AA}$ yang dioperasikan dengan tegangan 40 kV dan kuat arus 30 mA. Rentang puncak sudut 2θ yang digunakan adalah 15° sampai 90° dengan ukuran langkah sebesar $0,020^\circ$ dan *scan time* selama $10^\circ/\text{menit}$. **Gambar 1** menunjukkan difraktogram XRD sintesis ZnO. Terlihat bahwa pola XRD yang diperoleh sesuai dengan struktur heksagonal kristal ZnO dimana fasa yang muncul ialah wurtzite dengan grup ruang yaitu P63MC menurut difraktogram standar ICSD 065119 PDF Card No. 01-079-0205 (Albertson, J., Abrahams, S. C. and Kvick, 1989). Tidak terlihat ada puncak lain dari fasa yang diamati, hal ini membuktikan bahwa nanopartikel ZnO yang terbentuk hanyalah fasa wurtzite. Dalam **Gambar 1** (a) merupakan sampel dengan NaOH 1 gram, **Gambar 1** (b) merupakan sampel dengan NaOH 2 gram, **Gambar 1** (c) merupakan sampel dengan NaOH 3 gram dan **Gambar 1** (d) merupakan sampel NaOH 4 gram.

Digunakannya pangkalan data ini karena memiliki puncak yang paling sesuai antara hasil penelitian dengan standar. Untuk dapat melihat besarnya ukuran suatu partikel pada hasil XRD diperlukan perhitungan yang didasarkan oleh persamaan Scherrer sebagai berikut:

$$L = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

dengan L adalah ukuran partikel suatu kristal, B adalah lebar puncak pada FWHM, dan k adalah konstanta yang bernilai 0,94. Dalam rumus Scherrer ini satuannya adalah radian. Bila data difraksi masih diantara sudut 2θ dan intensitas, maka FWHM satuannya adalah derajat ($^\circ$) dan satuan derajat ini harus dirubah menjadi radian dimana 1° sebesar 0,01745.



Gambar 1. Difraktogram XRD sintesis ZnO. Panjang gelombang Sinar-X = 1,54059 Å.

Sudut difraksi 2θ tertinggi hasil difraktogram beserta lebar penuh pada setengah maksimal atau *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dan hasil perhitungan ukuran suatu partikel tersebut disajikan dalam **Tabel 2**.

Tabel 2. Puncak tertinggi sudut 2θ dan ukuran partikel.

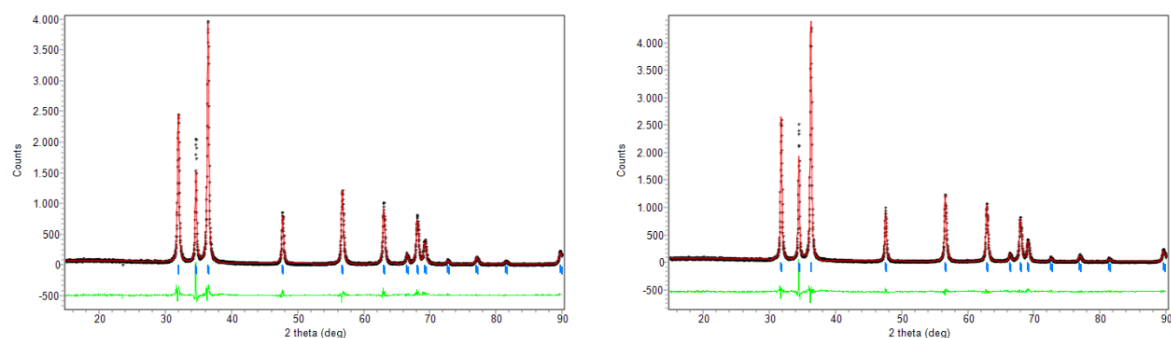
Sampel	2θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Partikel (nm)
A	36,40	0,2165	39
B	36,26	0,2165	39
C	36,28	0,1574	53
D	36,43	0,2362	35

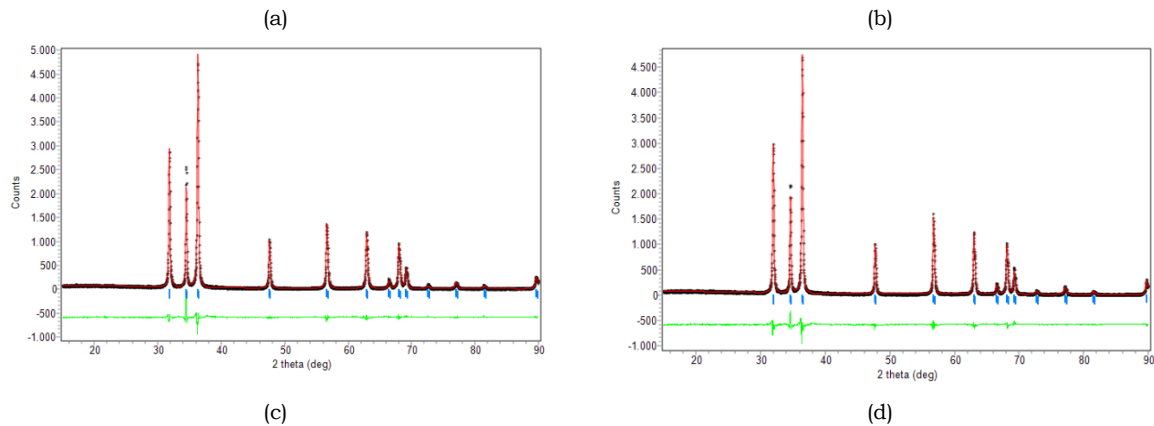
Secara umum variasi NaOH tidak membuat puncak difraksi bergeser, semua puncak konsisten pada sudut yang relatif sama sesuai dengan standar ICSD. Berdasarkan penelitian Nurbayasari *et al* (2017) (Sari *et al.*, 2017) metode reduksi dengan penambahan ekstrak rumput laut hijau dan menggunakan variasi pH memperoleh puncak pada nilai sudut (2θ) dimana puncak tertinggi berada pada sudut 2θ sebesar $36,26^\circ$. Sedangkan pada hasil penelitian dengan menggunakan variasi NaOH puncak nilai sudut (2θ) yang diperoleh mengalami sedikit pergeseran yaitu pada sampel A dan D yang bergeser sekitar $0,26^\circ$ memiliki kesamaan pada puncak sudut 2θ sebesar $36,26^\circ$ terjadi pada sampel B dan C. Hal ini disebabkan oleh faktor membesarnya suatu volume, nilai parameter $a = b, c$ dan ukuran partikel yang bertambah. Hasil XRD yang diperoleh mengalami pergeseran pada puncak difraksi.

Hal yang menarik dari penelitian ini adalah seiring penambahan NaOH tidak terjadinya kemunculan fasa baru dan penelitian ini membuktikan bahwa penambahan NaOH tidak memunculkan fasa baru dengan metode hidrotermal ini.

Selanjutnya dilakukan analisis kuantitatif, dengan melakukan refinement data XRD menggunakan metode Rietveld dan perangkat lunak Rietica. Model kristal hasil penghalusan menggunakan metode Rietveld dengan parameter fasa yang digunakan yaitu parameter menurut penelitian Sawada *et al* (1996) (Sawada *et al.*, 1996) dimana nilai $a = b \neq c$ sebesar 3,2523 dan 5,2096, begitupun dengan $\alpha = \beta \neq \gamma$ sebesar 90° dan 120° , hasil penghalusan disajikan dalam **Gambar 2**.

Berdasarkan **Gambar 2** sampel D memiliki kesamaan ukuran partikel seperti yang dikatakan dalam penelitian Nithiya *et al* (2015) (Nithiya *et al.*, 2015) ukuran kristal pada sampel ZnO yang diperoleh menggunakan metode poliol, dengan proses sintesis yang berlangsung selama 5 jam pada suhu 100°C .



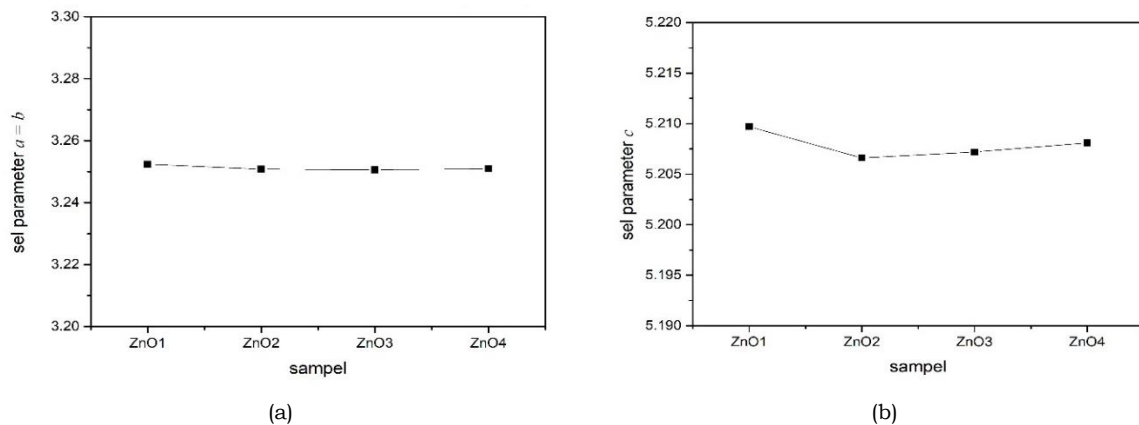


Gambar 2. Hasil penghalusan metode Rietveld (a) NaOH 1 gr (b) NaOH 2 gr (c) NaOH 3 gr (d) NaOH 4 gr.

Tabel 3. Parameter *refinement* data XRD ZnO.

Sampel	R_{wp}	R_p	R_{exp}	GOF	R_B
A	12,81	9,15	9,60	1,781	4,85
B	11,75	7,88	9,63	1,488	4,85
C	12,08	8,03	9,70	1,552	2,10
D	12,43	8,40	9,84	1,597	2,56

Setelah melakukan penghalusan dengan metode Rietveld yang menghasilkan file output berupa parameter R_p , R_{wp} , R_{exp} kurang dari 20% dan GOF kurang dari 4% sehingga nilai ini memenuhi standar metode Rietveld, seperti yang diperlihatkan pada **Tabel 3** hasil parameter *refinement*. Salah satu output refinement adalah diperolehnya sel parameter, berikut merupakan grafik antara sel parameter $a = b$ dan c yang disajikan pada **Gambar 3**.



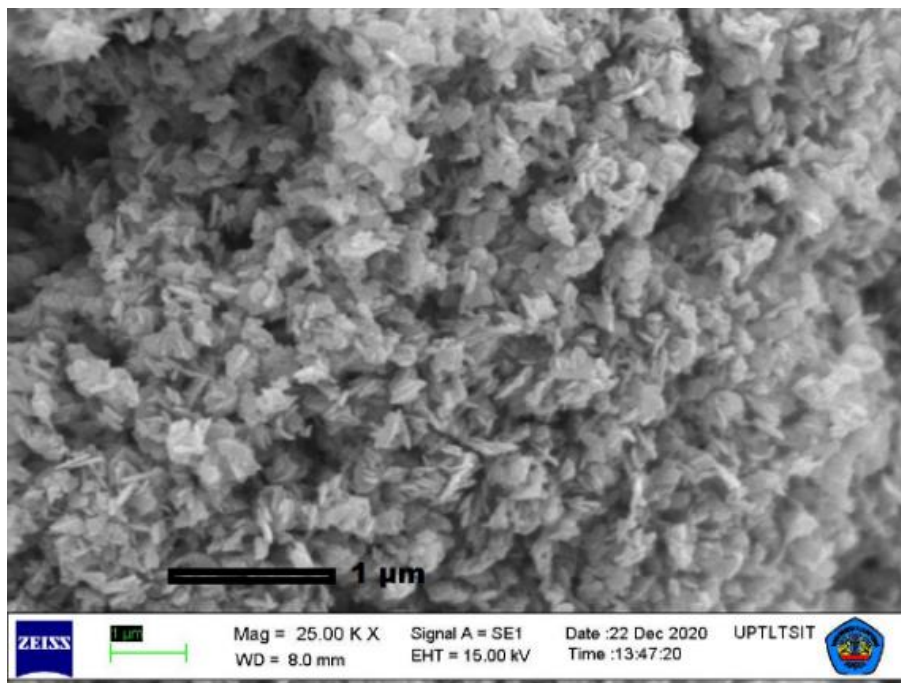
Gambar 3. (a) Sel parameter $a = b$; (b) Sel parameter c .

Berdasarkan **Gambar 3** menunjukkan bahwa grafik sel parameter pada fasa wurtzite, karena sel parameter kisi $a = b \neq c$. Nilai parameter kisi yang digunakan yaitu dari ICSD 44058 dimana sel parameter $a = 3,2524$ Å dan parameter $c = 5,2096$ Å. Terlihat jelas bahwa sel parameter $a = b$ relatif sama dalam semua variasi penambahan NaOH. Pada sumbu c terlihat bahwa ada perubahan meskipun sedikit.

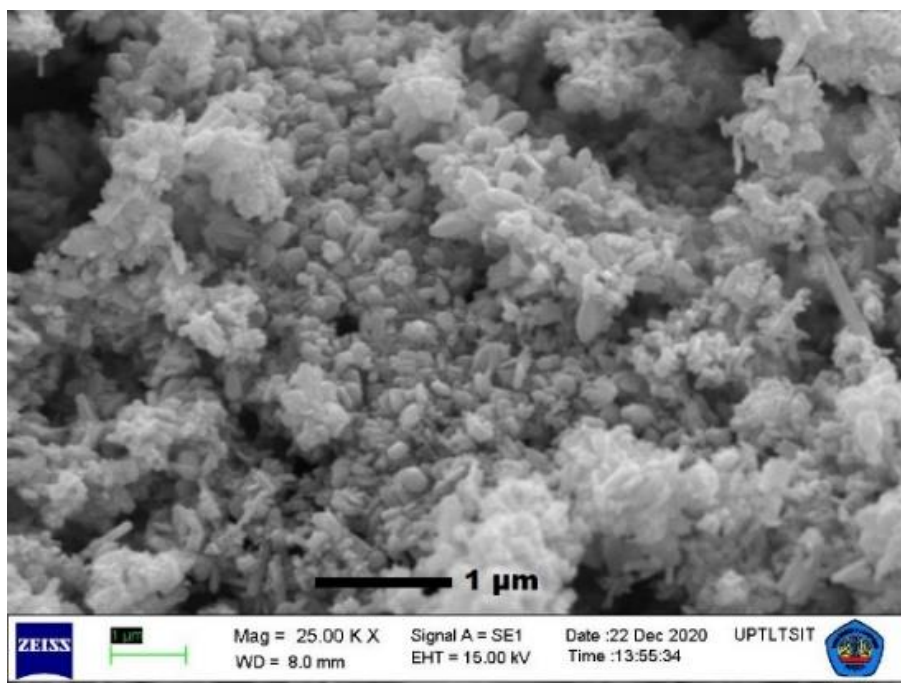
Dalam penelitian ini hasil parameter yang memiliki kesamaan dengan ICSD terjadi pada sampel A yaitu $a = 3,2524$ Å dan $c = 5,2097$ Å, semakin variasi NaOH bertambah maka sel parameter a dan c mengalami penurunan selisih hingga radius $0,0018$ Å pada nilai a dan pada parameter c mengalami penurunan selisih hingga $0,0031$ Å. Hal ini berarti bahwa semakin bertambahnya NaOH semakin berpengaruh pada perubahan sel parameter dalam ZnO.

Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Untuk mengetahui morfologi dan ukuran partikel pada sampel ZnO yang bervariasi dibutuhkan karakterisasi SEM. Pada saat menganalisis SEM diperlukan perangkat lunak untuk mengolah data hasil SEM tersebut, dan perangkat lunak yang digunakan ialah ImageJ dengan versi 64-bit Java 1.8.0_172. Hasil gambar morfologi dari sampel A ditunjukkan pada **Gambar 4**.



Gambar 4. Morfologi sampel A.



Gambar 5. Morfologi sampel C.

Berdasarkan **Gambar 4** hal yang menarik dari morfologi ini adalah morfologi partikel menunjukkan butir yang sedikit lebih kecil dan bentuk butir yang cenderung membentuk kepingan kayu. Dengan nilai rata-rata yang diperoleh sebesar 67 ± 3 nm. Selanjutnya SEM sampel C disajikan pada **Gambar 5**.

Berdasarkan **Gambar 5** hal yang menarik ke morfologi ini adalah seiring naiknya NaOH maka morfologi partikel menunjukkan butir yang sedikit lebih kecil dan bentuk butir yang cenderung membentuk butir batang heksagonal. Dan hal ini sesuai dengan penelitian Alfarisa *et al* (2017) (Alfarisa, 2018) mengungkapkan bahwa bentuk partikel ZnO yang diperoleh yaitu berbentuk batang heksagonal. Nilai rata-rata yang diperoleh sebesar 76 ± 6 nm.

4. Kesimpulan

Telah berhasil terbentuk Nano Zinc Oxide (ZnO) murni menggunakan metode hidrotermal dengan variasi NaOH dan struktur yang dihasilkan adalah heksagonal serta bentuk morfologi yang dihasilkan berupa kepingan kayu dan tabung heksagonal. Fasa yang terbentuk ialah fasa *Wurtzite*, dengan puncak tertinggi berada pada 2θ dengan variasi 4 gram sebesar $36,43^\circ$, ukuran partikel sebesar 35 nm. Pada SEM dengan variasi NaOH 1 gram memperoleh rata-

rata ukuran partikel sebesar 67 ± 3 nm, sedangkan pada variasi NaOH 3 gram memperoleh rata-rata ukuran partikel sebesar 76 ± 6 nm.

5. Daftar Pustaka

Anonymous. *An Overview On Uses Of Zinc Oxide Nanoparticles*.

Albertson, J., Abrahams, S. C. and Kwick, A. (1989). Section B: Structural Science. *Acta Crystallographica*.

Alfarisa, S. (2018). *Sintesis Struktur Mikro - Nano ZnO Menggunakan Metode Hidrotermal Sederhana Bersuhu Rendah*. July, 23–26.

Council, S. P. (2007). *Nanotechnology White Paper*. February.

Darajat, S., Aziz, H., & Alif, A. (2015). Seng Oksida (ZnO) Sebagai Fotokatalis Pada Proses Degradasi Senyawa Biru Metilen. *Jurnal Riset Kimia*, 1(2), 179. <https://doi.org/10.25077/jrk.v1i2.72>

Dengyuan, H. and Xiaoping, Z. (2005). An Overview on Uses of Zinc Oxide Nanoparticles. *Rf Magnetron Sputtering*.

Hong, R. Y., Feng, B., Chen, L. L., Liu, G. H., Li, H. Z., Zheng, Y., & Wei, D. G. (2008). Synthesis, characterization and MRI application of dextran-coated Fe₃O₄ magnetic nanoparticles. *Biochemical Engineering Journal*, 42(3), 290–300. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2008.07.009>

Hossary, F. M. El, El-rahman, A. M. A., & Abdelhamidshahat, M. (2018). *Low Hydrothermal Temperature Synthesis and Characterization of ZnO Low Hydrothermal Temperature Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles*. May.

Khan, F. M., Hamedullah, M., Ejaz, A. H. A., Lohani, A. M. B., Khan, R. H., Alam, M. M., dan Khan, W. (2014). Nanopartikel ZnO Berbentuk Bunga yang Disintesis dengan Pendekatan Baru pada Suhu Hampir Ruang dengan Sifat Antibakteri dan Antijamur. *Journal International Nano Medicine*, 9, 853–864.

Lauterwasser, C. (2006). *Opportunities and risks of Nanotechnologies*. Allianz AC.

Lee, S., Jeong, S., Kim, D., Hwang, S., Jeon, M., & Moon, J. (2008). ZnO nanoparticles with controlled shapes and sizes prepared using a simple polyol synthesis. *Superlattices and Microstructures*, 43(4), 330–339. <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2008.01.004>

Morey, G. W. (1953). Hydrothermal Synthesis. *Journal of the American Ceramic Society*, 36(9), 279–285. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1953.tb12883.x>

Nithiya, P., Chakra, C. H. S., & Ashok, C. (2015). Synthesis of TiO₂ and ZnO Nanoparticles by Facile Polyol Method for the Assessment of Possible Agents for Seed Germination. *Materials Today: Proceedings*, 2(9), 4483–4488. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.10.056>

Ortiz-Landeros, J., Gómez-Yáñez, C., López-Juárez, R., Dávalos-Velasco, I., & Pfeiffer, H. (2012). Synthesis of advanced ceramics by hydrothermal crystallization and modified related methods. *Journal of Advanced Ceramics*, 1(3), 204–220. <https://doi.org/10.1007/s40145-012-0022-0>

Sari, R. N., Saridewi, N., & Shofwatunnisa, S. (2017). Biosynthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles with Extract of Green Seaweed *Caulerpa* sp. *Jurnal Perikanan Universitas Gadjah Mada*, 19(1), 17. <https://doi.org/10.22146/jfs.24488>

Sawada, H., Wang, R., & Sleight, A. W. (1996). An electron density residual study of zinc oxide. *Journal of Solid State Chemistry*, 122(1), 148–150. <https://doi.org/10.1006/jssc.1996.0095>

Ui, F. T. (2011). *Universitas Indonesia Karakterisasi Nanopartikel ZnO Hasil Sintesis Dengan Metode Presipitasi dan Perlakuan Pra-Depok*.

Zhai, Y., Hunting, E. R., Wouterse, M., Peijnenburg, W. J. G. M., & Vijver, M. G. (2017). Importance of exposure dynamics of metal-based nano-ZnO, -Cu and -Pb governing the metabolic potential of soil bacterial communities. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 145, 349–358. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2017.07.031>

Zhang, Q., Yu, K., Bai, W., Wang, Q., Xu, F., Zhu, Z., Dai, N., & Sun, Y. (2007). Synthesis, optical and field emission properties of three different ZnO nanostructures. *Materials Letters*, 61(18), 3890–3892. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.12.064>