

**PENGARUH VARIASI SUHU DAN WAKTU PEMANASAN TERHADAP
STRUKTUR KRISTAL, KOMPOSISI KIMIA, MORFOLOGI DAN
KADAR LOGAM PADA SINTESIS NANOPARTIKEL ZnO
MENGGUNAKAN METODE HIDROTERMAL**

(Skripsi)

Oleh

Widya Hardiantika



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI SUHU DAN WAKTU PEMANASAN TERHADAP STRUKTUR KRISTAL, KOMPOSISI KIMIA, MORFOLOGI DAN KADAR LOGAM PADA SINTESIS NANOPARTIKEL ZnO MENGGUNAKAN METODE HIDROTERMAL

Oleh

Widya Hardiantika

Telah dilakukan sintesis nanopartikel ZnO dari limbah industri baja menggunakan metode hidrotermal. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan terhadap struktur kristal, komposisi kimia, morfologi dan kadar logam yang terbentuk. Variasi suhu yang digunakan adalah 120,150 dan 200°C dan variasi waktu pemanasan selama 1, 3 dan 6 jam. Karakterisasi yang digunakan ialah *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES), *X-Ray Fluorescence* (XRF) *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah *zincite* (ZnO) dengan puncak tertinggi 2θ sebesar $36,21^\circ$ dengan ukuran partikel sebesar 30,93 nm pada suhu 200°C selama 3 jam.

Kata Kunci: ZnO, hidrotermal, nanopartikel, sintesis.

ABSTRACT

THE EFFECT OF TEMPERATURE VARIATIONS AND HEATING TIME ON CRYSTAL STRUCTURE, CHEMICAL COMPOSITION, MORPHOLOGY AND METAL CONTENT ON THE SYNTHESIS OF ZnO NANOPARTICLES USING HYDROTHERMAL METHOD

By

Widya Hardiantika

Synthesis of ZnO nanoparticles from steel industry waste has been carried out using the hydrothermal method. This study aims to determine the effect of variations in temperature and heating time on the crystal structure, chemical composition, morphology and metal content formed. Variations in temperature used were 120, 150 and 200°C and variations in heating time for 1, 3 and 6 hours. The characterizations used are Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES), X-Ray Fluorescence (XRF) X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM). The characterization results showed that the phase formed was *zincite* (ZnO) with the highest peak of 2θ at 36.21° with a particle size of 30.93 nm at 200°C for 3 hours.

Keywords: *ZnO, hydrothermal, nanoparticle, synthesis.*

**PENGARUH VARIASI SUHU DAN WAKTU PEMANASAN TERHADAP
STRUKTUR KRISTAL, KOMPOSISI KIMIA, MORFOLOGI DAN
KADAR LOGAM PADA SINTESIS NANOPARTIKEL ZnO
MENGGUNAKAN METODE HIDROTERMAL**

Oleh

Widya Hardiantika

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

Judul Skripsi

: Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu Pemanasan terhadap Struktur Kristal, Komposisi Kimia, Morfologi dan Kadar Logam pada Sintesis Nanopartikel ZnO menggunakan Metode Hidrotermal

Nama Mahasiswa

: Widya Hardiantika

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817041078

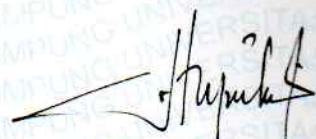
Jurusan

: Fisika

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Pembimbing I



Suprihatin, S.Si., M.Si.

NIP 19730414 199702 2 001

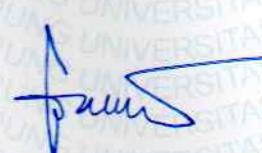
Pembimbing II



Dr. Eng. Widi Astuti, S.T., M.T.

NIP 19780819 200212 2 003

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA



Gurum Ahmad Fauzi, S.Si., M.T.

NIP 19801010 200501 1 002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Suprihatin, S.Si., M.Si.**

Sekretaris

: **Dr. Eng. Widi Astuti, S.T., M.T.**

Penguji

Bukan Pembimbing : **Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.**

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.

NIP 19740705 200003 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **13 September 2022**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dan sepengetahuan saya tidak ada karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 15 September 2022



Widya Hardiantika
NPM. 1817041078

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Widya Hardiantika, dilahirkan pada tanggal 12 Juni 2000 di Jakarta Timur. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Ibu Lisdiana dan Bapak Hery.

Penulis memulai Pendidikan pertama kali di TK Al-Ikhwan pada tahun 2005-2006, SDN Babelan Kota 07 pada tahun 2006-2012, SMPN 4 Babelan pada tahun 2012-2015, SMAN 1 Babelan pada tahun 2015-2018. Pada tahun 2018, penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Selama menempuh jenjang pendidikan S1 di Fisika FMIPA Unila, penulis mengambil konsentrasi keilmuan pada bidang Fisika Material. Penulis juga aktif dalam kegiatan keorganisasian dan menjabat sebagai anggota Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) pada bidang kominfo pada tahun 2019-2020.

Pada tahun 2021, penulis telah melaksanakan kegiatan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material (P2MM-BRIN) Serpong, Tangerang Selatan, Banten. Penulis juga telah mengikuti program pengabdian masyarakat dengan mengikuti Kuliah Kerja Nyata (KKN) pada tahun 2021 di Desa Harapan Jaya, Bekasi Utara, Kota Bekasi, Jawa Barat.

Pada bulan April tahun 2022 penulis melakukan penelitian terkait tugas akhir yang berjudul **“Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu Pemanasan terhadap Struktur Kristal, Komposisi Kimia, Morfologi dan Kadar Logam pada Sintesis Nanopartikel ZnO menggunakan Metode Hidrotermal”** yang bertempat di Pusat Riset Teknologi Pertambangan-Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang, Lampung Selatan.

MOTTO

“If you are grateful, I will give you more”

(Q.S. Ibrahim:7)

“Only you can turn your dreams into reality, and you have everything to need to make it happen”

(Anonim)

“Siapa yang menempuh jalan untuk mencari ilmu, maka Allah akan mudahkan baginya jalan menuju Surga”

(HR. Muslim no. 2699)

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Allah Subhanahuwa ta'ala, karya kecil ini
kupersembahkan kepada:

Ibunda Tercinta Lisdiana dan Bapak Tercinta Hery

“Terimakasih untuk segala do'a, usaha, dukungan serta limpahan kasih sayang
tiada henti yang selalu diberikan demi keberhasilanku. Terimakasih telah menjadi
orang tua hebatku di dunia ini hingga mampu dan berhasil mendidik sampai
mencapai gelar sarjana ini”

Ibu dan Bapak Dosen

Terimakasih atas segala ilmu pengetahuan yang telah diberikan, semoga dapat
bermanfaat dan menjadi ladang pahala yang selalu mengalir untuk Ibu dan Bapak.

Adikku, Keluarga Besar & Sahabat-Sahabat Terdekat

Rekan-rekan seperjuangan Fisika FMIPA Unila 2018

dan

Almamater Tercinta
Universitas Lampung

KATA PENGANTAR

Segala puji kehadirat Allah SWT yang telah memberi nikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu Pemanasan terhadap Struktur Kristal, Komposisi Kimia, Morfologi dan Kadar Logam pada Sintesis Nanopartikel ZnO menggunakan Metode Hidrotermal”**. Tujuan dari penulisan skripsi ini yaitu sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains (S.Si) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Skripsi ini membahas tentang pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan pada sintesis nanopartikel ZnO menggunakan metode hidrotermal dan kemudian dikarakterisasi menggunakan ICP-OES, XRF, XRD, dan SEM.

Penulis menyadari dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak, demi sempurnanya skripsi ini.

Bandar Lampung, 15 September 2022

Widya Hardiantika
NPM. 1817041078

SANWACANA

Puji syukur kehadirat Allah SWT, yang telah memberi kesehatan, kemudahan, serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu Pemanasan terhadap Struktur Kristal, Komposisi Kimia, Morfologi dan Kadar Logam pada Sintesis Nanopartikel ZnO menggunakan Metode Hidrotermal”**. Penulisan skripsi ini tidak dapat terwujud tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak, baik berupa tenaga maupun pemikiran. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si. selaku Pembimbing Pertama yang telah banyak memberi bimbingan, arahan, motivasi, nasihat serta ilmunya.
2. Ibu Dr. Eng. Widi Astuti, S.T., M.T. selaku Pembimbing Kedua yang telah memberikan waktu, ilmu, saran, serta arahan dalam penulisan skripsi ini.
3. Bapak Prof. Posman Manurung, Ph.D. selaku Dosen Pembahas yang telah memberikan saran dan masukan dalam penulisan skripsi ini.
4. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T., selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.
5. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T., selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung dan Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dan arahan selama penulis menempuh studi pada bangku perkuliahan.

6. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Fisika, atas ilmu yang telah diberikan selama penulis menempuh studi pada bangku perkuliahan.
7. Kedua orang tuaku Ibu Lisdiana dan Bapak Hery, kepada saudara kandungku Achmad Mubarokha yang selalu memberikan kasih sayang, dukungan dan do'a untuk penulis.
8. Sahabat-sahabatku Fahda, Farra, Mila, Santi, Marietha, Liza, Nabila, Latifah, Rachma, Isna, Rahmat, Bimo, Trianda, Arik, Dimas, Fajar, Anes, Alfan, Syifa, Rika, Indah, Rahma, Muti, Silvian, Wulan, Celina, Levina, Dinda, Farda, Fahri, Coco, Aldi, Pras dan Ahmad Farisi (Alm.), yang selalu memberikan dukungan penuh juga selalu ada disaat susah-senang serta menjadi kawan diskusi dan penghibur yang baik. Semoga Allah SWT membalas kalian semua dengan hal yang lebih baik dan untuk Ahmad Farisi (Alm.) semoga ditempatkan di tempat terbaik-Nya. Aamiin.
9. Teman-teman PKL LIPI Metalurgi Serpong dan teman penelitian Nano ZnO, Rahma, Monica dan Novia.
10. Teman-teman seperjuangan Fisika 2018.

Serta berbagai pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas seluruh kebaikan dengan hal yang lebih baik.

Bandar Lampung, 15 September 2022

Widya Hardiantika

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
LEMBAR PERSETUJUAN	iv
LEMBAR PENGESAHAN	v
LEMBAR PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
MOTTO	ix
PERSEMBAHAN	x
KATA PENGANTAR	xi
SANWACANA	xii
DAFTAR ISI	xiv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xvii
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nanopartikel ZnO	7
2.2 Asam Asetat (CH_3COOH)	8
2.3 Metode Hidrotermal	10

2.4 <i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry</i> (ICP-OES)	11
2.5 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	12
2.6 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	14
2.7 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	16

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	18
3.2 Alat dan Bahan.....	18
3.2.1 Alat Penelitian.....	18
3.2.2 Bahan Penelitian	19
3.3 Prosedur Penelitian	19
3.3.1 Pelindian (<i>Leaching</i>) Limbah EAFD menggunakan Asam Asetat.19	
3.3.2 Pengendapan Hasil Pelindian (<i>Leaching</i>) Limbah EAFD dengan Asam Asetat menggunakan NaOH 10%	20
3.3.3 Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Hidrotermal.....	21
3.3.4 Karakterisasi	22
3.4 Diagram Alir	23

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Karakterisasi ICP-OES	24
4.2 Hasil Karakterisasi XRF	26
4.3 Hasil Karakterisasi XRD.....	27
4.3.1 Hasil Analisis Kualitatif XRD	28
4.3.2 Hasil Analisis Kuantitatif XRD	30
4.4 Hasil Analisis Ukuran Partikel.....	32
4.5 Hasil Karakterisasi SEM.....	34

V. KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	38

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Skema kerja ICP-OES	11
Gambar 2.2 Skema Kerja XRF.....	13
Gambar 2.3 Skema Kerja XRD	14
Gambar 2.4 Skema Hukum Bragg.....	15
Gambar 2.5 Skema Kerja SEM	17
Gambar 3.1 Bahan Baku Limbah EAFD.....	19
Gambar 3.2 Larutan Hasil Pengendapan pH 8	21
Gambar 3.3 Teflon Autoclave 50 ml	22
Gambar 3.4 Diagram Alir Penelitian.....	23
Gambar 4.1 Hubungan variasi suhu terhadap semua waktu pemanasan pada kadar logam unsur Zn, Fe dan Cu dengan (a) suhu 120°C selama 1, 3 dan 6 jam, (b) suhu 150°C selama 1, 3 dan 6 jam, (c) suhu 200°C selama 1, 3 dan 6 jam	25
Gambar 4.2 Hubungan variasi suhu dan waktu pemanasan pada komposisi kimia unsur Zn dengan (a) perbandingan suhu terhadap semua waktu (b) perbandingan waktu terhadap semua suhu	26
Gambar 4.3 Grafik XRD metode hidrotermal pada suhu 120, 150 dan 200°C (a) selama 1 jam, (b) selama 3 jam, (c) selama 6 jam dengan Z = zincite (ZnO) dan ● = hematite (Fe_2O_3)	28
Gambar 4.4 Hasil refinement XRD dengan variasi suhu dan waktu (a) sampel suhu 120°C waktu 1 jam, (b) sampel suhu 120°C waktu 3 jam, (c) sampel suhu 120°C waktu 6 jam, (d) sampel suhu 150°C waktu 3 jam, (e) sampel suhu 200°C waktu 3 jam	30
Gambar 4.5 Hasil morfologi uji SEM	34

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Asam Asetat (CH_3COOH)	8
Tabel 4.1 Hasil Karakterisasi ICP-OES Sampel Hasil Leaching 1M dan Pengendapan pH 7.....	25
Tabel 4.2 Hasil Nilai <i>Refinement XRD</i> pada <i>software Rietica</i>	32
Tabel 4.3 Hasil Analisis Ukuran Partikel dengan persamaan <i>Scherrer</i>	33

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi merupakan salah satu bidang yang menarik perhatian para ilmuwan di seluruh dunia ketika teknologi ini dianggap sebagai teknologi masa depan dengan peran penting dalam bidang-bidang seperti; nanokimia, nanofisika, nanomaterial, nanoelektronik, dan nanomekanika (Xia *et al.*, 2003).

Penerapan material nanopartikel pada dasarnya adalah suatu teknik untuk mengontrol ukuran, bentuk, morfologi dan susunan material berukuran nano yang akan menentukan sifat dari nanopartikel yang disintesis. Sintesis dapat berlangsung baik secara fisika maupun kimia (Segal, 2008).

Penelitian mengenai nanomaterial menggunakan bahan semikonduktor oksida logam telah banyak dilakukan, salah satunya menggunakan *Zinc Oxide* (ZnO). ZnO merupakan salah satu bahan semikonduktor berbasis oksida yang cukup menarik, karena memiliki sifat yang unik seperti memiliki radiasi UV yang tinggi, memiliki stabilitas kimia yang sangat baik dan kemudahan dalam pembuatannya (Vaseem et al., 2010). Dikarenakan rasio luas permukaan terhadap volumenya yang tinggi pada skala nano, maka ZnO memiliki wilayah aktif listrik yang lebih

besar dibandingkan ukuran spesifiknya, sehingga ZnO cocok menjadi bahan yang diterapkan pada bidang biomedis seperti: biosensor dan sensor elektrokimia (Kumar et al., 2019).

Produk ZnO dapat dihasilkan dari prekursor kimia ZnO murni ataupun dari bahan lainnya seperti limbah. Limbah yang digunakan dapat berasal dari sisa pengolahan baja yang tidak memiliki nilai ekonomi ataupun nilai konsumsi, sehingga limbah tersebut dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Banyak perusahaan peleburan baja menghasilkan limbah baja seperti *Electric Arc Furnace Dust* (EAFD) atau yang biasa dikenal dengan debu tungku busur listrik. EAFD termasuk dalam kategori limbah berbahaya karena mengandung logam berat seperti seng, besi, kadmium dan kromium (Teo et al., 2018). Beberapa logam berat seperti seng (Zn) dan besi (Fe) dapat didaur ulang dari EAFD melalui sintesis. Kandungan seng (Zn) dalam EAFD dapat mencapai 50 - 60% (Astuti et al., 2020).

Beberapa metode dalam pembentukan nanostruktur ZnO diantara nya sol gel, *vapor deposition*, *thermal evaporation*, hidrotermal dan sebagainya. Beberapa metoda tersebut memiliki kekurangan, seperti metoda sol gel yang membutuhkan biaya tinggi tetapi kontrol komposisi masih kurang (Brinda et al., 1997). Untuk metode *vapor deposition* dan *thermal evaporation* homogenitas dan selektivitas nanostruktur yang dihasilkan kurang baik (Chen et al., 2003). Metode hidrotermal memiliki beberapa kelebihan diantaranya efisien, murah dan mudah. Tong, et al., (2006) telah berhasil menumbuhkan berbagai variasi bentuk nanostruktur menggunakan metode hidrotermal.

Metode hidrotermal memiliki beberapa keunggulan dalam preparasi seperti; nanopartikel dapat dibentuk langsung dari larutan, bahannya berbentuk kristal atau amorf tergantung pada suhu, ukuran partikel dikendalikan oleh suhu hidrotermal, sintesis dapat dilakukan, hadir pada suhu rendah dan dalam kasus tertentu membentuk bubuk yang tidak memerlukan penggilingan dan kalsinasi. (Dawson, 1988).

Pada penelitian terdahulu tentang nanopartikel ZnO yang disintesis menggunakan limbah industri logam dengan agen pengendapan asam oksalat dilakukan melalui tiga tahapan yaitu; pelindian menggunakan asam asetat 1M, pengendapan dan hidrotermal. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses hidrotermal belum dapat mengubah karakteristik dari panjang gelombang pada sampel dan proses pengolahan limbah belum dapat menghasilkan struktur ZnO yang sesuai dengan kandungan mineral ZnO seperti *zincite*, melainkan hanya membentuk seng oksalat saja (Putra *et al.*, 2021).

Pada penelitian lainnya yang dilakukan oleh Osman, *et al.*, (2015) menggunakan bahan zink asetat dihidrat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (sebagai sumber zinc murni yang digunakan) dan natrium hidroksida (NaOH) sebagai prekursor untuk pembentukan serbuk nano seng oksida, memperoleh hasil ZnO serbuk nano yang berhasil dibuat melalui pertumbuhan kimia pada suhu yang rendah yaitu sebesar 90°C selama 2 jam melalui metode hidrotermal. Metode ini merupakan metode sederhana dan murah yang tidak memerlukan pelarut atau kalsinasi kembali setelah pengeringan. Hasil produksi yang tinggi diperoleh dengan menggunakan natrium hidroksida sebagai pengganti heksametilenatetramina (HMTA).

Penelitian lainnya yang juga dilakukan oleh Saragi *et al.*, (2016) menggunakan bahan etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) dan natrium hidroksida (NaOH) memperoleh hasil bahwa nanopartikel ZnO yang disintesis pada $\text{pH} = 10$ dan suhu 100°C selama 5 jam dengan perbandingan molar 0,3 : 0,9 memiliki karakteristik yang lebih baik dibandingkan sampel pada perbandingan molar sebesar 0,008:0,5. Perbedaan kualitas kristal nanopartikel disebabkan oleh perbedaan volume bahan dan pelarut dalam reaktor, kelarutan akan menurun seiring dengan penurunan tekanan uap jenuh.

Berdasarkan uraian di atas, maka dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan reagen pelindian pada sintesis nanopartikel ZnO menggunakan metode hidrotermal.

Hasil sintesis nanopartikel ZnO kemudian dikarakterisasi menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) untuk mengetahui kadar logam, *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan komposisi kimia, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan terhadap kadar logam yang tersisa setelah proses pengendapan menggunakan karakterisasi ICP-OES?

2. Bagaimana pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan terhadap komposisi kimia yang terbentuk menggunakan karakterisasi XRF?
3. Bagaimana pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan terhadap struktur kristal dan ukuran partikel yang terbentuk menggunakan karakterisasi XRD?
4. Bagaimana bentuk morfologi permukaan setelah dilakukan karakterisasi menggunakan SEM?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan terhadap kadar logam yang tersisa setelah proses pengendapan menggunakan karakterisasi ICP-OES.
2. Mengetahui pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan terhadap komposisi kimia yang terbentuk menggunakan karakterisasi XRF.
3. Mengetahui pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan terhadap struktur kristal dan ukuran partikel yang terbentuk menggunakan karakterisasi XRD.
4. Mengetahui bentuk morfologi permukaan setelah dilakukan karakterisasi menggunakan SEM.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah industri baja yaitu *Electric Arc Furnace Dust* (EAFD) yang berasal dari PT. Central Fortuna Steel Wanaherang, Gunung Putri, Bogor, Jawa Barat.

2. Metode yang digunakan adalah hidrotermal dengan variasi suhu 120, 150 dan 200°C dan variasi waktu pemanasan selama 1, 3 dan 6 jam.
3. Media larutan yang digunakan asam asetat (CH_3COOH) dengan konsentrasi molar reagen pelindian 1 Molar dan NaOH 10%.
4. Karakterisasi yang dilakukan adalah *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) menggunakan mesin ICP-OES PQ 9000 Elite Plasma Quant, *X-Ray Fluorescence* (XRF) menggunakan mesin XRF tipe PANalytical Epsilon3XLE, *X-Ray Diffraction* (XRD) menggunakan mesin XRD tipe PANalytical X’Pert3 Powder dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menggunakan mesin SEM Quattro S.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh setelah melakukan penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi tentang sintesis nanopartikel ZnO menggunakan metode hidrotermal.
2. Mengetahui pengaruh variasi suhu dan waktu pemanasan pada sintesis nanopartikel ZnO menggunakan metode hidrotermal.
3. Sebagai tambahan referensi di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanopartikel ZnO

Seng oksida (ZnO) adalah salah satu komponen anorganik yang memiliki stabilitas termal sangat baik, dengan celah energi langsung sebesar 3,37 eV dan energi ikat eksiton yang tinggi sebesar 60 MeV. ZnO juga memiliki beberapa sifat diantaranya adalah semikonduktor dan katalisis. ZnO termasuk salah satu jenis semikonduktor "lama" yang telah menarik perhatian para peneliti karena aplikasinya dalam bidang sains dan kawasan industri seperti pada pemanfaatan untuk pemandu gelombang elektrik, piezoelektrik, sensor gas konduktif dan sebagainya (Nickel dan Terukove, 2005). Kelebihan ZnO juga terdapat pada manufakturnya yang murah dan sifat emisi yang baik pada penggunaannya sebagai bahan nano (Masuda dan Kato, 2008).

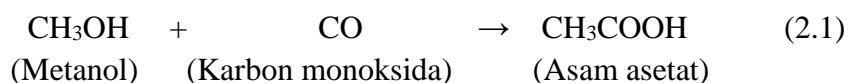
Selain itu, ZnO juga memiliki kelebihan pada sifat optiknya yang cukup menarik perhatian para peneliti. Pada penelitian yang dilakukan oleh Sujitno, *et al.*, (2006) mengenai pengaplikasian lapisan tipis ZnO susunan larik sebagai sensor gas dengan menggunakan teknik D-C sputtering diperoleh hasil dari uji sensitivitas sensor bahwa dengan jumlah larik yang lebih banyak ternyata sensor lebih sensitif. Sehingga sistem pemanas lapisan tipis yang telah dibuat cukup berhasil dan untuk mencapai temperatur sekitar 295°C yang merupakan temperatur operasi sensor

dengan tegangan catu daya (baterai) 4,5 volt. Keberhasilan ini merupakan langkah maju dalam mengatasi masalah sistem pemanas.

Seng oksida dalam bentuk struktur nano satu dimensi atau *nanorods* telah dipelajari secara ekstensif dalam berbagai aplikasi. Metode kimia basah dan fase uap biasanya digunakan untuk menghasilkan struktur nano pada ZnO. Namun, metode kimia basah lebih banyak digunakan untuk memproduksi ZnO *nanorods* dibandingkan dengan metode fase uap karena metode kimia basah lebih mudah dalam penerapannya (Vaseem *et al.*, 2010).

2.2 Asam Asetat (CH_3COOH)

Asam asetat (CH_3COOH) atau yang biasa dikenal sebagai asam cuka merupakan senyawa organik berbentuk cairan, tidak berwarna, bersifat korosif serta dapat larut dalam air, alkohol, gliserol dan eter. Asam asetat memiliki rumus kimia seperti pada persamaan (2.1).



Reaksi di atas adalah pembentukan asam asetat yang melibatkan reaksi antara metanol dengan karbon monoksida yang menghasilkan asam asetat (Dalal, 2019).

Sifat-sifat fisik dan kimia dari asam asetat yang dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Asam Asetat (CH_3COOH)

Sifat Fisik	Sifat Kimia
Titik Didih: 117,9°C	Mudah larut dalam air
Titik Lebur: 16,64°C	Tidak berwarna
Massa Jenis: 2,07 g/cm ³	Beraroma sangat tajam
Berat Molekul: 60,05 g/mol	Bersifat korosif

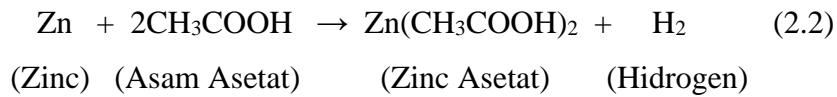
(*Material Safety Data Sheet (MSDS)*, 2019).

Berdasarkan data yang diperoleh dari Lembar Data Keselamatan - *Material Safety Data Sheet* (MSDS) berdasarkan SK Menteri Perindustrian No. 1907/2006 milik *brand* Supelco tahun 2019, diperoleh informasi bahwa asam asetat dapat menyebabkan gangguan kesehatan. Masalah kesehatan yang teridentifikasi antara lain:

- Apabila terkena mata akan menyebabkan luka bakar yang serius dan dapat menyebabkan kerusakan mata permanen.
- Apabila tertelan dapat menyebabkan gangguan gastrointestinal yang parah dan dapat juga menyebabkan perforasi gastrointestinal.
- Apabila terhirup dapat menyebabkan sensasi terbakar di hidung dan tenggorokan, batuk, sesak hingga radang saluran pernapasan.

Asam asetat merupakan senyawa sederhana seperti asam karboksilat yang juga merupakan asam lemah karena hanya terdisosiasi sebagian jika dilarutkan menjadi CH_3COO^- dan H^+ , hal ini membuat senyawa bersifat asam. Contohnya terdapat pada senyawa anorganik zinc yang dapat berikatan dengan alkalin seperti: $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Zn}(\text{ClO}_3)_2$, ZnSO_4 . Selain itu, terdapat contoh lain senyawa organik yang paling sederhana dari zinc yaitu senyawa asetat atau $\text{Zn}(\text{COOCH}_3)_2$.

Persamaan reaksi yang berlangsung dapat dilihat pada persamaan reaksi pada persamaan (2.2).



Reaksi di atas terjadi ketika zinc bercampur dengan asam asetat yang kemudian melepaskan atom hidrogen dan membentuk senyawa sederhana pada larutan zinc asetat (Beinargi, 2015).

2.3 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal adalah suatu metode fasa tunggal di dalam sebuah larutan pada temperatur tinggi lebih dari 25°C dan tekanan lebih dari 100 kPa yang dapat mengkristalkan bahan keramik secara langsung melalui larutan (Segal, 1989).

Sintesis dengan metode hidrotermal pada struktur nano mendapat banyak perhatian akhir-akhir ini dikarenakan prosesnya yang efisien, menggunakan peralatan sederhana, melibatkan suhu rendah serta biaya yang juga relatif rendah. Struktur nanopartikel ZnO sendiri merupakan kandidat yang menarik untuk aplikasi di sejumlah perangkat seperti sel surya, sensor, detektor, dan lainnya (Baruah dan Dutta, 2008).

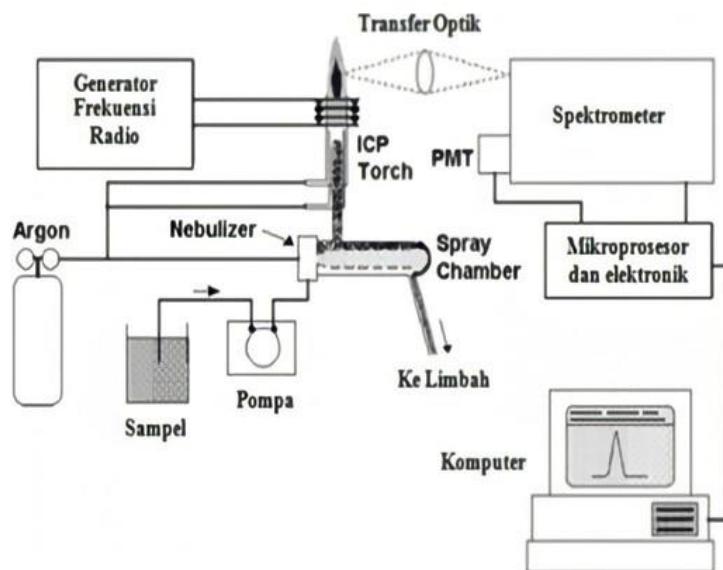
Sintesis pada umumnya dapat menghasilkan produk prekursor yang diperoleh pada suhu kamar berdasarkan kristalisasi fasa suhu rendah dan tekanan tinggi. Sedangkan pada sintesis hidrotermal dihasilkan melalui suhu tinggi dari berbagai senyawa yang berlangsung didalam *autoclave* (Meskin, *et al.*, 2006). *Autoclave* merupakan sebuah alat berbentuk silinder yang terbuat dari *stainless steel*, yang dapat menahan suhu dan tekanan tinggi untuk waktu yang lama (Modan, 2020).

Multifungsi dari bahan nano ZnO terus berkembang seiring perkembangan metode baru untuk sintesisnya dieksplorasi. Metode baru ini memungkinkan adanya control pada hasil morfologi, yang selanjutnya mempengaruhi sifat mereka dalam memproduksi perangkat inovatif untuk berbagai aplikasinya. Peningkatan teknologi gelombang mikro telah memudahkan untuk mensintesis berbagai morfologi material nano yang diinginkan dengan kecepatan dan kemurnian. Teknologi ini diterapkan pada metode sintesis yang berbeda (solvotermal,

hidrotermal dan sol-gel), dimungkinkan untuk mendapatkan morfologi yang diinginkan karena mekanisme reaksi dapat dikontrol. Selain mekanisme pemanasan, faktor lain seperti jenis prekursor, surfaktan, sumber alkali dan suhu annealing dapat mempengaruhi struktur morfologi (Droepenu, 2022).

2.4 Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)

ICP-OES adalah salah satu teknik analisis spektroskopi atom yang banyak digunakan sejak tahun 1970 untuk analisis simultan dari sampel lingkungan biologis dan multi-elemen setelah dilakukan pemisahan. ICP-AES/ICP-OES menggunakan plasma sebagai sumber atomisasi dan eksitasi kemudian memancarkan unsur-unsur yang dipancarkan dengan mengukur intensitasnya seperti yang disajikan pada Gambar 2.1. Plasma adalah gas terionisasi yang terdiri dari ion atom dan elektron (Miller dan Miller, 2014).



Gambar 2.1 Skema kerja ICP-OES (Liu *et al.*, 1996).

Gambar 2.1 memperlihatkan skema kerja ICP-OES secara sederhana. Prinsip kerja ICP-OES adalah mengukur intensitas energi atau radiasi yang dipancarkan oleh

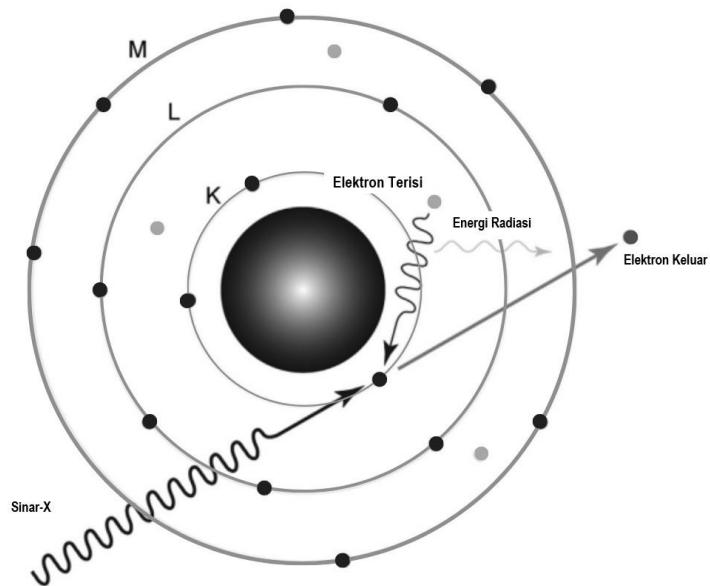
unsur-unsur yang mengalami perubahan tingkat energi atom (eksitasi atau ionisasi). Larutan sampel dihisap kemudian dialirkan melalui kapiler ke nebulizer yang mengubah larutan sampel menjadi aerosol yang kemudian disuntikkan oleh ICP torch. Plasma sampel akan teratomisasi dan tereksitasi. Dan ketika elektron sudah tereksitasi, elektron akan kembali dari tingkat energi tinggi ke tingkat energi yang lebih rendah atau keadaan awal (*ground state*) dengan memancarkan radiasi. Sinar radiasi ini dihamburkan oleh transfer optik, selanjutnya cahaya yang tersebar secara berurutan pada setiap panjang gelombang elemen akan diubah menjadi sinyal listrik yang amplitudonya sebanding dengan cahaya yang dipancarkan oleh besarnya konsentrasi elemen tersebut. Kemudian diproses oleh sistem pengolah data (Liu *et al.*, 1996).

2.5 X-Ray Fluorescence (XRF)

Teknik fluoresensi sinar-X merupakan suatu teknik analisis yang dapat menganalisis unsur-unsur yang membangun suatu material. Metode XRF memiliki beberapa keunggulan antara lain analisis yang cepat dan relatif murah, serta hasil analisisnya bersifat kualitatif dan kuantitatif (Brouwer, 2003).

XRF memiliki skema kerja yaitu pada saat sebuah foton ditembakkan pada suatu material kemudian berinteraksi dengan elektron yang berada pada sub kulit terluar yaitu sub kulit K pada material tersebut seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.2. Selanjutnya elektron pada sub kulit K akan memiliki tingkat energi yang lebih tinggi untuk kemudian melepaskan diri dari ikatan atom nukleus yang sering disebut dengan istilah eksitasi elektron, yang mengakibatkan elektron tersebut akan

terpental keluar. Kekosongan atom pada sub kulit K akan diisi oleh elektron dari sub kulit terluarnya (seperti pada sub kulit L dan M) (Grieken dan Markowicz, 2002).

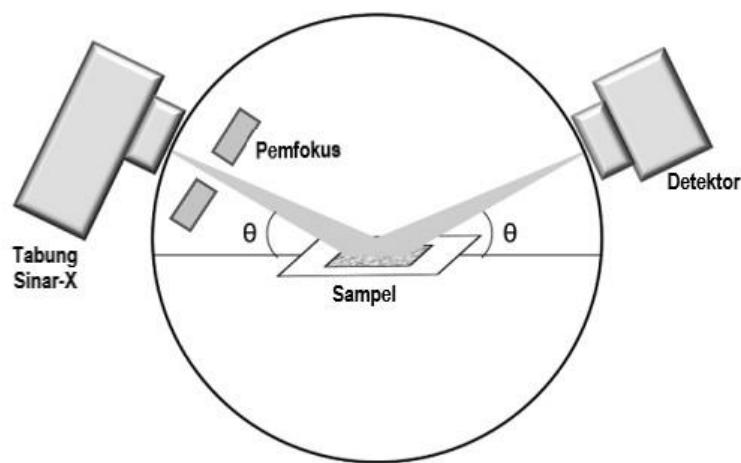


Gambar 2.2 Skema Kerja XRF (Grieken dan Markowicz, 2002).

Pelepasan elektron tersebut akan memperlihatkan adanya perbedaan energi antara dua kulit atom dan mengakibatkan terjadinya sinar-X. Spektrum sinar-X yang didapat pada proses tersebut memiliki sejumlah puncak energi karakteristik. Energi karakteristik sinar-X tersebut dapat melakukan analisis kualitatif untuk mengidentifikasi unsur yang berbeda dan analisis kuantitatif untuk menentukan konsentrasi pada suatu unsur berdasarkan intensitas sinar-X yang dipancarkan (Grieken dan Markowicz, 2002).

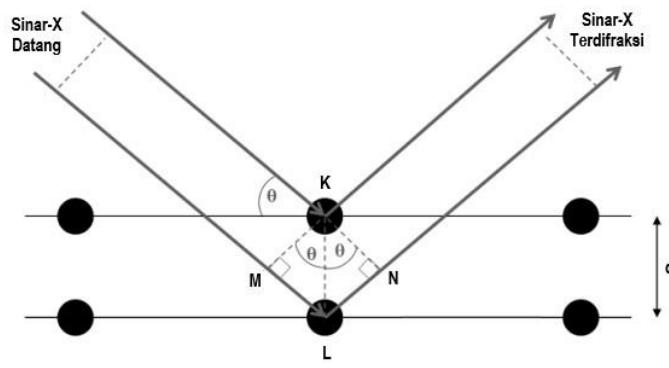
2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan salah satu metode karakterisasi material yang digunakan untuk mengetahui fasa kristalin pada suatu material dengan cara menentukan terlebih dahulu parameter kisi untuk mendapatkan ukurannya (Cullity, 1978). Teknik difraksi sinar-X bergantung pada tiga komponen utama yaitu; sumber sinar-X, area sampel dan detektor seperti yang terlihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Skema kerja XRD (Cullity, 1978).

Gambar 2.3 memperlihatkan skema kerja XRD saat tabung sinar-X memancarkan seberkas sinar yang mengarah pada sampel kemudian sebagian berkas sinar-X tersebut akan ditransmisikan melalui detektor dan sebagian lagi akan dihamburkan dan terdifraksi. Detektor diperlukan untuk mengubah foton sinar-X menjadi sinyal tegangan yang selanjutnya diubah kembali menjadi informasi mengenai intensitas dan posisi berkas sinar-X yang terdifraksi. Berkas sinar-X yang sefasa akan saling menguatkan dan berkas sinar-X yang tidak sefasa akan saling melemahkan (Cullity, 1978). Dalam kisi kristal, sekumpulan bidang atom paralel dipisahkan oleh jarak (d) yang dapat dilihat seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Skema hukum Bragg (Cullity, 1978).

Gambar 2.4 memperlihatkan dua buah berkas sinar-X yang mengenai atom M pada bidang pertama dan N pada bidang selanjutnya. Jarak antara bidang M dan N adalah d , dan θ adalah sudut difraksi. Berkas-berkas tersebut memiliki panjang gelombang yaitu λ , yang jatuh pada bidang kristal dengan jarak d dan sudut θ . Jarak $ML + LN$ merupakan sebuah jarak tambahan yang harus sama dengan nilai sebuah n jika dikalikan dengan λ seperti pada persamaan (2.3).

$$n \lambda = ML + LN \quad (2.3)$$

Berkas-berkas sinar-X jatuh pada jarak d dan sudut θ . Sehingga dapat dituliskan pada persamaan (2.4).

$$\sin \theta = \frac{ML}{KL} = \frac{ML}{d}$$

$$d \sin \theta = ML \quad (2.4)$$

Pada Gambar 2.6 jarak $ML = LN$, maka persamaan (2.3) dapat dituliskan pada persamaan (2.5) sebagai berikut.

$$n\lambda = 2 ML \quad (2.5)$$

Agar mengalami interferensi konstruktif, kedua berkas tersebut harus memiliki beda jarak $n\lambda$. Sedangkan beda jarak lintasan kedua berkas adalah $2d \sin \theta$. Untuk mengetahui beda jarak antar lintasan kedua berkas tersebut dapat menggunakan persamaan (2.4) yang disubstitusikan ke persamaan (2.5). Sehingga dapat dituliskan persamaan (2.6).

$$d \sin \theta = \frac{1}{2} n \lambda$$

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (2.6)$$

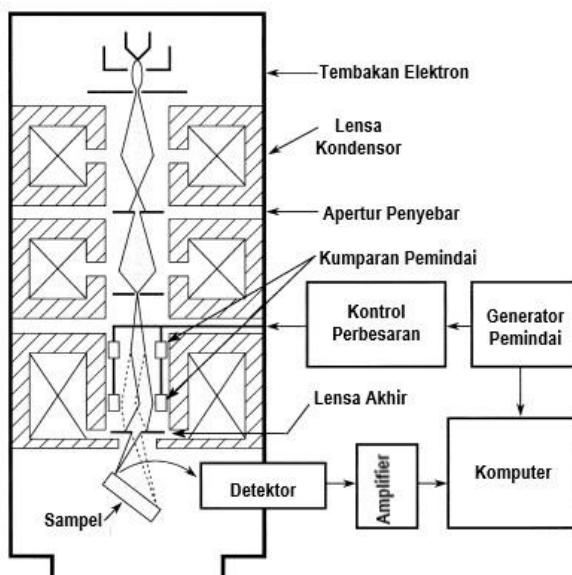
dengan n adalah orde difraksi, λ adalah panjang gelombang, d adalah jarak antar bidang dalam kristal dan θ adalah sudut difraksi, n adalah orde difraksi ($0, 1, 2, 3, \dots$) (Cullity, 1978).

2.7 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang hasilnya berupa penggambaran dari permukaan sampel yang dilakukan dengan cara pemindaian terhadap berkas elektron yang tinggi. Berkas elektron ini memberikan informasi mengenai bentuk dan ukuran pada suatu benda (morfologi), ciri-ciri permukaan pada suatu benda (topografi) seperti tekstur, kehalusan atau kekasarannya, serta dapat menunjukkan unsur dan senyawa penyusun suatu bahan (komposisi) (Goldstein *et al.*, 2007).

Menurut pemaparan Mohammed dan Abdullah, (2018) tembakan elektron dapat mempercepat energi elektron antara 100–30.000 eV. Namun, ukuran titik pusat

berkas elektron terlalu besar untuk menghasilkan gambar yang tajam, sehingga SEM dilengkapi dengan lensa untuk mengarahkan berkas elektron agar terfokus pada sampel seperti yang terlihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Skema Kerja SEM (Goldstein et al., 2007).

Pada Gambar 2.5 memperlihatkan skema kerja SEM, dimana sumber elektron dalam SEM berasal dari elektron yang dipercepat dengan medan listrik yang tinggi oleh tembakan elektron kemudian diteruskan ke anoda. Pada proses tersebut, lensa kondensor akan memfokuskan elektron menuju sampel dan anoda berfungsi sebagai pembatas untuk pencerahan elektron yang memiliki sudut hamburan yang besar. Kemudian sinar elektron yang terfokus akan memindai keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh lensa kondenser. Pada saat elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan kemudian dikirim ke monitor untuk diproses dan menghasilkan gambaran mikroskopik dari sampel yang diuji (Choudary dan Priyanka, 2017).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Hidrometalurgi dan Laboratorium Analisis Kimia Pusat Riset Teknologi Pertambangan - Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang, Lampung Selatan pada April sampai dengan Agustus 2022.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi ayakan 200 *mesh* ASMT E:11 CBN *Test Sieve Analys*, timbangan digital merk Kenko Tipe:TX-2202L, *Hotplate Stirrer* merk IKA Tipe:C-MAG HS 7, oven merk Cosmos Tipe:CO-9926 RCG, *teflon autoclave*, pH meter merk Oakton Tipe:S/N2480140, mikro pipet Dragon Lab, *beaker glass* 1000 ml Pyrex *made in Thailand*, *beaker glass* Iwaki 2500 ml, gelas ukur Iwaki 100 ml, labu ukur Iwaki 1000 ml dan 100 ml, mortar dan alu, labu erlenmeyer Iwaki 500 ml, termometer laboratorium, spatula, kuas, corong merk Pyrex, kertas saring Whatman 42, *stirrer bar*, pipet tetes, sarung tangan Prohex, plastik zipper, botol sampel, ICP-OES PQ 9000 Elite Plasma Quant, XRF PANalytical Epsilon^{3XLE}, XRD PANalytical X'Pert³ Powder dan SEM Quattro S.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah industri baja yaitu *Electric Arc Furnace Dust* (EAFD) yang berasal dari PT. Central Fortuna Steel Wanaherang, Gunung Putri, Bogor, Jawa Barat, asam asetat (CH_3COOH), NaOH 10% dan aquadest.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pelindian (*Leaching*) Limbah EAFD menggunakan Asam Asetat

Pelindian (*leaching*) limbah EAFD menggunakan asam asetat dilakukan melalui tahapan sebagai berikut:

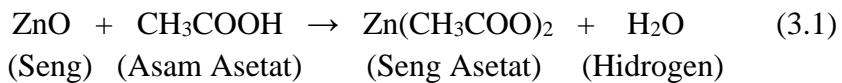
1. Larutan asam asetat dipanaskan di atas *hotplate* sampai suhu 80°C dengan kecepatan 500 rpm. Setelah suhu larutan stabil pada suhu 80°C, kemudian dimasukkan sebanyak 100 gram limbah EAFD seperti pada Gambar 3.1. ke dalam larutan asam asetat sedikit demi sedikit sambil terus diaduk menggunakan *magnetic stirrer* kemudian dilakukan proses *leaching* selama 5 jam.



Gambar 3.1 Bahan Baku Limbah EAFD

2. Larutan hasil *leaching* disaring menggunakan kertas saring *whatman*.
3. Larutan pekat hasil *leaching* disisihkan sebanyak 10 ml kemudian diencerkan sebanyak 100.000 kali untuk dikarakterisasi menggunakan ICP-OES.

Pada proses *leaching* terjadi reaksi antara ZnO yang terdapat di dalam EAFD dengan asam CH₃COOH seperti pada Persamaan 3.1. Terjadinya reaksi tersebut diakibatkan oleh senyawa Zn yang berikatan dengan CH₃COOH.



3.3.2 Pengendapan Hasil Pelindian (*Leaching*) Limbah EAFD dengan Asam

Asetat menggunakan NaOH 10%

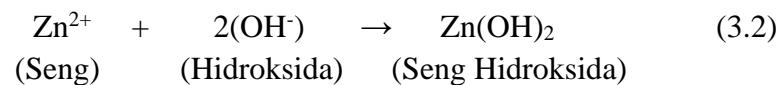
Pengendapan hasil pelindian (*leaching*) asam asetat dengan limbah industri baja dilakukan melalui tahapan sebagai berikut:

1. NaOH 10% ditambahkan ke dalam 1000 ml larutan hasil *leaching*.
2. pH masing-masing larutan diukur menggunakan pH meter hingga didapatkan pH 7.
3. Larutan hasil endapan pH 7 disaring menggunakan kertas saring *whatman*, kemudian filtrat dan residu larutan hasil penyaringan dipisahkan.
4. NaOH 10% ditambahkan ke dalam filtrat hasil penyaringan pH 7 hingga larutan berubah warna menjadi putih seperti pada Gambar 3.2. dengan tujuan untuk mendapatkan hasil ZnO yang lebih baik tanpa adanya pengotor dari senyawa lainnya.
5. pH larutan diukur menggunakan pH meter hingga didapatkan pH 8 pada larutan.



Gambar 3.2 Larutan Hasil Pengendapan pH 8.

Pada proses pengendapan ini terjadi penambahan NaOH pada senyawa Zn^{2+} untuk menghasilkan seng hidroksida ($Zn(OH)_2$). Seng hidroksida dihasilkan pada saat senyawa hidroksida (OH^-) berikatan dengan senyawa Zn^{2+} sehingga terbentuk $(Zn(OH)_2)$ seperti pada Persamaan 3.2.



3.3.3 Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Hidrotermal

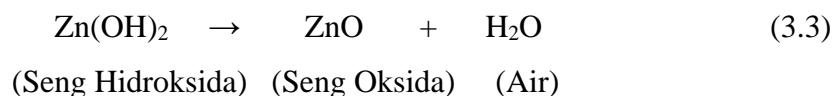
Sintesis nanopartikel ZnO dengan metode hidrotermal dilakukan melalui tahapan sebagai berikut:

1. *Teflon autoclave* yang terlihat seperti pada Gambar 3.3 (dengan spesifikasi volume teflon sebanyak 50 – 2000 ml dan suhu pemanasan sampai dengan 250°C) disiapkan dan dimasukkan larutan hasil pengendapan NaOH 10% pH 8 sebanyak 50 ml ke dalam *reactor chamber* dan menutupnya dengan rapat menggunakan bantuan *booster stick* hingga tidak lagi terdapat udara di dalamnya.
2. *Teflon autoclave* dipanaskan menggunakan oven dengan variasi suhu 120, 150 dan 200°C dan waktu pemanasan selama 1, 3 dan 6 jam.



Gambar 3.3 Teflon Autoclave 50 ml.

Pada proses ini terjadi proses dekomposisi oleh metode hidrotermal seperti pada Persamaan 3.3. Pada proses ini terjadi pembentukan partikel ZnO yang disebabkan oleh adanya oksidasi pada ion (OH⁻) karena dilakukannya pemanasan pada larutan, sehingga dapat menguraikan seng hidroksida menjadi ZnO.



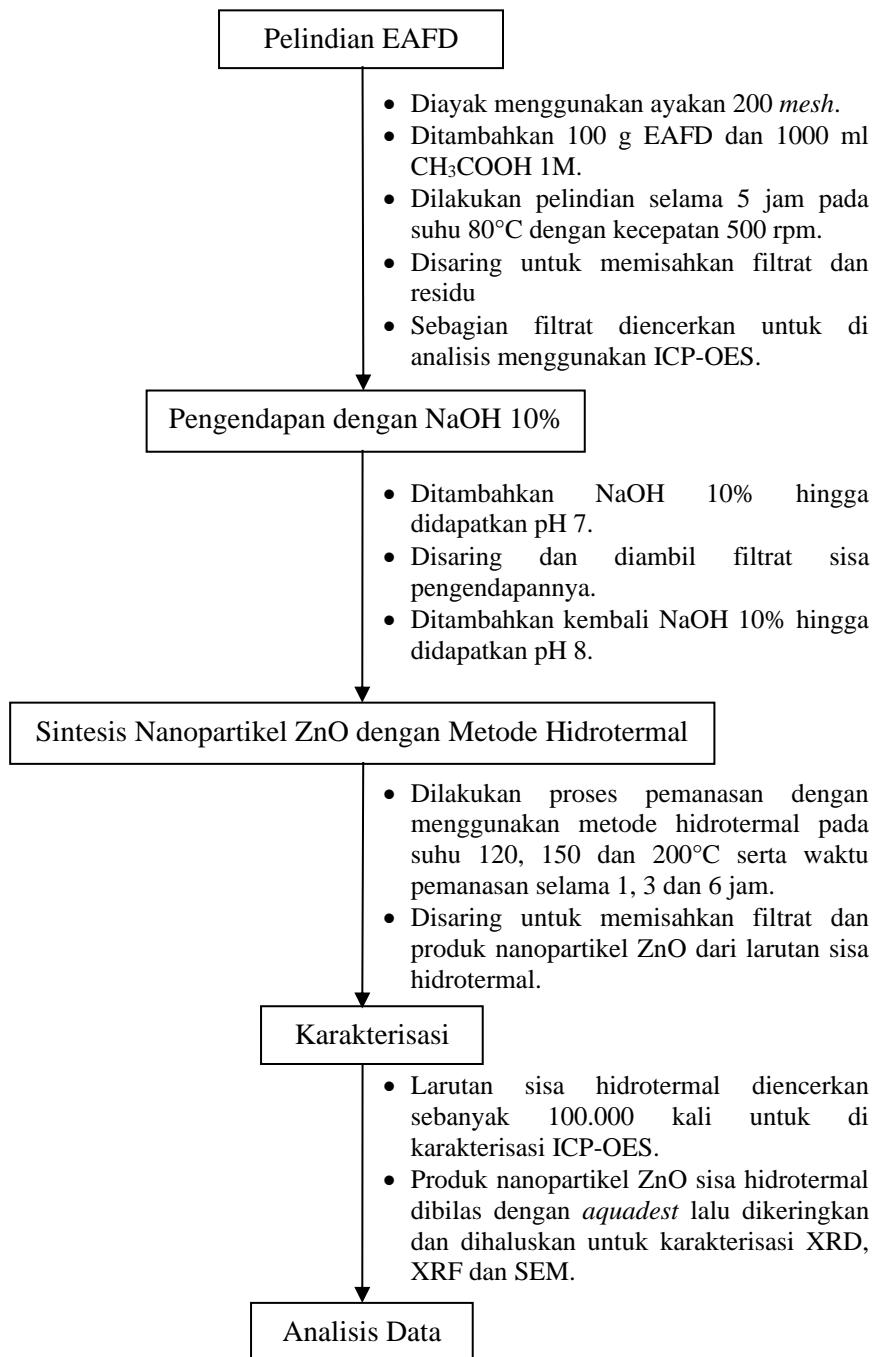
3.3.4 Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui karakteristik pada sampel yang diperoleh untuk kemudian menentukan tingkat keberhasilan pada penelitian yang telah dilakukan. Karakterisasi pada sampel dilakukan melalui tahapan sebagai berikut:

1. Filtrat pada masing-masing sampel diambil sebanyak 0,01 ml menggunakan mikro pipet, kemudian diencerkan sebanyak 100.000 kali untuk kemudian dikarakterisasi menggunakan ICP-OES.
2. Larutan hasil pemanasan disaring menggunakan kertas saring *whatman* lalu diambil endapannya dan dibilas menggunakan *aquadest* untuk mengurangi tingkat keasaman pada sampel. Selanjutnya dikeringkan dan dihaluskan menggunakan mortar dan alu. Hasil serbuk yang telah lolos ayakan 200 *mesh* tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD, XRF dan SEM.

3.4 Diagram Alir

Prosedur pada penelitian ini dapat dijelaskan dalam diagram alir yang disajikan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Diagram Alir Penelitian

V. KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka didapat kesimpulan sebagai berikut:

1. Berdasarkan hasil karakterisasi ICP-OES kadar logam unsur Zn tersisa paling sedikit pada suhu 200°C selama 3 jam, yaitu sebesar 24.000 ppm yang menunjukkan bahwa pada sampel tersebut unsur Zn terendapkan menjadi $Zn(OH)_2$.
2. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF komposisi kimia yang dominan dari semua sampel adalah Zn dengan kandungan unsur tertinggi sebesar 98,434% pada suhu 150°C selama 3 jam.
3. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD semakin tinggi suhu pemanasan yang digunakan maka akan menghasilkan kermurnian yang tinggi pada sampel tanpa adanya unsur pengotor. Fasa yang terbentuk pada XRD adalah *zincite* (ZnO) dengan puncak tertinggi 2θ berada pada suhu 200°C selama 3 jam sebesar 36,21° dan pada hasil analisis XRD menggunakan persamaan *Scherrer* diperoleh ukuran partikel terkecil sebesar 30,93 nm.

4. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM pada sampel dengan suhu 200°C selama 3 jam morfologi yang terbentuk yaitu batang heksagonal (*nanorods*) dengan ukuran butir terkecil sebesar 175 nm dan ukuran butir terbesar adalah 255 nm.

5.2 Saran

Untuk mendapatkan ZnO dengan kualitas yang lebih baik perlu dilakukan penelitian lebih lanjut pada variasi waktu dan suhu yang digunakan agar mendapatkan hasil yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, W., Haerudin, A., Eskani, I.N., Yuda, A., Nurjaman, F., Setiawan, J., Lestari, D., dan Petrus, H. 2020. Pengaruh reagen pelindian pada sintesis ZnO dari debu tungku busur listrik. *Jurnal Rekayasa Proses*. Vol. 14. No. 01. Hlm. 82–90. doi: 10.22146/jrekpros.50739.
- Baruah, S. dan Dutta, J. 2008. *Hydrothermal Growth of ZnO Nanostructures. Science and Technology of Advanced Materials IOP Journal Publishing*. Vol. 10. Hlm. 1-18. doi: 10.1088/1468-6996/10/1/013001.
- Beinargi, A. 2015. Pengaruh penambahan zinc oxide (ZnO) dan asam asetat (CH_3COOH) terhadap sifat mekanik bioplastik serat selulosa eceng gondok (*Eichornia Crassipes*). *Skripsi*. Universitas Brawijaya. Malang.
- Brinda, B.L., Dorhout, P.K. dan Martin, C.R. 1997. Sol-Gel Template Synthesis of Semiconductor Nanostructures. *American Chemical Society*. Vol. 09. No. 03. Hlm. 857-862.
- Brouwer, P. 2003. *Theory of XRF*. Getting Acquainted with the Principles Almelo PANalytical B.V. Netherlands.
- Chen, B.J., Sun, X.W., Xu, C.X. dan Tay, B.K. 2003. Growth and characterization of zinc oxide nano/micro-cibers by thermal chemical reactions and vapor transport deposition in air. *Journal of Physica E*. Vol. 21. Hlm. 103-107. doi:10.1016/j.physe.2003.08.077
- Choudary, O.P. dan Priyanka. 2017. Scanning Electron Microscope: Advantages and Disadvantages in Imaging Components. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*. Vol. 06. No. 05. Hlm. 1877-1882. doi: 10.20546/ijcmas.2017.605.207.
- Cullity, B.D. 1978. *Elements of X-Ray Diffraction: Second Edition*. Addison Wesley Publishing Company Inc. London.

- Dalal, M. 2019. A Textbook of Organic Chemistry: Volume 1. Dalal Institute, Main Market, Sector. India.
- Dawson W J 1988, Hydrothermal synthesis of advanced ceramic powders Am. Ceram. Soc. Bull., Vol. 67, No. 10, pp. 1673-1678, 1988.
- Didik, L. A. 2020. Penentuan Ukuran Butir Kristal CuCr_{0,98}Ni_{0,02}O₂ dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscope (SEM). *Indonesian Physical Review*. Vol. 03. Hlm. 4-6.
- Droepenu, E.K., Wee, B.S., Chin, S.F., Kok, K.Y. dan Maligan, M.F. 2022. Zinc Oxide Nanoparticles Synthesis Methods and its Effect on Morphology: A Review. *Biointerface Research in Applied Chemistry*. Vol. 12. No. 03. Hlm. 4621-4292. doi: 10.33263/BRIAC123.42614292.
- El-Rafei, A.M. dan Zawrah, M.F. 2014. Effect of Alkali Concentration and Reaction Time on the Morphology of ZnO Nano-Microparticles Prepared by Hydrothermal Method. *Journal of Ceramic Science and Technology*. Vol. 05. No. 03. Hlm. 193-198.
- Famia, A.M. dan Muldarisnur. 2019. Pengaruh Temperatur Sintesis Hidrotermal Terhadap Diameter Nanopartikel Seng Oksida. *Jurnal Fisika Unand*. Vol. 08. No. 02. Hlm. 127-132.
- Fiedot, M., Maliszewska, I., Rac-Rumijowska, O., Wozniak, P.S., Lewinska, A. dan Teterycz. 2017. The Relationship between the Mechanism of Zinc Oxide Crystallization and Its Antimicrobial Properties for the Surface Modification of Surgical Meshes. *International Journal Materials*. Vol. 10. No. 353. Hlm. 1-18. doi:10.3390/ma10040353.
- Goldstein, J., Newbury, D., Joy, D., Lyman, C., Echlin, P., Lifshin, E., Sawyer, L. and Michael, J. 2007. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer Science and Business Media. New York.
- Grieken R. E. V dan Marcowicz A. A. 2002. *Handbook of X-Ray Spectrometry* Second Edition, Revised and Expanded. Marcel Dekker, Inc. New York. 341-405.
- Kisi, E. H. 1994. *Rietveld Analysis of Power Diffraction Pattern*. Material Forum: 135-153.
- Koutu, V., Shastri, L.M. dan Malik, M.M. 2016. Effect of NaOH Concentration on Optical Properties of Zinc Oxide Nanoparticles. *Materials Science-Poland*. Vol. 34. No. 04. Hlm. 819-827. DOI: 10.1515/msp-2016-0119.
- Kumar, A., Naveen, K., Aniley, A., Fernandez, R. and Bhansali, S. 2019. Hydrothermal growth of zinc oxide (ZnO) nanorods (NRs) on screen printed IDEs for pH measurement application. *Journal of The Electrochemical Society*. Vol. 166. No. 09. Hlm. 64–70. doi: 10.1149/2.0431909jes.

- Liu, H., Montaser, A., Dolan, S. and Schwartz, R. 1996. Evaluation of a low sample consumption, High-Efficiency nebulizer for elemental analysis of biological samples using inductively coupled plasma mass spectrometry. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. Vol. 11. No. 04. Hlm. 307–11. doi: 10.1039/ja9961100307.
- Masuda, Y. and Kato, K. 2008. High c-Axis oriented Stand-Alone ZnO Self-Assembled film. *Crystal Growth and Design Journal*. Vol. 08. No. 01. Hlm. 275–79. doi: 10.1021/cg070345u.
- Material Safety Data Sheet (MSDS). 2019. *Lembar Data Keselamatan dan Bahan Supelco*. Versi 8.7. Hlm. 01-11.
- Mc Murdie, H *et al.* 1986. Zincite (Zinc Oxide). 1. 76. US.
- Meskin, P.E., Ivanov, V.K., Barantchikov, A.E., Churagulov, B.R. dan Tretyakov, Y.D. 2006. Ultrasonically assisted hydrothermal synthesis of nanocrystalline ZrO₂, TiO₂, NiFe₂O₄ and Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄ powders. *Ultrasonics Sonochemistry Journal*. Vol. 13. Hlm. 47-53. doi:10.1016/j.ulstsonch.2004.12.002.
- Miller, J.N., and Miller, J.C. 2014. *Statistics and chemometrics for analytical chemistry*. Ashford Colour Press. England.
- Modan, E.M. dan Plaiasu, G. 2020. Advantages and Disadvantages of Chemical Methods in the Elaboration of Nanomaterials. *The Annals of "Dunarea de Jos" University of Galati*. Hlm. 53-60. doi: 10.35219/mms.2020.1.08.
- Mohammed, A. dan Abdullah, A. 2018. Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review. *Proceedings of 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics - HERVEX*. Hlm. 1-9. ISSN 1454 - 8003
- Natl. Bur. Stand. 1981. Hematite (Iron Oxide). 25. 18. 37. US.
- Nickel, N.H. dan Terukov, E. 2005. *Zinc Oxide - A Material for Micro- and Optoelectronic Applications: NATO Science Series II Vol. 194*. Springer. Netherlands.
- Osman, D.A.M. dan Mustafa, M.A. 2015. Synthesis and Characterization of Zinc Oxide Nanoparticles using Zinc Acetate Dihydrate and Sodium Hydroxide. *Journal of Nanoscience and Nanoengineering*. Vol. 01. No. 04. Hlm. 248-251.
- Putra, E.D., Ikhwanuddin, R., Nulhakim, L., Astuti, W. 2021. Sintesis ZnO dari limbah industri logam dengan metode hidrotermal menggunakan agen pengendapan asam oksalat. *Jurnal Metal Indonesia*. Vol. 43. No. 02. Hlm. 86–90.
- Rahmadita, G. 2011. Karakterisasi Nanopartikel ZnO Hasil Sintesis dengan Metode Presipitasi dan Perlakuan Pra-Hidrotermal. *Skripsi*. Universitas Indonesia.

- Saragi, T., Yonatan R.P., Satria, A., Oktaviani, M., Simanjuntak, E., Susilawati, T., Syakir, N., Kartawijaya, M., Risdiana, dan Bahtiar, A. 2016. Karakteristik kristal dan optik nanopartikel zinc oxide: kajian efek molaritas dalam proses hidrotermal. *Spektra: Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. Vol. 01. No. 02. Hlm. 137–42. doi: 10.21009/spektra.012.07.
- Sawada, H., Wang, R., Sleight, A. W. 1996. An Electron Density Residual Study Of Zinc Oxide. *Journal Of Solid State Chemistry*. Vol. 122 No. 1. Hal 148- 150.
- Segal, D. 1989. *Chemical Synthesis of Advanced Ceramic Materials*. Cambridge University Press. United States.
- Siswanto., Yuliati, A. dan Hariyanto, M. 2017. Synthesis of Zinc Oxide (ZnO) Nanoparticle By Mechano-Chemical Method. *Proceeding Journal The 1st IBSC: Towards The Extended Use Of Basic Science For Enhancing Health, Environment, Energy And Biotechnology*. Hlm. 174-176. ISBN: 978-602-60569-5-5.
- Sujitno, T., Atmono, T., Sayono, Susita RM, L. 2006. Lapisan Tipis ZnO Susunan Larik sebagai Sensor Gas. *Jurnal Ganendra*. Vol. 09. No. 02. Hlm. 11-20. ISSN 1410-6957.
- Teo, Y.Y, Lee, H.S., Low, Y.C., Choong, S.W. and Low, K.O. 2018. Hydrometallurgical extraction of zinc and iron from electric arc furnace dust (EAFD) using hydrochloric acid. *Journal of Physical Science*. Vol. 29. No. 03. Hlm. 49–54. doi: 10.21315/jps2018.29.s3.6.
- Tong, Y., Liu, Y., Dong, L., Zhao, D., Zhang, J., Lu, Y., Shen, D. dan Fan, X. 2006. Growth of ZnO Nanostructures with Different Morphologies by Using Hydrothermal Technique. *American Chemical Society*. Vol. 110. No. 41. Hlm. 20263-20267.
- Vaseem, M., Umar, A. dan Hahn, Y. 2010. *Metal Oxide Nanostructures and Their Applications Chapter IV: ZnO Nanoparticles: Growth, Properties, and Applications*. American Scientific Publishers. America.
- Xia, P. Y., Sun, Y., Wu, Y., Mayers, B., Gates, B., Yin, Y., Kim, F. dan Yan, H. 2003. One Dimensional Nanostrucures: Synthesis, Characterization, and Applications. *Journal of Advanced Materials*. Vol. 15. No. 05. Hlm. 353-389.