

## PEMBUATAN NANOPARTIKEL SENG OKSIDA (ZNO) MENGUNAKAN PROSES FLAME ASSISTED SPRAY PYROLYSIS (FASP)

Agus Purwanto\*, Dina Ratnasari, Arfida Berliana Suryono  
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sebelas Maret Surakarta  
Jl. Ir. Sutami No. 36 A, Surakarta 57126

\*Email: aguspur@uns.ac.id

**Abstract:** ZnO nanoparticles have been successfully produced using Flame Assisted Spray Pyrolysis (FASP) method. Burner type was a premixed flame reactor that used LPG as a fuel and air as oxidizer because of an economical point of view. Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> was used as a precursor source for ZnO nanoparticles production. The flow rates of carrier gas during ZnO nanoparticles fabrication were 5 L/menit, 7 L/menit, and 9 L/menit. To get the information about size and shape of ZnO nanoparticles was characterized using Scanning Electron Microscope (SEM) and X-Ray Diffractometry (XRD). The results showed that the higher carrier gas flow rate, the bigger size of ZnO nanoparticles. By using the flow rate of carrier gas at 5 L/min, the mean size of ZnO nanoparticles was about 80 nm. ZnO nanoparticles at carrier gas of 5 L/min were hexagonal zincite crystalline structure and XRD were about 30,62 nm

**Keywords:** Flame Assisted Spray Pyrolysis, nanoparticles, ZnO, LPG, SEM, XRD

### PENDAHULUAN

Perkembangan penelitian nanoteknologi menjadi salah satu isu terhangat di dunia saat ini. Laporan tentang penelitian dan aplikasi teknologi nanopartikel hampir setiap hari dapat ditemukan termasuk didalamnya adalah penelitian tentang nanopartikel ZnO. Konsumsi nanopartikel ZnO di dunia setiap tahunnya adalah sekitar 600.000 ton/tahun (Tani dan Madler., 2002).

ZnO dikenal baik sebagai semikonduktor dengan *band gap* yang luas (3,3 eV), memiliki energi eksitasi yang luas (60 MeV), tersedia melimpah di alam, termasuk konduktivitas tipe-n natural dan ramah lingkungan (Nirmala dan Nair., 2010).

Penelitian mengenai nanostruktur ZnO ini sangat menjanjikan karena dapat diaplikasikan secara meluas seperti pada *field emission displays*, peralatan nanofotonik, *piezoelectric transducers*, varistor, fosfor, dan lapisan konduktor transparan (Ko dan Yang., 2006). Nanopartikel ZnO juga sangat menjanjikan karena biaya pembuatannya yang murah dan dapat dibuat pada kondisi reaksi yang standar.

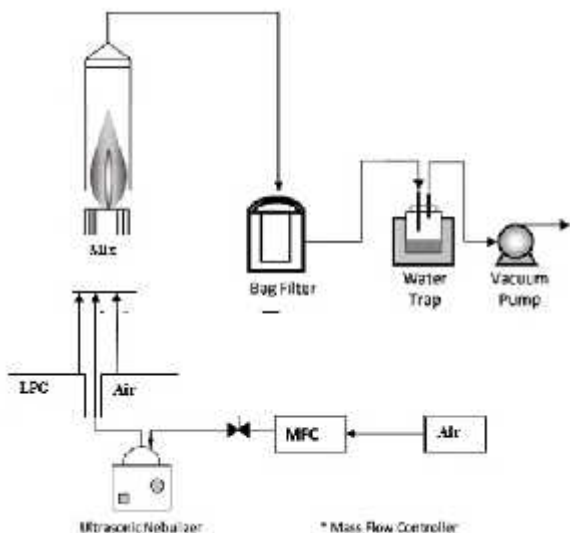
Saat ini berbagai macam metode telah digunakan untuk membuat nanopartikel ZnO, termasuk didalamnya metode secara kimia atau fisika, teknik panas oksidasi (Wongchoosuk dan Choopun., 2009), metode sol-gel (Kashyout dan Soliman., 2010), *spray pyrolysis* (Terashi dan Purwanto., 2008), metode kondensasi uap, dan metode dekomposisi kimia dari bahan baku

logam organik. Menariknya metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) merupakan metode yang terbaik untuk menghasilkan nanopartikel karena prosesnya yang berkesinambungan dengan hasil produksi yang tinggi sehingga sesuai untuk diaplikasikan ke dalam industri (Tani dan Madler., 2002).

Metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) adalah metode untuk membuat nanopartikel dengan cara mengatomisasi kemudian menyemprotkan larutan bahan baku (prekursor) untuk membentuk butiran-butiran kecil dan mengumpulkannya ke dalam nyala api (*flame*) sehingga menghasilkan produk berupa partikel-partikel serbuk. Faktor utama yang mempengaruhi proses pembuatan nanopartikel adalah pembentukan butiran dan jumlah panas yang digunakan saat proses pembuatan.

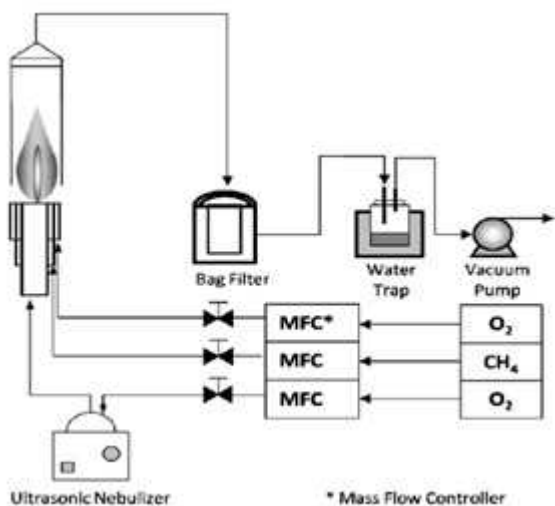
Menurut Choa dan Changa (2009) beberapa faktor yang dapat mempengaruhi bentuk nanomaterial adalah konsentrasi bahan baku serta jenis material (bahan baku) yang digunakan untuk membuat nanopartikel. Bahan baku dari Seng Nitrat (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) memproduksi material nano kristal yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan Seng Asetat (Choa dan Changa., 2009). Selain itu, parameter lain yang sangat penting dalam pembuatan nanopartikel dan memiliki pengaruh besar pada hasil karakteristik nanomaterial adalah waktu kontak antara bahan baku dengan nyala api (Cho dan Jung., 2008).

Ada dua jenis reaktor nyala api (*flame reactor*) yaitu *diffusion flame reactor* dan *premixed flame reactor*. Pada *premixed flame reactor*, bahan bakar dan gas pembawa dicampur sebelum mencapai api seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Premixed Flame Spray Pyrolysis Reactor

Sedangkan pada *diffusion flame reactor* bahan bakar dan gas pembawa diumpungkan secara terpisah ke dalam pembakar (*burner*) dan tercampur secara difusi seperti pada Gambar 2.



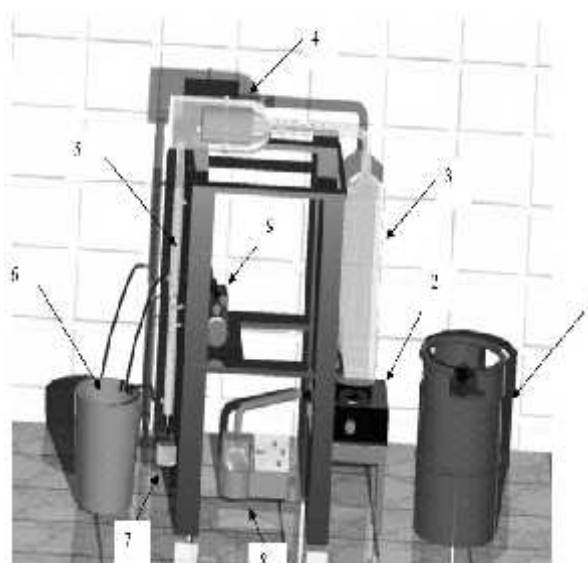
Gambar 2. Diffusion Flame Spray Pyrolysis Reactor

Tujuan penelitian ini adalah untuk membuat nanopartikel ZnO dengan metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) menggunakan LPG (*liquified petroleum gas*) sebagai bahan bakar dan udara sebagai gas pembawa (*carrier gas*). Bahan bakar LPG dipilih dengan alasan

harga LPG yang cukup murah di Indonesia dan ketersediaan jumlahnya yang lebih banyak jika dibandingkan dengan bahan bakar lain. Keberhasilan dari penelitian ini mempunyai kontribusi besar dalam pembuatan nanopartikel ZnO dengan proses yang mudah serta biaya pembuatan yang murah.

## METODE PENELITIAN

Penelitian ini akan dilakukan dengan menggunakan metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) jenis *premixed flame spray reactor* dengan skema peralatan seperti yang terlihat pada Gambar 3.



Keterangan :

1. LPG
2. Premixed flame burner
3. Flame reactor glass
4. Bag filter
5. Pendingin
6. Air
7. Penjerap air
8. Ultrasonic Nebulizer
9. Pompa vakum

Gambar 3. Skema Flame Spray Pyrolysis Reactor

Seng nitrat tetra hidrat ( $Zn(NO_3)_2 \cdot 4 H_2O$ ) dipilih sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel ZnO. Bahan baku ini dilarutkan dengan air untuk mendapatkan konsentrasi sebesar 0,1 M dengan cara pengadukan selama 30 menit. Untuk mengubah bahan baku larutan Seng nitrat menjadi butiran digunakan alat *ultrasonic nebulizer* (NE-U17 Omron). Gas pembawa (*carrier gas*) didapatkan dari kompresor udara pada variasi laju alir 5 L/menit, 7 L/menit dan 9 L/menit. Nyala api (*flame*) dihasilkan dengan mereaksikan gas LPG dengan udara. Tinggi nyala api dijaga pada 4 in. Ukuran dan bentuk partikel yang dihasilkan kemudian dianalisa

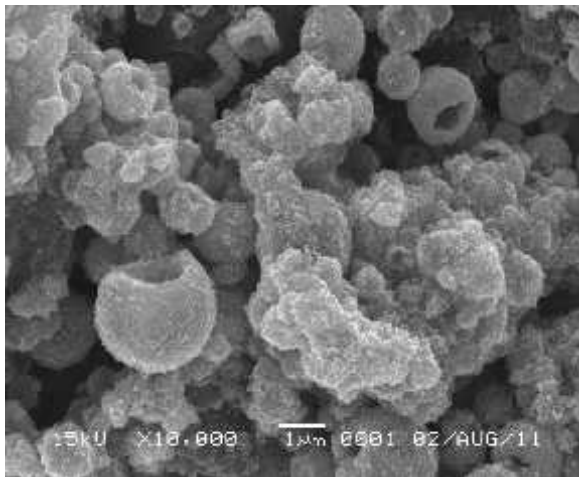
menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) tipe JEOL JSM-6360LA.

Kristalinitas bubuk nanopartikel ZnO diukur menggunakan *X-Ray Diffractometry* (XRD: Bruker, AXS D8 Advance, 40 kV, 40 mA) pada  $2\theta$  (Cu-K  $\alpha$ ) = 20 - 70°,  $step = 0,05^\circ$  dan kecepatan  $scan = 0,24^\circ/menit$ .  $d_{XRD}$  nanopartikel kemudian dihitung dari *full width at half maximum* (FWHM) dari puncak 101 menggunakan persamaan Scherrer (Tani dan Madler., 2002).

$$d_{XRD} = \frac{0,9 \lambda}{(S - S') \cos \theta} \quad (1)$$

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh dari laju alir gas pembawa dalam pembentukan nanopartikel ZnO menggunakan metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) dapat dilihat pada Gambar 4 sampai dengan Gambar 6. Gambar 4 menunjukkan pembentukan nanopartikel ZnO dengan laju alir gas pembawa 9 L/menit.



Gambar 4. Partikel ZnO pada Laju Alir Gas Pembawa 9 L/menit

Rata-rata ukuran partikel ZnO yang terbentuk pada laju alir gas pembawa 9 L/menit ini adalah mikro meter. Hal ini disebabkan oleh laju penguapan butiran-butiran bahan baku dalam nyala api (*flame*) yang terlalu lambat. Selain itu, inti partikel ZnO sudah banyak yang terbentuk sebelum proses penguapannya selesai diikuti oleh pertumbuhan ukuran partikel yang terlalu cepat. Dapat dikatakan pula bahwa waktu pembentukan partikel ZnO terlalu cepat jika dibandingkan dengan waktu penguapan butiran-butiran bahan bakunya, sehingga partikel ZnO yang terbentuk mudah teraglomerasi (terkumpul dalam satu bagian) pada kulit butiran. Bentuk dari beberapa partikel ZnO

berlubang dan beberapa lainnya teraglomerasi seperti terlihat pada Gambar 4. Bentuk lubang pada partikel ini terbentuk dari sisa butiran bahan baku yang terperangkap pada kulit partikel dan keluar melalui nyala api (*flame*).

Partikel ZnO yang terbentuk pada laju alir gas pembawa 7 L/menit ditunjukkan pada Gambar 5.

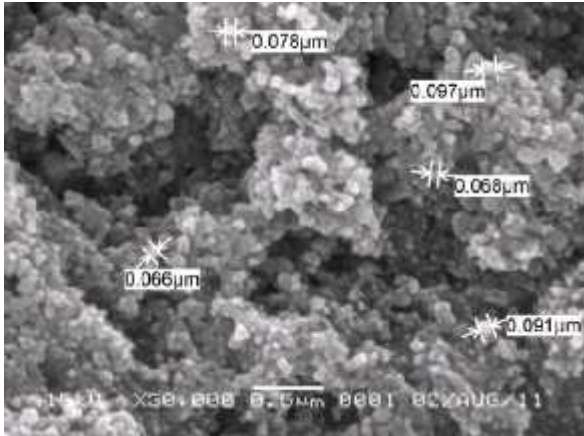


Gambar 5. Partikel ZnO pada Laju Alir Gas Pembawa 7 L/menit

Pada laju alir gas pembawa yang lebih lambat yaitu 7 L/menit, waktu tinggal butiran bahan baku di dalam nyala api akan lebih lama. Laju penguapan butiran bahan baku sama cepatnya dengan pertumbuhan partikel. Beberapa partikel ditemukan dalam ukuran nano dan berbentuk bola (*spherical*) tetapi masih ada partikel yang teraglomerasi satu sama lain seperti ditunjukkan pada gambar 5. Tidak ada bentuk partikel berlubang yang dapat ditemukan pada percobaan dengan laju alir gas 7 L/menit.

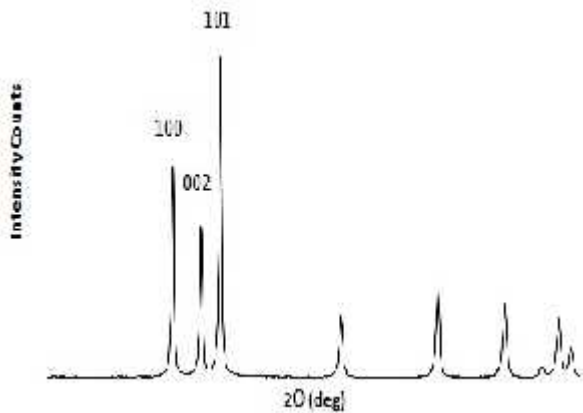
Pembuatan nanopartikel ZnO pada laju alir gas pembawa 5 L/menit ditunjukkan pada gambar 6. Dengan menggunakan Laju alir gas pembawa yang paling lambat yaitu 5 L/menit selama percobaan, waktu tinggal butiran bahan baku dalam nyala api lebih lama sehingga didapatkan penguapan butiran bahan baku yang sempurna. Partikel ZnO yang ditemukan berukuran nanometer berbentuk bola (*spherical*).

Partikel ZnO yang terbentuk juga memiliki batas partikel yang jelas seperti ditunjukkan pada Gambar 6. Rata-rata ukuran partikel ZnO adalah 80 nm. Lebih lambat laju alir gas pembawa dapat menghasilkan ukuran partikel ZnO yang lebih kecil dengan menggunakan metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP). Kesimpulan ini sesuai dengan penelitian dari Cho (Cho dan Jung., 2008).



Gambar 6. Partikel ZnO pada Laju Alir Gas Pembawa 5 L/menit

Gambar 7 menunjukkan pola XRD pada nanopartikel ZnO dengan laju alir gas pembawa 5 L/menit dimana rata-rata ukuran nanopartikelnya adalah 80 nm. Dari persamaan (1) dapat ditentukan bahwa pola XRD nanopartikel ZnO adalah struktur kristal *hexagonal zincite* dan tidak ditemukan fase amorf (tidak beraturan). Ukuran kristal dihitung menggunakan persamaan Scherrer dan dihasilkan dari perhitungan bahwa  $d_{XRD}$  adalah sebesar 30,62 nm.



Gambar 7. Hasil Pola XRD Nanopartikel ZnO pada Laju Alir Gas Pembawa 5 L/menit

### KESIMPULAN

Pengaruh laju alir gas pembawa pada pembuatan nanopartikel ZnO menggunakan metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) telah sukses dilakukan. Laju alir gas pembawa yang lebih lambat akan menghasilkan ukuran partikel ZnO yang lebih kecil pada metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) ini.

Nanopartikel ZnO tidak dapat dihasilkan menggunakan metode *flame assisted spray pyrolysis* (FASP) dengan bahan bakar LPG dan laju alir gas pembawa (*carrier gas*) 7 L/menit dan 9 L/menit. Pada laju alir gas pembawa 7

L/menit dan 9 L/menit partikel ZnO yang terbentuk masih dalam ukuran mikro meter dan teraglomerasi. Sedangkan pada laju alir gas pembawa 5 L/menit partikel ZnO paling banyak ditemukan dalam rata-rata ukuran 80 nm, berbentuk bola (*spherical*), dan memiliki batas partikel yang jelas. Struktur kristal nanopartikel ZnO pada laju alir gas pembawa 5 L/menit adalah *hexagonal zincite* dan ukuran  $d_{XRD}$  sekitar 30,62 nm.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada bapak Wikanda dan bapak Wawan Jumbawan dari PPGL Bandung. Kepada ibu Deni Andriana dari Laboratorium Dasar Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sebelas Maret. Penulis juga mengucapkan terima kasih atas dukungan materi dari DP2M dikti Kementerian Pendidikan Indonesia.

### DAFTAR LAMBANG

- = panjang gelombang X-Ray, nm
- = pengukuran dengan FWHM, °
- = pengukuran dengan FWHM dari puncak 101, °
- = ketelitian puncak disebabkan sudut difraksi pada peralatan, °

### DAFTAR PUSTAKA

- Cho, J.S., dan Jung, D.S., 2008, "Spherical Shape Hydroxyapatite Powders Prepared by Flame Spray Pyrolysis", *J. Ceramic Processing Research.*, 9, hal. 348-352
- Choa, K., dan Changa, H., 2009, "Mechanisms of the Formation of Silica Particles from Precursors with Different Volatilities by Flame Spray Pyrolysis", *J. Aerosol Science and Technology.*, 43, hal. 911-920
- Kashyout, A.B., dan Soliman, H.M., 2010, "Fabrication of ZnO and ZnO:Sb Nanoparticles for Gas Sensor Applications", *J. Nanomaterials.*, 2010, hal. 1-8
- Ko, T.S., dan Yang, S., 2006, "ZnO Nanopowders Fabricated by DC Thermal Plasma Synthesis", *J. Materials Science and Engineering.*, 134, hal. 54-58
- Nirmala, M., dan Nair, G., 2010, "Photocatalytic Activity of ZnO Nanopowders Synthesized by DC Thermal Plasma", *J. Basic & Applied Sciences.*, 2, hal. 161-166
- Purwanto, A., dan Wang, W.N., 2008, "High luminance YAG:Ce nanoparticles fabricated from urea added aqueous precursor by flame process", *J. Alloys and Compounds.*, 463, hal. 350-357

- 
- Tani, T., dan Madler, L., 2002, "Homogeneous ZnO Nanoparticles by Flame Spray Pyrolysis", *J. Nanoparticle Research.*, 4, hal. 337-343
- Terashi, Y., dan Purwanto, A., 2008, "Role of Urea Addition in the Preparation of Tetragonal BaTiO<sub>3</sub> Nanoparticles using Flame-Assisted Spray Pyrolysis", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 28, hal. 2570-2580
- Wang, W.N., dan Purwanto, A., 2008, "Investigation on the Correlations between Droplet and Particle Size Distribution in Ultrasonic Spray Pyrolysis.", *J. Ind. Eng. Chem. Res.*, 47, hal. 1650-1659
- Wongchoosuk, C., dan Choopun, S., 2009, "Au-Doped Zin Oxide Nanostructure Sensors for Detection and Discrimination of Volatile Organic Compounds.", *J. Materials Research Innovations.*, 13, hal. 3