

PENGARUH ARUS PLASMA DAN LAJU ALIRAN GAS PADA MESIN DC THERMAL PLASMA TERHADAP KARAKTERISTIK PARTIKEL NANO ZnO

Dedi Dwilaksana², Prayogo Alim Pangestu¹, Andi Sanata², Sumarji²,
Mochamad Asrofi², Mahros Darsin², R Puranggo Ganjar Widityo³

¹Alumni Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember

²Staf Pengajar Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember

³Staf Pengajar Prodi Teknik Konstruksi Perkapalan - Fakultas Teknik - Universitas Jember
Jl. Kalimantan 37 Jember 68121

Email: prayogolimpangestu@gmail.com

ABSTRAK

Nanopartikel adalah partikel yang berskala nanometer atau 10^{-9} . Dalam penelitian ini nanopartikel ZnO berhasil terproses dengan metode DC Thermal Plasma, ukuran partikel yang dihasilkan cukup bagus. Kombinasi plasma sangat mempengaruhi morfologi nanopartikel, proses yang terjadi hanya memerlukan sangat singkat. Dimulai dari serbuk Zn yang didorong untuk masuk ke dalam arc plasma dan terjadi proses liquid, oxidation and kristalin. Ukuran kristal yang dihasilkan untuk puncak hkl tertinggi dimulai dari 42-50nm. Parameter kisi kristal yang diperoleh adalah $a=0,2610347\text{nm}$ dan $c=0,782935$. Struktur kristal yang dihasilkan adalah hexagonal dan space group P63MC.

Keyword: Nanoparticle, Zinc Oxide, DC Thermal Plasma, SEM, XRD

PENDAHULUAN

Teknik *DC Plasma Plasma* adalah salah satu metode pengolahan yang paling populer untuk memproduksi nanopartikel. Metode ini hanya memerlukan waktu yang sangat singkat dalam memproses dari material Zn menjadi ZnO. *Plasma* merupakan busur api memanfaatkan konsleting listrik dari anoda dan katoda yang berperan sebagai elektroda dalam dan elektroda luar yang teraliri gas oksigen, dan *plasma* merupakan parameter yang berperan penting dalam sintesis nanopartikel ZnO. [1]

Material *Zinc Oxide* (ZnO) merupakan material yang telah diteliti dan dikembangkan selama ini karena memiliki sifat fisik dan kimia yang stabil dan telah digunakan dalam aplikasi yang beragam sejak ribuan tahun yang lalu. Seng Oksida (ZnO) merupakan bahan material semi konduktor dengan celah pita lebar grup semikonduktor II-IV. Doping natif dari semikonduktor dikarenakan kekosongan oksigen atau intersiti seng adalah tipe-*n*. [2]

ZnO mengkristal dalam dua struktur kristal utama: *wurtzite* dan *zinblende*. *Wurtzite* adalah yang paling stabil kristal ststruktur mendatang ZnO bawah kondisi ruangan, yang menjelaskan mengapa *wurtzite* berbentuk prisma nanocrystals ZnO yang paling sering diamati. *Zinblende* ZnO stabil hanya dengan pertumbuhan pada substrat dengan struktur kisi kubik. Selain *wurtzite* dan *zinblende*, ZnO dapat mengkristal dalam stuktur *rocksalt* pada tekanan relatif tinggi di atas 10 GPa. Dalam *wurtzite* dan *zinblende* ZnO, baik seng dan oksigen pusat disusun tetrahedral, yang dikenal sebagai geometri karakteristik Zn (II). Susunan tetrahedral ZnO mengarah ke simetri

noncentral dan hasil dalam piezoelektrik untuk heksagonal dan *zinblende* ZnO dan piroelektrisitas untuk heksagonal ZnO. Struktur heksagonal dari ZnO milik kelompok ruang P63MC. [3]

Pada penelitian ini digunakan pengujian dengan mikroskop electron. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) adalah merupakan jenis mikroskop elektron yang dapat mencitrakan permukaan sampel dengan pembesaran antara 20 sampai 500.000 kali. SEM dapat mengidentifikasi struktur mikro dari lapisan oksida. Berkas elektron dilewatkan pada beberapa lensa elektromagnetik untuk menghasilkan image berukuran mencapai 10nm pada sampel yang ditampilkan dalam bentuk film fotografi atau ke dalam tabung layar. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron bernergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. [4]

Pada penelitian ini digunakan pengujian difraksi sinar-X bertujuan mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan struktur ukuran partikel. Suatu padatan dengan tujuan membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas pada puncak difraksi dengan data standard. XRD memiliki kelebihan yaitu dengan preparasi yang lebih sederhana dan informasi dari lebar setengah puncak dapat diketahui besar rata-rata dari ukuran kristalit. Berdasarkan metode ini, makin kecil ukuran kristalinitas maka makin lebar puncak difraksi

yang dihasilkan. Kristal yang berukuran besar dengan suatu orientasi menghasilkan puncak difraksi yang mendekati sebuah garis vertikal. Kristalinitas yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar dan memberikan informasi tentang ukuran kristalinitas. Penyebab kristalinitas yang kecil menghasilkan puncak yang lebar adalah dikarenakan kristalinitas yang kecil memiliki bidang pantul sinar-X yang terbatas. Puncak difraksi dihasilkan oleh interferensi secara konstruktif cahaya yang dipantulkan oleh bidang-bidang kristal. Hubungan antara kristalinitas dengan lebar puncak difraksi dapat diprosimasi dengan persamaan *Scherrer*,

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

dimana:

d adalah ukuran (diameter) kristalin,

λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan Cu-K α 1,540598 Å,

θ adalah sudut Bragg,

β adalah FWHM (*full width at half maximum*) satu puncak yang dipilih (radian).

METODOLOGI PENELITIAN

a. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan November 2018 sampai dengan November 2019.

Tempat penelitian pada penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Terapan, Fakultas Teknik dan Laboratorium Material Maju, CDAST (*Center for Development of Advance Science and Technology*), Universitas Jember.

b. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu:

1. Mesin DC Plasma Black Rhino Cutting 70
2. Radiator
3. Rangka *stainless steel*
4. Tabung reaktor dan kolektor
5. Selang air dan udara
6. Wadah injeksi
7. Kompresor
8. Pompa air
9. SEM
10. XRD

c. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Zn merk *MERCK* ukuran < 45 μm .

d. Prosedur Percobaan

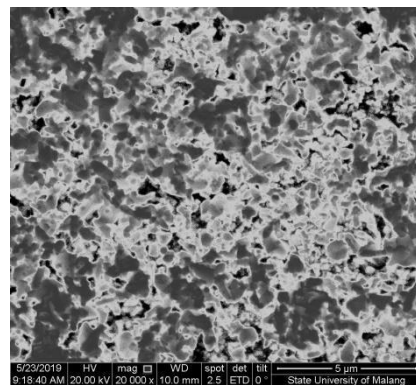
Menyiapkan alat dan bahan, mengatur arus pada 50 dan 70 A. Memasukkan serbuk Zn ke dalam wadah injeksi yang telah tersambung dengan selang precursor sudut 90°. Mengatur laju aliran gas kompresor 2 dan 3bar. Membuka kran kompresor serta menyalakan api plasma. Mematikan mesin dan menutup kran kompresor kemudian mengambil sampel pada filter.

HASIL DAN PEMBAHASAN

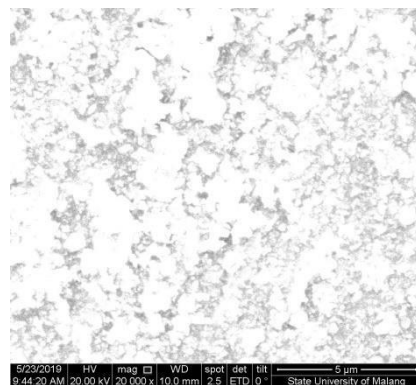
1. Morfologi Partikel

Pengujian SEM ini bertujuan untuk mengetahui ukuran dan morfologi nanopartikel ZnO hasil metode *DC Thermal Plasma*. Nanopartikel ZnO terbentuk didalam tabung reaktor mesin *DC Thermal Plasma*, karena adanya gas pendorong pada serbuk zn yang dimasukkan ke dalam nyala plasma melalui gas pendorong kemudia mengalami penguapan, proses oksidasi dan pendinginan. Fase liquid akan berubah kembali mejadi fase solid dan akan mengalami terbentuknya fase nanopartikel ZnO.

Busur api didapat karena adanya konsleting antara anoda dan katoda yang berperan sebagai elektroda dalam dan elektroda luar yang teraliri gas oksigen, api plasma sangat berpengaruh pada proses pembuatan nanopartikel ZnO.



(a)



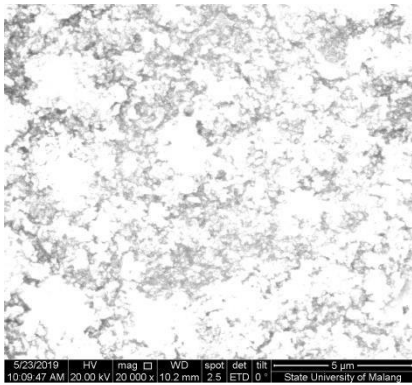
(b)

Gambar 2. Hasil SEM variasi (a) 50A 2bar dan (b) 50A 3bar.

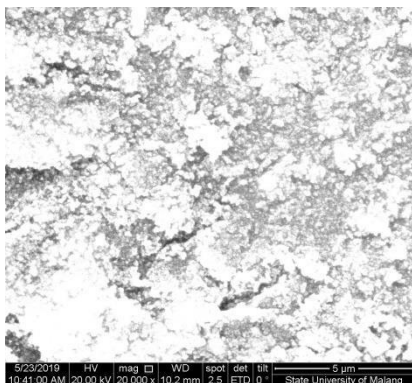
Pengujian SEM nanopartikel ZnO dengan skala perbesaran 20.000x variasi arus 50A dengan tekanan laju aliran gas dari kompresor 2bar dan 3bar, dapat dilihat menghasilkan ukuran dibawah 150nm. Dengan ukuran tersebut membuktikan bahwa sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode *DC Thermal Plasma* variasi arus 50A sudah mampu menghasilkan ZnO

dengan ukuran skala nanometer namun masih diatas ukuran 100nm. Ukuran diameter nanopartikel ZnO dipengaruhi oleh tinggi rendahnya arus serta laju gas pada kompresor, pada gambar 4.1 variasi arus 50A 2bar juga menunjukkan adanya ukuran-ukuran yang masih tergolong mikro atau adanya partikel yang masih belum terproses, hal ini diperkirakan bahwa adanya material belum diuapkan sepenuhnya selama proses reaksi seperti yang dilakukan oleh penelitian sebelumnya.

Pada gambar 2 variasi arus 50A 3bar menunjukkan adanya ukuran-ukuran partikel yang diameternya menurun, di variasi ini dapat terlihat perubahannya terdapat variasi 50A 2bar yang mana lebih banyak partikel-partikel yang belum terproses secara sempurna. Peningkatan arus serta peningkatan *gas flow* dari kompresor menunjukkan hasil yang lebih baik dari variasi 50A 2bar, adapun partikel yang berukuran lebih besar dikarenakan prekursor awal yang melewati api plasma lalu terpecah atau menguap belum sempurna sehingga droplet-droplet yang dihasilkan berukuran lebih besar. Selain itu faktor lain yang menyebabkan partikel terjadinya ketidakseluruhan terproses yaitu injeksi sudut serbuk dan metode *non-transfer* pada *thermal plasma*, yang mana dapat dijelaskan pada gambar 7 serta penjelasannya.



(a)



Pengujian SEM nanopartikel ZnO dengan skala perbesaran 20.000x variasi arus 70A dengan tekanan laju aliran gas dari kompresor 2bar dan 3bar, dapat dilihat menghasilkan ukuran dibawah 100nm. Dengan ukuran tersebut membuktikan bahwa sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode *DC Thermal Plasma* variasi arus 70A sudah mampu menghasilkan ZnO dengan ukuran dibawah 100nm. Perbandingan ukuran hasil sintesis antara arus 50A dan 70A ini dipengaruhi oleh panjang api plasma, dimana panjang api akan meningkat seiring dengan meningkatkan daya pada plasma

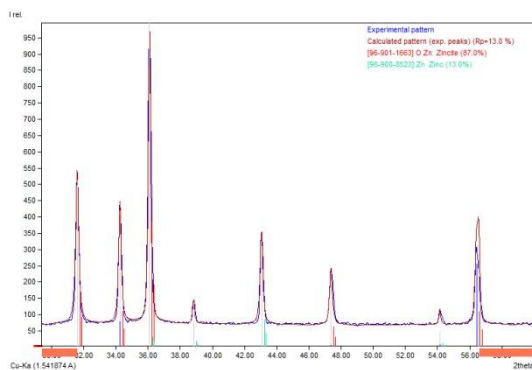
Pada gambar 3 variasi arus 70A 2bar menunjukkan bahwa masih adanya partikel yang besar, hal tersebut sesuai dengan pernyataan pada penelitian sebelumnya, reaksi sintesis nanopartikel dipengaruhi oleh pemanasan plasma yang optimal yang dapat mempengaruhi partikel yang dipanaskan sampai titik lelehnya dalam api plasma. Terdapat juga partikel yang menunjukkan adanya aglomerasi namun dengan tingkat yang rendah, hal ini disebabkan karena pada saat partikel berada didalam plasma interaksi aerodinamik antara gas plasma dan tetesan akan semakin jauh memecah tetesan menjadi potong-potongan yang kecil, pada saat yang sama gas plasma panas juga akan memanaskan dan menguap. Setelah tetesan benar-benar menguap, gas akan meniup padatan untuk membentuk nanopartikel individu, sebaliknya jika kecepatan gas tidak cukup besar maka padatan yang tersisa akan disinter oleh gas panas dan aglomerat ukuran mikro akan terbentuk sesudahnya.

Pada gambar 4 variasi arus 70A 3bar menunjukkan bahwa nanopartikel yang dihasilkan memiliki kecenderungan keseragaman terhadap ukuran, dan juga partikel yang dihasilkan memiliki tingkat aglomerasi yang tinggi, pada penelitian sebelumnya, mengatakan partikel ultra halus memiliki kecenderungan yang melekat untuk membentuk aglomerat dan agregat, dan untuk hasil aktual masing-masing partikel dalam kelompok dapat ditentukan dengan mikroskop elektron transmisi (Transmission Electron Microscopy/TEM). Hal ini dikarenakan adanya suhu yang tinggi dapat menyebabkan pembentukan agregat (aglomerasi keras) yang

tidak dapat dipecah menjadi partikel penyusun (primer) mereka.

2. Ukuran Kristal

Pola difraksi XRD yang dinyatakan dengan puncak (*peak*), dimana dari puncak difraksi tersebut dapat memprediksi ukuran kristalin material, parameter kisi dan susunan atom. Lebar puncak bervariasi dengan sudut 2θ dalam bentuk $\cos(\theta)$, lebar puncak difraksi juga dipengaruhi oleh mikrostrain (strain kisi), yaitu efek dari perpindahan suatu unit sel di sekitar posisi normalnya. Untuk menentukan ukuran kristal, dilakukan perhitungan dengan formula Scherrer, dengan mendefinisikan besaran sebagai *FWHM* dan konstanta *K* dipilih 0,94.



Gambar 4. Hasil XRD 50A 2bar dan 70A 2bar.

Dari Gambar 4 diatas, dapat terlihat bahwa puncak yang dihasilkan adalah pada derajat difraksi $2\theta = 31.6^\circ, 31.61^\circ, 34.25^\circ, 34.28^\circ, 36.09^\circ, 36.1^\circ$ dengan *Indeks Miller's* (*hkl*) tiga puncak paling intens adalah (100), (002) dan (101).

| | <i>FWHM</i> | | Crystalline Size (nm) | |
|-----|-------------|--------|-----------------------|-----|
| | 50A | 70A | 50A | 70A |
| 100 | 0,2000 | 0,2000 | 110 | 100 |
| 002 | 0,2000 | 0,2000 | 110 | 100 |
| 101 | 0,2000 | 0,2000 | 110 | 100 |

Tabel 1. Perbandingan ukuran kristal variasi 50A 2bar dan 70A 2bar berdasarkan nilai *FWHM*

Dari perhitungan dan tabel 4.3, dapat dilihat perbandingan bahwa perbandingan pengurangan ukuran kristalin yang terbentuk dari 110 nm menjadi 100 nm. Tidak signifikannya ukuran kristalin ini dipengaruhi karena temperature plasma yang berbeda, laju aliran gas pengisi dari kompresor yang berbeda, dan partikel yang terevaporasi pada range jarak yang berbeda dari *torch* plasma. Pola puncak (*peak*) difraksi XRD dapat dilihat untuk mendapatkan ukuran kristalin, semakin kecil ukuran kristalin maka puncak

difraksi yang dihasilkan semakin lebar. Nilai *FWHM* (*Full Width at Half Maximum*) semakin besar maka kristalin yang dihasilkan semakin kecil.

3. Parameter kisi kristalin ZnO

Pola difraksi XRD yang terbentuk, diperoleh dari *Indeks Miller* (*h,k,l*) dengan cara mencocokkan pada hasil karakterisasi uji XRD dengan menggunakan aplikasi *Match* dengan data *input Crystallography Open Database (COD)* untuk mengkonfirmasi fase yang terbentuk adalah ZnO dengan Kristal heksagonal. Parameter kisi dapat diperoleh menggunakan metode *Cohen*. Berdasarkan metode, parameter kisi *a* dan *c* dari ZnO dapat dihitung dari analisis difraksi sinar X,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

dimana

d adalah jarak antar bidang dan

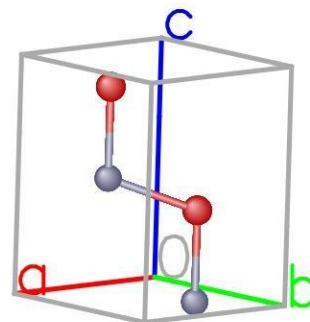
h k l adalah *Indeks Miller*.

Ketajaman dan intensitas puncak pada spektrum menunjukkan kualitas kristal berupa puncak tajam (*sharp*) dan memiliki derajat keteraturan yang tinggi. Sedangkan pada *amorf*, puncak-puncak yang dihasilkan sangat landai karena memiliki derajat keteraturan yang rendah.

Dari hasil perhitungan didapatkan nilai parameter kisi kristalin nanopartikel ZnO dari rumus diatas adalah *a*=0,590 nm dan *c*=0,945 nm.

4. Struktur kristal ZnO

Setelah menghitung parameter struktur kristal partikel ZnO, selanjutnya menggambarkan formasi atom Zn dan O dengan menggunakan program *VESTA (Student Version)*. Untuk nilai masukan (*input*) dapat diperoleh dari *COD (Crystallography Open Database)* yang dimasukkan dalam program *Match 3 (Student Version)*.



Gambar 5. Struktur kristalin nano ZnO

Perhitungan dimulai dengan membangun struktur kristal ZnO heksagonal dengan memasukkan parameter kisi, koordinasi atom dan grup ruang pada *P63MC* no.186 yang diperoleh dari analisis Rietveld. Dengan menerapkan fungsi LDA (*Local-Density Approximation*). Menggunakan konversi optimasi valensi elektron dari setiap atom disesuaikan selama proses. Dan hasil menggambarkan struktur kristal yang didapat *hexagonal wurtzite* ZnO (*P63MC*), diilustrasikan pada gambar 5.

KESIMPULAN

- 1) Ukuran butir yang dihasilkan berbeda-beda 50A 2bar (100nm- 531nm), 50A 3bar (96nm-300nm), 70A 2bar (101nm- 350nm) dan 70A 3bar (100nm- 200nm).
- 2) Ukuran kristal yang didapatkan dari variasi 50A 2bar dengan nilai *hkl* tertinggi yaitu 110 nm dan untuk variasi 70A 2bar dengan nilai *hkl* tertinggi yaitu 100 nm.
- 3) Nilai parameter kisi kristalin nanopartikel ZnO variasi arus 70A 2bar yang dihasilkan adalah $a=0,590$ nm dan $c=0,945$ nm.
- 4) Hasil pengujian XRD serta memasukkan nilai ke dalam software *Vesta (Student Version)* menunjukkan struktur kristalin yang terbentuk adalah *hexagonal P63MC*.

DAFTAR PUSTAKA

1. Bayu Prabandono, Agus Kurniawan, Suyitnodan Ubaidillah. Mesin DC Thermal Plasma sederhana menghasilkan material ZnO dengan kemurnian tinggi. 2013.
2. Ozgur U. Avrutin V, Morkoc H. zinc Oxide Material And Dvice grown by, 2013.
3. J. Miao, B.Liu. II-VI semiconductor nanowires: ZnO. 2015.