



Pengaruh Penambahan Sulfur Alam Pada Sintesis Nanopartikel ZnO Berbasis *Capping agent* Ekstrak Air Daging Buah *Sapindus rarak* DC Dengan Metode Sonokimia

Nur Ardiansyah¹, Evi Maryanti^{1*}

¹Prodi Kimia, FMIPA, Universitas Bengkulu, Indonesia

*evimaryanti82@gmail.com

Diterima 10 Mei; Disetujui 7 Juni 2014

Abstrak - Pada penelitian ini bertujuan mensintesis nanopartikel ZnO menggunakan surfaktan alami *Sapindus rarak* DC sebagai *capping agent* dan penambahan sulfur alam Bukit Kaba Bengkulu dengan metode sonokimia. Sulfur yang digunakan adalah 0,5% di dalam larutan tetrahidrofuran (THF) dan dilanjutkan dengan pembuatan ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC 2,5; 5 dan 7,5% b/v. Serbuk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil karakterisasi dengan XRD memperlihatkan terbentuknya puncak spesifik ZnO dengan kristalinitas yang bervariasi terhadap variasi berat *Sapindus rarak* DC yang digunakan. Hasil analisa SEM memperlihatkan adanya perbedaan morfologi nanopartikel ZnO dengan dan tanpa penambahan Sulfur. Dari hasil karakterisasi dapat disimpulkan bahwa penambahan sulfur alam pada sintesis nanopartikel ZnO menggunakan ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC dapat merubah morfologi nanopartikel ZnO.

Keyword: **Nanopartikel, Sapindus rarak DC, Sulfur Alam, ZnO, XRD, SEM**

1. Pendahuluan

Penelitian terhadap nanopartikel pada zaman modern seperti sekarang ini mengalami perkembangan yang pesat karena dapat diaplikasikan secara luas seperti dalam bidang lingkungan, optis, elektronik dan biomedis. Salah satu material nanopartikel yang banyak diteliti pada saat ini adalah ZnO.

Nanopartikel ZnO merupakan material kristal yang mempunyai sifat-sifat optik dan kelistrikan yang baik sehingga mempunyai banyak aplikasi dalam berbagai bidang. Sebagai material kristal semikonduktor dengan lebar celah pita energi antara material isolator dan konduktor, ZnO sangat potensial diaplikasikan sebagai elektroda transparan dalam teknologi sel surya, piranti elektroluminesens, dan piranti untuk pemancar ultraviolet [1]. Sintesis nanopartikel ZnO telah banyak diteliti menggunakan berbagai metode, antara lain sonokimia [2] *mechanochemical* [3], metode presipitasi kimia [4], dan metode hidrotermal [5].

Metode sonokimia memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi tinggi yang diradiasikan ke dalam larutan menyebabkan terjadinya tumbukan antar partikel. Selain metodenya lebih mudah dan jalur reaksinya lebih cepat, metode sonokimia juga memiliki kelebihan dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat kristal berukuran kecil hingga berskala nano [6].

Berbagai upaya untuk meningkatkan sifat optik, akustik dan kelistrikan saat ini dilakukan modifikasi pada metode sintesis nanopartikel ZnO seperti variasi konsentrasi prekursor, suhu, *dopant* unsur logam/non logam dan penggunaan *capping agent* bertujuan untuk mendapatkan ukuran, struktur, morfologi, dan sifat nanopartikel ZnO yang bervariasi.

Beberapa penelitian tentang penggunaan *capping agent* pada sintesis nanopartikel ZnO telah dilakukan Malviya *et al.* (2013), menggunakan *capping agent* poly (*N-vinyl-2pyrrolidone*) (PVP), dan Chaboy *et al.* (2013), *tryoctylphosphine* (TOPO), *dodecylamine* (AMINE), *dodecanethiol* (THIOL), serta Ramgopal *et al.* (2011),

menggunakan tanaman *soap nuts* (*Sapindus*) untuk pembentukan nanopartikel perak [4,7,8].

Penelitian terbaru mengenai sintesis nanopartikel ZnO dengan *capping agent* *Sapindus rarak* DC telah dilakukan oleh Damayanti pada tahun 2013 dengan tujuan untuk membatasi pertumbuhan nanopartikel sehingga tidak mengalami agregasi [9]. Untuk meningkatkan sifat listrik, optik dan magnetik dari senyawa semikonduktor ZnO, Shen *et al.* (2004), berhasil mensintesis ZnO terdoping sulfur yang berasal dari *thiourea* [10]. Pendopingan juga berhasil dilakukan oleh Cho *et al.* (2011), dengan mensintesis ZnO menggunakan metode hidrotermal dan sulfur yang berasal dari *thiourea* sebagai *dopant* [11].

Berdasarkan studi literatur yang telah dilakukan, belum ada penelitian mengenai pengaruh penambahan sulfur alam pada sintesis nanopartikel ZnO menggunakan surfaktan alami *Sapindus rarak* DC sebagai *capping agent* dengan metode sonokimia. Oleh karena itu, penelitian ini perlu dilakukan untuk mengembangkan sifat, morfologi dan karakter baru dari nanopartikel ZnO yang disintesis menggunakan *capping agent* *Sapindus rarak* DC.

2. Metode Penelitian

Pembuatan Ekstrak Air Daging Buah *Sapindus rarak* DC (2,5; 5 dan 7,5% b/v)

Ekstrak disiapkan dengan cara melarutkan daging buah *Sapindus rarak* DC yang telah dihaluskan terlebih dahulu dengan akuades. Campuran diaduk menggunakan alat *magnetic stirrer* di dalam gelas kimia selama 1 jam pada suhu 70°C. Campuran disaring menggunakan kertas Whatman No.1.

Pembuatan Larutan Sulfur Alam Kaba 0,5% b/v

Sampel sulfur alam yang telah dihaluskan dilarutkan dengan THF sehingga didapatkan konsentrasi 0,5%.

Sintesis Nanopartikel ZnO

Sebanyak 50 mL Zn(CH₃COO)₂.4H₂O 0,1 M ditempatkan pada erlenmeyer dan ditambahkan dengan 50 mL ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC dengan variasi berat 2,5% b/v. Ke dalam larutan tersebut ditambahkan NaOH 0,1 M

100 mL secara perlahan. Kemudian ditambahkan larutan sulfur alam 0,5%. Campuran yang dihasilkan dimasukkan ke dalam alat ultrasonik pada suhu kamar dengan frekuensi 35 kHz dan disonokimia selama 1 jam. Gel yang terbentuk kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman no. 42 dan dicuci dengan akuades sebanyak 3 kali. Gel kemudian dipanaskan dalam oven selama 8 jam dengan suhu 95°C. Prosedur yang sama dilakukan menggunakan *Sapindus rarak* DC 5% dan 7,5%. Nanopartikel ZnO yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

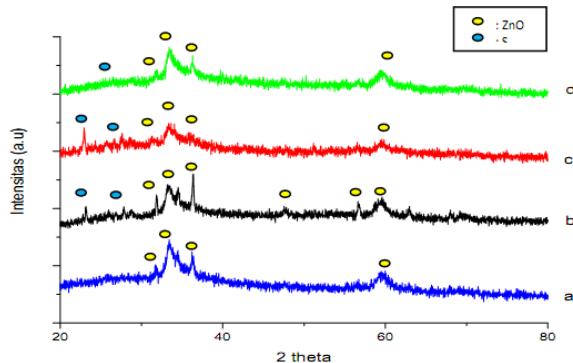
3. Hasil dan Pembahasan

Proses sintesis nanopartikel ZnO dilakukan dengan menggunakan metode sonokimia yang memanfaatkan gelombang ultrasonik 35 kHz. Campuran zink asetat dan NaOH tersebut disonokimia selama 1 jam. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan akuades guna menghilangkan pengotor yang masih melekat. Hasil penyaringan lalu dipanaskan menggunakan oven selama 8 jam pada suhu 95°C dan didapatkan serbuk yang berwarna kecokelatan. Jika ditinjau berdasarkan warnanya, serbuk hasil sintesis akan semakin pekat seiring dengan besarnya variasi berat *capping agent* yang ditambahkan.

Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X terhadap nanopartikel ZnO menggunakan *capping agent* ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC dengan penambahan sulfur alam 0,5% ditunjukkan pada Gambar 1. Pada Gambar 1 memperlihatkan 4 difraktogram yang berbeda. Masing-masing difraktogram menunjukkan variasi berat *Sapindus rarak* DC yang telah ditambahkan dalam pembuatan nanopartikel ZnO.

Gambar 1 memperlihatkan puncak-puncak difraksi khas ZnO (JCPDS No. 36-1451) pada berbagai berbagai konsentrasi ekstrak *Sapindus rarak* DC. Tetapi pada difraktogram b, c, dan d dengan penambahan sulfur alam 0,5% menunjukkan adanya puncak difraksi khas dari Sulfur yang mempunyai puncak difraksi pada $2\theta=23,075^\circ$ dan $27,745^\circ$ (JCPDS No. 08-0247). Hal ini menandakan bahwa Sulfur telah berhasil didoping pada nanopartikel ZnO [12].



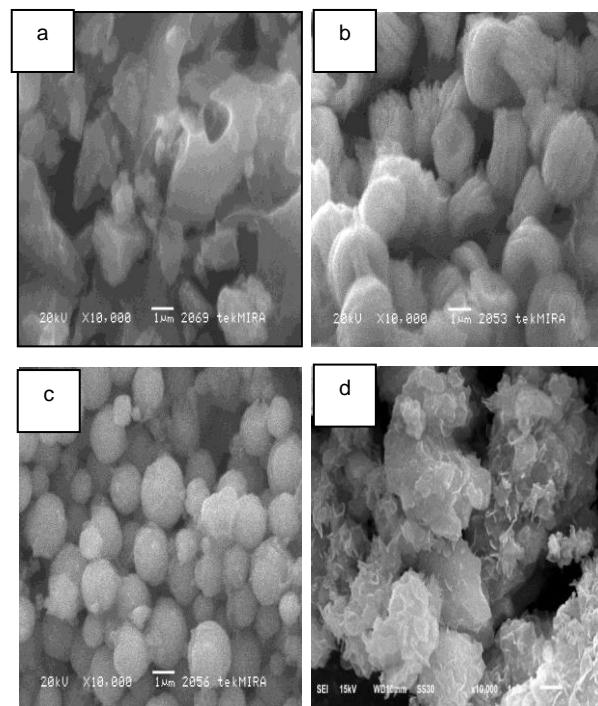
Gambar 1. Difraktogram XRD ZnO menggunakan *capping agent* *Sapindus rarak* DC dengan penambahan sulfur alam 0,5% dan tanpa Penambahan sulfur alam, a. *Sapindus rarak* DC 5% tanpa sulfur (Yanti,2013). b. *Sapindus rarak* DC 2,5% + sulfur 0,5%, c. *Sapindus rarak* DC 5% + sulfur 0,5%, d. *Sapindus rarak* DC 7,5% + sulfur 0,5%.

Penghitungan ukuran rata-rata partikel yang didapat dari hasil X-ray Diffraction (XRD) dihitung menggunakan rumus Debye Scherrer [13]. Dari hasil perhitungan, didapatkan ukuran rata-rata nanopartikel ZnO menggunakan *capping agent* ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC berturut-turut untuk konsentrasi 2,5; 5 dan 7,5% dengan penambahan sulfur alam 0,5% sebesar 43,1 nm, 23,7 nm dan 21,5 nm.

Hasil karakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) terhadap nanopartikel ZnO menggunakan *capping agent* ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC dengan penambahan sulfur alam 0,5% ditunjukkan pada Gambar 2.

Dari Gambar 2 merupakan morfologi hasil karakterisasi SEM nanopartikel ZnO menggunakan *capping agent* ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC dengan dan tanpa penambahan sulfur alam. Gambar (a) memperlihatkan morfologi yang didapatkan berupa gumpalan-gumpalan yang belum seragam. Distribusi partikel yang tidak merata menandakan bahwa terjadinya pengaruh residu gugus hidroksil *capping agent* [14]. Gambar (b) dan (c) masing-masing merupakan hasil foto SEM nanopartikel ZnO menggunakan *capping agent* *Sapindus rarak* DC dengan variasi berat 5% dan 7,5%. Dari hasil terlihat tidak tampak perbedaan yang besar antara ketiga variasi berat *Sapindus rarak* DC tersebut. Partikel yang mengumpal antar partikel yang satu dan yang lainnya membentuk agregat sehingga menghasilkan morfologi nanopartikel yang kurang baik. Hal ini disebabkan oleh Rarasaponin yang terkandung dalam

capping agent *Sapindus rarak* DC yang berfungsi sebagai pembatas pertumbuhan partikel mempunyai efek samping yang kurang baik terhadap bentuk permukaan nanopartikel yang dihasilkan [15].



Gambar 2. Morfologi nanopartikel ZnO menggunakan dan tanpa *capping agent* ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC dengan penambahan dan tanpa sulfur alam, (a). *Sapindus rarak* DC 2,5% + Sulfur alam 0,5%, (b). *Sapindus rarak* DC 5% + Sulfur alam 0,5%, (c). *Sapindus rarak* DC 7,5% + Sulfur alam 0,5%, dan (d). *Sapindus rarak* DC 5% tanpa Sulfur [9].

Jika dibandingkan dengan hasil morfologi SEM ZnO tanpa sulfur alam yang telah disintesis Damayanti (2013) pada Gambar (d) menunjukkan perbedaan. Morfologi ZnO tanpa penambahan sulfur alam memperlihatkan bentuk gumpalan-gumpalan partikel yang tidak merata dan tidak terdistribusi sempurna serta masih berbentuk agregat dan belum terpisah dengan baik antar partikel satu dan lainnya.

Salah satu faktor utama yang mempengaruhi bentuk morfologinya adalah *capping agent* *Sapindus rarak* DC yang berperan sebagai surfaktan mempunyai senyawasenyawa organik lain yang ketika terjadinya proses pembatasan pertumbuhan partikel ikut bercampur dengan partikel, sehingga morfologi yang seharusnya mempunyai distribusi partikel teratur mengakibatkan distribusi yang

tidak merata dan menghasilkan morfologi yang belum sempurna.

Peranan sulfur alam yang ditambahkan dalam sintesis ini menjadi pengaruh utama dalam proses pembentukan partikelnya. Sulfur yang ditambahkan dalam nanopartikel menyebabkan perubahan morfologi ZnO yang dihasilkan sehingga diprediksi dapat merubah sifat optik, sifat listrik dan meningkatkan aktivitas antimikroba dari partikel ZnO yang telah disintesis sehingga dapat diaplikasikan secara luas dalam berbagai aplikasi.

4. Kesimpulan

Nanopartikel ZnO menggunakan *capping agent* ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC dengan penambahan sulfur alam Bukit Kaba Provinsi Bengkulu telah berhasil disintesis. Hasil karakterisasi XRD nanopartikel ZnO menggunakan variasi berat *capping agent* ekstrak air daging buah *Sapindus rarak* DC 2,5%, 5% dan 7,5 % pada penambahan sulfur 0,5% mempunyai ukuran secara berturut-turut 43,1 nm, 23,7 nm, dan 21,5 nm. Berdasarkan analisa SEM nanopartikel ZnO memiliki perbedaan morfologi pada penambahan sulfur dan tanpa penambahan sulfur. Morfologi nanopartikel tanpa penambahan sulfur berbentuk agregat sedangkan nanopartikel dengan penambahan sulfur mempunyai morfologi yang cukup jelas tanpa agregasi pada partikel tersebut.

Daftar Pustaka

- [1] Abdullah, M., Yudistira, V., Nirmin & Khairurrijal. 2008. Review: Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. 1(2): 36-57
- [2] Wahab, R., S. G. Ansari., Young-Soon, K., Hyung-kee, S. & Hyung-Shik, S. 2007. Room Temperature Synthesis of Needle-Shaped ZnO Nanoroads Via Sonochemical Method. *Applied Surface Science*. 253: 7622-7626
- [3] Maryanti, E., Sal Prima Y. S. & Fadli. 2014. *Sintesis Mikro Partikel ZnO Terdoping Sulfur Alam (ZnO:S) Melalui Metode Mechanochemical*. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung. Hal: 137-141
- [4] Malviya, R. K., Manish, V & Vinay, Y. 2013. *Preparation And Characterization Of Zinc Oxide Nanofluid In Organic Components*. Science Technology & Management Journal. AISECT University
- [5] Geetha, D. & T. Thilagavathi. 2010. Hydrothermal Synthesis Of Nano ZnO Structures From Ctab. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*. 5 (1): 297-301
- [6] Suslick, K. S..1999. Applications Of Ultrasound To Materials Chemistry. *Annual Review Mater Science*. 29: 295-326
- [7] Chaboy, J., C. Gugliery, M. A. Laguna-Marco., N. Carmona., E. Cespedes., A. Espinosa., M. Gracia-Hernandes. & M. A. Gracia. 2013. Long-term Report XMCD study of capped ZnO Nanoparticles: The quest of the origin of the magnetism. *Spring-8 Information*. 18 (3) : 214-222
- [8] Ramgopal, M., Ch, Saisushma., Idress, H. A. & Abobaker, M. A. 2011. A Facile Green Synthesis of Silver Nanoparticles using Soap Nuts. *Research Journal of Microbiology*. 6 (5): 432-438
- [9] Damayanti, D. 2013. *Sintesis Nanopartikel ZnO menggunakan Capping Agent Alami Ekstrak Air Daging Buah Lerak (Sapindus rarak DC) dan Daun Cocor Bebek (Kalanchoe pinnata)*. Skripsi (S1). Program studi sarjana Universitas Bengkulu
- [10] Shen, G., Cho, J. H., Jung, S II. & Lee, C. J. 2004. Synthesis and Characterization of S-doped ZnO Nanowires Produced by a Simple Solution-Conversion Process. *Chemical Physics Letters*. 401 (2005) : 529-533
- [11] Cho, J., Lin, Q., Yang, S., Jr, Jay G. S., Cheng, Y., Lin, E., Yang, J., Foreman, J. V., Everitt, H. O., Yang, W., Kim, J., Liu, J. 2011. Sulfur-Doped Zinc Oxide (ZnO) Nanostars: Synthesis and Simulation of Growth Mechanism. *Nano research*.
- [12] PCPDFWIN v. 20.1 database, (1998), JCPDS-International Center for Diffraction Data, Newtown Square
- [13] Rahdar, A. 2013. Study of Different Capping Agent Effect on the Structural and Optical Properties of Mn Doped ZnS Nanostructures. *World Application Programming*. 3: 56-60
- [14] Phrybyzewksa, M & M. Zaborki. 2009. The Effect of Zinc Oxide Nanoparticles Morphology on Activity in Crosslinking of Carboxylated Nitrile Elastomer. *Express Polymer Letters*. 3 (9): 542-552
- [15] Shu-Yie, Wei., Wang, Zhi-Gua & Zang, Zong-Xian. 2006. Surfactant effect of Au on polar ZnO surface. *Chin. Phys. Lett.* 24(3): 800-802