

DOI: doi.org/10.21009/SPEKTRA.022.01

INVESTIGASI PEMBENTUKKAN IKATAN Zn-O RODS DI ATAS PERMUKAAN MIKROKANTILEVER DENGAN UJI KARAKTERISASI FTIR

Mia Yuliana Frestika^{1,2,a)}, Rina Dewi Mayasari^{2,b)}, Masmui^{2,c)}, Agustanhakri^{2,d)},
R. Ibrahim Purawardi^{3,e)}, Yuliasari^{3,f)}, Ahmad Novi Muslimin^{3,g)},
Muhammad Dani^{4,h)}, Agus Setyo Budi^{1,i)}, Ratno Nuryadi^{2,j)}

¹Prodi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka No 1, Jakarta 13220

²Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, Gedung 224, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan 15314

³Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Gedung 441-442, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan 15314

⁴Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Gedung 71, Kawasan Puspiptek, Tangerang selatan 15314

Email: ^{a)}miayuliana60@yahoo.com, ^{b)}rina.dewi@bppt.go.id, ^{c)}masmui@bppt.go.id, ^{d)}agustanhakri@bppt.go.id, ^{e)}rade026@lipi.go.id, ^{f)}zulfa_yulia@yahoo.com, ^{g)}ahmadnovimuslimin@hotmail.com, ^{h)}mdani@batan.go.id, ⁱ⁾agus_sb@unj.ac.id, ^{j)}ratno.nuryadi@bppt.go.id

Abstrak

Pada riset ini, batang ZnO (*Zinc Oxide rods*) yang merupakan material pendeteksi objek gas ditumbuhkan di atas permukaan mikrokantilever dengan teknik hidrotermal. Sintesis ZnO rods ini meliputi dua proses, yaitu proses pelapisan lapisan benih (*seed layer*) menggunakan *Zinc Acetate Dihydrate* dengan metode *dip-coating* dan proses penumbuhan ZnO rods menggunakan *Zinc Nitrate Tetrahydrate* pada suhu 95 °C dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Kondisi pengeringan baik untuk lapisan benih dan penumbuhan ZnO rods dilakukan pada suhu 120 °C selama 2 jam. ZnO rods dikarakterisasi dengan teknik *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui pembentukan ikatan Zn-O. Hasil karakterisasi memperlihatkan bahwa korelasi logam oksida (*metal oxide*) ditunjukkan pada spektrum bilangan gelombang 540 cm⁻¹ untuk waktu penumbuhan 2 jam, sementara ditunjukkan pada spektrum gelombang masing-masing 548 cm⁻¹ dan 547 cm⁻¹ untuk waktu penumbuhan ZnO rods 4 jam dan 6 jam. Spektrum bilangan gelombang sekitar 540-548 cm⁻¹ tersebut diprediksi merupakan absorpsi dari pembentukan ikatan Zn-O.

Kata-kata kunci: Mikrokantilever, ZnO rods, dip-coating, hidrotermal, waktu penumbuhan

Abstract

In this work, ZnO (*Zinc Oxide*) rods, which is a sensitive material for gas detection, are grown on a microcantilever surface by hydrothermal technique. Synthesis of ZnO rods consists of two processes, i.e., a formation of seed layer using *Zinc Acetate Dihydrate* by a *dip-coating* and a growth of the ZnO rods using *Zinc-Nitrate-Tetrahydrate* at a temperature 95°C for time variations of 2 hours, 4 hours and 6 hours. Drying condition for both seed layer and growth of ZnO rods was done at a temperature of 120 °C for 2 hours. The ZnO rods were then characterized by *Fourier Transform Infrared* (FTIR) in order to investigate the formation of Zn-O bond. The characterization results indicate that the metal oxide

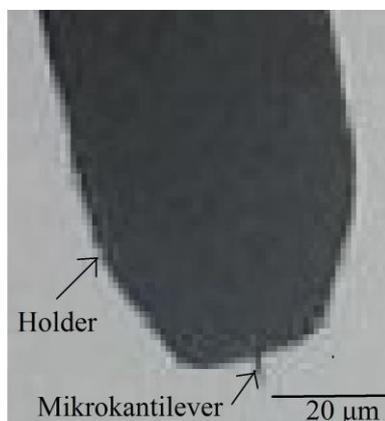
correlation is shown in the wavenumber spectrum of 540 cm^{-1} for a sample with 2-hour growth time, while the wavenumber spectrum of 548 cm^{-1} and 547 cm^{-1} for the growth time of ZnO rods for 4 hours and 6 hours. Wavenumber spectrum approximately at $540\text{-}548\text{ cm}^{-1}$ is predicted to be the absorption of the formation of a Zn-O bond.

Keyword: *Microcantilever, ZnO rods, dip-coating, hydrothermal, growth time dependent.*

PENDAHULUAN

Mikrokantilever merupakan piranti teknologi MEMS (*micro electro mechanical system*) yang umum digunakan untuk deteksi gaya antar atom (*atomic force*) pada sistem AFM (*Atomic Force Microscopy*), dan akhir-akhir ini berpotensi digunakan untuk aplikasi sensor biologi dan kimia [1]. Mikrokantilever umumnya difabrikasi dengan menggunakan bahan dasar silikon yang memiliki panjang sekitar ratusan mikrometer, lebar puluhan mikrometer, tetapi mempunyai tebal hanya satu mikrometer. Mikrokantilever memiliki karakteristik sensing dengan sensitivitas tinggi hingga skala attogram (10^{-18}) [2-4]. Untuk kegunaan aplikasi sensor, mikrokantilever didesain sangat lentur sehingga akan mudah terdefleksi (*bending*) jika terdapat target objek (molekul, partikel, atau sejenisnya) yang menempel pada permukaan mikrokantilever [5].

Untuk dapat mendeteksi suatu objek tertentu, mikrokantilever membutuhkan lapisan fungsional (*bioreceptor*) pada permukaannya. Karena itu, beberapa peneliti melakukan riset tentang pelapisan fungsional pada permukaan mikrokantilever tersebut. Pada tahun 2013, Thomas Contineau dkk. melakukan penelitian mengenai pelapisan mikrokantilever menggunakan bahan dasar *Titanium Dioxide* (TiO_2) dengan metode *sputtering* untuk mendeteksi gas yang mudah meledak contohnya karbit, fosfor dan bensin [6]. Tahun 2014, peneliti Turkey bernama Necmettin Killinc dkk. melakukan penelitian mikrokantilever yang dilapisi dengan *Zinc Oxide* (ZnO) dapat mendeteksi senyawa organik yang mudah menguap (*Volatile Organic Compounds*) [7]. Dari riset yang telah dilakukan oleh beberapa penelitian di atas dapat disimpulkan bahwa mikrokantilever yang diberikan lapisan fungsional memiliki peluang untuk dapat digunakan sebagai pendeteksi objek tertentu.



Gambar 1. Perbesaran mikrokantilever dengan microscope digital 200-400x

ZnO merupakan salah satu material yang menjanjikan pada beberapa aplikasi sensor karena memiliki respon yang sensitif. Dari sisi metode sintesis, pada tahun 2011, Singh dkk. meneliti mengenai efek terhadap pemanasan dan waktu penumbuhan ZnO *rods* dengan metode sol gel [8]. Tahun 2014, Kumar dkk. melakukan penelitian sintesis ZnO dengan bahan *hexamethylenetetramin* sebagai pelapisan (*precipitant*) dan *zinc nitrate* sebagai sumber (*source*) untuk membuat sel *photovoltaic* agar lebih sensitif terhadap warna [9].

Meskipun riset tentang sintesis ZnO telah dilakukan oleh beberapa grup peneliti [8,9], tetapi penumbuhan ZnO di atas mikrokantilever untuk aplikasi sensor masih jarang dilakukan [7], khususnya analisa kimiawi pembentukan ikatan Zn-O di atas permukaan mikrokantilever. Jadi, tujuan riset ini untuk melakukan penumbuhan ZnO *rods* di atas permukaan mikrokantilever dengan metode

hidrotermal dan analisa pembentukan ikatan Zn-O dengan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*).

FTIR menggunakan prinsip *spektro inframerah* yang jika senyawa organik dikenai sinar inframerah dengan frekuensi tertentu ($400-4000\text{ cm}^{-1}$), maka beberapa frekuensi diserap oleh senyawa tersebut. Banyaknya frekuensi yang melewati senyawa tersebut diukur sebagai persentase transmisi (*percentage transmittance*). Setiap fekuensi sinar (termasuk inframerah) memiliki λ tertentu yang dapat menunjukkan pembentukan ikatan antar atom tertentu.[10]

METODE PENELITIAN

Proses penumbuhan ZnO *rods* pada penelitian ini menggunakan metode hidrotermal yang terdiri dari dua proses yaitu pelapisan seed layer dan proses penumbuhan ZnO *rods*. Secara detail proses penumbuhan dijelaskan sebagai di bawah ini.

Proses pelapisan benih (*seed layer*) di atas permukaan mikrokantilever

Bahan yang digunakan pada proses pelapisan benih (*seed layer*) di atas permukaan mikrokantilever yaitu Diethylamine ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}$), Etylene Glycol Monomethyl ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$), dan Zinc Acetate Dihydrate ($\text{Zn}(\text{O}_2\text{CH}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2$) dengan konsentrasi 0,3 M . Mikrokantilever yang memiliki ukuran kecil (mikrometer) menyebabkan proses sintesis tidak mudah untuk dilakukan (gambar 1). Oleh karena itu, dilakukan pembuatan holder penjepit untuk mempermudah melakukan proses *dip-coating*. Holder penjepit dibuat dengan beberapa bahan yaitu akrilik, magnet, alumunium dan baut yang berbahan dasar besi. Pada gambar 2 dapat dilihat desain holder penjepit yang telah dibuat. Akrilik dilubangi kemudian magnet ditanam di dalamnya untuk menarik alumunium yang akan digunakan sebagai penjepit mikrokantilever. Pada gambar 2, dilakukan proses pencelupan (*dip-coating*) holder yang telah disiapkan dan mikrokantilever yang telah dipasang. Proses *dip-coating* dilakukan dengan cara mencelupkan holder beserta mikrokantilever ke dalam larutan kemudian dipindahkan ke gelas beaker kosong dalam waktu masing-masing 5 menit dengan pengulangan selama tiga kali. Setelah proses *dip-coating*, dilakukan pengeringan (*drying*) dengan suhu 120°C selama 2 jam.



Gambar 2. Holder penjepit yang digunakan untuk proses dip-coating



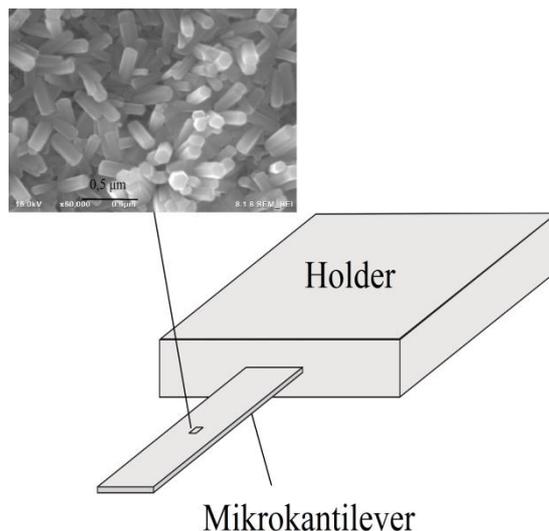
Gambar 3. Proses Dip coating mikrokantilever

Penumbuhan ZnO rods di atas permukaan mikrokantilever

Bahan yang digunakan pada proses penumbuhan batang ZnO (*ZnO Rods*) di atas permukaan mikrokantilever yaitu Zinc Nitrate Tetrahydrate ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), Hexamethylene-tetramine ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$) dan Aqua Demineralitas (Aqua Dm) dengan konsentrasi 0,05 M. Penumbuhan ZnO di atas permukaan mikrokantilever menggunakan metode hidrotermal. Mikrokantilever yang telah dilakukan proses pelapisan dicelupkan ke dalam larutan dengan bahan dasar di atas untuk dilakukan proses penumbuhan. Proses penumbuhan ZnO menggunakan oven dengan suhu $95\text{ }^\circ\text{C}$ selama waktu yang divariasikan yaitu 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Catatan bahwa setelah proses penumbuhan ZnO seharusnya dilakukan proses *annealing* dengan suhu $300\text{ }^\circ\text{C}$ sesuai referensi penumbuhan ZnO penelitian sebelumnya^[7], tetapi pada penelitian ini hanya dilakukan proses pengeringan dengan suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam dikarenakan bahan holder yang digunakan yaitu akrilik memiliki titik lebur dengan suhu $160\text{ }^\circ\text{C}$. Oleh karena itu, pada proses ini tidak menggunakan *furnace* melainkan menggunakan oven. Pada proses penumbuhan ZnO dengan suhu $95\text{ }^\circ\text{C}$, larutan mengendap dan endapan tersebut dilakukan pengeringan dengan suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ hingga endapannya membentuk serbuk yang digunakan dalam proses karakterisasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 4 menunjukkan skema gambar mikrokantilever dan hasil uji karakterisasi FE-SEM dari sample dengan waktu penumbuhan 2 jam pada perbesaran 50000x. Bentuk batangan-batangan merupakan batang material ZnO (*ZnO rods*). Di sini, arah penumbuhan batang ZnO terlihat belum semua mengarah ke atas. Dengan kata lain, ada batang ZnO yang mengarah ke atas, arah miring dengan sudut tertentu, atau bahkan arah menyamping (horizontal). Tabel 1 menunjukkan sebaran ukuran diameter ZnO *rods* pada gambar FE-SEM. Dapat dilihat dari tabel 1 bahwa sebaran penumbuhan ZnO *rods* untuk variasi waktu diameter 2 jam mempunyai interval 40-179 nm. Diameter yang menunjukkan frekuensi terbesar yaitu pada ukuran 120-139 nm.

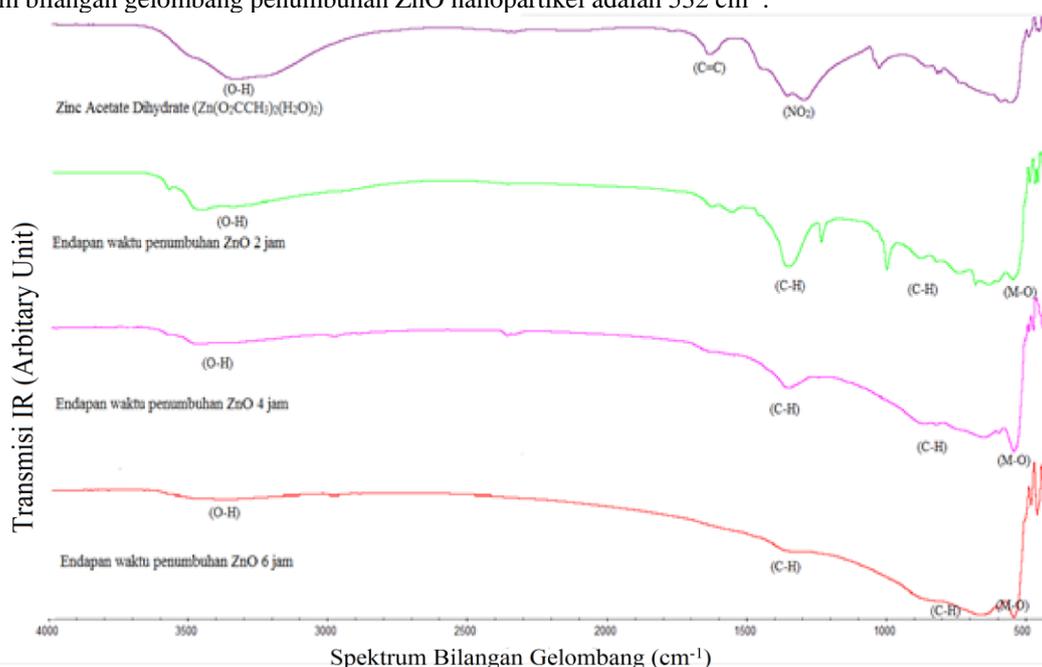


Gambar 4. Skema Mikrokantilever dan hasil uji karakterisasi gambar FE-SEM (gambar atas) waktu penumbuhan 2 jam

Tabel 1. Interval ukuran diameter hasil FESEM ZnO rods waktu penumbuhan 2 jam.

| Interval ukuran (nm) | Frekuensi (buah) |
|----------------------|------------------|
| 40-59 | 5 |
| 60-79 | 4 |
| 80-99 | 17 |
| 100-119 | 8 |
| 120-139 | 34 |
| 140-159 | 4 |
| 160-179 | 2 |

Gambar 5 menunjukkan spektrum FTIR dari bahan dasar penumbuhan batang ZnO (ZnO Rods) yaitu Zinc Nitrate Tetrahydrate ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), dan juga spektrum FTIR endapan penumbuhan batang ZnO dengan waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Panjang gelombang 540 cm^{-1} menunjukkan pembentukan ikatan Zn-O untuk waktu penumbuhan 2 jam, sementara panjang gelombang masing-masing 548 cm^{-1} dan 547 cm^{-1} untuk waktu penumbuhan batang ZnO (ZnO rods) 4 jam dan 6 jam. Diketahui dari publikasi sebelumnya^[11] bahwa spektrum bilangan gelombang penumbuhan ZnO nanopartikel adalah 532 cm^{-1} .



Gambar 5. Spektrum dari Zinc Nitrate Tetrahydrate ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) dan endapan larutan ZnO yang digunakan untuk penumbuhan selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam

Tabel 2. Peak (puncak/lembah) yang timbul pada bahan dasar Zinc Nitrate Tetrahydrate

| Absorpsi IR (cm ⁻¹) | Ikatan yang menyebabkan penyerapan (absorpsi) |
|---------------------------------|---|
| 3337,20 | O-H |
| 1637,35 | C=C |
| 1357,22 | NO ₂ |

Tabel 3. Peak (puncak/lembah) yang timbul untuk waktu endapan penumbuhan ZnO 2 jam

| Absorpsi IR (cm ⁻¹) | Ikatan yang menyebabkan penyerapan (absorpsi) |
|---------------------------------|---|
| 3347,18 | O-H |
| 1368,78 | C-H |
| 881,69 | O-H |
| 540,96 | M-O (Zn-O) |

Tabel 4. Peak (puncak/lembah) yang timbul untuk waktu endapan penumbuhan ZnO 4 jam

| Absorpsi IR (cm ⁻¹) | Ikatan yang menyebabkan penyerapan (absorpsi) |
|---------------------------------|---|
| 3455,96 | O-H |
| 1356,20 | C-H |
| 825,69 | C-H |
| 548,27 | M-O (Zn-O) |

Tabel 5. Peak (puncak/lembah) yang timbul untuk waktu endapan penumbuhan ZnO 6 jam

| Absorpsi IR (cm ⁻¹) | Ikatan yang menyebabkan penyerapan (absorpsi) |
|---------------------------------|---|
| 3369,97 | O-H |
| 1355,73 | C-H |
| 820,58 | C-H |
| 547,27 | M-O (Zn-O) |

Dari Tabel 2-5 dapat dilihat beberapa ikatan yang menyebabkan adanya penyerapan (*absorpsi*) pada bahan dasar *Zinc Nitrate Tetrahydrate* yaitu O-H, C=C, NO₂. Sedangkan ikatan yang menyebabkan penyerapan (*absorpsi*) pada endapan waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam dan 6 jam adalah O-H, C-H dan *Metal Oxide* (M-O) yang diprediksi sebagai *Zinc Oxide* (ZnO). Ikatan O-H yang terserap pada daerah spektrum bilangan gelombang sekitar 3300 cm⁻¹ semakin mengecil jika waktu penumbuhan batang ZnO (*ZnO rods*) semakin lama. Hal tersebut juga terjadi pada ikatan C-H dan O-H di daerah spektrum lainnya. Sedangkan ikatan C=C, NO₂ sudah tidak ada penyerapan lagi pada endapan dengan waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Ikatan *Metal Oxide* (M-O) yang diprediksi sebagai ikatan Zn-O terdapat pada spektrum bilangan gelombang antara 540-548 cm⁻¹. Karena itu, analisa karakterisasi FTIR ini mengkonfirmasi ikatan Zn-O pada penumbuhan ZnO dalam penelitian ini.

SIMPULAN

Telah dilakukan penumbuhan material ZnO di atas permukaan mikrokantilever dan investigasi dengan menggunakan FTIR. Gugus fungsi dari pengujian FTIR dilakukan menggunakan serbuk endapan penumbuhan batang ZnO (*ZnO rods*). Uji karakterisasi FTIR mendapatkan hasil bahwa beberapa spektrum bilangan gelombang yang muncul sebagai respon dari ikatan antar atom tertentu. Ikatan logam oksida yang terbentuk dari bahan dasar penumbuhan batang ZnO (*ZnO rods*) merupakan *Zinc Nitrate Tetrahydrate* (Zn(NO₃)₂ · 6H₂O). Dengan waktu penumbuhan yang semakin lama yaitu 2 jam, 4 jam dan 6 jam, ikatan O-H dan C-H semakin berkurang tingkat penyerapannya (*absorpsi*). Pembentukan ikatan atom Zn-O untuk ketiga sample ZnO *rods* (waktu penumbuhan 2 jam, 4 jam dan 6 jam) ditunjukkan dengan spektrum bilangan gelombang sekitar 540-548 cm⁻¹.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada Kemenristekdikti atas hibah riset Intensif Sinas 2017 yang telah membantu riset ini. Terimakasih kepada kak Fitri yang telah membantu uji karakterisasi FTIR.

REFERENSI

- [1] Nardo Ramírez Frómata, “Cantilever Biosensors”, *Biotecnología Aplicada* Vol.23, No. 4, 2006.
- [2] Raiteri, R.Grattarola M, Butt, H.Skladal,P. (2001), *Micromechanical cantilever-based biosensor, Sensor and Actuators B*, Vol. 79, halaman 115-126.
- [3] Vashist, S.K (2007), A review of Microcantilevers for sensing Applications, *Journal of Nanotechnology*, Vol. 3, halaman 1-15.
- [4] Dohn, S.Sandberg, W, Boisen, A. (2005), Enhanced functionality of cantilever based mass sensors using higher modes, *Applied physics Letter*, Vol. 86, halaman 233-501.
- [5] Ratno N, Lia A (2013), Desain dan Pengukuran Gas dengan Mikrokantilever Piezoresistif melalui mode dinamis dan statis. *Prosiding InSinas 2012*.
- [6] T. Contineau, Sergey N. Pronkin dkk., (2013), Synthesis of vertically aligned titanium dioxide nanotubes on microcantilevers for new nanostructured micromechanical sensors for explosive detection. *Sensors & Actuators : B. Chemical*. Vol. 182, Halaman 489-497.
- [7] N. Killinc, O. Cakmak (2014), Fabrication of 1D ZnO nanostructures on MEMS cantilever for VOC sensor application, *Sensors and Actuators B: Chemical*. Vol.202, Halaman 357-364.
- [8] Neha Singh dkk., (2012) , effect of heat and time-period on the growth of ZnO nanorods by sol-gel technique, *Optik-International Journal for Light and Electron Optics*, Volume 123, Issue 15, Halaman 1340-1342.
- [9] S. Kumar dkk., (2014), Synthesis of ZnO Nanorods using Hydrothermal Methodfor natural Dye Sensitized Photovoltaic Cell.
- [10] Pavia, D.L Lampman, G.H dan Kriz, G.S. 2001. *Introduction to Spectroscopy* 3th ed. USA : Thomson Learning.
- [11] Samira Bagheri dkk., (2013), Facile Synthesis of nano-sized ZnO by direct precipitation method. *Scholars Research Library, Der Pharma Chemica* 5(3):265-270.

