

DOI: doi.org/10.21009/03.1201.FA25

SINTESIS DAN ANALISIS STRUKTUR KRISTAL NANOPARTIKEL ZNO MENGGUNAKAN METODE PRESIPITASI DENGAN PH-7

Septiana Tri Amaliya^{1, a)}, Iwan Sugihartono^{1, b)},
Akhmad Futukhillah Fataba Alaih²⁾, Djoko Triyono²⁾

¹Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka, Jakarta Timur 13220, Indonesia

²Departemen Fisika, FMIPA, Universitas Indonesia, Jl. Kampus Baru UI, Depok 16424, Indonesia

Email: ^{a)}septianatriamaliya_1306619065@mhs.unj.ac.id, ^{b)}iwan-sugihartono@unj.ac.id

Abstrak

Nanopartikel *Zink Oxide* (ZnO) telah disintesis menggunakan teknik presipitasi dengan pH-7 dan dilanjutkan memberi perlakuan annealing pada suhu 400°C selama 4 jam. Berdasarkan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor #98-018-0052, hasil pola difraksi yang diukur menggunakan teknik difraksi sinar-x mengkonfirmasi bahwa sampel yang terbentuk merupakan nanopartikel ZnO dengan struktur polikristal *hexagonal wurtzite*. Perhitungan lebih lanjut dari hasil perhitungan dan analisis pola difraksi diperoleh informasi bahwa parameter kisi $a = 3.25 \text{ \AA}$ dan $c = 5.21 \text{ \AA}$ dengan volume unit sel 47.62 \AA^3 . Sedangkan ukuran kristalit pada bidang (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004), (202), (104), (203) berturut-turut adalah 38.67 nm, 38.09 nm, 39.13 nm, 35.23 nm, 31.79 nm, 30.55 nm, 29.50 nm, 29.63 nm, 29.97 nm, 28.74 nm, 27.79 nm, 27.24 nm, 25.59 nm. Rata-rata ukuran kristalit dari sampel nanopartikel ZnO ini adalah 31.69 nm.

Kata-kata kunci: ZnO, nanopartikel, presipitasi, polikristalin.

Abstract

ZnO nanoparticles were synthesized using a precipitation technique with a pH of 7 and then annealed at 400°C for 4 hours. Based on the Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) number # 98-018-0052, the results of the diffraction pattern measured using the x-ray diffraction technique confirmed that the sample formed was a ZnO nanoparticle with a polycrystalline hexagonal wurtzite structure. Furthermore, the crystal parameter was calculated from the diffraction patterns provided that the lattice parameters $a = 3.25 \text{ \AA}$ and $c = 5.21 \text{ \AA}$ with a unit cell volume of 47.62 \AA^3 . Meanwhile, the crystallites size of (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004), (202), (104), (203) is 38.67 nm, 38.09 nm, 39.13 nm, 35.23 nm, 31.79 nm, 30.55 nm, 29.50 nm, 29.63 nm, 29.97 nm, 28.74 nm, 27.79 nm, 27.24 nm, 25.59 nm, respectively. It means the average crystallite size of the ZnO nanoparticle is 31.69 nm.

Keywords: ZnO, nanoparticles, precipitation, polycrystal.

PENDAHULUAN

Nanopartikel merupakan partikel dengan ukuran 1-100 nm [1]. Sifat fisika, kimia, dan biologi materi sebesar ini bervariasi dari atom ke atom [2]. Nanopartikel banyak digunakan untuk aplikasi dibidang lingkungan, biomedis, perawatan kesehatan, pertanian, tekstil, industri, elektronika, dan energi [3].

ZnO adalah salah satu jenis logam oksida yang terbentuk dari reaksi kimia antara atom Zn dengan oksigen. ZnO memiliki tiga jenis struktur kristal yaitu *zinc blende*, *wurtzite*, dan *rocksalt*[4]. Apabila dibandingkan dengan material semikonduktor lainnya, ZnO mudah disintesis menjadi berbagai jenis struktur nano diantaranya adalah *nanorods*, *nanowires*, *nanonails*, *nanobelts*, *nanocomb*, *nanohelices*, *nanorings*, *fiber*, *sheet*, *spherical*, dan *flower*[5].

ZnO adalah semikonduktor oksida logam dengan celah pita energi 3.37eV, kapasitas oksidasi yang kuat, stabilitas kimia yang baik, piezoelektrik dan radiasi *ultraviolet* yang kuat, serta energi pengikat eksiton 60 meV lebih tinggi dari energi termal pada suhu kamar [6]. Karena sifat-sifat tersebut, ZnO banyak digunakan dalam berbagai aplikasi seperti sensor biokimia [7], sensor gas [8], agen antibakteri [9], fotokatalis [10], transistor [11], dan dioda pemancar cahaya (LED) [12].

Berbagai metode telah ditunjukkan untuk sintesis nanopartikel ZnO, seperti *Metal Organic Chemical Vapor Deposition* (MOCVD) [13], *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP) [14], hidrotermal [15], *spin coating* [16], *sputtering* [17], *pulsed laser deposition* [18], elektroplating [19], *Chemical Bath Deposition* (CBD) [20], *low-temperature solution* [21], sol-gel [22], presipitasi [23], solvotermal [24], *microwave-assisted* [25], *ablasi laser* [26], *physical vapor deposition* [27] dan lain-lain.

Nilai pH larutan reaksi penumbuhan berpengaruh nyata terhadap morfologi, kualitas kristal, dan sifat optik struktur nano ZnO[28]. Pengaruh nilai pH terhadap bahan pengendapan kimia telah dilaporkan sebelumnya dan diketahui bahwa peran pH sangat penting karena ion hidroksida (OH⁻) sangat relevan dengan pereaksi pembentuk endapan kimia struktur nano ZnO [29].

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis ZnO dengan menggunakan metode presipitasi dengan menggunakan pH-7. Kelebihan presipitasi adalah dapat dengan mudah mengontrol ukuran partikel.

METODOLOGI

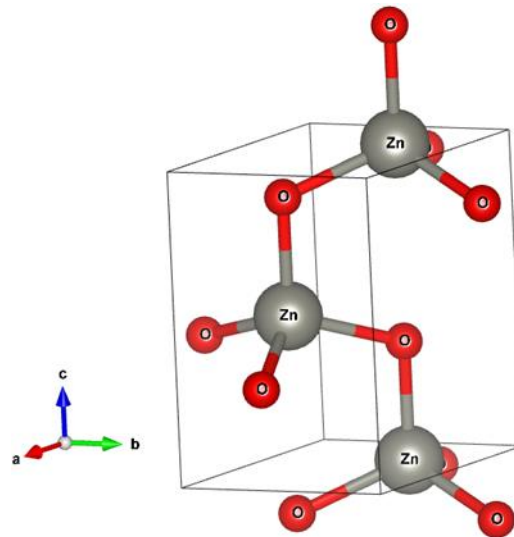
Sintesis nanopartikel ZnO dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi dengan pH-7, adapun langkah awalnya sebagai berikut:

1. Menyiapkan prekursor: menyiapkan 5.22 gram prekursor *Zinc Nitrate Tetrahydrate*, menyiapkan air deionisasi sebanyak 80 ml kedalam gelas *beaker*, Menyiapkan larutan NaOH.
2. Membuat larutan: sebanyak 5.22 gram *Zinc Nitrate Tetrahydrate* dilarutkan kedalam 80 ml air deionisasi.
3. Pemberian NaOH / Pengaturan pH: pengaturan pH dilakukan dengan meneteskan NaOH kedalam larutan sambil dipanaskan diatas *Stirrer* pada suhu 60°C selama 5 menit hingga mencapai pH-7.
4. Presipitasi: larutan didiamkan selama 12 jam untuk mendapatkan endapan yang kemudian dikeringkan pada suhu 100°C selama 2 jam 30 menit.
5. Annealing: pertumbuhan kristal nanopartikel ZnO terjadi saat endapan dipanaskan dalam *furnance* suhu 400°C selama 4 jam.

Setelah diperoleh nanopartikel ZnO, proses karakterisasi dilakukan dengan alat X-Ray Diffraction (XRD) sehingga kami mendapatkan informasi terkait struktur kristal nanopartikel ZnO pada pH-7

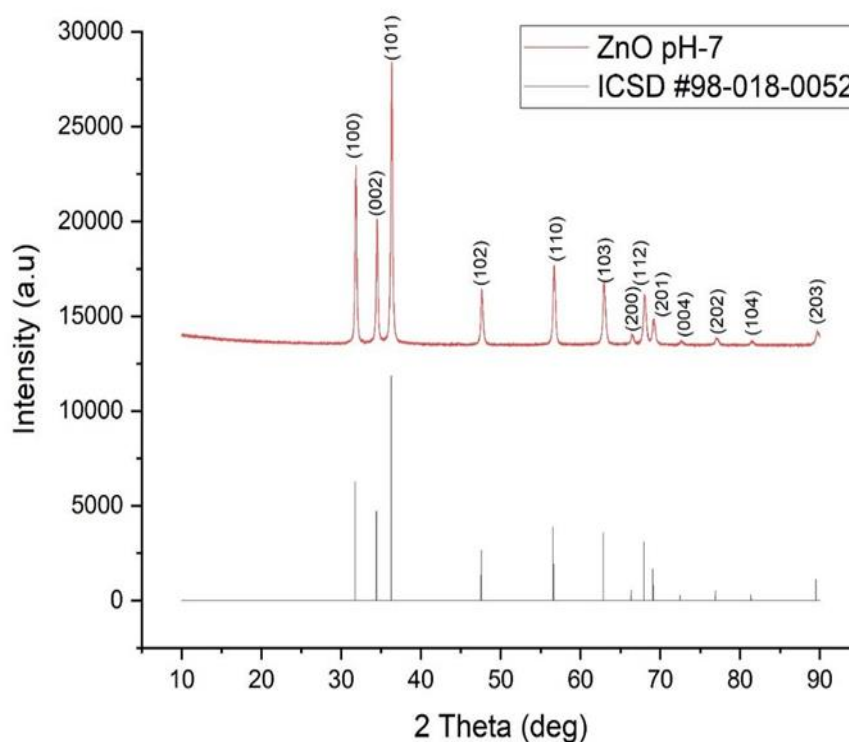
HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis difraksi sinar-X (XRD) untuk menentukan fase dan struktur nanopartikel ZnO. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1, hasil *software* Vesta menunjukkan gambar 3D nanopartikel ZnO dengan struktur polikristalin *hexagonal wurtzite* dan kelompok ruang P63mc.



GAMBAR 1. Struktur Kristal nanopartikel ZnO pH-7

Hasil analisis XRD pada Gambar 2 menunjukkan puncak-puncak difraksi ZnO yang disintesis dengan metode presipitasi pada pH-7. Berdasarkan pola difraksi tersebut teramati nilai sudut difraksi berturut-turut 31.82° , 34.47° , 36.30° , 47.59° , 56.64° , 62.90° , 66.42° , 68.00° , 69.13° , 72.61° , 77.01° , 81.43° , dan 89.66° dengan bidang kristal adalah (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004), (202), (104), dan (203) mengacu pada *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor #98-018-0052 terkonfirmasi bahwa pola difraksi memiliki fase tunggal ZnO dengan struktur polikristal *hexagonal wurtzite*. Puncak dengan masing-masing 2θ tersebut sesuai dengan difraksi ZnO penelitian sebelumnya[30].



GAMBAR 2. Pola X-Ray Diffraction (XRD) nanopartikel ZnO pH-7

Pada TABEL 1 disajikan nilai dari parameter struktur kristal data 2θ ($^\circ$), bidang hkl , *Full Width at Half Maximum* [FWHM] ($^\circ$), *crystallite size* (nm), *d-spacing* (Å), *micro strain only* [%], volume (Å^3), *lattice parameter* $a = b$, dan c pada puncak (100), (002), dan (101). *Full Width at Half Maximum* [FWHM] dan *strain* untuk tiga puncak tersebut adalah 0.22° , 0.22° , 0.22° dan 0.36% , 0.34% , 0.32% . Sedangkan untuk orientasi puncak *d*-jarak kisi adalah 2.81 Å , 2.60 Å , 2.47 Å . Parameter kisi $a = b = 3.25 \text{ Å}$ dan $c = 5.21 \text{ Å}$ dengan volume unit sel sebesar 47.62 Å^3 . Rasio antara parameter kisi c dan $a = b$ sebesar 1.60 menunjukkan bahwa nanopartikel ZnO memiliki struktur polikristalin *hexagonal wurzite*.

TABEL 1. Parameter struktur sampel nanopartikel ZnO dengan pH-7

2θ ($^\circ$)	FWHM	h	k	l	d-jarak kisi	Ukuran Kristalit (nm)	Strain [%]
31.82	0.22	1	0	0	2.81	38.67	0.36
34.47	0.22	0	0	2	2.60	38.10	0.34
36.30	0.22	1	0	1	2.47	39.13	0.32

Volume (Å^3)	Parameter kisi		c/a (Å)	Alpha ($^\circ$)	Beta ($^\circ$)	Gamma ($^\circ$)
	$a = b$ (Å)	c (Å)				
47.62	3.25	5.21	1.60	90	90	120

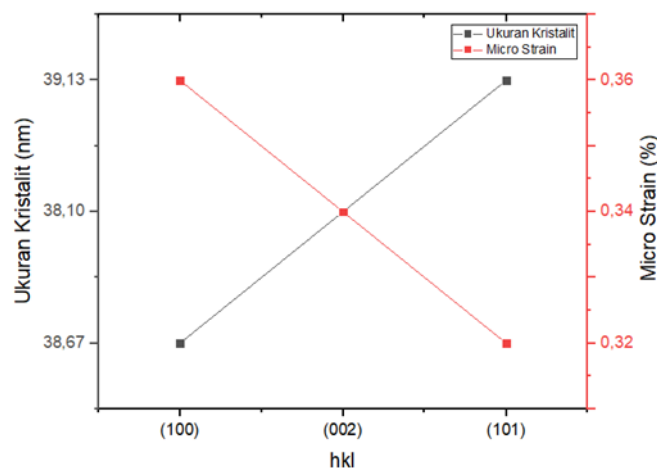
Berdasarkan nilai “Full Width at Half Maximum” (FWHM), ukuran kristalit (D) nanopartikel ZnO hasil perhitungan berbasis *X-ray diffraction* (XRD) dengan persamaan *Debye-Scherrer* sebagai berikut

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \tag{1}$$

sedangkan nilai *strain* (ϵ) dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\epsilon = \frac{\beta \cos \theta}{4} \tag{2}$$

di mana λ adalah panjang gelombang difraksi sinar-X (XRD) 0.154 nm , θ adalah sudut difraksi sinar-X (XRD), β adalah lebar penuh pada setengah maksimum [FWHM] atau lebar puncak pada setengah intensitas maksimum dalam radian, k adalah konstanta *Scherrer* sebesar 0.89 , ϵ adalah *strain* dan D adalah ukuran kristal (nm)[31].



GAMBAR 3. Perbandingan ukuran kristalit dan *micro strain*

Berdasarkan GAMBAR 3, nilai *strain* nanopartikel ZnO menurun dengan bertambahnya bidang hkl. Sebaliknya, ukuran kristalit meningkat seiring dengan bertambahnya bidang hkl. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*, *strain* berbanding terbalik dengan ukuran kristalit nanopartikel ZnO. Ukuran kristal rata-rata sampel nanopartikel ZnO adalah 31.69 nm.

SIMPULAN

Nanopartikel ZnO telah berhasil disintesis menggunakan metode presipitasi pada pH-7. seng nitrat tetrahidrat $[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dan NaOH digunakan sebagai bahan baku utama. Larutan yang didiamkan selama 12 jam menghasilkan endapan yang kemudian di keringkan pada suhu 100°C selama 2 jam 30 menit dan di *annealing* pada suhu 400°C selama 4 jam untuk membentuk struktur kristal nanopartikel ZnO. Puncak-puncak difraksi XRD menunjukkan bentuk kristal *hexagonal wurtzite* berdasarkan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor #98-018-0052. ZnO yang disintesis pada pH-7 menghasilkan ukuran kristalit rata-rata sebesar 31.69 nm dengan parameter kisi $a = 3.25 \text{ \AA}$ dan $c = 5.21 \text{ \AA}$ serta volume unit sel 47.62 \AA^3 .

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih kami ucapkan kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Riset, dan Teknologi melalui Direktorat Riset, Teknologi, dan Pengabdian kepada Masyarakat (DRTPM) yang telah memberikan pendanaan penelitian melalui Hibah Penelitian Fundamental tahun 2023.

REFERENSI

- [1] Nilufar Torabi *et al.*, "Green synthesis of gold nanoclusters using seed aqueous extract of *Cichorium intybus* L. and their characterization," *SN Appl Sci*, vol. 1, no. 9, p. 981, 2019.
- [2] R. Nagarajan, T. A. Hatton, "Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Passivation, and Functionalization," *American Chemical Society*, 2018.
- [3] T. Tsuzuki, "Commercial scale production of inorganic nanoparticles," *International Journal of Nanotechnology*, vol. 6, no. 5, pp. 567-578, 2019.
- [4] Titao Li *et al.*, "Rocksalt-Zincblende-Wurtzite Mixed-Phase ZnO Crystals With High Activity as Photocatalysts for Visible-Light-Driven Water Splitting," *Frontier of Chemistry*, vol. 8, p. 351, 2020.
- [5] A. Kamalianfar, "Synthesis and Characterization of ZnO Flower-Like Multisheets Grown on Metal Buffer Layer," *Electrochem*, vol. 8, pp. 7724-7733, 2023.
- [6] Hernowo Alfian. Nurhasanah Iis, "Kristalinitas dan ukuran nanopartikel ZnO yang dikalsinasi pada temperatur 100C dan 200C," *Berkala Fisika*, vol. 22, no. 4, p. 125, 2019.
- [7] A. Al-Hajry *et al.*, "Growth, properties and dye-sensitized solar cells—applications of ZnO nanorods grown by low-temperature solution process," *Superlattices Microstruct*, vol. 45, no. 6, pp. 529-534, 2019.
- [8] A. Umar *et al.*, "Rapid synthesis and dye-sensitized solar cell applications of hexagonal-shaped ZnO nanorods," *Electrochim Acta*, vol. 54, no. 23, pp. 5358-5362, 2019.
- [9] A. Umar *et al.*, "Large-scale synthesis of ZnO balls made of fluffy thin nanosheets by simple solution process: Structural, optical and photocatalytic properties," *Journal Colloid Interface Science*, vol. 363, no. 2, pp. 521-528, 2021.
- [10] J. X. Wang *et al.*, "Hydrothermally grown oriented ZnO nanorod arrays for gas sensing applications," *Nanotechnology*, vol. 17, no. 19, pp. 4995-4998, 2006.

- [11] Z. Luo *et al.*, "Selectively Enhanced Antibacterial Effects and Ultraviolet Activation of Antibiotics with ZnO Nanorods Against Escherichia Coli," *Journal Biomed Nanotechnol*, vol. 9, no. 1, pp. 69-76, 2023.
- [12] R. Wahab *et al.*, "ZnO Nanoparticles Induce Oxidative Stress in Cloudman S91 Melanoma Cancer Cells," *Journal Biomed Nanotechnol*, vol. 9, no. 3, pp. 441-449, 2015.
- [13] S. iwan *et al.*, "Enhancement of UV photoluminescence in ZnO tubes grown by metal organic chemical vapour deposition (MOCVD)," *Vacuum*, vol. 115, pp. 408-411, 2018.
- [14] S. Iwan *et al.*, "Green electroluminescence from an n-ZnO: Er/p-Si heterostructured light-emitting diode," *Physica B: Condensed Matter*, vol. 407, pp. 2721-2724, 2022.
- [15] S. Iwan *et al.*, "Room temperature photoluminescence properties of ZnO nanorods grown by hydrothermal reaction," *AIP Conf Proceeding*, vol. 1729, no. 1, 2016.
- [16] A. Ahmed, Al-Ghamdi *et al.*, "Semiconducting properties of Al doped ZnO thin films," *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, vol. 131, pp. 512-517, 2014.
- [17] Wei Lan *et al.*, "Structural and optical properties of La-doped ZnO films prepared by magnetron sputtering," *Mater Lett*, vol. 61, no. 11-12, pp. 2262-2265, 2007.
- [18] Nur Ajrina Putri *et al.*, "Mn-doping-induced photocatalytic activity enhancement of ZnO nanorods prepared on glass substrates," *Applied Surface Science*, vol. 439, pp. 285-297, 2018.
- [19] Hyunghoon Kim, Jin Young Moon, Ho Seong Lee, "Growth of ZnO nanorods on various substrates by electrodeposition," *Electronic Materials Letters*, vol. 5, pp. 135-138, 2009.
- [20] S. Iwan *et al.*, "Morphology and optical properties of Cu-Al co-doped ZnO nanostructures," *Surfaces and Interfaces*, vol. 16, pp. 147-151, 2019.
- [21] Qui Thanh Hoai Ta, Gitae Namgung, Jin-Seo Noh, "Morphological evolution of solution-grown cobalt-doped ZnO nanostructures and their properties," *Chem Phys Lett*, vol. 700, pp. 1-6, 2018.
- [22] S. S. Alias, A. B. Ismail, A. A. Mohamad, "Effect of pH on ZnO nanoparticle properties synthesized by sol-gel centrifugation," *Journal Alloys Compd*, vol. 499, no. 2, pp. 231-237, 2010.
- [23] Ruoyu Hong *et al.*, "Synthesis and surface modification of ZnO nanoparticles," *Chemical Engineering Journal*, vol. 119, no. 2-3, pp. 71-81, 2006.
- [24] P. P. Mahamuni *et al.*, "Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles with small particle size distribution," *Biochem Biophys Rep*, vol. 17, pp. 71-80, 2019.
- [25] Idalia Bilecka, Pierre Elser, Markus Niederberger, "Kinetic and thermodynamic aspects in the microwave-assisted synthesis of ZnO nanoparticles in benzyl alcohol," *American Chemical Society*, vol. 3, no. 2, pp. 467-477, 2009.
- [26] Xilun Hu *et al.*, "Influences of target and liquid media on morphologies and optical properties of ZnO nanoparticles prepared by laser ablation in solution," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 94, no. 12, pp. 4305-4309, 2011.
- [27] Meng-ke Li *et al.*, "Synthesis and properties of aligned ZnO microtube arrays," *Appl Surf Sci*, vol. 253, no. 9, pp. 4161-4165, 2007.
- [28] Chu-Chi Ting *et al.*, "Compact and vertically-aligned ZnO nanorod thin films by the low-temperature solution method," *Thin Solid Films*, vol. 518, no. 15, pp. 4156-4162, 2010.

- [29] Yi-Mu Lee, Hsi-Wen Yang, "Optimization of processing parameters on the controlled growth of ZnO nanorod arrays for the performance improvement of solid-state dye-sensitized solar cells," *Journal Solid State Chem*, vol. 184, no. 3, pp. 615-623, 2011.
- [30] V. Manoj *et al.*, "Synthesis of ZnO Nanoparticles using Carboxymethyl Cellulose Hydrogel," *Asian Journal of Applied Sciences*, vol. 7, no. 8, pp. 798-803, 2014.
- [31] Javed Iqbal *et al.*, "Facile synthesis of Zn doped CuO hierarchical nanostructures: Structural, optical and antibacterial properties," *AIP Advances*, vol. 5, no. 12, 2015.

