

DOI: doi.org/10.21009/03.1301.FA23

STUDI STRUKTUR KRISTAL NANOPARTIKEL ZNO 0.6 M YANG DISINTESIS MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN KELOR (MORINGA OLIEFERA) PADA PH-9 DAN PH-10

Annisa Feby Nur Rahmasari^{1,a)}, Iwan Sugihartono^{1,b)}, Nurfina Yudasari²,
Akhmad Futukhillah Fataba Alaih³, Djoko Triyono³

¹Program Studi Fisika, FMIPA Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka No. 01,
Rawamangun 13220, Indonesia

²Center For Photonic National Research and Innovation Agency, Banten 15314, Indonesia

³Departemen Fisika, FMIPA UI, Kampus Baru UI Depok, Jawa Barat 16426, Indonesia

Email: ^{a)}annisafeby0@gmail.com, ^{b)}iwan-sugihartono@unj.ac.id

Abstrak

Nanopartikel ZnO 0.6 M telah berhasil disintesis menggunakan metode presipitasi dengan mencampurkan prekursor seng nitrat tetrahidrat sebanyak 5.68 gram dengan 50 ml ekstrak cair daun kelor selama 30 menit pada suhu 80°C selama proses pengadukan dengan variasi pH 9 dan pH 10. Endapan hasil sintesis dikalsinasi pada suhu 450°C selama 2 jam. Pengujian menggunakan Teknik Difraksi Sinar – X (XRD) dilakukan untuk menganalisis pola difraksi dan parameter struktur kristal. Berdasarkan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor #96-900-4181 dan #96-900-4182, nanopartikel ZnO memiliki struktur kristal heksagonal dengan *space group* P6₃mc. Pada ZnO 0.6 M pH 9 memiliki rata – rata ukuran kristalit sebesar 57.83 nm dan ZnO 0.6 M pH 10 memiliki rata – rata ukuran kristalit sebesar 48.57 nm. Ukuran kristalit pada pH 9 dan pH 10 menunjukkan adanya perubahan ukuran pada nanomaterial dan memiliki selisih sebesar 9.22 nm. Parameter struktur kristal yaitu parameter kisi $a = b = 3.25 \text{ \AA}$ dan $c = 5.20 \text{ \AA}$ dan volume unit sel = 47.60 \AA^3 .

Kata-kata kunci: nanopartikel ZnO, *moringa oliefera*, pH, XRD, parameter struktur kristal

Abstract

ZnO 0.6 M nanoparticles have been successfully synthesized using the precipitation method by mixing 5.68 grams of zinc nitrate tetrahydrate precursor with 50 ml of moringa leaf liquid extract for 30 minutes at 80°C during the stirring process with variations in pH 9 and pH 10. The synthesized precipitate was calcined at 450°C for 2 hours. Tests using X-ray Diffraction (XRD) techniques were carried out to analyze diffraction patterns and crystal structure parameters. Based on *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) numbers #96-900-4181 and #96-900-4182, ZnO nanoparticles have a hexagonal crystal structure with *space group* P6₃mc. ZnO 0.6 M pH 9 has an average crystallite size of 57.83 nm and ZnO 0.6 M pH 10 has an average crystallite size of 48.57 nm. The crystallite size at pH 9 and pH 10 shows a change in size in the nanomaterial and has a difference of 9.22 nm. Crystal structure parameters are lattice parameters $a = b = 3.24 \text{ \AA}$ and $c = 5.20 \text{ \AA}$ and unit cell volume = 47.63 \AA^3 .

Keywords: ZnO nanoparticles, *moringa oliefera*, pH, XRD, crystal structure parameters

PENDAHULUAN

Nanopartikel merupakan partikel yang memiliki dimensi dengan orde 1 – 100 nm [1]. Nanopartikel sebagai bagian dari produk teknologi nano mampu meningkatkan efektivitas dan efisiensi divais dengan cara melakukan rekayasa struktur dan morfologi melalui berbagai metode sintesis [1][2]. Sehingga, partikel berdimensi nano memiliki karakteristik fisika lebih efisien dibandingkan dengan material berdimensi mikroskopis [3]. Hal tersebut karena partikel berdimensi nano memiliki sifat kuantum *confinement*.

Seng Oksida (ZnO) merupakan semikonduktor tipe – n dengan fasa heksagonal dan struktur *wurtzite* dengan *wide band gap* sebesar 3.37 eV dan energi ikat 60 meV [1][4][5]. Nanopartikel ZnO memiliki stabilitas yang tinggi, tidak beracun, tahan terhadap perlakuan panas tinggi, dan memiliki kemampuan dalam menyerap radiasi yang baik sehingga dapat dimanfaatkan sebagai material untuk aplikasi optoelektronik [6].

Metode sintesis nanopartikel ZnO dapat dilakukan menggunakan berbagai teknik yaitu, deposisi uap kimia, hidrotermal, presipitasi, elektrodeposisi, sol – gel dan biosintesis [7][8]. Diantara teknik sintesis tersebut, biosintesis menggunakan ekstrak tanaman dianggap lebih aman, ramah lingkungan, dan memiliki sifat fisika yang dapat disesuaikan dengan kebutuhan [9]. Umumnya, biosintesis nanopartikel ZnO menggunakan ekstrak daun tanaman bertujuan untuk menjadikan klorofil dari ekstrak daun sebagai *capping agent* dan berinteraksi dengan ion Zn^{2+} . *Capping agent* berperan untuk menstabilkan ZnO dan mencegah aglomerasi partikel [10].

Salah satu tanaman yang daunnya dapat dimanfaatkan dalam biosintesis nanopartikel ZnO adalah kelor (*moringa oliefera*). Daun kelor mengandung kalsium, besi, protein, vitamin A, vitamin B dan vitamin C, kandungan asam askorbat, flavonoid, dan *phenolic* yang dapat mereduksi ion logam Zn^{2+} menjadi ZnO. Pada senyawa flavonoid terdapat gugus hidroksil (-OH) yang mengikat partikel Zn [11].

Dalam proses biosintesis nanopartikel ZnO, parameter yang mempengaruhi proses reduksi adalah pH larutan. Kemampuan reduksi dalam biosintesis akan meningkat dalam keadaan basa (pH tinggi). Sintesis dalam keadaan basa dapat mengurangi ukuran partikel [12]. Dalam penelitian yang dilakukan sebelumnya, melaporkan bahwa nanopartikel ZnO telah berhasil disintesis menggunakan ekstrak daun kelor menghasilkan diameter ukuran partikel sebesar 25 nm dengan distribusi partikel berbentuk bulat [13].

Dalam artikel ini akan dianalisis Nanopartikel ZnO 0.6 M yang diperoleh dari biosintesis menggunakan ekstrak daun kelor (*Moringa Oliefera*) pada pH-9 dan pH-10 dengan teknik presipitasi. Selanjutnya, akan dilakukan karakterisasi struktur kristal menggunakan teknik difraksi sinar – x (XRD) dan analisis perhitungan struktur kristal dari nanopartikel ZnO.

METODE PENELITIAN

Nanopartikel ZnO 0.6 M disintesis menggunakan metode biosintesis dari ekstrak daun kelor pada pH 9 dan pH 10. Langkah pembuatan nanopartikel ZnO adalah membuat ekstrak daun kelor, penambahan prekursor, penambahan NaOH untuk mengatur pH dan kalsinasi pada suhu 450⁰C untuk membentuk kristal ZnO.

Pembuatan Ekstra

Daun kelor kering dihaluskan hingga menjadi bubuk kemudian disaring hingga menjadi bubuk halus daun kelor. Kemudian, sebanyak 20 gram bubuk daun kelor di larutkan pada 100 mL *deionized water* dan diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit pada suhu 80⁰ C. Ekstrak kental yang dihasilkan didinginkan pada suhu ruang dan disaring menggunakan *filter paper* hingga menghasilkan ekstrak daun kelor. Kemudian, ekstrak kental daun kelor dicairkan menggunakan *deionized water* dengan perbandingan 1:4.

Sintesis nanopartikel ZnO

Sebanyak 5.6814 gram (0.6 M) seng nitrat tetrahidrat [$Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$] dilarutkan pada 50 mL ekstrak daun kelor dan diaduk menggunakan *hotplate magnetic stirrer* pada suhu 70⁰ C. kemudian

larutan ditetaskan NaOH hingga pH larutan menjadi pH 9 dan pH 10. Larutan diaduk konstan hingga larutan berubah warna menjadi kuning keputihan. Endapan dicuci menggunakan *deionized water*, kemudian disentrifugasi pada kecepatan 2000 rpm selama 20 menit. Endapan hasil sentrifugasi kemudian dikeringkan pada suhu 100° C selama 4 jam. Setelah itu, endapan dikalsinasi pada suhu 450° C selama 2 jam untuk menghasilkan serbuk ZnO.

Karakterisasi

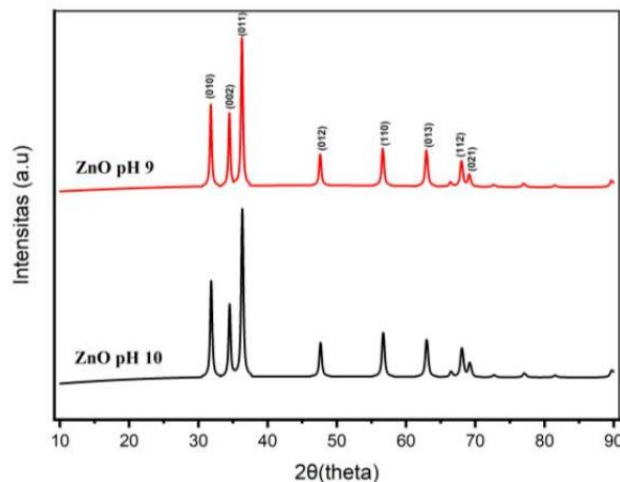
Karakterisasi dilakukan menggunakan teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) di Gedung UPP IPD FMIPA, Universitas Indonesia, Depok. Karakterisasi dengan teknik XRD dapat menganalisis pola difraksi, parameter struktur kristal, *microstrain* dan ukuran kristalit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses pembentukan nanopartikel ZnO dimulai dengan mencampurkan ekstrak daun kelor, prekursor *Zinc Nitrate Tetrahydrate* dan NaOH dalam pengadukan konstan. Dekomposisi nanopartikel ZnO dilakukan melalui proses kalsinasi pada suhu 125° C – 500° C untuk memutus ikatan antara Zn dan OH yang berada di permukaan ZnO untuk membentuk radikal $Zn^{2+} + OH$. Senyawa flavonoid dan fenol berperan sebagai pereduksi yang mendonorkan gugus karbonil sehingga dapat menghasilkan pembentukan Zn kompleks reduksi ion Zn^{2+} menjadi Zn [8].

Proses pembentukan nanopartikel ZnO pada saat biosintesis juga dipengaruhi oleh pH larutan. Penambahan NaOH secara bertahap pada saat sintesis bertujuan untuk mempercepat proses reduksi komponen biologi dalam mereduksi ion Zn^{2+} menjadi ZnO [11]. Variasi konsentrasi prekursor dapat menyebabkan perubahan ukuran partikel. Konsentrasi prekursor yang meningkat dapat menyebabkan ukuran partikel mengecil dan menurunnya intensitas puncak pada gugus fungsi [14].

Gambar 2. menampilkan pola difraksi nanopartikel ZnO 0.6 M yang disintesis menggunakan ekstrak daun kelor pada pH 9 dan pH 10. Analisis hasil XRD mengidentifikasi 8 bidang kristal pada masing – masing sampel yang terdiri dari bidang (010), (002), (011), (012), (110), (013), (112), (021) dengan posisi sudut 2θ masing – masing pada 31.81°, 34.47°, 36.30°, 47.59°, 65.64°, 62.92°, 68.00°, 69.14° untuk ZnO pH 10 dan pada 31.76°, 34.43°, 36.25°, 47.54°, 56.58°, 62.88°, 67.95°, 69.07° untuk ZnO pH 9. Berdasarkan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor #96-900-4181 dan #96-900-4182, nanopartikel ZnO memiliki struktur kristal heksagonal dengan *space group* $P6_3mc$.



GAMBAR 1. Pola Difraksi ZnO 0.6 M pH - 9 dan pH -10

Tabel 1. merupakan data hasil perbandingan nilai 2θ , *Full Width at Half Maximum* (FWHM), *microstrain* dan ukuran kristalit dari data sampel ZnO pH-9 dan pH-10 dengan meninjau tiga puncak nanopartikel ZnO paling dominan yaitu pada bidang kristal (010), (002), dan (011) karena menunjukkan keberadaan ZnO dengan kemurnian paling tinggi [14]. Selanjutnya, **Tabel 2.** merupakan data dari parameter kisi $a = b$ dan c , nilai c/a , volume unit sel, α , β , dan γ .

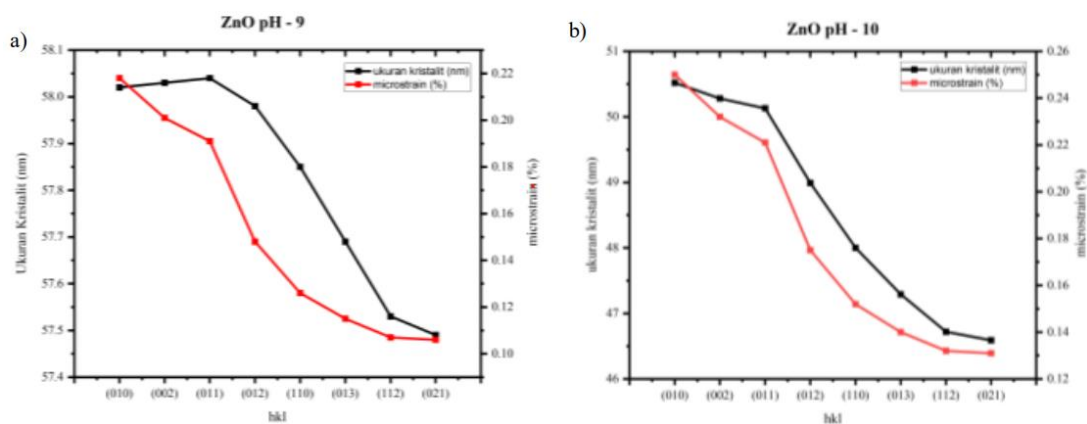
TABEL 1. Perbandingan nilai 2θ , Full Widht at Half Maximum (FWHM), microstrain dan ukuran kristalit

Sampel ZnO	hkl	2θ (°)	FWHM (°)	Microstrain (%)	Ukuran kristalit (nm)
pH – 9	010	31.7607	0.284	0.218	58.04
	002	34.4374	0.286	0.201	58.03
	011	36.2511	0.288	0.191	50.02
pH – 10	010	31.8151	0.327	0.250	50.52
	002	34.4758	0.330	0.232	50.28
	011	36.3028	0.333	0.221	50.13

Tabel 2. Parameter Struktur Kristal Nanopartikel ZnO Menggunakan Ekstrak Daun Kelor.

Sampel ZnO	a=b (Å)	c (Å)	c/A	Volume(Å ³)	Alpha (°)	Beta (°)	Gamma (°)
pH – 9	3.250	5.203	1.601	47.60	90	90	120
pH – 9	3.249	5.204	1.602	47.58	90	90	120

Gambar 3. menampilkan perbandingan hubungan ukuran kristalit dan microstrain pada pH – 9 dan pH –10 yang berbanding terbalik, semakin tinggi ukuran kristalit yang dihasilkan maka nilai mikrostrain semakin kecil [12]. Ukuran rata – rata *microstrain* nanopartikel ZnO pada pH 9 dan pH 10 masing – masing adalah 0.15% dan 0.17%.



GAMBAR 1. Perbandingan Variasi ukuran kristal dan mikrostrain nanopartikel ZnO 0.6 M a) pH – 9 dan b) pH – 10

Berdasarkan nilai FWHM, nilai ukuran kristalit pada nanopartikel ZnO dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer berikut :

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

Parameter microstrain pada nanopartikel ZnO dihitung menggunakan persamaan berikut :

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

dengan D adalah ukuran kristalit (nm), ε adalah microstrain, k adalah konstanta Scherrer yaitu sebesar 0.89, λ adalah panjang gelombang radiasi sinar-x, β adalah FWHM, dan θ adalah sudut Bragg [13].

Mengacu pada nilai FWHM, rata – rata ukuran kristalit pada ZnO 0.6 M pH 9 sebesar 57.83 nm dan rata – rata ukuran kristalit pada ZnO 0.6 M pH 10 sebesar 48.57 nm. Ukuran kristalit berbanding terbalik dengan FWHM, semakin tinggi nilai FWHM maka akan semakin kecil ukuran kristalitnya. pH larutan juga mempengaruhi ukuran kristalit, ukuran kristalit akan semakin mengecil jika Tingkat kebasaaan larutan semakin tinggi (pH tinggi). Pada penelitian ini, ZnO pH 10 memiliki nilai ukuran kristalit yang lebih kecil dibandingkan dengan ZnO pH 9. Hal ini disebabkan pada kondisi lingkungan yang basa (pH tinggi), laju reduksi terjadi sangat cepat sehingga mempengaruhi pertumbuhan kristalit [11].

SIMPULAN

Nanopartikel ZnO 0.6 M telah berhasil disintesis menggunakan metode presipitasi dengan mencampurkan prekursor seng nitrat tetrahidrat sebanyak 5.68 gram dengan 50 ml ekstrak cair daun kelor selama 30 menit pada suhu 80°C selama proses pengadukan dengan variasi pH 9 dan pH 10. Pengujian menggunakan teknik Difraksi Sinar – X (XRD) dilakukan untuk menganalisis pola difraksi dan parameter struktur kristal. Berdasarkan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor #96- 900-4181 dan #96-900-4182, nanopartikel ZnO memiliki struktur kristal heksagonal dengan *space group* P6₃mc. Analisis pola difraksi mengkonfirmasi bahwa parameter struktur kristal nanopartikel ZnO berupa $a = b = 3.25 \text{ \AA}$, $c = 5.20 \text{ \AA}$, $c/a = 1.602$, volume = 47.60 \AA^3 . ZnO pH 10 memiliki nilai ukuran kristalit yang lebih kecil dibandingkan dengan ZnO pH 9. Hal ini disebabkan pada kondisi lingkungan yang basa, pH larutan mempengaruhi ukuran kristalit, ukuran kristalit akan semakin mengecil jika tingkat kebasaaan larutan semakin tinggi (pH tinggi). Kurva perbandingan ukuran kristalit dengan *microstrain* memiliki hubungan terbalik yang berkaitan dengan luas permukaan kristal yang mengalami peningkatan. Rata-rata ukuran kristalit nanopartikel ZnO pada pH 9 dan pH 10 menggunakan ekstrak daun kelor secara berturut adalah 57. 83 nm dan 48.57 nm.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Program Studi Fisika dan staf Laboratorium Fisika UNJ yang telah bersedia memberikan fasilitas yaitu Laboratorium Material Fisika dan ruang diskusi untuk mendukung penelitian sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian ini dengan baik. Ucapan terimakasih juga disampaikan untuk staf Laboratorium Riset Universitas Indonesia (UPP) yang telah bersedia memberikan fasilitas pengujian untuk mendukung kelancaran penelitian ini.

REFERENSI

- [1] I Sugihartono, D Dianisya, I Isnaeni. 2018. Crystal Structure Analyses of ZnO Nanoparticles Growth by Simple Wet Chemical Method. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 3rd Annual Applied Science and Engineering Conference (AASEC 2018)
- [2] Victoria, J.A., Isnaeni., & Iwan S. 2022. Review Zinc Oxide (ZnO) Nanopartikel Sebagai Pengobatan Kanker”. *E – Journal Seminar Nasional Fisika Volume – X Fakultas MIPA Universitas Negeri Jakarta*.
- [3] Sivasankarapillai, V. S., Krishnamoorthy, N., Eldesoky, G. E., Wabaidur, S. M., Islam, M. A., Dhanusuraman, R., & Ponnusamy, V. K. 2022. One-pot green synthesis of ZnO nanoparticles using *Scoparia Dulcis* plant extract for antimicrobial and antioxidant activities. *Applied Nanoscience*, 1-11.

- [4] Matinisea, N., Fukua, X., Kaviyarasua, K., Mayadewa, N., & Maaza, M. 2017. ZnO nanoparticles via Moringa oleifera green synthesis: Physical properties & mechanism of formation. Elsevier: Applied Surface Science, 339-347.
- [5] Reddy, S. B., & Mandal, B. K. 2017. Facile green synthesis of zinc oxide nanoparticles by Eucalyptus globulus and their photocatalytic and antioxidant activity. Advanced Powder Technology, 11-12
- [6] Aisida, S. O., Ugwoke, E., Uwais, A., Iroegbu, C., Botha, S., Ahmad, I., Ezema, F. I. 2019. Incubation period induced biogenic synthesis of PEG enhanced Moringa oleifera silver nanocapsules and its antibacterial activity. Journal of Polymer Research, 26(9). doi:10.1007/s10965-019-1897-z
- [7] Bhalla, N., Ingle, N., Jayaprakash, A., Patel, H., Patri, S. V., & Haranath, D. 2022. Green approach to synthesize nano zinc oxide via Moringa oleifera leaves for enhanced anti-oxidant, anti acne and anti-bacterial properties for health 87 & wellness applications. Arabian Journal of Chemistry, Volume 16, 104506, 1-13.
- [8] Saputra, A., Arfi, F., & Yulian, M. (2020). LITERATURE REVIEW: ANALISIS FITOKIMIA DAN MANFAAT EKSTRAK DAUN KELOR (Moringa oleifera). AMINA, 2(3): 114-118.
- [9] Pall, S., Mondal, S., Maity, J., & Mukherjee, R. 2018. Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles using Moringa Oleifera Leaf Extract: Investigation of Photocatalytic and Antibacterial Activity. Int. J. Nanosci. Nanotechnol, 111-119.
- [10] N. Madubuonu, S.O. Aisida, A. Ali, I. Ahmad, T. Zhao, S. Botha, M. Maaza, F.I. Ezema., 2019. Biosynthesis of iron oxide nanoparticles via a composite of Psidium guajava – Moringa oleifera and their antibacterial and photocatalytic study, J. Photochem. Photobiol., B 199 111601, <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2019.111601>
- [11] Nurbayasari, R., Saridewi, N., & Shofwatunnisa. 2017. Biosintesis dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO dengan Ekstrak Rumput Laut Hijau Caulerpa sp. Jurnal Perikanan Universitas Gadjah Mada , 17-28.
- [12] Gherbi, B., Laouini, S. E., Meneceur, S., Bouafia, A., Hemmami, H., Tedjani, M. L., Meena, F. 2022. Effect of pH Value on the Bandgap Energy and Particles Size for Biosynthesis of ZnO Nanoparticles: Efficiency for Photocatalytic Adsorption of Methyl Orange. Sustainability, 1- 14
- [13] Fernandez, J. V., Moreno, D. D., Puican, A. N., & Oropeza, M. V. (2022). Green Method, Optical and Structural Characterization of ZnO Nanoparticles Synthesized Using Leaves Extract of M. oleifera. Journal of Renewable Materials, 834-844.
- [14] Kaningini, A. G., Aziz, S., Sintwa, N., Mokalane, K., Mohale, K. C., Mudau, F. N., dan Maaza, M. 2022. Effect of Optimized Precursor Concentration, Temperature, and Doping on Optical Properties of ZnO Nanoparticles Synthesized via a Green Route Using Bush Tea (*Athrixia phylicoides* DC.) Leaf Extracts. American Chemical Society Omega Publications. Vol. 7. No. 1. Hal: 1-9.
- [15] Suresh, D., Nethravathi, P. C., Udayabhanu, Rajanaika, H., Nagabhushana, H., & Sharma, S. C. 2015. Green synthesis of multifunctional zinc oxide (ZnO) nanoparticles using Cassia fistula plant extract and their photodegradative, antioxidant, and antibacterial activities. Materials Science in Semiconductor Processing, Volume 31, 446-454.