

## PENGARUH VARIASI PEMANASAN TERHADAP STRUKTUR KRISTAL NANOPARTIKEL ZNO

Habibatun Nurul Ulya<sup>1,\*</sup>, ST. Ulfawanti Intan Subadra<sup>1</sup>, Ahmad Taufiq<sup>1</sup>, Sunaryono<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Malang, Jl. Semarang 5 Malang 65145 Indonesia

\*Email: [habibatunulya@yahoo.co.id](mailto:habibatunulya@yahoo.co.id)

### Abstrak

Dalam artikel ini dilaporkan sintesis nanopartikel ZnO dengan metode kopresipitasi. Karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan Difraktometer Sinar-X (XRD). Analisis data XRD dilakukan dengan menggunakan program Rietica untuk mengetahui karakteristik struktur kristal. Hasil analisis data XRD menunjukkan bahwa pemanasan sampel pada suhu 100 °C tidak ditemukan adanya kandungan nanopartikel ZnO, sedangkan pemanasan pada suhu 200 °C memiliki kandungan nanopartikel ZnO sebesar 76,2% dengan impuritas simonkolleite sebesar 23,8%. Lebih lanjut, pemanasan sampel pada suhu 300 °C ditemukan adanya nanopartikel ZnO sebesar 61,6% dengan impuritas simonkolleite sebesar 38,4%. Nilai ukuran kristal sampel pada suhu 100 °C, 200 °C, dan 300 °C secara berturut-turut sebesar 18 nm, 23,4 nm, dan 20,5 nm.

**Kata Kunci:** ZnO, nanopartikel, struktur kristal, pemanasan, impuritas.

### 1. Pendahuluan

Kemajuan penelitian nanoteknologi menjadi salah satu isu penting di dunia saat ini [1]. Salah satu perkembangan material terbaru terkait nanoteknologi yaitu nanomaterial [2]. Nanomaterial merupakan partikel yang berukuran nanometer berkisar antara 1 – 100 nm [3 - 5]. Pada saat ini, penelitian dalam bidang nanopartikel menjadi kajian yang menarik karena nanopartikel menunjukkan sifat yang unik. Secara khusus, material dengan ukuran nanometer memiliki sifat yang berbeda dari material asalnya dikarenakan material tersebut lebih mendekati ukuran struktur atom penyusunnya [2, 6]. Dengan demikian, material nanopartikel mampu memberikan nilai tambah suatu material, mencapai kemajuan teknologi yang efisien, hemat dan ramah lingkungan [6]. Salah satu material yang banyak disintesis menjadi nanopartikel adalah *Zinc Oxide* (ZnO).

ZnO merupakan material semikonduktor logam tipe-n golongan II-VI yang memiliki lebar *band-gap* (3,37 eV) serta energi eksitasi yang luas (60 MeV) [4, 7]. ZnO adalah material yang relatif lunak dengan kekerasan sekitar 4,5 pada skala Mohs [2]. Struktur kristal ZnO terdiri atas tiga bentuk yaitu *wurtzile*(B4), *zinc blende*(B3), dan *rocksalt*(B1) [7 – 9]. Struktur ZnO adalah heksagonal yang memiliki *space group* P 63 mc (Hermann-Mauguin notasi) atau C6v (Schoenflies notasi). Konstanta kisi  $a = b = 3,25 \text{ \AA}$  dan  $c = 5,2 \text{ \AA}$ ; rasio  $c/a \approx 1,60$  dekat dengan nilai yang ideal untuk  $c/a = 1,633$  [2, 7, 8].

*Zinc Oxide* tergolong material anorganik yang unik dan menjadi kunci pada penelitian yang luas karena fitur karakteristik yang menguntungkan dan aplikasi baru dalam berbagai bidang ilmu pengetahuan dan teknologi [10]. ZnO memiliki sifat ramah lingkungan, memiliki kestabilan kimia yang baik, fotokatalis tinggi, kapasitas degradasi yang unggul, tidak beracun, antibakteri, non-toxic pada konsentrasi yang rendah dan dapat digunakan sebagai aditif kedalam berbagai bahan serta ketersediaan di alam yang sangat melimpah menyebabkan harganya murah [7, 11, 12].

Adanya sifat material ZnO yang menjanjikan membawa konsekuensi material ini dapat dikembangkan dalam berbagai bidang seperti sensor, solar cell, optoelektronik, perangkat listrik dan optik, desinfeksi air, antibakteri, bahan aditif kosmetik serta drug delivery [3, 4, 13]. Upaya untuk mensintesis material nanopartikel ZnO telah banyak dilakukan. Beberapa metode yang selama ini cukup sering digunakan antara lain kimiawi basah, *spray pyrolysis*, solvotermal, *Vapour Phase Method (VPM)*, *Physical Vapor Deposition (PVD)*, *Chemical Vapor Deposition (CVD)*, *mechanical alloying*, *spin coating*, hidrotermal, sol gel, kopresipitasi, *solid state* [2, 4, 14]. Namun pada penelitian sebelumnya untuk mendapatkan nanopartikel ZnO dilakukan dengan metode yang menggunakan temperatur yang cukup tinggi dengan pemanasan pada temperatur 500 °C, 600 °C, dan 700 °C [5, 15].

Metode kopresipitasi merupakan metode sintesis senyawa anorganik didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersamaan ketika melewati titik jenuh. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu relatif lebih singkat. Dengan metode kopresipitasi ini diharapkan produk memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen [2].

Pada penelitian ini dilaporkan sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode kopresipitasi yang prosesnya menggunakan suhu rendah, dimana pada penelitian sebelumnya nanopartikel ZnO didapatkan dengan pemanasan pada temperatur cukup tinggi. Zat pengendap yang digunakan yaitu basa NH<sub>4</sub>OH dan pelarut yang digunakan untuk melarutkan serbuk zink klorida (ZnCl<sub>2</sub>) yaitu Aquades. Karakterisasi dilakukan dengan uji difraksi sinar-X (XRD). Hasil keluaran X-Ray Diffractometry dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak Match! untuk identifikasi fasa dan Rietica untuk menganalisis hasil data XRD serta Diamond untuk mengetahui bentuk struktur kristal.

## 2. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk zink klorida (ZnCl<sub>2</sub>), larutan Aquades dan NH<sub>4</sub>OH. Pelarut serbuk zink klorida (ZnCl<sub>2</sub>) dengan berat 3 gr ditambahkan 50 ml pelarut Aquades, kemudian dilakukan pengadukan dengan menggunakan magnetic stirrer selama 30 menit hingga larutan homogen. Selanjutnya dilakukan penambahan larutan NH<sub>4</sub>OH sedikit demi sedikit hingga pH 10 selama 1 jam, kemudian diperoleh hasil cairan berwarna putih susu (milky solution). Selanjutnya dicuci dengan Aquades dan etanol hingga pH 7 [15, 16], kemudian dikeringkan dengan memvariasi suhu 100 °C, 200 °C dan 300 °C. Karakterisasi serbuk hasil sintesis menggunakan metode kopresipitasi dilakukan dengan uji difraksi sinar-X (XRD) dengan sumber radiasi CuK $\alpha$  ( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ) dan sudut  $2\theta$  antara 20-80°. Dari Hasil uji Difraksi Sinar-X diperoleh informasi berupa struktur kristal yang terbentuk.

Analisis Rietveld merupakan analisis lanjut dari karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui karakter fisis dari material secara kuantitatif yang menggunakan program Rietica. Pada analisis ini ZnO dibuat berdasarkan model dari AMCSO 0005203. Untuk memperjelas gambar struktur kristal dilakukan menggunakan software Diamond. Setelah itu dianalisis dengan software Match untuk mengetahui berapa prosentase fasa yang terbentuk. Analisis ukuran kristal dilakukan menggunakan persamaan Scherrer [14].

$$D = \frac{k \lambda}{B C \cos \theta} \quad (1)$$

Dimana

$\beta$  = full width at half maximum (FWHM) dalam radian.

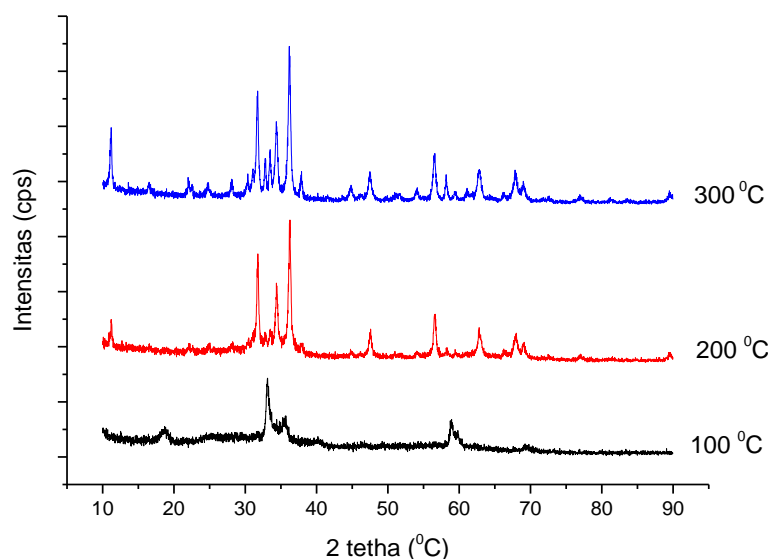
K = bentuk faktor, yang mana nilainya diambil pada kisaran 0,9.

$\lambda$  = panjang gelombang X-ray (radiasi CuK  $\lambda$ , 0.154 nm)

$\theta$  = sudut difraksi pada fase (hkl)

### 3. Hasil dan Pembahasan

Berdasarkan informasi dari pola difraksi XRD, puncak standar ZnO nanopartikel dari database code AMCSO 0005203 terdeteksi pada  $2\theta = 31.75; 34.41; 36.23; 47.54; 56.57; 62.83; 67.93; 69.03$  [15, 16]. Puncak – puncak ini terindeks sebagai puncak heksagonal ZnO (wurtzite) dengan indeks miller [100], [002], [101], [102], [110], [103], [112], [201] [16]. Dari pola difraksi XRD diatas terdeteksi adanya 2 fasa setelah dianalisa dengan software *match*, yang mengindikasikan masih terbentuk adanya impuritas [15]. Dengan bantuan software *match* terdeteksi bahwa pada suhu pemanasan  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  tidak ditemukan adanya kandungan ZnO, melainkan ditemukan adanya fasa ClO (Chlorine monoxide) sebesar 51,3% dan  $\text{H}_2\text{O}$  48,7%. Selanjutnya, pada suhu pemanasan  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  ditemukan adanya ZnO murni sebesar 76,2% dan impuritas simonkolleite  $\text{Zn}_5(\text{OH})_8\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  sebesar 23,8%, sedangkan pada suhu pemanasan  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  ditemukan adanya nanopartikel ZnO murni sebesar 61,6% dan impuritas simonkolleite  $\text{Zn}_5(\text{OH})_8\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  sebesar 38,4% [15, 17]. Impuritas ini terbentuk dikarenakan kurang bersihnya proses pencucian serta rendahnya suhu pemanasan [15].



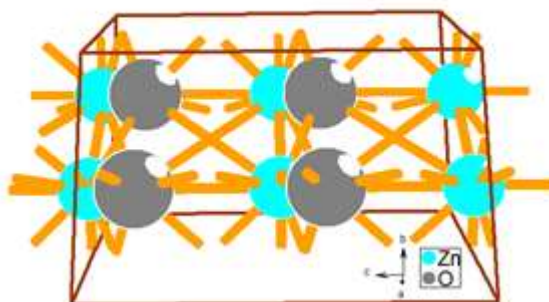
**Gambar 1.** pola XRD dari nanopartikel ZnO dengan variasi suhu pemanasan  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  dan  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Berdasarkan karakterisasi XRD nanopartikel ZnO dengan suhu pemanasan  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , dan  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  dihasilkan parameter kristalografi yang disajikan dalam Tabel 1.

**Tabel 1.** Hasil analisis refinement sampel penelitian

Sampel	Pola geometris kristal				Struktur kristal	Space Grup	Volume kristal ( $\text{\AA}^3$ )
	$a$ ( $\text{\AA}$ )	$b$ ( $\text{\AA}$ )	$c$ ( $\text{\AA}$ )	$c/a$			
Suhu 200 °C	3,2522	3,2522	5,2098	1,6019	Hexagonal	P 63 mc	47,72
Suhu 300 °C	3,2526	3,2526	5,2095	1,6016	Hexagonal	P 63 mc	47,73
Database AMCSD 0005203	3,2494	3,2494	5,2038	1,6015	Hexagonal	P 63 mc	47,58

Pada sampel ZnO suhu 100 °C masih terdapat adanya kandungan air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) sehingga tidak dapat ditentukan model kristal [18]. Setelah mengetahui parameter struktur kristal, selanjutnya dapat menggambarkan struktur kristal dengan bantuan software *Diamond*. Karena perubahan dari konstanta kisi yang tidak terlalu besar maka penggambaran struktur kristal juga tidak terlalu berubah. Hal ini dapat dilihat pada hasil penggambaran struktur kristal dari seng oksida (ZnO) seperti ditunjukkan pada Gambar 2.


 Gambar 2. struktur kristal ZnO dengan menggunakan software *Diamond*

Pada Gambar 2, bulatan warna biru menunjukkan atom Zn (seng) dan warna abu-abu menunjukkan atom O (Oksigen). Dengan menggunakan nilai FWHM (Full Width at Half Maximum) dari puncak refleksi tertinggi yang diperoleh dari bantuan software origin serta dengan menggunakan metode Scherrer didapatkan ukuran butir pada sampel suhu 100 °C sebesar 18 nm, sampel suhu 200 °C sebesar 23,4 nm sedangkan sampel suhu 300 °C sebesar 20,5 nm.

#### 4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa sampel dengan suhu pemanasan 100 °C belum ditemukan adanya fase ZnO, sedangkan di suhu 200 °C menghasilkan fasa ZnO sebesar 76,2 % serta ditemukan adanya kandungan fase simonkolleite  $\text{Zn}_5(\text{OH})_8\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  sebesar 23,8%. Adanya perubahan dari konstanta kisi yang tidak terlalu besar maka penggambaran struktur kristal juga tidak terlalu berubah sehingga struktur kristal tetap berbentuk hexagonal. Namun pada sampel ZnO suhu 100°C masih terdapat adanya kandungan air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) sehingga tidak dapat ditentukan model kristal. Variasi suhu pemanasan, menghasilkan ukuran butir yang berbeda, pada sampel suhu 100 °C sebesar 18 nm, sampel suhu 200 °C sebesar 23,4 nm sedangkan sampel suhu 300°C sebesar 20,5 nm.

## Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih penulis haturkan kepada Laboratorium Nanomaterial Jurusan Fisika dan Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA UM untuk penggunaan fasilitas sintesis dan karakterisasi.

## Daftar Rujukan

- [1] Purwanto, A.: Pembuatan Nanopartikel Seng Oksida (Zno) Menggunakan Proses Flame Assisted Spray Pyrolysis (Fasp). *Equilib. J. Chem. Eng.* 13, (2014)
- [2] Nurul Rosyidah, Sri Yani Purwaningsih, Darminto: Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Kopersipitasi. 2013. 1–7
- [3] Sharma, D., Rajput, J., Kaith, B.S., Kaur, M., Sharma, S.: Synthesis of ZnO nanoparticles and study of their antibacterial and antifungal properties. *Thin Solid Films.* 519, 1224–1229 (2010). doi:10.1016/j.tsf.2010.08.073
- [4] Shi, L.-E., Li, Z.-H., Zheng, W., Zhao, Y.-F., Jin, Y.-F., Tang, Z.-X.: Synthesis, antibacterial activity, antibacterial mechanism and food applications of ZnO nanoparticles: a review. *Food Addit. Contam. Part A.* 31, 173–186 (2014). doi:10.1080/19440049.2013.865147
- [5] Yan, Z., Xu, L., Han, J., Wu, Y.-J., Wang, W., Yao, W., Wu, W.: Transcriptional and posttranscriptional regulation and endocytosis were involved in zinc oxide nanoparticle-induced interleukin-8 overexpression in human bronchial epithelial cells. *Cell Biol. Toxicol.* 30, 79–88 (2014). doi:10.1007/s10565-014-9270-9
- [6] Nugroho, D., Akwalla, P., Rahman, T., Ikono, R.: Pengaruh Variasi pH Pada Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Sol-Gel. *Pros. Pertem. Ilm. Ilmu Pengetah. Dan Teknol. Bahan.* (2012)
- [7] Sutanto, H., Wibowo, S.: Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi dan Aplikasi). Telescope Semarang, Universitas Diponegoro
- [8] Neumark, G.F., Kuskovsky, I.L., Jiang, H.X. eds: Wide bandgap light emitting materials and devices. Wiley-VCH, Weinheim ; [Cambridge] (2007)
- [9] Ozgur, M., H.: Zinc Oxide Fundamentals, Materials and Device Technology. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA (2007)
- [10] Handoyo Raharjo, Didik Prasetyoko: Sintesis Partikel Nano ZnO dengan Metode Kopersipitasi dan Karakteristiknya. (2012)
- [11] Singh, S., Barick, K.C., Bahadur, D.: Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> embedded ZnO nanocomposites for the removal of toxic metal ions, organic dyes and bacterial pathogens. *J. Mater. Chem. A.* 1, 3325 (2013). doi:10.1039/c2ta01045c
- [12] Senthilkumar, S.R., Sivakumar, T.: Green tea (*Camellia sinensis*) mediated synthesis of zinc oxide (ZNO) nanoparticles and studies on their antimicrobial activities. *Int J Pharm Pharm Sci.* 6, 461–465 (2014)
- [13] Talebian, N., Amininezhad, S.M., Doudi, M.: Controllable synthesis of ZnO nanoparticles and their morphology-dependent antibacterial and optical properties. *J. Photochem. Photobiol. B.* 120, 66–73 (2013). doi:10.1016/j.jphotobiol.2013.01.004
- [14] Raoufi, D.: Synthesis and microstructural properties of ZnO nanoparticles prepared by precipitation method. *Renew. Energy.* 50, 932–937 (2013). doi:10.1016/j.renene.2012.08.076
- [15] Ningsih, S.K.W., Khair, M.: Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO Melalui Proses Sol-Gel untuk Bahan Solar-Cell. (2015)



- [16] Elango, M., Deepa, M., Subramanian, R., Mohamed Musthafa, A.: Synthesis, characterization of polyindole/AgZnO nanocomposites and its antibacterial activity. *J. Alloys Compd.* 696, 391–401 (2017). doi:10.1016/j.jallcom.2016.11.258
- [17] Cousy, S., Svobod, L., Zelenka, J.: Basic precipitation of simonkolleite nanoplatelets. In: *Proc. 5th International Conference NANOCON*. pp. 16–18 (2013)
- [18] Rahmawati, Intaningrum, Istadi: Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Heterogen SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>- ZnO dan SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/ZnO Dengan Metode Kopersipitasi Dan Impregnasi Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Kedelai. *Httpjournal-S1undipacidindexphjtki*. 2 No 4, 243–252 (2013)