



UNIVERSITAS INDONESIA

PENGARUH TEMPERATUR ANIL TERHADAP KARAKTERISTIK
NANOPARTIKEL ZnO DAN *CORE-SHELL* ZnO@SiO₂ UNTUK
APLIKASI PELABELAN SEL

SKRIPSI

FRANSISCA DIAN HANDAYATI
0806331563

FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
JANUARI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

PENGARUH TEMPERATUR ANIL TERHADAP KARAKTERISTIK
NANOPARTIKEL ZnO DAN *CORE-SHELL* ZnO@SiO₂ UNTUK
APLIKASI PELABELAN SEL

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

FRANSISCA DIAN HANDAYATI
0806331563

FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
JANUARI 2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Fransisca Dian Handayati

NPM : 0806331563

Tanda Tangan : 

Tanggal : 18 Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Fransisca Dian Handayati
NPM : 0806331563
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi :

PENGARUH TEMPERATUR ANIL TERHADAP KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL ZnO DAN *CORE-SHELL* ZnO@SiO₂ UNTUK APLIKASI PELABELAN SEL

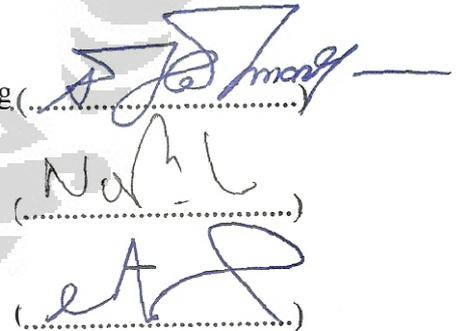
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr.Ir.Akhmad Herman Yuwono,M.Phil.Eng.

Penguji 1 : Dr. Nofrijon, Ph.D.

Penguji 2 : Dr. Ir. Sotya Astutiningsih, M.Eng.



(.....)

(.....)

(.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 18 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena dengan rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan serangkaian kegiatan Tugas Akhir dimulai dari tahap awal perancangan kegiatan, pelaksanaan hingga penyusunan skripsi ini. Kegiatan skripsi ini ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib Skripsi yang berlaku di silabus kurikulum Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia (DMM FTUI), yang juga merupakan salah satu persyaratan kelulusan dalam meraih gelar Sarjana Teknik.

Dalam melaksanakan rangkaian kegiatan tugas akhir ini tentunya penulis sangat terbantu oleh berbagai pihak. Untuk itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dr. Ir. Akhmad Herman Yuwono, M.Phil.Eng. selaku dosen pembimbing skripsi yang telah banyak menyediakan waktu, tenaga dan pikiran dalam mengarahkan saya dalam melaksanakan kegiatan penelitian hingga penyusunan skripsi ini;
2. Prof. Dr. –Ing. Ir. Bambang Suharno selaku Ketua Departemen yang turut memberi dukungan selama saya menjalani perkuliahan di DMM FTUI;
3. Pak Badrul Munir, Ph.D selaku pembimbing akademis yang telah banyak membantu aktivitas akademik saya selama masa perkuliahan;
4. Orang tua dan keluarga saya yang senantiasa memberikan pengertian, dukungan dan motivasi kepada saya dalam menyelesaikan rangkaian tugas akhir;
5. Fajar Rahmiyanti sebagai rekan penelitian dan Maryane Anugerah Putri sebagai partner lab polimer yang siap membantu dan menemani saya dalam menjalani serangkaian proses penelitian;
6. Ghiska Ramahdita dan Maria Natalia sebagai sahabat yang selalu memberikan semangat dan bantuan kepada saya dalam menyelesaikan rangkaian tugas akhir;

7. Tri Silvia Ningsih, Vidya Rina Wulandari, Romaida Hutabarat dan Dennie Widya Hutomo yang selalu membangkitkan semangat dalam mengerjakan tugas akhir dan dalam penyusunan skripsi;
8. Seluruh Bapak-Ibu staf pengajar DMM FTUI yang telah memberikan banyak ilmu kepada penulis selama menjalani kegiatan perkuliahan;
9. Seluruh staf Laboratorium Afiliasi Kimia – FMIPA UI dan Bapak Priyambodo – Pusat Laboratorium Terpadu UIN Syarif Hidayatullah yang telah membantu penulis dalam melakukan karakterisasi UV-Vis dan XRD;
10. Seluruh teman-teman penulis yang senantiasa memberikan semangat untuk menyelesaikan penyusunan skripsi.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas kebaikan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penulisan skripsi ini. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Depok, 18 Januari 2012

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Fransisca Dian Handayati
NPM : 0806331563
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Departemen : Teknik Metalurgi dan Material
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

**PENGARUH TEMPERATUR ANIL TERHADAP KARAKTERISTIK
NANOPARTIKEL ZnO DAN *CORE-SHELL* ZnO@SiO₂ UNTUK
APLIKASI PELABELAN SEL**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 18 Januari 2012

Yang menyatakan,



(Fransisca Dian Handayati)

ABSTRAK

Nama : Fransisca Dian Handayati
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul :

PENGARUH TEMPERATUR ANIL TERHADAP KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL ZnO DAN *CORE-SHELL* ZnO@SiO₂ UNTUK APLIKASI PELABELAN SEL

Berbagai penelitian mengenai penggunaan nanopartikel ZnO dalam aplikasi pelabelan sel terus dilakukan. Tetapi penggunaan nanopartikel ZnO dibatasi dengan permasalahan kestabilan dan keterbatasan emisi. Dalam penelitian ini, nanopartikel ZnO berhasil disintesis dengan menggunakan metode kimiawi basah teknik presipitasi. ZnO kemudian dienkapsulasi dengan SiO₂ membentuk nanopartikel ZnO@SiO₂ untuk memperbaiki kestabilan ZnO dalam air. Dengan melakukan variasi temperatur pada proses anil telah diinvestigasi pengaruh perlakuan tersebut terhadap ukuran dan kristalinitas nanopartikel. Hasil penelitian menunjukkan bahwa meningkatnya temperatur anil dari 80° hingga 150°C mampu meningkatkan ukuran nanopartikel ZnO@SiO₂ dari 9,973 menjadi 12,740 nm dan menurunkan energi celah pita dari 3,175 eV menjadi 3,154 eV. Nanopartikel ZnO@SiO₂ yang diperoleh berpotensi digunakan dalam pelabelan sel.

Kata kunci:

Nanopartikel ZnO, pelabelan sel, *core-shell* ZnO@SiO₂, proses anil.

ABSTRACT

Name : Fransisca Dian Handayati
Study Program : Metallurgy and Material Science Engineering
Title :

THE EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON CHARACTERISTICS OF ZnO NANOPARTICLES AND ZnO@SiO₂ CORE-SHELL FOR CELL LABELING APPLICATION

ZnO nanoparticles have been studied for cell labeling application over past several years. However, there is limited use of ZnO nanoparticles because of poor stability and limited emission color. In this research, ZnO nanoparticles have been successfully synthesized by wet chemical precipitation method. The as-synthesized ZnO nanoparticles were furthermore encapsulated by SiO₂ to form ZnO@SiO₂ nanoparticles to improve the stability of ZnO nanoparticles in water. By varying the annealing temperature, the effect of this treatment on the size and crystallinity of nanoparticles has been investigated. The result shows that increasing the annealing temperature from 80° to 150°C has increased the size of ZnO@SiO₂ nanoparticles from 9,973 nm to 12,740 nm and decreased the band gap energy from 3,175 eV to 3,154 eV. ZnO@SiO₂ nanoparticles have a potential to be used in cell labeling application.

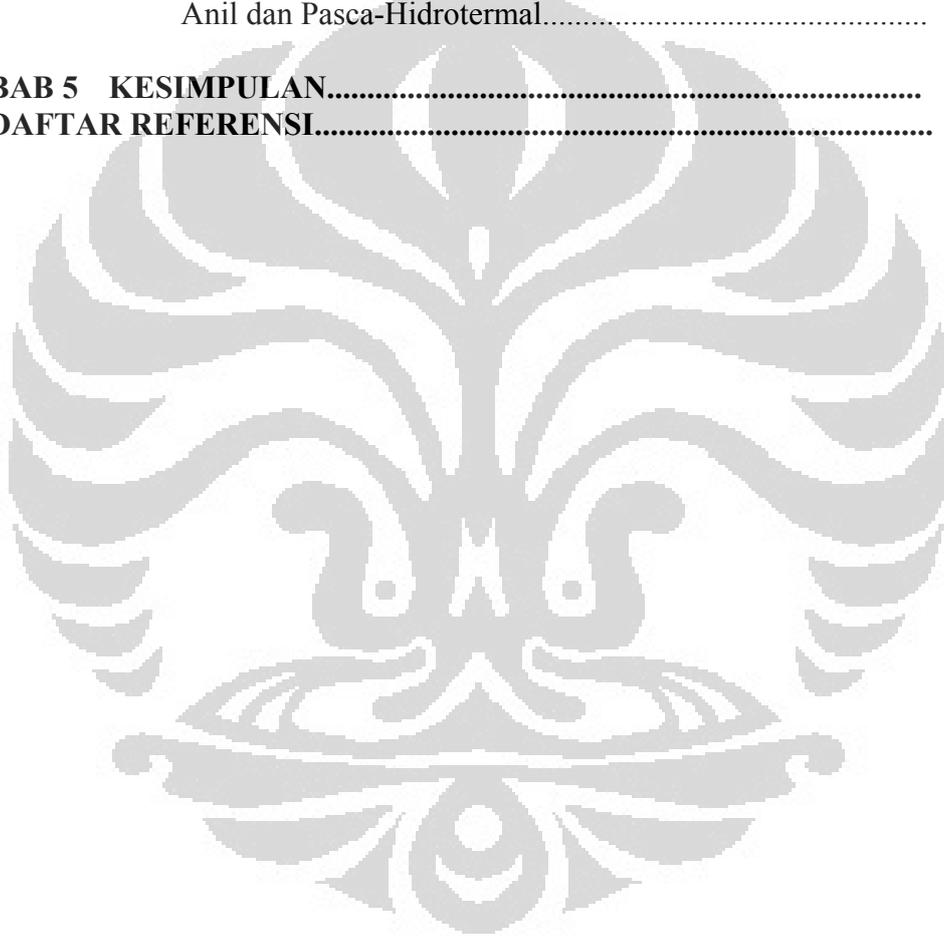
Key word:

ZnO nanoparticle, cell labeling, ZnO@SiO₂ core-shell, annealing process.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR SINGKATAN.....	xiv
DAFTAR RUMUS.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	3
1.4. Batasan Masalah.....	4
1.5. Sistematika Penulisan.....	4
BAB 2 DASAR TEORI.....	6
2.1. Nanopartikel ZnO.....	6
2.2. Nanopartikel ZnO untuk pelabelan sel.....	7
2.3. Metode-metode sintesis nanopartikel ZnO.....	10
2.3.1. Pulsed Laser Deposition.....	11
2.3.2. Thermal Evaporation.....	11
2.3.3. Laser Ablation – Assisted CVD.....	12
2.3.4. Metode Kimiawi Basah.....	13
2.4. Perlakuan Anil dan Hidrotermal.....	14
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....	18
3.1. Diagram Alir Eksperimen.....	18
3.2. Alat dan Bahan.....	20
3.3. Prosedur Penelitian.....	22
3.3.1. Sintesis Zn(OH) ₂ dengan Proses Mixing.....	22
3.3.2. Pembuatan Serbuk ZnO.....	23
3.3.3. Sintesis Nanopartikel ZnO@SiO ₂ <i>core-shell</i>	23
3.3.4. Karakterisasi Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	24
BAB 4 PEMBAHASAN.....	29

4.1.	Proses Sintesis Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	29
4.2.	Hasil Pengujian XRD	30
4.2.1.	Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	31
4.2.2.	Hasil Anil.....	33
4.2.3.	Hasil Pasca-hidrotermal	35
4.3.	Hasil Pengujian UV-Vis Spectroscopy	38
4.3.1.	Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	38
4.3.2.	Hasil Anil	39
4.3.3.	Hasil Pasca-hidrotermal.....	41
4.4.	Hasil Pengujian TEM	44
4.5.	Perbandingan Ukuran Kristalit dan Energi Celah Pita Nanopartikel ZnO@SiO ₂ Hasil Proses Pengeringan, Anil dan Pasca-Hidrotermal.....	45
BAB 5	KESIMPULAN.....	49
	DAFTAR REFERENSI.....	51



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1. Kode karakterisasi sampel nanopartikel ZnO@SiO ₂ dengan variasi temperatur anil dan perlakuan pasca-hidro-termal.....	25
Tabel 4.1. Nilai 2θ kristal wurtzite (ZnO) dengan orientasi kisi kristal yang berbeda-beda.....	31
Tabel 4.2. Perbandingan nilai FWHM pada tujuh puncak utama difraksi XRD pada sampel ZnO dan ZnO@SiO ₂	32
Tabel 4.3. Besar ukuran kristalit proses presipitasi	33
Tabel 4.4. Hasil pengukuran ukuran kristalit proses presipitasi perlakuan anil.....	34
Tabel 4.5. Hasil pengukuran ukuran kristalit proses presipitasi perlakuan pasca-hidrotermal.....	36
Tabel 4.6. Pengolahan data linier untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel.....	39
Tabel 4.7. Pengolahan data linier untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil anil.....	40
Tabel 4.8. Pengolahan data linier untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil pasca-hidrotermal.....	43
Tabel 4.9. Ukuran dan nilai energi celah pita sampel ZnO@SiO ₂ hasil <i>drying</i> , perlakuan anil dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur anil.....	45

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur kristal Seng Oksida <i>Zincite</i> dan <i>Wurtzite</i>	6
Gambar 2.2. ZnO nanowire yang biokompatibel, stabil terhadap air dan tidak beracun mampu mendeteksi sel kanker	10
Gambar 2.3. Skematis proses <i>Pulsed Laser Ablation</i>	11
Gambar 2.4. Skema proses Evaporasi Termal	12
Gambar 2.5. Skema proses Laser ablation-assisted CVD	13
Gambar 2.6. Skematis hidrotermal	17
Gambar 3.1. Diagram alir eksperimen	18
Gambar 3.2. Zat yang digunakan dalam pembuatan larutan Zn(OH) ₂ ..	20
Gambar 3.3. Zat yang digunakan dalam pembuatan larutan ZnO@SiO ₂	21
Gambar 3.4. Timbangan digital dan Magnetic Stirrer.....	23
Gambar 3.5. Contoh grafik hasil uji XRD	27
Gambar 4.1. Serbuk ZnO@SiO ₂ yang diperoleh melalui metode kimiawi basah dengan teknik presipitasi	30
Gambar 4.2. Tampilan pola difraksi nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂ ..	31
Gambar 4.3. Tampilan pola difraksi sampel anil pada temperatur (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C.....	33
Gambar 4.4. Grafik hasil pengukuran ukuran kristalit proses presipitasi perlakuan anil.....	34
Gambar 4.5. Tampilan pola difraksi dari sampel pasca-hidrotermal 150°C setelah perlakuan anil pada (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C.....	35

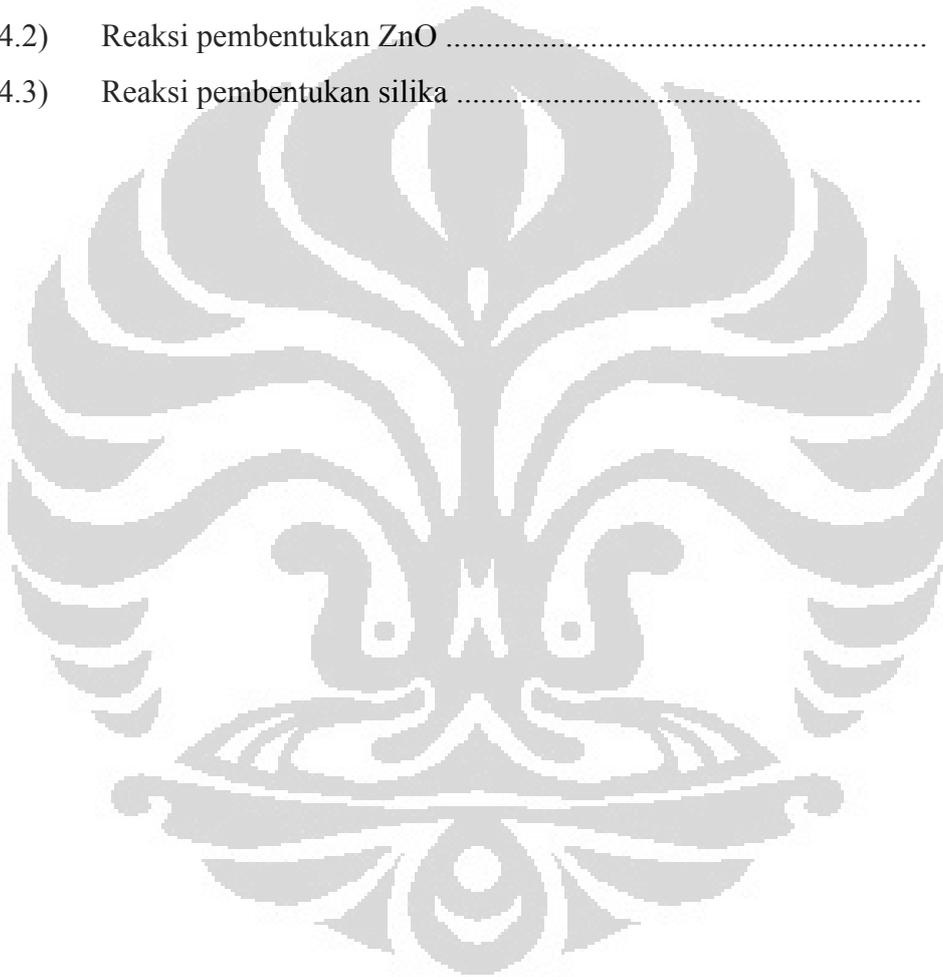
Gambar 4.6.	Grafik hasil pengukuran ukuran kristalit perlakuan pasca-hidrotermal 150°C.....	37
Gambar 4.7.	Hasil spektrum absorbansi dari sampel nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	38
Gambar 4.8.	Hasil spektrum absorbansi dari sampel hasil anil dengan variasi temperatur anil (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C.	40
Gambar 4.9.	Grafik energi celah pita pada sampel hasil perlakuan anil....	41
Gambar 4.10.	Hasil spektrum absorbansi dari sampel hasil pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur anil (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C	42
Gambar 4.11.	Grafik energi celah pita sampel pasca-hidrotermal 150°C setelah perlakuan anil.....	43
Gambar 4.12.	Gambar TEM dari nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	44
Gambar 4.13.	Grafik persentasi peningkatan ukuran kristalit dan persentase penurunan energi celah pita.....	46

DAFTAR SINGKATAN

CVD	<i>Chemical Vapour Deposition</i>
E_g	<i>Band-gap energy</i>
eV	<i>electron Volt</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
LiOH	<i>Lithium Hydroxide</i>
MRI	<i>Magnetic Resonance Imaging</i>
nm	<i>nanometer</i>
TEOS	<i>Tetraethyl Orthosilicate</i>
TEM	<i>Transmission Electron Microscopy</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
UV	<i>Ultra Violet</i>
ZnO	<i>Zinc Oxide</i>
Zn(OH) ₂	<i>Zinc Hydroxide</i>
ZnO@SiO ₂	<i>Zinc Oxide encapsulated SiO₂</i>

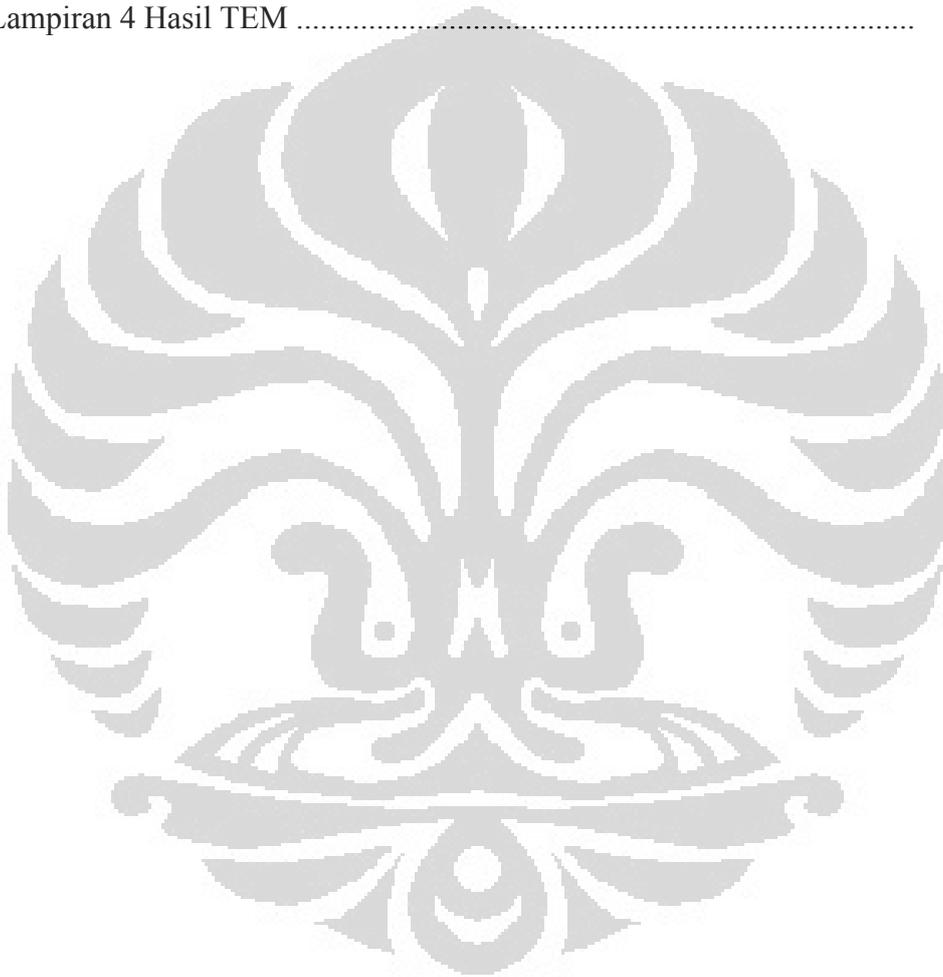
DAFTAR RUMUS

	Halaman
(3.1) Persamaan Bragg.....	26
(3.2) Persamaan Scherrer.....	27
(3.3) Persamaan Planck.....	27
(4.1) Reaksi antara larutan seng asetat dengan LiOH.....	29
(4.2) Reaksi pembentukan ZnO	29
(4.3) Reaksi pembentukan silika	29



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Hasil XRD Tiap Sampel	55
Lampiran 2 Pengolahan Data Estimasi Ukuran Kristalit.....	60
Lampiran 3 Pengolahan Data UV-Vis	68
Lampiran 4 Hasil TEM	79



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Seiring dengan perkembangan jaman, teknologi pun turut mengalami perkembangan yang pesat. Di era abad 21 ini, nama *nanotechnology* makin terkenal di dunia teknologi dan inovasi. *Nanotechnology* atau teknologi nano berhubungan dengan rekayasa dan aplikasi material atau struktur dalam skala nanometer (10^{-3} mikrometer atau 10^{-9} meter). Adanya penurunan ukuran struktur material menyebabkan material nano mempunyai sifat-sifat yang lebih baik dibandingkan material yang ruah. Hal ini disebabkan oleh peningkatan rasio luas permukaan terhadap volume seiring dengan bertambah kecilnya struktur material. Selain itu, jumlah atom yang bereaksi di permukaan juga bertambah banyak sehingga reaksi terjadi di tiap permukaan partikel nano.

Teknologi nano semakin berkembang. Oleh sebab itu, banyak dilakukan berbagai penelitian untuk memperoleh partikel nano yang dapat digunakan dalam berbagai aplikasi. Ranah aplikasi dari teknologi nano sangat luas, misalnya dalam bidang elektronik, komunikasi optik dan bidang kedokteran. Dalam bidang elektronik, teknologi nano dituangkan ke dalam bentuk alat-alat elektronik yang berukuran kecil namun dengan performa tinggi misalnya sebagai *actuator*. Dalam bidang kedokteran, teknologi nano diharapkan dapat menjawab tantangan yang terfokus pada sistem biologis makhluk hidup. Untuk itu, berbagai penelitian dilakukan untuk menghasilkan *nanomedicine* yang diharapkan dapat memberikan pencerahan dalam bidang kedokteran.

Dalam beberapa tahun terakhir, material yang sering menjadi objek penelitian *nanomedicine* adalah seng oksida (ZnO). ZnO merupakan material semikonduktor yang mempunyai energi celah pita sebesar 3,07 eV dan mempunyai energi ikatan elektron yang relatif tinggi yakni 60 meV.^[1] Dengan energi ikatan elektron yang tinggi membuat ZnO stabil pada suhu ruang. ZnO juga termasuk material yang

aman untuk diaplikasikan dalam bidang biologis misalnya sebagai *antibacterial agents*, *drug delivery*, *bio-imaging* dan deteksi kanker. [2-4]

Dengan sifatnya yang *biocompatibility*, para peneliti mulai melirik penggunaan ZnO dalam aplikasi pelabelan sel atau *cell labeling* karena dibutuhkan material alternatif yang dapat digunakan sebagai *contrast agent* untuk mendeteksi sel-sel kanker dan sel abnormal lainnya dalam jaringan tubuh. Telah ditemukan bahwa partikel nano ZnO mampu mengemisikan sinar hijau dibawah sinar UV. [5] Hal ini menjadi menarik untuk diaplikasikan pada *cell labeling* karena jaringan tubuh manusia akan mengemisikan sinar biru dibawah sinar UV. Dengan kemampuan partikel nano ZnO dalam mengemisikan sinar hijau, membawa satu keuntungan tersendiri dalam membedakan sel abnormal dari sel normal di jaringan tubuh.

Meskipun partikel nano ZnO mampu mengemisikan sinar hijau, masih terdapat permasalahan dalam pengaplikasiannya sehingga hanya sedikit kemajuan yang dibuat. Masalah pertama adalah keterbatasan warna emisi dari partikel nano ZnO yang disebabkan adanya cacat permukaan. [6] Masalah berikutnya adalah kestabilan ZnO dalam air. Dijelaskan bahwa konsentrasi kesetimbangan ion Zn dalam air sangat tinggi pada *range* pH yang tinggi. [7] Hal ini menyebabkan nanopartikel ZnO mudah larut dalam *range* pH yang tinggi. Untuk mengatasi kedua permasalahan ini dapat dilakukan modifikasi permukaan partikel nano namun partikel nano ZnO akan kehilangan originalitas emisi cahaya hijaunya. [8]

Beberapa peneliti mengatakan bahwa faktor yang mempengaruhi emisi dari partikel nano ZnO adalah kekosongan oksigen pada permukaan (*surface oxygen vacancies*). [6,8,9] Kekosongan oksigen ini berkaitan dengan ikatan OH^- dan H^+ di permukaan. Dengan melakukan modifikasi ikatan OH^- dan H^+ melalui penyesuaian pH, kekosongan oksigen pada permukaan dapat diatasi sehingga emisi warna partikel nano ZnO dapat diperbaiki. Untuk menstabilkan nanopartikel ZnO dalam air, serbuk nanopartikel yang diperoleh akan dilapisi dengan silika untuk membentuk nanopartikel ZnO@SiO_2 *core shell*. Silika dipilih sebagai material selubung partikel ZnO karena sifat *biocompatibility*, stabil dalam air dan kaya akan molekul kimia di permukaannya. [10]

Partikel ZnO yang terbentuk diharapkan mempunyai ukuran nanometer, kristalinitas yang tinggi dan emisi cahaya yang baik. Karenanya pada penelitian ini akan dilakukan proses anil dengan variasi temperatur untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. Sedangkan peningkatan kristalinitas serta kontrol ukuran partikel dilakukan dengan proses hidrotermal.

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini difokuskan untuk memperoleh nanopartikel ZnO@SiO₂ *core-shell*. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode kimiawi basah dengan teknik presipitasi. Pendapatan serbuk nanopartikel ZnO pada proses sintesis awal difokuskan untuk terbentuk dengan kondisi keasaman larutan sebesar 10. Hal ini bertujuan agar serbuk yang diperoleh berukuran nanometer. Dengan pemberian *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) pada serbuk ZnO, akan diteliti apakah TEOS akan menyelubungi partikel ZnO dengan sempurna. Dengan adanya variabel temperatur pada proses anil dan pasca-hidrotermal di tahap akhir proses akan diamati perbedaan ukuran partikel dari tiap temperatur.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui proses sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode kimiawi basah
2. Mengetahui proses pembuatan *core-shell* ZnO@SiO₂
3. Mengetahui pengaruh proses anil dan pasca-hidrotermal terhadap kristalinitas dan sifat optik nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂.

1.4 Batasan Masalah

Ruang lingkup penelitian ini meliputi sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan prekursor Zn-asetat dalam pelarut etanol yang direaksikan dengan Li-OH yang dilarutkan dengan pelarut yang sama. Kestabilan nanopartikel ZnO dalam air ditingkatkan dengan menambahkan larutan TEOS sehingga terbentuk nanopartikel ZnO yang dilapisi dengan silika. Upaya peningkatan kristalinitas dilakukan dengan proses lanjutan yakni dengan variasi temperatur anil pada temperatur 80, 100, 120 dan 150°C dan dilanjutkan proses pasca-hidrotermal. Karakterisasi nanopartikel ZnO yang dilapisi silika dilakukan dengan menggunakan TEM, XRD dan UV-Vis.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan pada karya tulis ini adalah:

BAB I : PENDAHULUAN

Menjelaskan latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB II : DASAR TEORI

Menjelaskan tentang sifat dan karakter umum dari nanopartikel ZnO, aplikasi dari nanopartikel ZnO dalam bidang pelabelan sel, metode-metode sintesis nanopartikel ZnO yang kemudian difokuskan pada metode kimiawi basah beserta mekanisme pembuatannya.

BAB III : METODOLOGI PENELITIAN

Menjelaskan tentang diagram alir penelitian, peralatan penelitian, bahan penelitian, prosedur penelitian, parameter yang divariasikan, data penelitian, dan cara pengambilan data.

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

Menjelaskan tentang hasil yang diperoleh selama penelitian, terdiri dari hasil karakterisasi nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ yaitu hasil spektroskopi UV-Vis , X-Ray Diffraction dan TEM dan menganalisisnya. Karakterisasi spektroskopi UV-Vis dan X-Ray Diffraction bertujuan agar tingkat kristalinitas dari nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ yang diperlakukan pada berbagai temperatur anil dan dilanjutkan dengan proses pasca-hidrotermal diketahui.

BAB V : KESIMPULAN

Menjelaskan mengenai kesimpulan yang didapat selama penelitian.



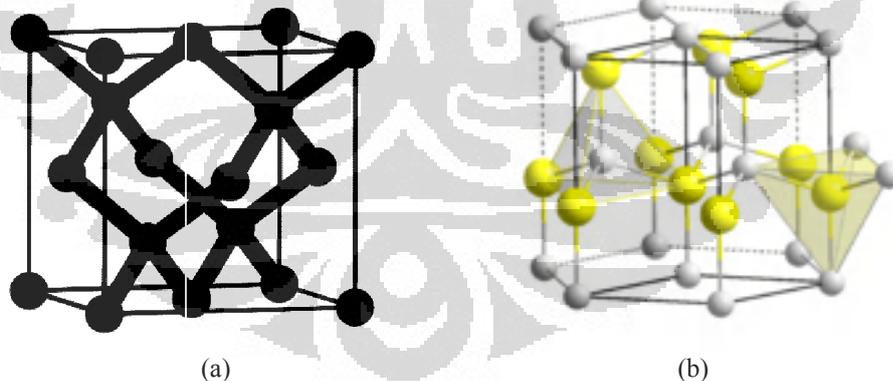
BAB II

DASAR TEORI

2.1 Nanopartikel ZnO

Seng oksida atau Zinc Oxide (rumus molekul ZnO) adalah senyawa inorganik yang berbentuk serbuk berwarna putih. Senyawa ZnO ini hampir tidak larut dalam air tetapi larut dalam asam dan basa. ZnO digunakan secara luas sebagai bahan aditif pada berbagai jenis material dan produk misalnya plastik, keramik, semen, karet, *glass*, baterai, dan pelumas. Seng oksida ditemukan di bumi dalam bentuk *zincite*.

ZnO merupakan material semikonduktor tipe-n yang termasuk dalam kelompok golongan II-VI (zinc dan oksigen termasuk golongan 2 dan 6 pada tabel periodik). Senyawa ZnO mempunyai dua jenis struktur kristal yaitu *wurtzite* dan *zinblende* (Gambar 2.1) Struktur *wurtzite* merupakan struktur yang stabil pada suhu kamar sehingga struktur ini lazim ditemukan.



Gambar 2.1 Struktur kristal seng oksida *zincite* (a) dan *wurtzite* (b)^[11]

Nanopartikel ZnO memiliki sifat optoelektronik yang baik dan ranah aplikasi yang sangat luas. Nanopartikel ZnO mempunyai energi celah pita (*band gap energy*, E_g) yang cukup besar yaitu 3,07 eV. Dengan energi celah pita yang besar maka nanopartikel ZnO dapat diaplikasikan untuk peralatan elektronik dan optoelektronik misalnya solar cell, sensor gas, LED dan *piezoelectric transducers*.

^[12] *Exciton binding energy* dari ZnO yang besar yaitu 60 meV menyebabkan

excitonic transition dapat terjadi pada temperatur ruang dan keadaan eksitasi yang stabil pada temperatur ruang. ^[13] ZnO juga memiliki sifat ramah lingkungan sehingga dapat diaplikasikan untuk *bio-application* seperti *bioimaging*, *drug delivery*, *antimicrobial agent*, dan pendeteksi kanker. ^[14,15]

Selain ranah aplikasi yang luas, partikel nano ZnO juga memiliki keunggulan dalam proses sintesisnya. Ada berbagai macam metode sintesis yang dapat digunakan untuk menghasilkan nanopartikel ZnO. Berbagai penelitian menyatakan bahwa metode sol-gel, *thermal evaporation*, *spray pyrolysis*, CVD, *magnetic sputtering* dan *pulsed laser deposition* dapat digunakan untuk mensintesis nanopartikel ZnO. ^[16-21] Namun yang menjadi keunggulan utama dari nanopartikel ZnO adalah kelayakannya untuk difabrikasi melalui metode sintesis yang konvensional seperti metode kimiawi basah dan *ball milling*.

Ada beberapa bentuk kristal ZnO yang berhasil ditemukan antara lain, yang berdimensi satu (1-D) *rod*, *tube*, *wire*, dan *nail*, berdimensi dua (2-D) *sheet*, *hexagon*, *tower*, dan *comb*, dan berdimensi tiga (3-D) *flower*. ^[22] Di antara ketiga bentuk kristal ini, ZnO yang berdimensi satu paling sering digunakan dalam berbagai aplikasi komersil seperti *field emission flat panel display*, sumber x-ray dan *vacuum microwave amplifier* karena memiliki sifat fisik yang baik dan menghasilkan emisi yang efisien. ^[23]

2.2 Nanopartikel ZnO untuk pelabelan sel

Berkembangnya teknologi nano di era globalisasi ini memberikan harapan yang tinggi bagi bidang ilmu biologi dan kedokteran. Banyak peneliti yang memprediksikan bahwa nanoteknologi dapat mengatasi permasalahan-permasalahan dalam sistem biologis yang terjadi dalam skala nano. *Nanomedicine*, gabungan dari sains dan teknik dalam skala nanometer untuk aplikasi biomedis, telah menarik perhatian yang cukup besar di bidang nanoteknologi. Tidak mengherankan bahwa nanomaterial dapat berinteraksi dengan sistem biologis pada tingkat molekuler mengingat bahwa ukuran elemen fungsional biologis berada di kisaran nanometer. Selain itu, nanomaterial mempunyai sifat elektronik,

optik, magnetik dan struktur yang tidak bisa didapat pada material yang ruah. Sifat-sifat yang unik ini dapat dibuat dengan tepat melalui berbagai teknik yang inovatif. Namun, ada beberapa syarat yang harus dipenuhi supaya nanomaterial dapat digunakan dalam sistem biologis dan bidang kedokteran. Syarat-syaratnya antara lain:

- Nanomaterial harus didesain untuk dapat berinteraksi dengan protein dan sel tanpa mengganggu aktivitas biologisnya
- Nanomaterial harus dapat mempertahankan sifat-sifat fisik mereka setelah modifikasi permukaan
- Tidak beracun

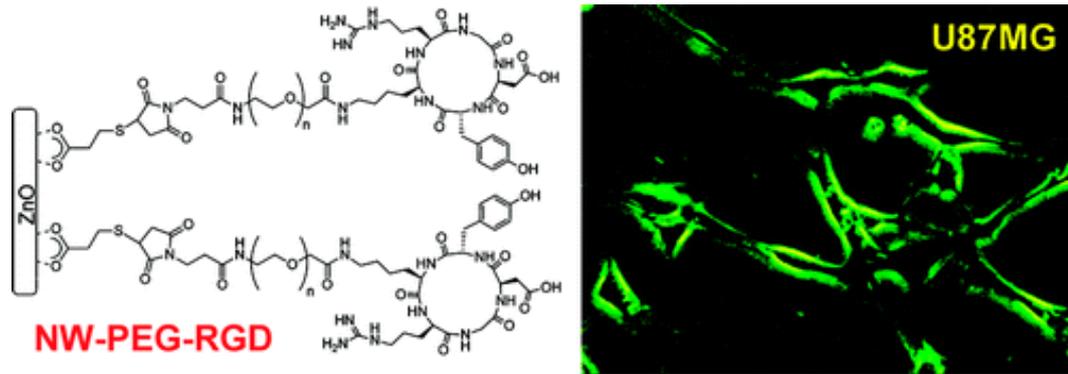
Salah satu aplikasi dari nanoteknologi dalam bidang ilmu biologi dan kedokteran adalah sebagai *contrast agent* untuk pelabelan sel. Proses pelabelan sel menjadi penting untuk mengetahui struktur internal sel makhluk hidup dan mendeteksi ketidakabnormalan dari suatu sel. Teknik pelabelan sel yang umum digunakan adalah *Magnetic Resonance Imaging* (MRI). Untuk memberikan hasil yang baik digunakan *contrast agent* yang berfungsi untuk meningkatkan visibilitas struktur internal tubuh dalam pencitraan MRI. *Contrast agent* yang digunakan terbagi menjadi dua jenis yaitu paramagnetic (*T1 agent*) dan superparamagnetic (*T2 agent*). Yang termasuk dalam jenis paramagnetic adalah ion logam yang tidak memiliki pasangan elektron misalnya Gd^{2+} , Mn^{2+} dan Fe^{3+} . Namun, muncul permasalahan utama dari *contrast agent* paramagnetic adalah sifat racunnya.

Sedangkan contoh *contrast agent* superparamagnetic adalah nanopartikel iron oxide. Efek kontras dari partikel besi antara sel yang terlabel dan sel yang tidak dilabel lebih kuat dibandingkan dengan paramagnetic agent. Walaupun memberikan hasil gambar yang lebih baik, partikel iron oxide membutuhkan modifikasi permukaan untuk meningkatkan efisiensi serapan dengan efek merusak sel yang minim. Modifikasi permukaan yang dilakukan antara lain melapisi iron oxide dengan dextran atau mengenkapsulasi dengan polimer untuk meningkatkan stabilitas serta mencegah terjadinya agregasi.^[24-25]

Nanopartikel iron oxide telah digunakan secara luas sebagai *contrast agent* karena sifatnya dapat disesuaikan untuk aplikasi spesifik dan tidak beracun. Tetapi, beberapa tahun terakhir mulai berkembang penelitian mengenai nanopartikel ZnO sebagai alternatif dari nanopartikel iron oxide. Nanopartikel ZnO dipilih sebagai zat alternatif karena sifatnya yang tidak beracun dan mampu mengemisikan warna hijau di bawah sinar UV dimana kedua sifat ini sangat dibutuhkan dalam aplikasi pelabelan sel.

Walaupun partikel nano ZnO mampu mengemisikan warna hijau, masih terdapat berbagai permasalahan. Pertama, masih ada keterbatasan warna emisi dari partikel ZnO yang disebabkan cacat permukaan.^[6] Masalah berikutnya adalah kestabilan ZnO di dalam air. Dijelaskan bahwa konsentrasi kesetimbangan ion Zn dalam air sangat tinggi pada range pH yang tinggi.^[7] Hal ini menyebabkan nanopartikel ZnO mudah larut dalam range pH yang tinggi. Untuk mengatasi kedua permasalahan ini dapat dilakukan modifikasi permukaan partikel nano namun partikel nano ZnO akan kehilangan originalitas emisi cahaya hijaunya.

Beberapa peneliti mengatakan bahwa faktor yang mempengaruhi emisi dari partikel nano ZnO adalah kekosongan oksigen pada permukaan (*surface oxygen vacancies*).^[6,8,9] Kekosongan oksigen ini berkaitan dengan ikatan OH⁻ dan H⁺ di permukaan. Dengan melakukan modifikasi ikatan OH⁻ dan H⁺ di permukaan melalui penyesuaian pH, kekosongan oksigen pada permukaan dapat diatasi sehingga emisi warna partikel nano ZnO dapat diperbaiki. Untuk menstabilkan nanopartikel ZnO dalam air, serbuk nanopartikel yang diperoleh dapat dilapisi dengan silika atau polimer untuk membentuk nanopartikel ZnO@SiO₂ *core shell*. Contoh pelabelan sel oleh nanopartikel ZnO ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 ZnO nanowire yang biokompatibel, stabil terhadap air dan tidak beracun mampu mendeteksi sel kanker^[26]

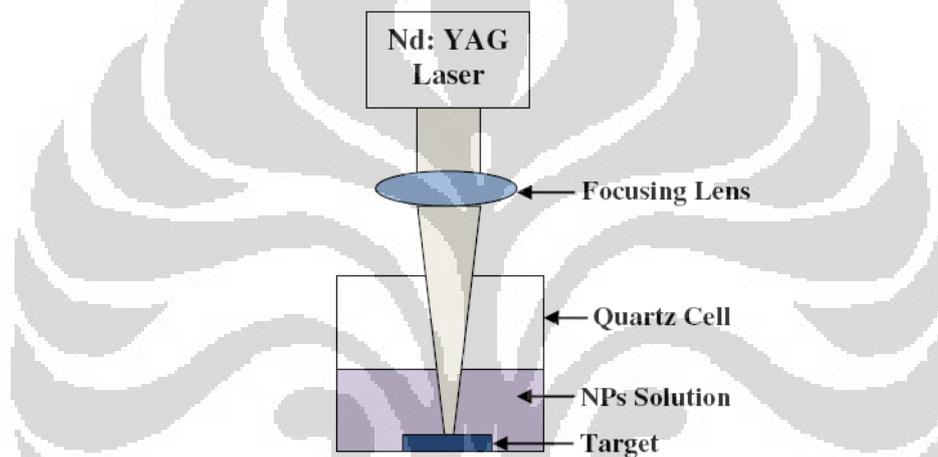
Joshi *et.al.*^[27] menunjukkan bahwa dengan ukuran 5 nm, nanopartikel ZnO yang dilapisi dengan polimer mampu mengemisikan warna hijau-kuning yang kuat. Dari hasil penelitian Xiong^[28], nanopartikel ZnO yang dilapisi poly(MMA-co-PEG-MEMA) dengan ukuran 3-4 nm berhasil mengemisikan warna hijau dan menghasilkan *photoluminescence* yang stabil di air. Nanopartikel ZnO ini juga berhasil melabel sel hepatoma manusia secara efisien dengan menggunakan konsentrasi 0,1 mg/ml. Medintz *et.al.*^[29] menunjukkan bahwa nanopartikel yang berukuran lebih dari 25 nm tidak cocok untuk diaplikasikan dalam bidang biologis dan medis, terutama pelabelan sel, karena akan mempengaruhi fungsi biologis sel tubuh.

2.3 Metode-metode sintesis nanopartikel ZnO

Terdapat berbagai metode sintesis yang telah digunakan untuk menghasilkan nanopartikel ZnO dan memiliki keunggulan dan kelemahan masing-masing. Pemilihan metode sintesis didasarkan atas aplikasi dari nanopartikel ZnO, misalnya untuk aplikasi optoelektronik diperlukan struktur nanorods ZnO. Beberapa metode yang berhasil dalam menciptakan nanopartikel ZnO di antaranya adalah *pulsed laser deposition*, *thermal evaporation*, *laser ablation-assisted CVD*, dan kimiawi basah.

2.3.1. Pulsed Laser Deposition

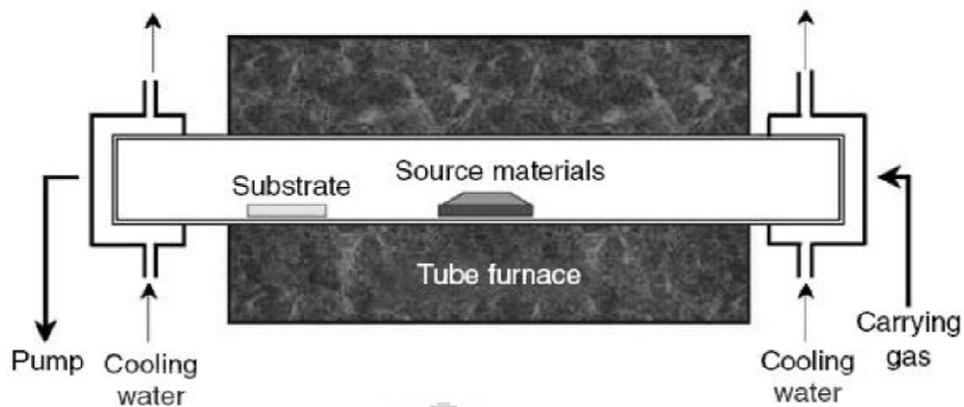
Metode Pulsed Laser Deposition in Liquid merupakan salah satu metode yang menarik perhatian publik nanoteknologi karena teknik ini berhasil memproduksi nanopartikel ZnO dengan cara iradiasi Zn di dalam larutan dengan gelombang sinar laser berkekuatan tinggi.^[30-31] Keunggulan dari metode ini adalah nanopartikel ZnO yang dihasilkan mempunyai tingkat kemurnian yang tinggi karena hanya mempunyai satu target yaitu Zn.^[32] Keunggulan lain adalah metode ini sederhana, tidak mahal dan hanya membutuhkan sedikit bahan kimia. Skematis proses Pulsed Laser Ablation diperlihatkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Skematis proses Pulsed Laser Ablation^[32]

2.3.2. Thermal Evaporation

Thermal evaporation (evaporasi termal) merupakan salah satu cara fabrikasi nanostuktur yang paling populer dan berhasil untuk fabrikasi nanostuktur dalam berbagai karakteristik. Dasar dari proses ini adalah mensublimasi material sumber menjadi berbentuk bubuk pada temperatur tinggi dan mendeposisikan bubuk tersebut pada substrat untuk menghasilkan bentuk nanostuktur yang diinginkan. Skematis proses ditunjukkan pada Gambar 2.4.

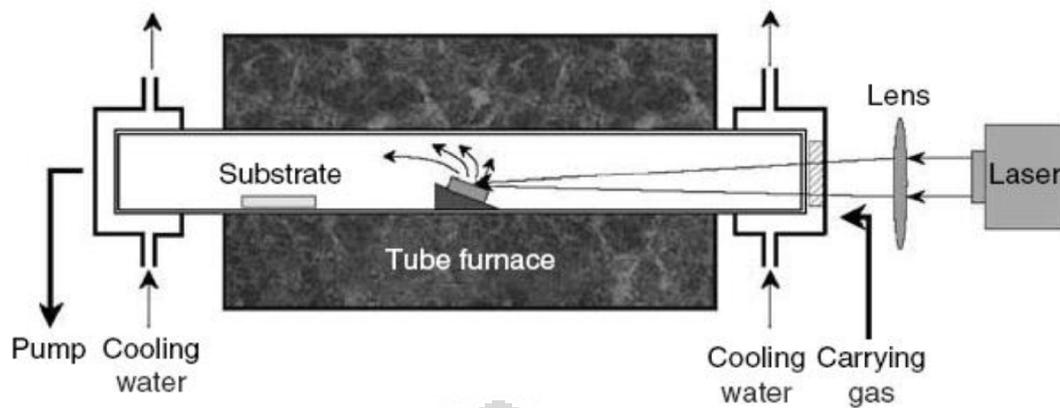


Gambar 2.4. Skema proses Evaporasi Termal^[33]

Proses sintesis dilakukan di alumina atau quartz tube, yang diletakkan horizontal pada dapur. Bubuk oksida dengan tingkat kemurnian yang tinggi kemudian diletakkan di tengah-tengah tube, yang memiliki suhu paling tinggi. Substrat, sebagai tempat melekatnya material nanostruktur diletakkan pada daerah aliran gas. Substrat yang digunakan dapat berupa *silicon wafer*, *polycrystalline alumina*, atau *single crystal alumina (sapphire)*. Kedua ujung dari tube akan ditutupi oleh tutup yang terbuat dari stainless steel. Pada bagian ujung dari tube akan dilakukan pendinginan pada saat proses berlangsung agar menghasilkan gradien temperatur yang tepat pada tube untuk menghasilkan material nanostruktur.

2.3.3. Laser Ablation – Assisted CVD

Metode ini merupakan salah satu metode yang cukup efektif dalam menciptakan struktur nano dalam satu dimensi (1-D) terutama pada semikonduktor. Pada metode ini, deposisi terjadi secara dua dimensi, dimana target diletakkan pada bagian atas dari tube mengakibatkan sistem ini menggunakan kombinasi dari *pulse laser* dan *thermal evaporation* dengan beberapa modifikasi, seperti terlihat pada Gambar 2.5. Material sumber (*source material*) dilekatkan ke alumina krusibel dengan sudut 45° terhadap sinar laser.



Gambar 2.5 Skema proses Laser ablation – assisted CVD^[33]

Proses ini serupa dengan proses thermal evaporation. Temperatur dapur yang digunakan pada proses ini berkisar antara 500 sampai 800⁰C. Ketika suhu dan temperatur yang digunakan tercapai, sinar laser ditembakkan ke arah target (*source material*) sampai menguap. Uap tersebut akan dideposisikan dengan cepat di substrat dengan bantuan katalis logam. Jika temperatur deposisinya rendah dan jarak antar material sumber dan substrat terlalu jauh, uap tersebut akan mengalami nukleasi homogen dan pertumbuhan selama proses perpindahan tersebut, dan bentuk akhir dari nanostruktur akan diterima oleh substrat.

Metode *laser ablation* dapat digunakan dalam fabrikasi nanostruktur untuk material dengan komposisi kimia yang kompleks. Dengan penggunaan sinar laser berkekuatan besar, material sumber dapat disublimasi pada suhu yang relatif rendah. Tanpa mengubah jenis tube dan temperatur deposisi, kepadatan dari uap yang dihasilkan dapat diatur dengan memvariasikan kekuatan dan frekuensi dari sinar laser sehingga mencapai ukuran dan optimum growth control.

2.3.4. Metode Kimiawi Basah

Metode evaporasi dan kondensasi paling banyak digunakan dalam fabrikasi nanopartikel karena proses sederhana dan produk yang berkualitas. Tetapi, metode tersebut membutuhkan temperatur tinggi dan penggunaan katalis kadang kala menghasilkan cacat yang tidak diinginkan. Oleh karena itu, dibutuhkan suatu proses yang membutuhkan temperatur sintesis rendah. Metode kimiawi basah,

baik metode sol-gel maupun presipitasi adalah jawaban yang ditawarkan terhadap masalah tersebut.^[34]

Metode kimiawi basah menghasilkan nanopartikel dengan kualitas yang paling baik di antara metode sintesis lainnya.^[35] Beberapa keunggulan metode kimiawi basah diantaranya adalah:

1. Hasil nanopartikel sudah dalam bentuk terdispersi sehingga dapat direkayasa gaya *inter-particle* yang tinggi untuk mencegah terjadinya aglomerasi.
2. Pembentukan agregat dapat dikurangi atau dieliminasi dengan cara enkapsulasi menggunakan elemen organik.
3. Komposisi kimia dan morfologi nanopartikel dapat dikontrol

Metode kimiawi basah dengan teknik presipitasi merupakan alternatif proses yang menarik perhatian karena proses sederhana, murah, temperatur sintesis yang rendah, peralatan yang digunakan sederhana, dan kemudahan dalam mengontrol setiap tahapan proses.^[36] Secara singkat proses metode presipitasi adalah larutan yang mengandung ion berbeda dicampur dan dilakukan proses *mixing* sehingga membentuk presipitat. Proses *mixing* dilakukan di bawah temperatur dan tekanan yang dikontrol. Hasil dari reaksi ini akan mengandung nanopartikel dengan ukuran kristalit yang lebih kecil daripada hasil proses sol-gel.

Penelitian ini terfokus pada preparasi metode presipitasi dari partikel ZnO menggunakan LiOH sebagai sumber alkalin. Metode preparasi oleh Spanhel dan Anderson^[37] menunjukkan alur sederhana untuk pembentukan *quantum size* partikel ZnO. Nanopartikel ZnO disintesis dengan menambahkan larutan LiOH dan Zn-asetat dalam pelarut ethanol. Sejak saat itu, metode ini digunakan secara luas untuk menghasilkan nanopartikel ZnO.

2.4 Perlakuan Anil dan Hidrotermal

Anil adalah proses perlakuan panas dimana material dipanaskan hingga mencapai temperatur tinggi dan didinginkan secara perlahan-lahan. Pada logam, anil

dilakukan dengan tujuan menghilangkan tegangan, meningkatkan keuletan dan ketangguhan serta untuk menghasilkan struktur mikro tertentu. Pada partikel nano, proses anil akan mempengaruhi ukuran partikel dan tingkat kristalinitasnya. Temperatur anil yang semakin meningkat akan menyebabkan ukuran partikel bertambah besar.^[38] Hao Zheng *et.al.*^[39] juga menyatakan bahwa semakin tinggi temperatur anil menyebabkan jarak *inter-particle* berkurang sehingga nanopartikel beragregat membentuk partikel polikristalin dan akhirnya terbentuk partikel *single crystal* yang lebih besar.

Pada penelitian yang dilakukan oleh Hernandez^[40], dijelaskan bahwa absorpsi dari nanopartikel Cu akan mengalami peningkatan dengan meningkatnya temperatur anil. Lebih lanjut dijelaskan bahwa terjadi pergeseran panjang gelombang ke arah yang lebih besar dengan meningkatnya temperatur anil yang disebabkan pembentukan nanopartikel Cu yang lebih besar.

Proses hidrotermal telah dikenal sejak tahun 1839, berawal dari seorang ahli kimia berkebangsaan Jerman bernama Robert Bunsen yang menggunakan larutan *aqueous* pada suhu di atas 200°C dan tekanan 100 bars untuk menumbuhkan kristal barium carbonate dan strontium carbonate. Proses hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode untuk mensintesis kristal yang bergantung dari kelarutan mineral dalam air pada suhu tinggi dan di bawah tekanan tinggi. Peralatan yang digunakan untuk melakukan proses hydrothermal dinamakan autoclave.

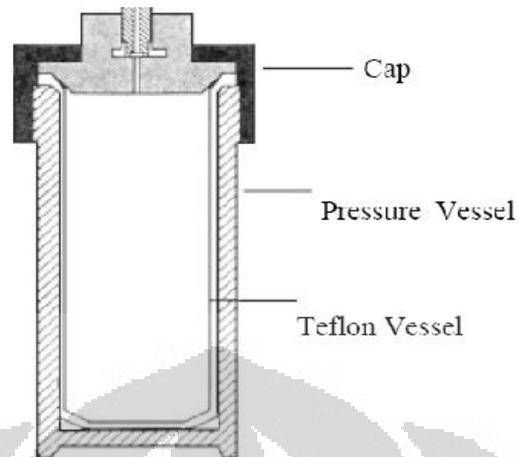
Proses hidrotermal dapat diaplikasikan untuk menghasilkan berbagai jenis senyawa misalnya senyawa logam, oksida maupun senyawa kompleks dengan pemberian temperatur dan tekanan tinggi. Pada proses pembentukan partikel nano, proses hydrothermal merupakan salah satu metode sintesis yang menjanjikan karena temperatur proses rendah dan sangat mudah untuk mengontrol ukuran partikel.

Metode ini memiliki banyak keuntungan diantaranya:

1. Mampu menghasilkan produk kristal homogen yang dapat dicapai pada temperatur yang cukup rendah (dibawah 150°C) dengan derajat kristalinitas yang tinggi
2. Dapat mengurangi penggumpalan (agglomeration) di antara partikel
3. Mampu menghasilkan distribusi ukuran partikel yang relatif seragam (*narrow*)
4. Morfologi partikel yang terkontrol dan kemurnian produk yang tinggi

Metode hidrotermal merupakan salah satu diantara berbagai macam teknik kristalisasi dan menjadi salah satu bagian terpenting pada penelitian ini. Tujuannya tak lain untuk mendapatkan tingkat kristalinitas yang tinggi padalapisan tipis seng oksida. Aneesh *et.al.*^[41] menunjukkan bahwa ukuran partikel nano ZnO dapat dikontrol melalui proses hidrotermal dengan mengatur temperatur reaksi, waktu dan konsentrasi prekursor. Semakin tinggi temperatur proses hidrotermal dan konsentrasi prekursor, ukuran nanopartikel ZnO bertambah.

Pertumbuhan kristal ini terjadi di dalam sebuah alat yang terbuat dari tabung baja yang dinamakan *autoclave*. Umumnya alat ini berupa silinder berdinding tebal yang memiliki hermetic seal dengan tujuan tahan terhadap temperatur tinggi serta tekanan dalam periode waktu tertentu. Untuk mencegah terjadinya reaksi antara dinding bagian dalam dengan zat yang dimasukkan, maka autoclave ini harus inert terhadap larutan (*solvent*). Hal ini sangat penting untuk diperhatikan, terlebih lagi dalam beberapa kasus zat yang dimasukkan bersifat korosi. Untuk mencegah korosi ini, umumnya autoclave diberi tambahan berupa protective-insert. Insert ini dapat terbuat dari tembaga, perak, emas, titanium, platina, kaca, kuarsa atau teflon, tergantung temperatur yang digunakan. Bagian umum sebuah autoclave diperlihatkan pada Gambar 2.6 di bawah ini.



Gambar 2.6 Skematis hidrotermal^[42]

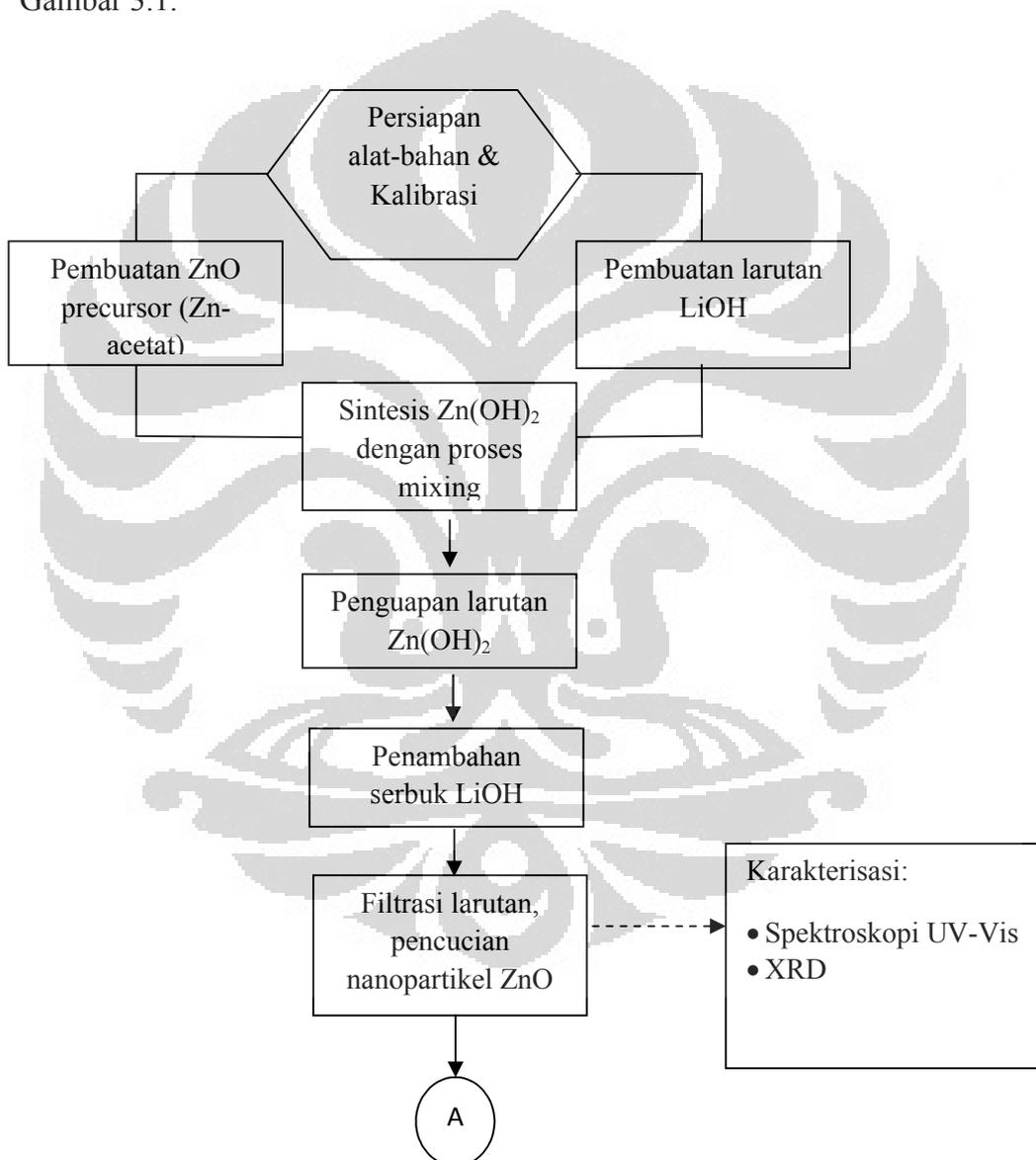
Hipotesis yang ingin dibuktikan dari penelitian ini adalah adanya variasi temperatur anil akan diperoleh partikel nano dengan ukuran kristalit yang berbeda dan kristalinitas yang tinggi. Adanya perlakuan lanjutan berupa proses hidrotermal diharapkan kristalinitas partikel nano yang terbentuk bertambah. Dengan meningkatnya kristalinitas partikel, diharapkan partikel nano ZnO tetap dapat mengemisikan cahaya hijau.

BAB III

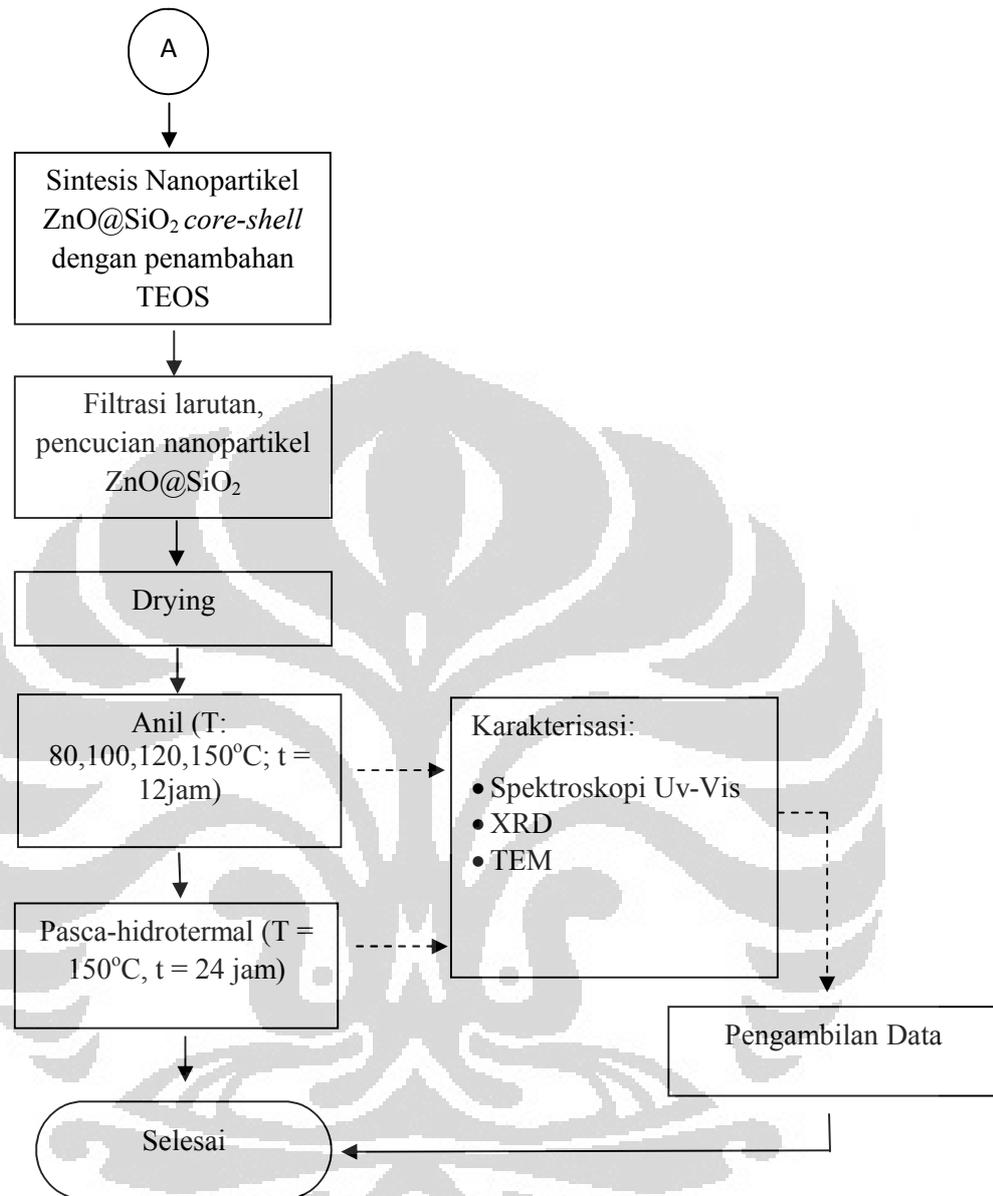
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Eksperimen

Tahapan proses eksperimen yang dilakukan selama penelitian ini ditunjukkan oleh Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alir Eksperimen



Gambar 3.1. Diagram Alir Eksperimen (lanjutan)

3.2 Alat dan Bahan

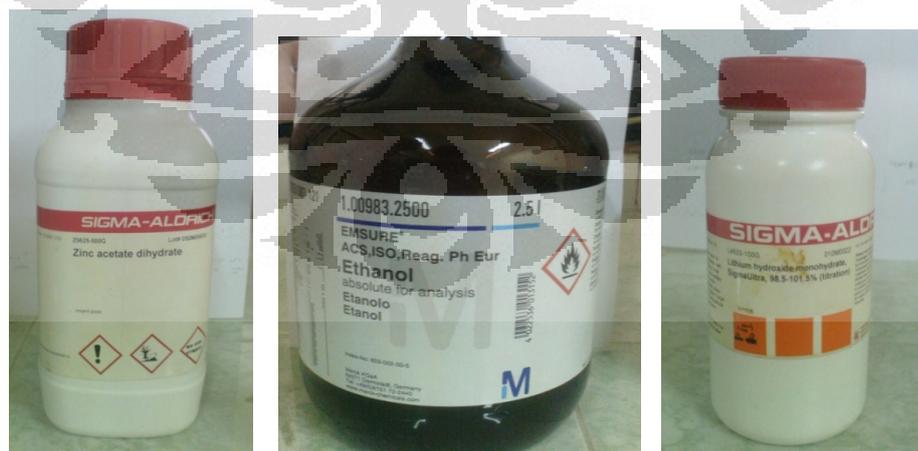
Pembuatan Larutan $\text{Zn}(\text{OH})_2$

Bahan:

- 0,04 g $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Gambar 3.2 a)
- 0,036 g LiOH (Gambar 3.2 c)
- 40 mL ethanol (Gambar 3.2 b)
- Aquades

Alat:

- Timbangan Digital
- *Magnetic Stirrer*
- *Magnetic Bar*
- Labu Erlenmeyer 100 mL
- Gelas Ukur 50 mL
- Buret 50 mL
- Pipet Tetes
- Spatula
- pH Universal
- Kertas Parafilm
- *Hair Dryer*



(a)

(b)

(c)

Gambar 3.2 Zat yang digunakan dalam pembuatan larutan $\text{Zn}(\text{OH})_2$. (a) $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (b) Ethanol (c) LiOH

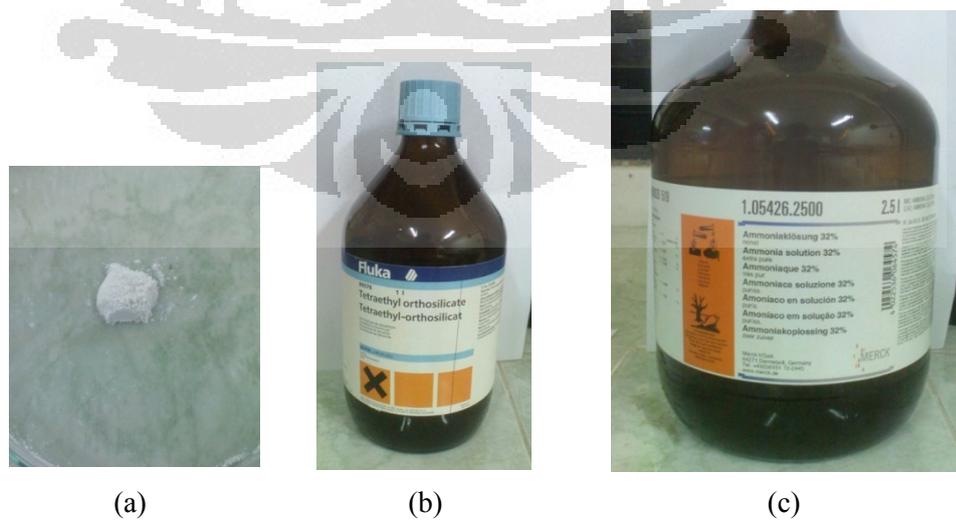
Pembuatan Larutan ZnO@SiO₂

Bahan:

- 0,02 g ZnO (Gambar 3.3 a)
- 0,06 mL *Tetraortho Silicate* /TEOS (Gambar 3.3 b)
- 4 mL Aquades
- 5 mg NH₄OH (Gambar 3.3 c)
- 30 mL Ethanol

Alat:

- Timbangan Digital
- *Ultrasound Cleaner*
- *Magnetic Stirrer*
- *Magnetic Bar*
- Labu Erlenmeyer 100 mL
- Gelas Ukur 50 mL
- Cawan Petri
- Pipet Tetes
- Spatula
- Hydrothermal Container
- Oven
- pH Universal
- Kertas Parafilm
- *Hair Dryer*



Gambar 3.3 Zat yang digunakan dalam pembuatan larutan ZnO@SiO₂. (a) Serbuk ZnO (b) TEOS (c) Amonia

3.3 Prosedur Penelitian

Rangkaian penelitian ini dibagi atas beberapa tahapan sesuai dengan Gambar 3.1, yaitu sintesis Zn(OH)_2 dengan proses Mixing, pembuatan serbuk ZnO , sintesis nanopartikel ZnO@SiO_2 *core-shell* dan karakterisasi nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO_2 .

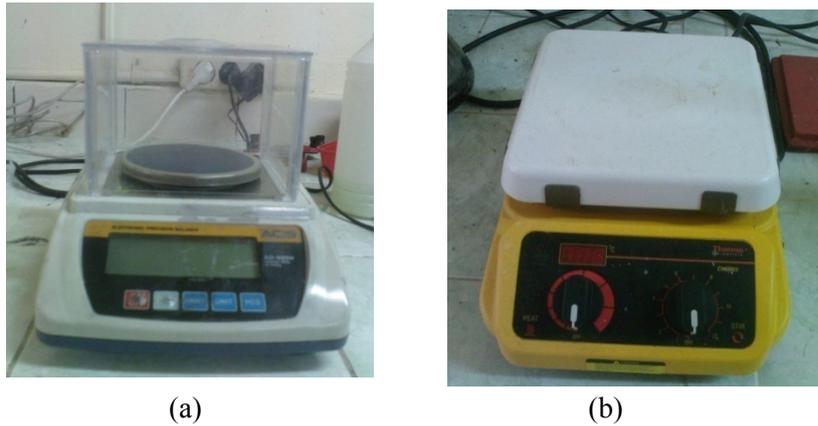
3.3.1 Sintesis Zn(OH)_2 dengan Proses Mixing

Proses pembuatan nanopartikel ZnO dilakukan dengan metode presipitasi. Diharapkan diperoleh endapan ZnO dengan kondisi pH larutan 10 agar didapatkan ukuran nanopartikel ZnO yang kecil.

Langkah awal proses sintesis Zn(OH)_2 yaitu:

- Penimbangan 0,04 gram serbuk $\text{Zn(CH}_3\text{COO)}_2$ pada labu erlenmeyer A dan dilarutkan dengan 20 mL ethanol
- Penimbangan 0,036 gram LiOH pada labu erlenmeyer B dan dilarutkan dengan 20mL ethanol.

Proses penimbangan dilakukan dengan menggunakan timbangan digital (Gambar 3.4 a) sedangkan proses pelarutan kedua serbuk dilakukan dengan magnetic stirrer (Gambar 3.4 b). Setelah larut sempurna, dilakukan pencampuran larutan $\text{Zn(CH}_3\text{COO)}_2$ -ethanol ke dalam larutan LiOH -ethanol secara *dropwise* dengan menggunakan buret. Proses pencampuran dilakukan dengan kondisi larutan LiOH -ethanol dalam keadaan stirring. Proses stirring ini dilakukan selama ± 2 jam. Selanjutnya, akan terbentuk larutan keruh yang menandakan terbentuknya endapan Zn(OH)_2 . Setelah proses, dilakukan pengecekan pH dengan menggunakan pH universal dan diperoleh pH larutan sebesar 12.



Gambar 3.4 (a) Timbangan Digital (b) Magnetic Stirrer

Langkah selanjutnya adalah penguapan larutan dengan cara memanaskan larutan pada suhu $\pm 100^{\circ}\text{C}$ hingga volume larutan menjadi setengah dari volume awal. Kemudian ditambahkan serbuk LiOH sebanyak 0,03 mg dan ethanol sebanyak 60 mL kedalam larutan. Selanjutnya, dilakukan proses stirring hingga serbuk LiOH larut dan dilakukan pengecekan pH. pH yang diperoleh adalah 10. Setelah diperoleh pH 10, larutan tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring. Endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan ethanol sebanyak 3 kali.

3.3.2 Pembuatan Serbuk ZnO

Endapan yang diperoleh dari proses sintesis $\text{Zn}(\text{OH})_2$ disentrifuge sebanyak tiga kali agar endapan terbebas dari kontaminan-kontaminan. Selanjutnya, endapan diletakkan di cawan petri dan dikeringkan pada suhu ruang. Endapan yang telah kering berbentuk serbuk yang kemudian dihaluskan dengan menggunakan mortar. Serbuk yang halus ini adalah padatan nanopartikel ZnO.

3.3.3 Sintesis Nanopartikel $\text{ZnO}@\text{SiO}_2$ core shell

Untuk memperoleh nanopartikel $\text{ZnO}@\text{SiO}_2$ core shell dilakukan penambahan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) pada serbuk ZnO. Langkah awal adalah menimbang serbuk ZnO sebanyak 0,02 g di atas labu erlenmeyer dengan timbangan digital. Kedalam labu tersebut, ditambahkan 20 mL ethanol dan 4 tetes

($\pm 0,06$ mL) TEOS. Proses pencampuran dilakukan di atas magnetic stirrer dengan kecepatan stirring berkisar 4. Proses stirring dilakukan selama 5 menit.

Langkah selanjutnya adalah menuangkan larutan ini kedalam labu erlenmeyer yang berisi 4 mL air suling dan dilakukan ultrasonic cleaning selama 10 menit. Perlakuan ultrasonic cleaning ini bertujuan agar tidak terbentuk gumpalan TEOS sehingga TEOS bisa melapisi ZnO dengan sempurna. Saat proses ultrasonic cleaning berlangsung, dipersiapkan 10 mL ethanol dalam labu erlenmeyer lain. Kedalam labu itu, diberikan 1 tetes larutan amonia kemudian diaduk.

Selanjutnya, dilakukan proses stirring pada larutan hasil ultrasonic cleaning. Selagi proses stirring berlangsung, kedalam larutan ini ditambahkan larutan amonia-ethanol secara perlahan. Proses *stirring* ini berlangsung selama 10 menit. Kemudian, larutan dituang ke cawan petri dan dikeringkan dengan menggunakan oven bersuhu 60°C . Proses pengeringan ini dilakukan selama ± 6 jam. Hasilnya adalah berupa padatan nanopartikel ZnO@SiO_2 . Serbuk ini kemudian ditumbuk dengan mortar sehingga diperoleh serbuk ZnO@SiO_2 yang halus.

Serbuk yang terbentuk ini belum tentu murni semuanya, oleh karena itu diperlukan proses lanjutan untuk meningkatkan kemurnian dari serbuk ini. Proses yang dilakukan adalah anil dan pasca-hidrotermal. Proses anil dilakukan selama 12 jam dengan variasi temperatur 80° , 100° , 120° dan 150°C . Pasca-hidrotermal dilakukan selama 24 jam pada temperatur 150°C .

3.3.4 Karakterisasi Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO_2

Ada dua proses karakterisasi nanopartikel yang dilakukan yaitu karakterisasi nanopartikel ZnO dan karakterisasi nanopartikel ZnO@SiO_2 . Untuk karakterisasi nanopartikel ZnO dilakukan uji X-Ray Diffraction dan Spektroskopi UV-Vis. Sedangkan untuk nanopartikel ZnO@SiO_2 dilakukan pengujian TEM, X-Ray Diffraction dan Spektroskopi UV-Vis.

Pada karakterisasi nanopartikel ZnO@SiO_2 digunakan 8 sampel dimana 4 sampel merupakan hasil dari perlakuan anil dengan variasi temperatur dan 4 sampel lagi

merupakan hasil dari perlakuan anil dilanjutkan dengan perlakuan pasca-hidrotermal dengan suhu 150°C. Kode masing-masing sampel ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Kode karakterisasi sampel nanopartikel ZnO@SiO₂ dengan variasi temperatur anil dan perlakuan pasca-hidrotermal

Kode Sampel	Perlakuan	
	Temperatur Anil (°C)	Temperatur Pasca-Hidrotermal(°C)
X1	80	-
X2	100	-
X3	120	-
X4	150	-
Y1	80	150
Y2	100	150
Y3	120	150
Y4	150	150

3.3.4.1. Pengujian TEM

TEM digunakan untuk mengkarakterisasi suatu material, biasanya untuk material yang berukuran nano. Prinsip pengoperasian TEM sama dengan mikroskop cahaya namun TEM menggunakan elektron sebagai sumbernya. Sampel TEM biasanya berukuran kecil dan tipis. TEM terdiri dari *electron gun*, lensa kondenser, tempat spesimen, lensa objektif dan intermediate, proyektor untuk menghasilkan gambar dan pola difraksi.

Berkas elektron ditembakkan dengan *electron gun* dan difokuskan ke sampel dengan bantuan lensa kondenser kemudian elektron ini akan dihamburkan. Elektron yang terhambur ini akan menghasilkan pola difraksi yang ditangkap oleh proyektor.

Pengujian TEM dilakukan di Laboratorium TEM Departemen Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada. Diharapkan dari pengujian TEM diketahui apakah penulis berhasil membuat partikel nano ZnO@SiO₂core shell.

3.3.4.2. Pengujian X-Ray Diffraction

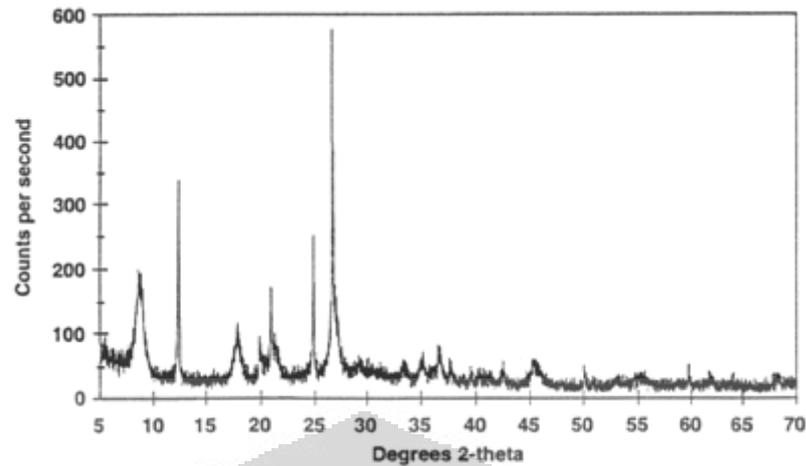
Pengujian X-Ray Diffraction dilakukan di Pusat Laboratorium Terpadu Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah. Uji XRD dilakukan dengan menggunakan alat XRD-7000 Shimadzu., dengan radiasi monokromatik CuK α ($\lambda = 1,54056$ Angstrom). Uji XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Prinsip dasar dari difraksi sinar X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg:

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi dan θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal.

Mengacu pada persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X ditembakkan pada sampel kristal, maka bidang kristal tersebut akan membiaskan sinar-X yang akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Puncak-puncak yang diperoleh dari pengujian ini akan dicocokkan dengan database yang diperoleh dari ICCD (*International Center for Diffraction Data*). Dari hasil pencocokan dengan database, bisa didapatkan fasa yang sesuai dengan sampel nanopartikel ZnO.



Gambar 3.5. Contoh Grafik Hasil Uji XRD^[43]

Untuk mengetahui ukuran kristalit, dapat diestimasi dari lebar puncak dengan menggunakan persamaan Scherrer yaitu.

$$D = \frac{K\lambda}{B \sin \theta_B} \quad (3.2)$$

dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, K adalah konstanta Scherrer ($\approx 0,9$), B adalah lebar keseluruhan dari puncak difraksi maksimum (*full width of height maximum, FWHM*) dan θ_B adalah sudut difraksi.

3.3.4.3. Pengujian Spektroskopi UV-Vis

Pengujian UV-Vis dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia Universitas Indonesia. Karakteristik yang diuji adalah penyerapan (*absorbance*) dari sampel. UV-Vis spektroskopi digunakan untuk mengukur panjang gelombang dan intensitas penyerapan sinar UV dan cahaya tampak. Energi yang diserap terjadi akibat adanya eksitasi elektron dari energi rendah menuju tingkat energi yang lebih tinggi. Untuk menghitung energi celah pita (E_g) digunakan persamaan Planck^[44], yaitu

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} \quad (3.3)$$

dimana h adalah konstanta Planck (6.626×10^{-34} J.s); c adalah kecepatan cahaya (3×10^8 m/s) ; k adalah konversi satuan energi (1.6×10^{-19} eV); λ adalah panjang gelombang (nm) dan E adalah energi celah pita (eV).

Untuk menghitung besar energi celah pita (E_g) diperlukan nilai panjang gelombang. Nilai panjang gelombang diperoleh dari ekstrapolasi linear grafik spektrum intensitas absorbansi untuk titik-titik tertentu. Dari ekstrapolasi ini akan diperoleh persamaan linear $y = mx + c$. Dengan menganggap $y = 0$, akan diperoleh nilai x dimana nilai x ini menunjukkan besar panjang gelombang (nm).



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

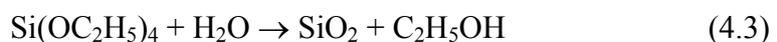
Pada bab ini akan dibahas hasil karakterisasi dari nanopartikel ZnO dan nanopartikel ZnO@SiO₂ serta pengaruh dari parameter proses terhadap ukuran dan kristalinitas dari nanopartikel yang dihasilkan.

4.1 Proses Sintesis Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂

Proses sintesis nanopartikel ZnO dilakukan dengan cara mencampurkan larutan Zn-ac-ethanol secara *dropwise* ke dalam larutan LiOH-ethanol. Hasil dari proses *mixing* ini berupa larutan Zn(OH)₂ yang keruh. Larutan keruh tersebut menandakan adanya presipitat ZnO yang terbentuk. Presipitat tersebut kemudian dikeringkan pada suhu ruang sehingga diperoleh nanopartikel ZnO berbentuk padatan. Reaksi sintesis nanopartikel ZnO yang terjadi dapat dirumuskan sebagai berikut:



Setelah memperoleh padatan nanopartikel ZnO, dilakukan proses enkapsulasi partikel dengan menggunakan silika. Zat yang digunakan sebagai prekursor silika adalah TEOS (*tetraethyl orthosilicate*). Proses sintesis ZnO@SiO₂ diawali dengan penuangan larutan ethanol dan TEOS ke dalam labu erlenmeyer berisi serbuk ZnO. Selanjutnya dilakukan proses stirring selama 5 menit. Hasil dari proses ini adalah larutan yang berwarna keruh. Setelah itu, dilakukan penambahan air suling kedalam larutan. Pada saat ini, TEOS akan bereaksi dengan air membentuk silika. Reaksi pembentukan silika dirumuskan sesuai dengan Persamaan 4.3.



Langkah berikutnya adalah memberikan perlakuan ultrasonic cleaning pada larutan. Perlakuan ultrasonic dimaksudkan agar tidak terjadi gumpalan-gumpalan silika melainkan silika mengenkapsulasi partikel ZnO dengan sempurna. Hasil larutan setelah perlakuan ultrasound tidak jauh berbeda dengan perlakuan sebelum ultrasound, yakni larutan berwarna keruh.

Proses berikutnya adalah penambahan larutan amonia-ethanol secara *dropwise* ke dalam larutan sambil dilakukan proses stirring. Setelah proses stirring selesai, larutan dikeringkan pada suhu 60°C sehingga diperoleh padatan nanopartikel ZnO@SiO_2 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.

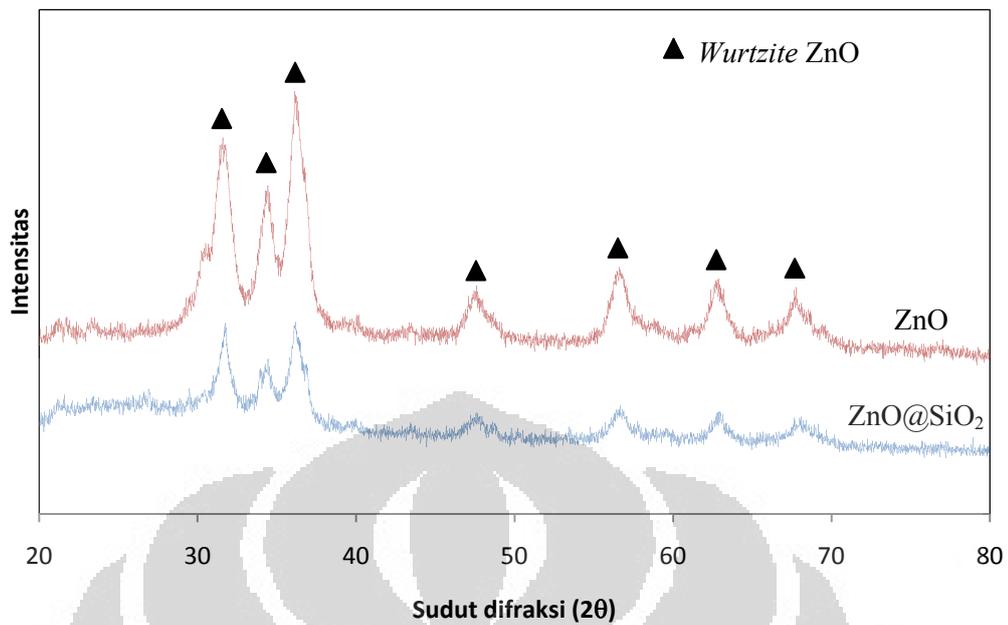


Gambar 4.1 Serbuk ZnO@SiO_2 yang diperoleh melalui metode kimiawi basah dengan teknik presipitasi

4.2 Hasil Pengujian XRD

4.2.1 Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO_2

Hasil XRD dari nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO_2 dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Tampilan pola difraksi nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂

Pengujian XRD ini dilakukan untuk mengetahui kristalinitas dari nanopartikel ZnO dengan pengaruh penambahan silika. Puncak difraksi dari nanopartikel ZnO yang terdeteksi (▲) menunjukkan nilai yang sama dengan database ZnO wurzite. Nilai dari sudut terdeteksi dengan arah kisi kristal nanopartikel ZnO ini dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Nilai 2θ kristal wurzite (ZnO) dengan orientasi kisi kristal yang berbeda-beda

2θ (°)	Arah
31,6	(100)
34,3	(022)
36,3	(101)
47,6	(102)
56,5	(110)
62,8	(103)
67,8	(112)

Setelah dimodifikasi dengan SiO₂, tidak terdapat perbedaan pola difraksi antara ZnO@SiO₂ dengan ZnO murni. Hal ini menunjukkan bahwa SiO₂ tidak mempengaruhi struktur kristal. Dari hasil XRD ZnO@SiO₂, puncak difraksi dari SiO₂ juga tidak terdeteksi. Hal ini disebabkan konsentrasi SiO₂ yang digunakan kecil. Hasil yang sama ditunjukkan oleh Zhang^[45] yang menjelaskan bahwa puncak SiO₂ tidak terdeteksi pada nanopartikel CaCO₃@SiO₂ *core-shell*.

Dengan melakukan proses *fitting* dengan menggunakan program Peakfit atas data hasil difraksi XRD, diperoleh nilai FWHM sampel menurun dimana nilai ini mengindikasikan bahwa terjadi peningkatan besar ukuran kristalit dan nilai kristalinitas sampel. Data FWHM yang berhasil dideteksi dari pola difraksi XRD sampel ZnO dan ZnO@SiO₂ ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Perbandingan nilai FWHM pada tujuh puncak utama difraksi XRD pada sampel ZnO dan ZnO@SiO₂

Bidang Kristal	FWHM	
	ZnO	ZnO@SiO ₂
(100)	1,112	0,648
(002)	0,831	0,687
(101)	0,865	1,283
(102)	1,088	0,867
(110)	1,137	0,946
(103)	0,850	0,856
(112)	1,060	0,809
Rata-rata	0,993	0,871

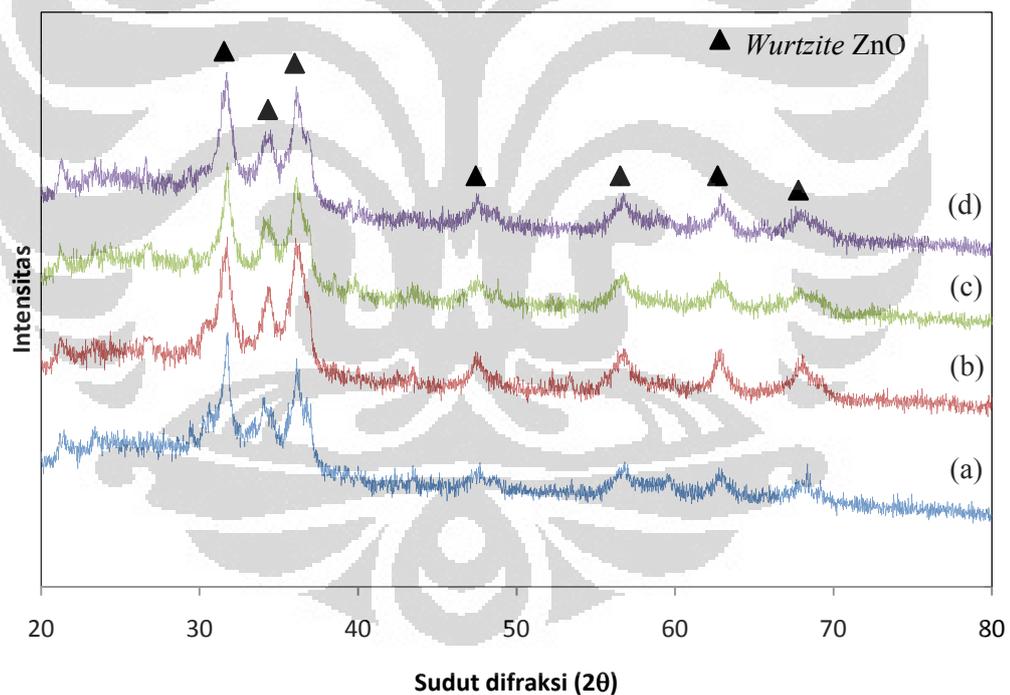
Selanjutnya dilakukan pengolahan data untuk mengukur ukuran kristalit sampel. Hasil ekstrapolasi linear dari tiap FWHM sampel berupa grafik $Br \cos \theta$ terhadap $\sin \theta$ dari sampel ZnO dan ZnO@SiO₂ dapat dilihat pada Lampiran 2. Dengan menggunakan persamaan *Scherrer* dapat dihitung ukuran kristalit sampel dengan mensubstitusi nilai konstanta persamaan linear. Hasil pengolahan data disajikan pada Tabel 4.3 di bawah ini.

Tabel 4.3 Besar ukuran kristalit proses presipitasi

Sampel	k	λ	c	Ukuran kristalit $t = k\lambda/c$
ZnO	0,89	0,15406	0,019	7,886
ZnO@SiO ₂	0,89	0,15406	0,016	8,566

4.2.2 Hasil Anil

Pada pengujian XRD sampel anil akan dibandingkan pengaruh temperatur anil terhadap ukuran kristalit sampel. Terdapat empat sampel sesuai dengan variasi temperatur anil yang dilakukan selama 12 jam. Data XRD dari sampel anil dapat dilihat pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Tampilan pola difraksi sampel anil pada temperatur (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C

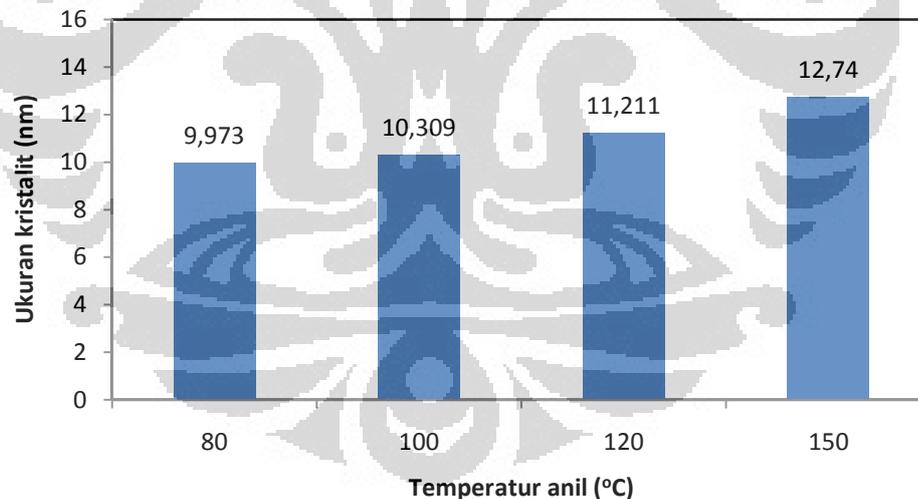
Berdasarkan perbandingan hasil difraksi sampel X1, X2, X3 dan X4, dapat dilihat bahwa keempatnya menunjukkan pola difraksi yang sama. Puncak difraksi yang terdeteksi (▲) menunjukkan puncak dari senyawa ZnO. Puncak difraksi semakin

tajam dengan meningkatnya temperatur anil. Hal ini mengindikasikan terjadi peningkatan ukuran kristalit dan tingkat kristalinitas.

Untuk mengetahui besar ukuran kristalit sampel dilakukan ekstrapolasi linear dari nilai FWHM yang diperoleh pada tiap puncak sampel. Hasil ekstrapolasi dari nilai FWHM dapat dilihat pada Lampiran 2. Hasil pengolahan data besar ukuran kristalit disajikan pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.4.

Tabel 4.4 Hasil pengukuran ukuran kristalit proses presipitasi perlakuan anil

Sampel	k	λ	c	Ukuran kristalit (nm) $t = k\lambda/c$
X1	0,89	0,15406	0,014	9,973
X2	0,89	0,15406	0,013	10,309
X3	0,89	0,15406	0,012	11,211
X4	0,89	0,15406	0,011	12,740



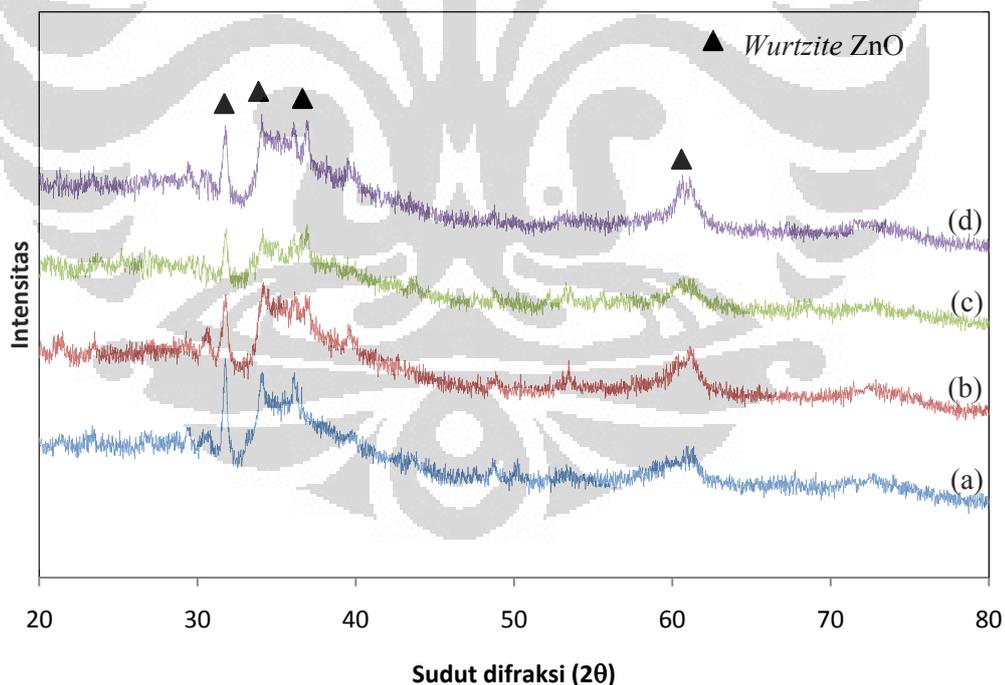
Gambar 4.4 Grafik hasil pengukuran ukuran kristalit proses presipitasi perlakuan anil

Dari Tabel 4.4 dan Gambar 4.4 dapat dilihat terjadi peningkatan ukuran kristalit dari tiap sampel. Hal ini dapat dilihat pula pada grafik yang turut menyatakan peningkatan ukuran kristalit. Pada sampel X1 dengan perlakuan anil temperatur 80°C ukuran kristalit yang diperoleh adalah sebesar 9,973 nm. Ukuran ini terus meningkat seiring dengan peningkatan temperatur anil. Pada sampel X4 yang

diberi perlakuan anil temperatur tertinggi, 150°C , mempunyai ukuran kristalit sebesar 12,740 nm. Hasil yang diperoleh ini bersesuaian dengan literatur.^[38] Pertambahan ukuran kristal terjadi karena adanya pemutusan ikatan Zn dengan senyawa organik, dalam hal ini adalah asetat. Selanjutnya, akan terbentuk ikatan baru antara Zn dan O membentuk ikatan Zn-O-Zn. Akibat proses ini, ukuran kristal akan bertambah besar.

4.2.3 Hasil Pasca-Hidrotermal

Perlakuan pasca-hidrotermal merupakan perlakuan lanjutan setelah anil. Proses pasca-hidrotermal dilakukan pada suhu 150°C untuk tiap sampel selama 24 jam. Pada pengujian XRD pasca-hidrotermal akan dilihat peningkatan ukuran kristalit dari sampel Y1, Y2, Y3 dan Y4. Pola difraksi dari tiap sampel dapat dilihat pada Gambar 4.5



Gambar 4.5 Tampilan pola difraksi dari sampel pasca-hidrotermal 150°C setelah perlakuan anil pada (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C

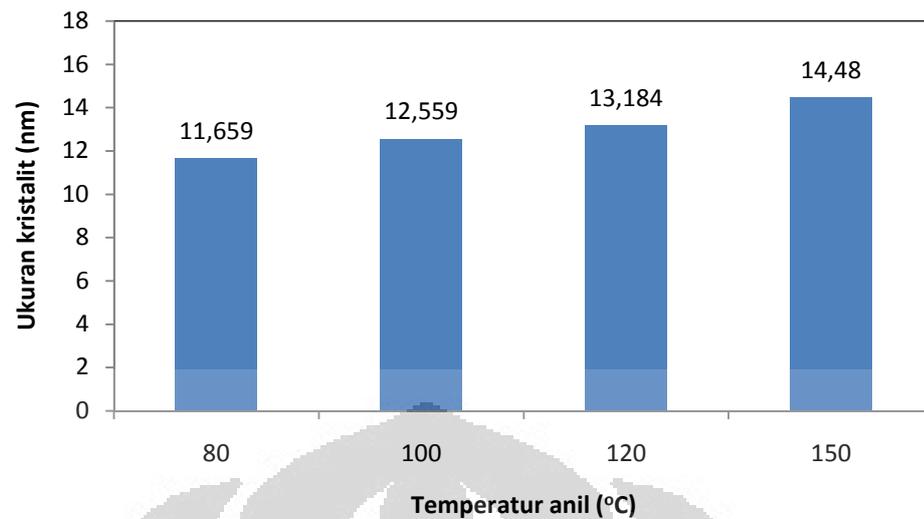
Berdasarkan Gambar 4.5 terlihat bahwa keempat sampel menunjukkan pola difraksi yang sama. Pola difraksi tersebut menunjukkan pola yang sama dengan difraksi senyawa seng oksida. Hal ini menunjukkan bahwa puncak-puncak yang terdeteksi (▲) merupakan milik senyawa seng oksida. Namun, ada puncak senyawa ZnO yang terganggu dan tertutup oleh puncak-puncak lainnya. Hal ini diduga karena terbentuk senyawa baru pada nanopartikel yang dihasilkan sehingga puncak dari senyawa tersebut menghalangi puncak ZnO.

Berdasarkan literatur, perlakuan hidrotermal akan meningkatkan kristalinitas dari suatu partikel.^[41] Peningkatan kristalinitas ditunjukkan dengan puncak difraksi yang semakin tajam. Ketajaman puncak difraksi pada Gambar 4.7 tidak dapat diidentifikasi dengan optimal karena tinggi puncak tiap sampel menunjukkan kisaran angka yang hampir sama. Oleh karena itu, peningkatan kristalinitas akan dikorelasikan dengan besar ukuran kristalit. Semakin besar ukuran kristalit maka kristalinitas suatu partikel akan semakin tinggi.

Untuk mengetahui besar ukuran kristalit, dilakukan ekstrapolasi linear dari nilai FWHM tiap puncak yang terdeteksi. Hasil ekstrapolasi dari nilai FWHM dapat dilihat pada Lampiran 2. Hasil pengolahan besar ukuran kristalit disajikan pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.6.

Tabel 4.5 Hasil pengukuran ukuran kristalit proses presipitasi perlakuan pasca-hidrotermal

Sampel	k	λ	c	Ukuran kristalit (nm) $t = k\lambda/c$
Y1	0,89	0,15406	0,012	11,659
Y2	0,89	0,15406	0,011	12,559
Y3	0,89	0,15406	0,010	13,184
Y4	0,89	0,15406	0,009	14,480



Gambar 4.6 Grafik hasil pengukuran ukuran kristalit perlakuan pasca-hidrotermal 150°C

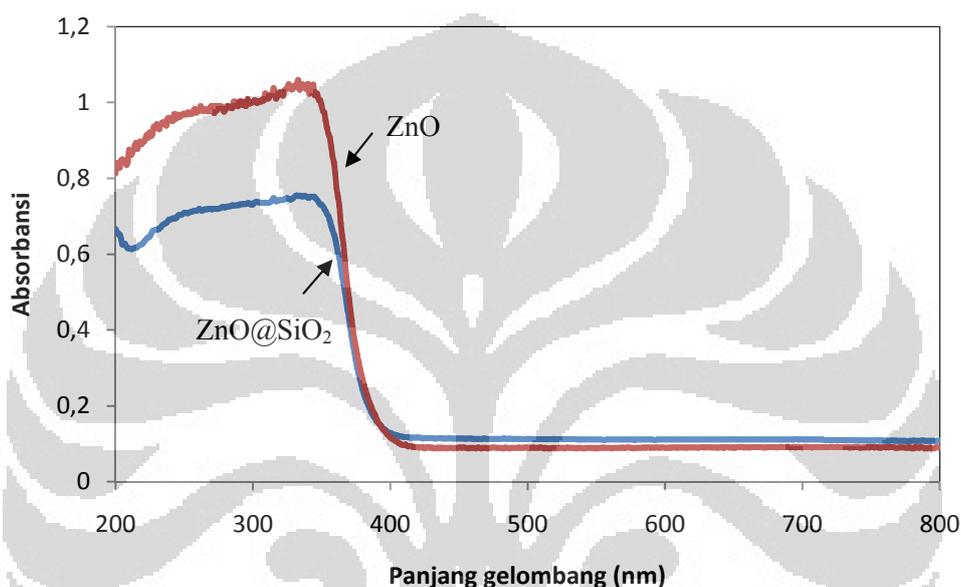
Dari hasil perlakuan pasca-hidrotermal, didapatkan besar ukuran kristalit yang semakin meningkat untuk tiap sampel. Sampel Y1 dimana merupakan hasil anil temperatur 80°C mempunyai ukuran kristalit sebesar 11,659 nm setelah perlakuan pasca-hidrotermal. Sampel Y2 yang merupakan sampel hasil anil temperatur 100°C mempunyai ukuran kristalit sebesar 12,559 nm setelah perlakuan pasca-hidrotermal. Hal yang sama juga terjadi untuk sampel Y3 dan Y4. Ukuran kristalit paling besar ditunjukkan oleh sampel Y4 yang merupakan sampel hasil anil 150°C yaitu 14,480 nm.

Peningkatan ukuran kristalit pada peristiwa pasca-hidrotermal dapat terjadi karena mekanisme pemutusan ikatan amorf senyawa. Dengan adanya senyawa yang tidak berikatan memungkinkan senyawa tersebut membentuk ikatan baru yang lebih teratur. Ikatan yang lebih teratur ini mengakibatkan ukuran kristal pada material menjadi bertambah besar. Hasil ukuran kristalit yang bertambah besar membuktikan bahwa terjadi peningkatan kristalinitas dari sampel.

4.3 Hasil Pengujian UV-Vis Spectroscopy

4.3.1 Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂

Hasil pengujian UV-Vis nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ adalah grafik yang menunjukkan pola intensitas cahaya yang diserap oleh partikel sebagai fungsi dari energi celah pita (eV). Grafik hasil uji dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Hasil spektrum absorbansi dari sampel nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂

Dari Gambar 4.7 dapat dilihat terjadi sedikit perbedaan intensitas absorbansi antara sampel ZnO dan ZnO@SiO₂. Intensitas absorbansi dari sampel ZnO@SiO₂ lebih kecil dibandingkan dengan intensitas sampel ZnO. Hal yang menyebabkan terjadinya penurunan intensitas ini karena ada kandungan silika amorf pada sampel ZnO@SiO₂.

Untuk perhitungan energi celah pita diperlukan suatu pengolahan data dengan pendekatan persamaan linear pada rentang panjang gelombang tertentu. Detail pengolahan data dari sampel ZnO dan ZnO@SiO₂ dapat dilihat pada Lampiran 3. Hasil pengukuran panjang gelombang dari kedua sampel ini disajikan pada Tabel 4.6 di bawah ini.

Tabel 4.6 Pengolahan data linier untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel

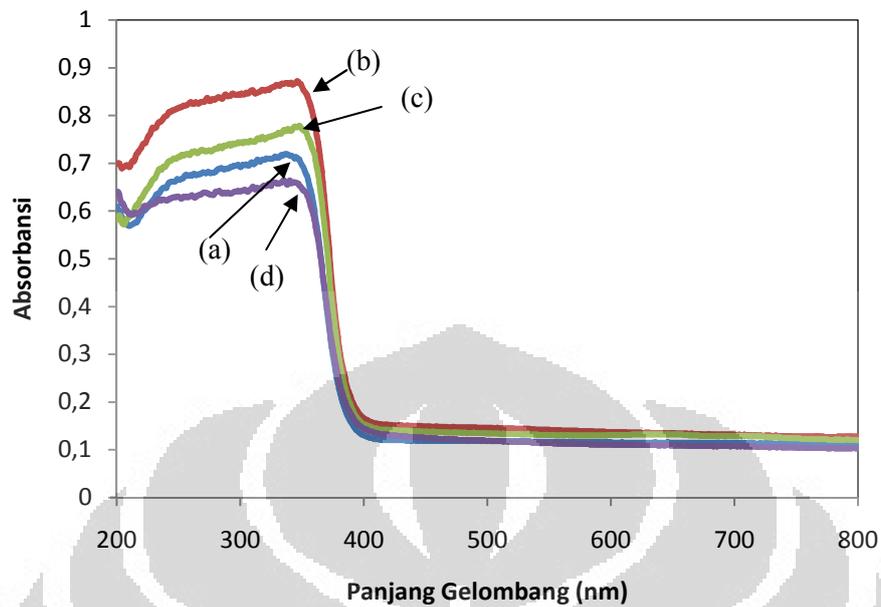
$y = mx + c$	ZnO	ZnO@SiO ₂
m	-0,033	-0,023
c	12,741	9,006
λ (nm)	384,616	388,494
E (eV)	3,224	3,191

Nilai energi celah pita kedua sampel lebih besar dibandingkan energi celah pita partikel ZnO ruah yang bernilai 3,07 eV. Hal ini sesuai dengan prinsip dasar material nano dimana material mempunyai energi celah pita yang lebih besar dibandingkan material ruahnya. Berdasarkan pengolahan data diperoleh bahwa besar energi celah pita untuk sampel ZnO@SiO₂ lebih kecil dibandingkan dengan sampel ZnO. Berdasarkan literatur^[46], energi celah pita akan bertambah besar seiring dengan mengecilnya ukuran partikel. Hasil yang diperoleh sudah sesuai dengan literatur dimana berdasarkan perhitungan besar ukuran kristalit, ukuran partikel ZnO@SiO₂ memang lebih besar dibandingkan ZnO.

4.3.2 Hasil Anil

Grafik hasil uji UV-Vis pada sampel anil dapat dilihat pada Gambar 4.8.

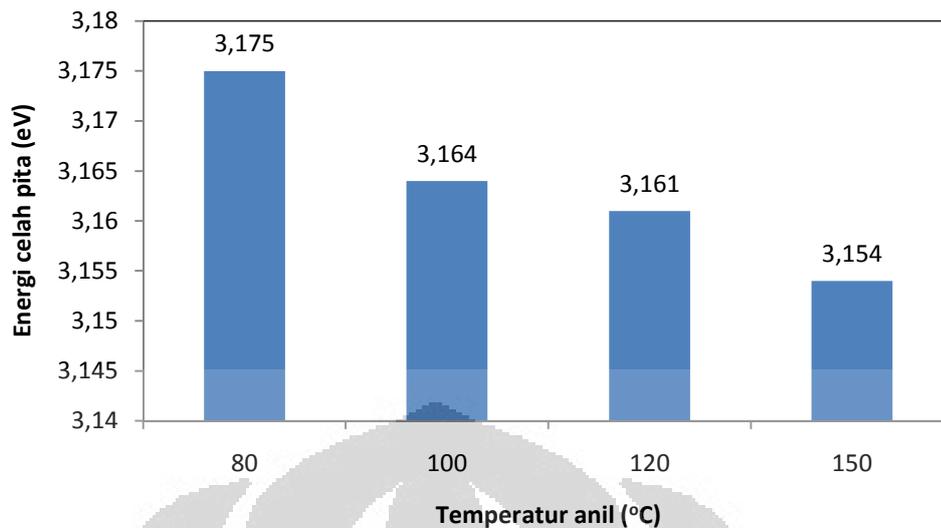
Dari nilai intensitas absorbansi dapat diketahui besar energi celah pita sampel. Untuk perhitungan energi celah pita diperlukan suatu pengolahan data dengan pendekatan persamaan linear pada rentang panjang gelombang tertentu. Pengolahan data yang selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 3. Hasil pengukuran panjang gelombang dari keempat sampel ini diperlihatkan pada Tabel 4.7 dan Gambar 4.9.



Gambar 4.8 Hasil spektrum absorbansi dari sampel hasil anil dengan variasi temperatur anil (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C

Tabel 4.7 Pengolahan data linier untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil anil

$y = mx + c$	X1	X2	X3	X4
m	-0,019	-0,026	-0,023	-0,018
c	7,637	10,210	9,132	6,906
λ (nm)	390,584	391,86	392,3	393,103
E (eV)	3,175	3,164	3,161	3,154



Gambar 4.9 Grafik energi celah pita pada sampel hasil perlakuan anil

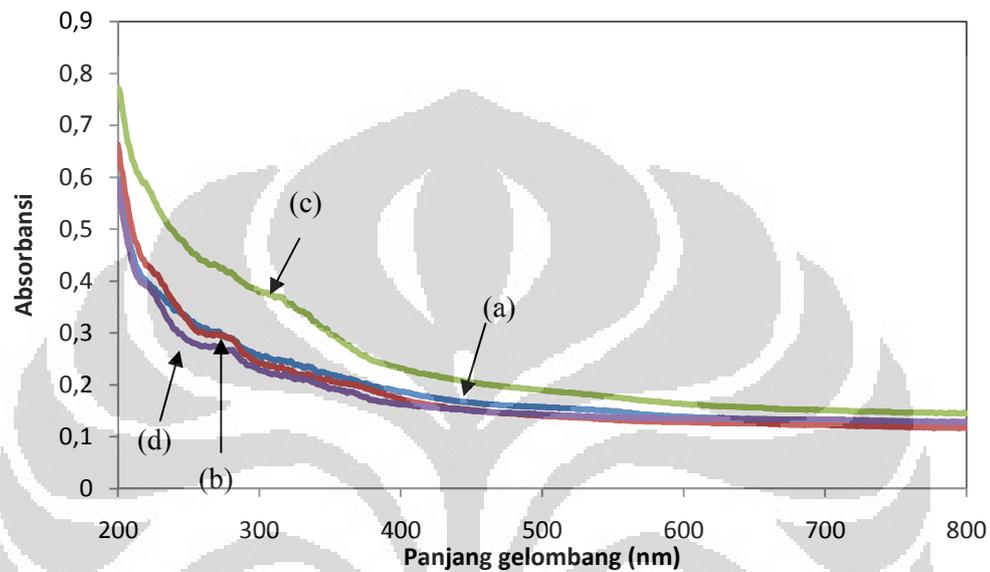
Dengan membandingkan nilai energi celah pita keempat sampel yang mengalami perlakuan anil pada temperatur yang berbeda, maka dapat dilihat bahwa semakin tinggi temperatur anil maka energi celah pita akan semakin kecil nilainya. Hal ini mendukung data besar ukuran partikel dari hasil XRD dimana pertumbuhan dan tingkat kristalinitas nanopartikel ZnO@SiO₂ akan meningkat sehingga energi celah pita akan menurun. Penurunan nilai energi celah pita ini juga disebabkan oleh *quantum size effect* yang memberi pengaruh terhadap sifat-sifat material misalnya sifat optik dan elektrik. *Quantum size effect* menyebabkan partikel dengan ukuran yang kecil membutuhkan energi yang lebih besar untuk menghasilkan loncatan dari pita valensi ke pita konduksi.

4.3.3 Hasil Pasca-Hidrotermal

Grafik hasil uji UV-Vis pada sampel pasca-hidrotermal dapat dilihat pada Gambar 4.10.

Grafik spektrum absorbansi keempat sampel hasil pasca-hidrotermal menunjukkan perbedaan bentuk dari grafik spektrum absorbansi hasil anil maupun hasil drying. Perbedaan ini terjadi karena adanya pemutusan ikatan akibat proses pasca-hidrotermal yang menyebabkan ada beberapa bagian dari ZnO yang

tidak terlapsi dengan silika. Di tempat itu sangat mungkin terbentuk ikatan antara ZnO dengan partikel lain sehingga terbentuk senyawa baru selain ZnO@SiO₂. Terdapat kemungkinan energi celah pita yang terdeteksi bukan murni milik senyawa ZnO.

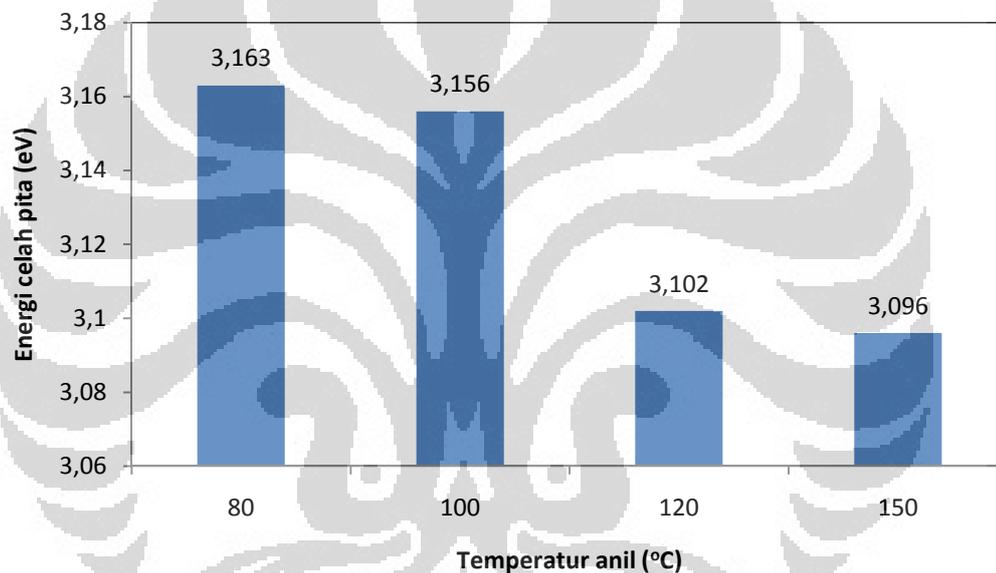


Gambar 4.10 Hasil spektrum absorbansi dari sampel hasil pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur anil (a) 80 (b) 100 (c) 120 dan (d) 150°C

Dari nilai intensitas absorbansi dapat diketahui besar energi celah pita sampel. Untuk perhitungan energi celah pita diperlukan suatu pengolahan data dengan pendekatan persamaan linear pada rentang panjang gelombang tertentu. Pengolahan data selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 3. Hasil pengukuran panjang gelombang dan energi celah pita dari keempat sampel ini disajikan pada Tabel 4.8 dan Gambar 4.11.

Tabel 4.8 Pengolahan data linier untuk menentukan perbandingan energi celah pita pada sampel hasil pasca-hidrotermal

$y = mx + c$	Y1	Y2	Y3	Y4
m	-0,002	-0,003	-0,004	-0,002
c	0,902	0,982	1,399	0,887
λ (nm)	391,964	392,933	399,762	400,503
E (eV)	3,163	3,156	3,102	3,096

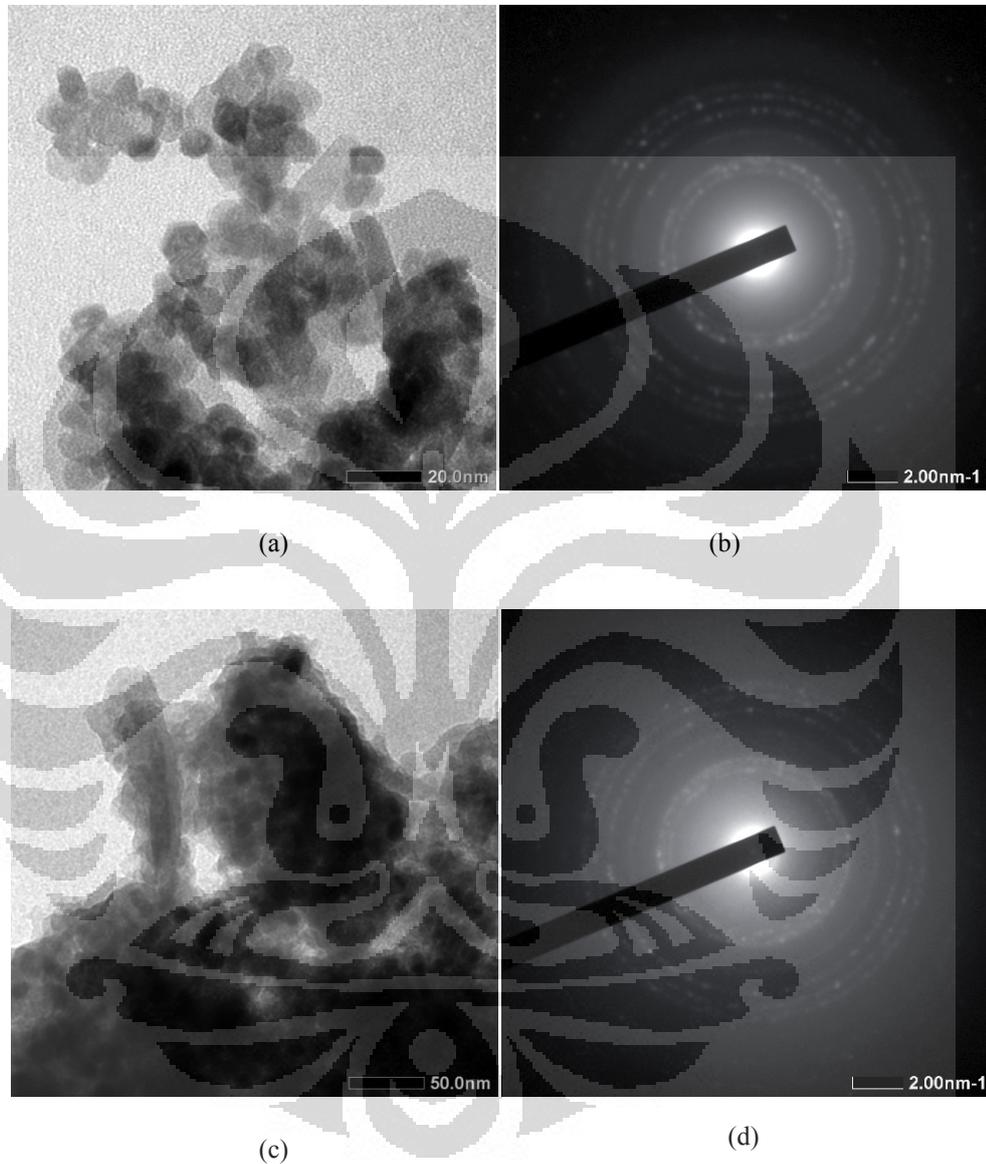


Gambar 4.11 Grafik energi celah pita sampel pasca-hidrotermal 150°C setelah perlakuan anil

Dengan membandingkan nilai energi celah pita keempat sampel yang mengalami perlakuan pasca-hidrotermal pada temperatur anil yang berbeda, maka dapat dilihat bahwa dengan perlakuan pasca-hidrotermal menyebabkan energi celah pita sampel menurun. Hal ini mendukung data besar ukuran partikel dari hasil XRD dimana pertumbuhan dan tingkat kristalinitas nanopartikel ZnO@SiO₂ akan meningkat sehingga energi celah pita akan menurun.

4.4 Hasil Pengujian TEM

Hasil pengujian TEM dari nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 (a) dan (b) Gambar TEM dari nanopartikel ZnO. (c) dan (d) Gambar TEM dari nanopartikel ZnO@SiO₂

Dari Gambar 4.12 a dapat dilihat terbentuk nanopartikel ZnO yang berbentuk *spherical* atau *elliptical* dengan ukuran berkisar 11,1 nm. Gambar 4.12 b menunjukkan pola difraksi elektron dari nanopartikel ZnO yang menyatakan nanopartikel ZnO yang terbentuk adalah kristalin.

Berdasarkan Gambar 4.12 c dapat dilihat ada lapisan tipis yang mengelilingi nanopartikel ZnO. Lapisan tipis ini menyatakan bahwa SiO₂ mengenkapsulasi nanopartikel ZnO. Dari gambar terlihat bahwa lapisan silika tidak menyelubungi tiap nanopartikel ZnO melainkan menyelubungi beberapa nanopartikel ZnO. Ukuran nanopartikel ZnO yang diperoleh berkisar 14 nm dengan tebal lapisan silika sekitar 5 nm. Nanopartikel ZnO@SiO₂ yang terbentuk juga menunjukkan kristalinitas seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.12 d.

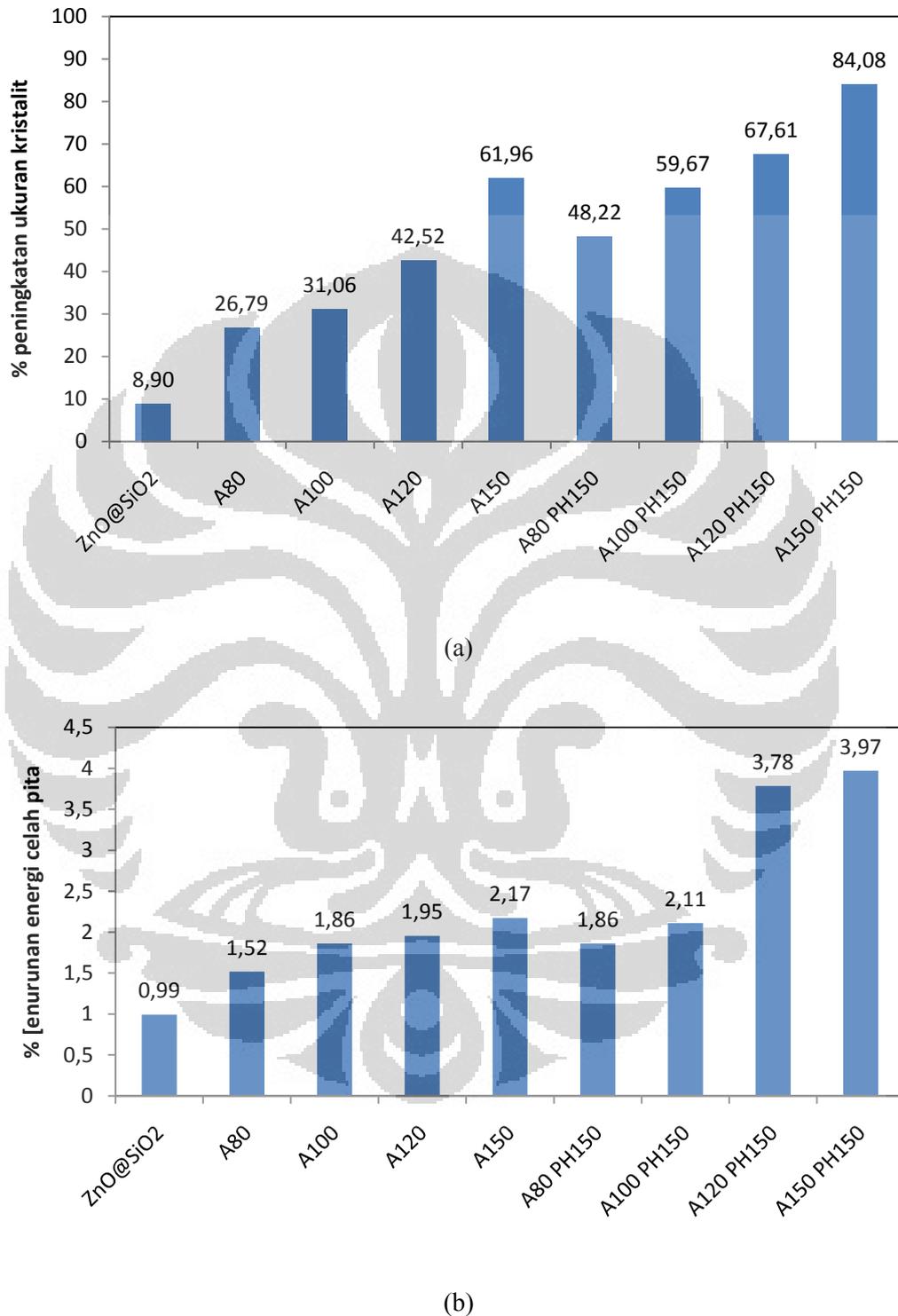
4.5 Perbandingan Ukuran Kristalit dan Energi Celah Pita Nanopartikel ZnO@SiO₂ Hasil Proses Pengeringan, Anil dan Pasca-Hidrotermal

Pada bagian ini akan dibahas efek dari perlakuan anil pada berbagai temperatur juga efek dari perlakuan pasca-hidrotermal pada sampel yang disintesis dengan metode kimiawi basah teknik presipitasi. Hasil data ukuran kristalit dan energi celah pita dari masing-masing sampel dengan dua perlakuan berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Ukuran dan nilai energi celah pita sampel ZnO@SiO₂ hasil drying, perlakuan anil dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur anil

Sampel	t (nm)	Eg (eV)
ZnO@SiO ₂	8,566	3,192
X1	9,973	3,175
X2	10,309	3,164
X3	11,211	3,161
X4	12,740	3,154
Y1	11,659	3,164
Y2	12,560	3,156
Y3	13,184	3,102
Y4	14,480	3,096

Persentase peningkatan ukuran kristalit dan penurunan energi celah pita disajikan pada Gambar 4.13 di bawah ini.



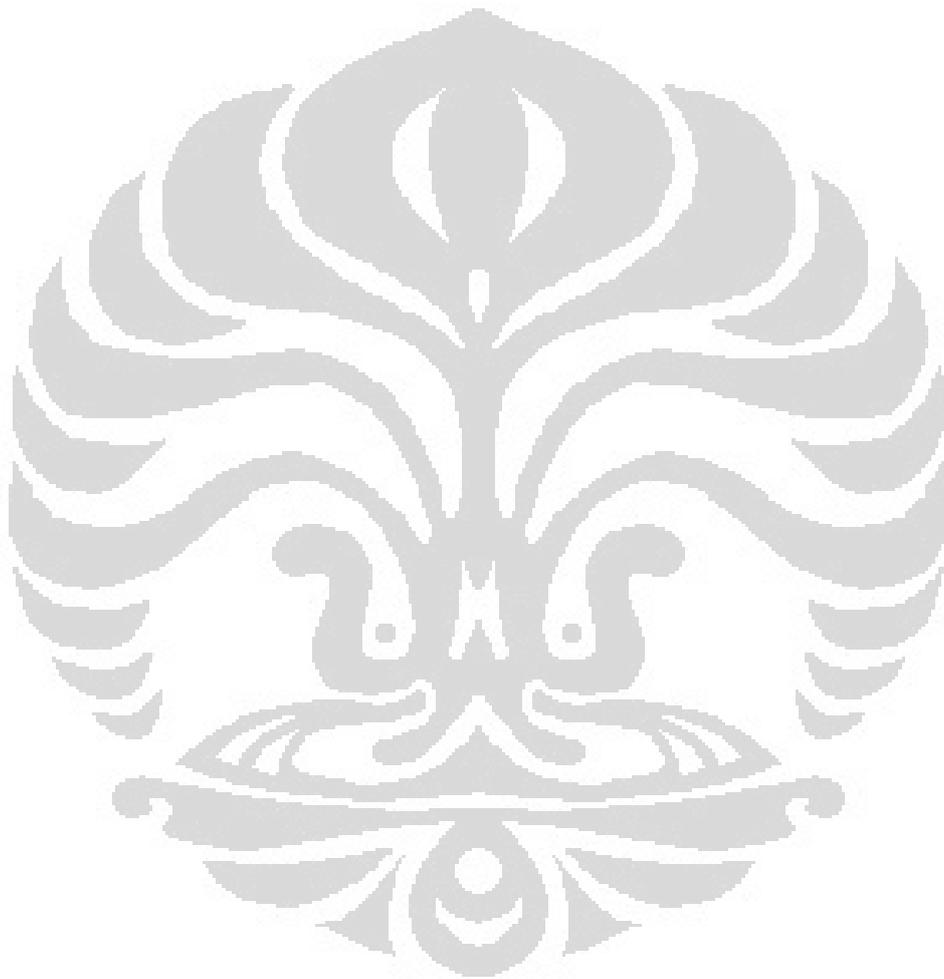
Gambar 4.13 (a) Grafik persentase peningkatan ukuran kristalit sampel. (b) Grafik persentase penurunan energi celah pita sampel.

Sampel ZnO@SiO₂ hasil *drying* menunjukkan ukuran kristalit yang paling kecil namun energi celah pita yang paling besar diantara semua sampel. Dengan melakukan anil pada sampel hasil *drying* akan terjadi peningkatan ukuran kristalit partikel. Hal ini terlihat dari nilai ukuran kristalit dari sampel X1 (temperatur anil 80°C), X2 (temperatur anil 100°C), X3 (temperatur anil 120°C), dan X4 (temperatur anil 150°C) mengalami peningkatan. Terjadinya peningkatan ukuran kristalit pada proses anil disebabkan karena adanya pemutusan ikatan antara Zn dan asetat lalu akan terbentuk ikatan baru antara Zn dan O membentuk ikatan Zn-O-Zn. Peningkatan ukuran kristalit diikuti dengan penurunan energi celah pita sampel. Hal ini sesuai dengan literatur yang menyatakan bahwa semakin besar ukuran partikel, jarak antar pita valensi-konduksi semakin kecil dan energi celah pita partikel tersebut kecil (*quantum size effect*).

Ukuran kristalit sampel anil yang dilanjutkan dengan perlakuan pasca-hidrotermal juga mengalami peningkatan. Sebagai contoh, ukuran kristalit sampel Y2 yang dianil pada temperatur 100°C dan dipasca-hidrotermal pada temperatur 150°C bertambah dari 10,309 menjadi 12,560 nm. Mekanisme yang terjadi pada proses pasca-hidrotermal adalah pemutusan ikatan Zn-O-Zn oleh uap air dan akan menghasilkan ikatan Zn-OH yang semakin banyak. Banyaknya ikatan Zn-OH yang bebas akan memicu terjadinya proses penyusunan ikatan Zn-O-Zn yang lebih teratur sehinggaukuran kristal yang terbentuk bertambah besar dan tingkat kristalinitasnya bertambah. Peningkatan ukuran kristalit sampel hasil pasca-hidrotermal diikuti dengan penurunan energi celah pitanya.

Penurunan energi celah pita memberikan pengaruh terhadap emisi dari nanopartikel ZnO@SiO₂. Penurunan energi celah pita menyebabkan pergeseran panjang gelombang ke arah *redshift*. Selain energi celah pita, faktor lain yang turut menyebabkan terjadinya *redshift* adalah ukuran kristalit yang meningkat.^[46] Sehingga, terdapat kemungkinan nanopartikel ZnO@SiO₂ memancarkan emisi berwarna hijau, kuning atau orange. Dengan range warna emisi dari hijau hingga orange, nanopartikel ZnO@SiO₂ yang dihasilkan mempunyai potensi untuk diaplikasikan dalam pelabelan sel.

Dilihat dari sisi ukuran kernalnya, nanopartikel ZnO@SiO₂ yang dihasilkan mempunyai ukuran antara 8,566 – 14,480 nm. Berdasarkan literatur, nanopartikel ZnO@SiO₂ masih dapat digunakan secara efektif untuk pelabelan sel dengan ukuran kurang dari 25 nm.^[29] Dari hasil penelitian ini, ukuran nanopartikel yang paling besar adalah 14,480 nm. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nanopartikel ZnO@SiO₂ yang dihasilkan pada penelitian ini berpotensi untuk diaplikasikan dalam pelabelan sel.



BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut.

1. Proses sintesis nanopartikel ZnO telah berhasil dibuat dengan metode kimiawi basah teknik presipitasi.
2. Proses anil yang dilakukan dengan variasi temperatur menyebabkan terjadinya peningkatan ukuran kristalit nanopartikel yang dihasilkan yaitu 9,973, 10,309, 11,211, dan 12,741 nm untuk temperatur anil 80°, 100°, 120° dan 150°C sementara tanpa perlakuan anil hanya memperoleh ukuran kristalit sebesar 8,566 nm.
3. Perlakuan pasca-hidrotermal menyebabkan ukuran kristalit sampel bertambah besar yaitu 11,659, 12,560, 13,184 dan 14,480 nm untuk sampel perlakuan anil pada temperatur 80°, 100°, 120° dan 150°C. Mekanisme pasca-hidrotermal adalah pemutusan ikatan Zn-O-Zn oleh uap air dan akan menghasilkan ikatan Zn-OH yang semakin banyak. Banyaknya ikatan Zn-OH yang bebas akan memicu terjadinya proses penyusunan ikatan Zn-O-Zn yang lebih teratur sehingga ukuran kristal yang terbentuk bertambah besar dan tingkat kristalinitasnya bertambah.
4. Peningkatan ukuran kristalit diikuti dengan penurunan nilai energi celah pita. Energi celah pita tertinggi sebesar 3,224 eV didapat dari sampel dengan ukuran terkecil (7,866 nm) dan energi celah pita terkecil yaitu 3,096 eV didapat dari sampel dengan ukuran terbesar (14,480 nm).

5. Mekanisme yang terjadi pada proses anil yang menyebabkan ukuran kristalit bertambah adalah adanya pemutusan ikatan Zn dengan senyawa organik, dalam hal ini adalah asetat. Selanjutnya, akan terbentuk ikatan baru antara Zn dan O membentuk ikatan Zn-O-Zn sehingga ukuran bertambah besar. Proses anil juga meningkatkan tingkat kristalinitas nanopartikel yang dihasilkan.
6. Nanopartikel ZnO@SiO₂ yang diperoleh berpotensi untuk diaplikasikan dalam pelabelan sel.



DAFTAR REFERENSI

1. Klingshrin, C., *Chem. Phys. Chem.*, 8: 782 (2007)
2. N. Padmavathy, R. Vijayataghavan. 2008. *Sci. Technol. Adv. Mater.* 9,1
3. D. Peer, J.M. Karp, S. Hong, O.C. Farokhzad, R. Margalit, R. Langer, *Nat. Nanotechnol.* 2, 751. 2007
4. S. Nairm A. Sasidharan, R. Divya, V.D. Menon, S. Nair, K. Manzoor, S. Raina. 2008. *J. Mater. Sci Mater Med* 10, 10856.
5. Xiaosheng Tang, Eugene Shi Guang Choo, Ling Li, Jun Ding, Junmin. Xue. 2010. Synthesis of ZnO Nanoparticles with Tuneable Emission Colors & Their Cell Labeling Applications. *Chem. Mater.* 22, 3383-3388.
6. Xiong, H; Wang, Z.; Liu, D.; Chen, J; Wang, Y.; Xia, Y. *Adv. Funct. Mater.* 2005, 15, 1751
7. J Jin, G.K Soon, H.Y Jung, H Taeghwan. *Adv. Mater.* 2005, 17, 187
8. H Xiong, Y Xu, Q Ren, Y Xia. *J. Am. Chem. Soc.* 2008. 130, 7522
9. Y Fu, X Du, A.K Sergei, J Qiu, W Qin, R Li, J Sun, J Liu. *J. Am. Chem. Soc.* 2007, 129, 16029
10. Y Lu, Y. D Ying, B.T. Mayers, Y.N. Xia. *Nano Lett.* 2002, 2, 183
11. http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide diakses pada 6 Desember 2011, 18.01 WIB
12. Chopra L, Major S, Pandya DK, Rastogi R S, Vankar VD. 1983. Thermal Device Applications *Thins Solid Film.* 1021:1-4
13. Soosen Samuel M, Lekshmi Bose, George KC. Optical properties of ZnO Nanoparticles. 2009. *SB Academic Review* 57-65.
14. YL Wu, A.I.Y. Tok, F.Y.C. Boey, X.T. Zeng, X.H. Zhang. 2007. Surface Modification of ZnO Nanocrystal. *Applied Surf Sci* 253:5473-5479
15. Cory Hanley, Aron Thurber, Charles Hanna, Alex Punnoose, Jianhui Zhang, Denise G Wingett. The Influences of Cell Type and ZnO Nanoparticle Size on Immune Cell Cytotoxicity and Cytokine Induction. *Nanoscale Res Lett* 2009 4:1409-1420

16. Singh J, Srivasatva A, Tiwari R, Srivastava I. 2005. Nucleation and Growth of Catalyst-Free-Zinc Oxide Nanostructure. *Jnanosci Nanotechnol* 2093:6.
17. Wang Z, Zhang H, Zhang L, Yuan J, Wang C. 2003. Low Temperature Synthesis of ZnO Nanoparticles by Solid State. *Nanotechnology* 11:14
18. Haase AM, Weller H, Henglein A. 1988. Photochemistry and Radiation Chemistry of Colloidal Semiconductors: Electron Storage on Zinc Oxide Particles and Size Quantization. *J Phys Chem* 92:482
19. Gorla C, Emanetoglein N, Liang S, Mayo W, Lu Y, Wrabagk M, Shen H. 1999. Structural, Optical, and Surface Accoustic Wave Properties of Epitaxial ZnO Films Grown on Sapphire by Metal Organic Chemical Vapor Deposition. *J Appl Phys* 85:2595
20. Agashe C, Kluth O, Hupkes J, Zastrow U, Rech B, Wutting M. 2004. Efforts to Improve Carrier Mibility in Radio Frequency Sputtered Aluminium Doped Zinc Oxide Films. *J Appl Phys* 95:1911
21. Ismail RA, Rasheed BG, Salm ET, Alphadethy M. 2007. Transparent and Conducting ZnO Films Prepared by Reactive Pulsed Laser Deposition. *J Mater Sci: Mater Electron* 18:397
22. Hongxia Zhang, Jing Feng, Jun Wang, Minlin Zhang. 2007. Preparation of ZnO Nanorods Through Wet Chemical Method. *Elsevier* Vol 61, 5202-5205
23. M A Shah, M Al Shahry. 2009. Zinc Oxide Nanoparticles Prepared by Reaction of Zinc Metal With Ethanol. *JKAU Sci* Vol 21 no 1
24. Bulte JW, Kraitchman DL. 2004. Iron Oxide MRI Contrast Agents for Molecular and Cellular Imaging. *NMR Biomed.* 17, 484-499
25. Hinds KA, Hill JM, Shapiro EM. 2003. Highly Efficient Endosomal Labeling of Progenitor and Stem Cells with Large Magnetic Particles Allows Magnetic Resonance Imaging of Single Cells. *Blood* 102:867-872
26. <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/nl201782m> diakses pada 28 November 2011, 11.30 WIB

27. P Joshi, Z.A Ansari, S.P. Singh, V Shankar. 2009. Synthesis and Characterization of Highly Fluorescent Water Dispersible ZnO Quantum Dots. *Adv. Sci. Lett.*, 2, 360-363
28. H.M. Xiong, Y Xu, Q.G. Ren, Y.Y Xia. 2008. Stable Aqueous ZnO@polymer Core-Shell Nanoparticles with Tunable Photoluminescence and Their Application in Cell Imaging. *J. Am. Chem. Soc.*, 130, 7522-7523
29. I.L. Medintz, H.T. Uyeda, E.R. Goldman, H. Mattoussi, H. 2005. Quantum Dot Bioconjugates for Imaging, Labelling and Sensing. *Nat. Mater.*, 4, 435-446
30. Sasaki T, Shimizu Y, Koshizaki N. Preparation of Metal Oxide Based Nanomaterials Using Nanosecond Pulsed Laser Ablation in Liquids. *Jphotochem Photobiol A: Chem* 182:335
31. Singh S, Gopal R 2008. Synthesis of Colloidal Zinc Oxide Nanoparticles by Pulsed Laser Ablation in Aqueous Media. *Physica E* 40:724
32. Ishikawa Y, Shimizu Y, Sasaki T, Koshizaki N. 2006. Preparation of Zinc Oxide Nanorods Using Pulsed Laser Ablation in Water at High Temperature. *Jcolloid InterfSci* 300:612.
33. Akhmad Herman Yuwono, Yu Zhang, John Wang, Xin Hai Zhang, Haiming Fan, Wei Ji. Diblock Copolymer Templated Nanohybrid Thin Films of Highly Ordered TiO₂ Nanoparticles Arrays in PMMA matrix. *Chemistry of Materials* 18: 5876-5889(2006).
34. Dimitiruev Y., Y., Ivanova, dan R. Iordanova. 2008. History of Sol Gel Science and Technology. University of Chemical Technology and Metallurgy.
35. Aneeqa Sabah, Saadat A Siddiqi, Salamat Ali. Fabrication and Characterization of CdS Nanoparticles Annealed by Using Different Radiations. 2010. World Academy of Science, Engineering and Technology 69
36. Dušan Nohavica and Petar Gladkov. ZnO Nanoparticles and Their Applications – New Achievements, 12. - 14. 10. 2010, Olomouc, Czech Republic, EU
37. Spanhel, L.; Anderson, M. A. *J. Am. Chem. Soc.* 1991, 113, 2826

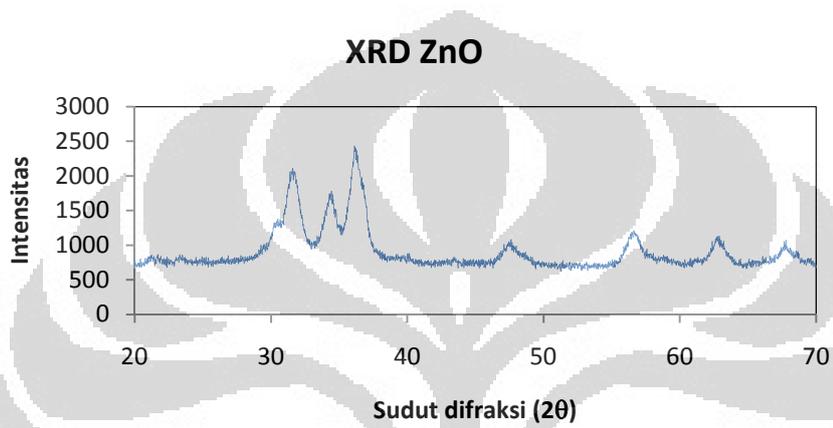
38. Zhanzu Guo, Monica Moldovan, David P Young, Laurence L Henry, Elizabeth J Podlaha. 2007. Magnetoresistance and Annealing Behaviors of Particulate Co-Au Nanocomposites.
39. Hao Zeng, Jing Li, L Zhong, J Wang, Ping Liu, Shouheng Sun. 2002. Interparticle Interactions in Annealed FePt Nanoparticle Assemblies. IEEE Transactions on magnetics Vol 38.
40. A Bautista Hernandez, L Rodriguez Fernandez. 1999. Effect of Thermal Treatment on The Optical Properties of Colloidal Cu Nanoparticle Prepared by Ion-Implantation in Quartz Glass. *Superficies y Vacio* 9.296-299
41. Aneesh P.M., Vanaja, K.A., Jayaraj, M.K.. 2007. Synthesis of ZnO Nanoparticles by Hydrothermal Method. Proc of SPIE Vol 6639 66390J-1.
42. http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal_synthesis diakses pada 25 November 2011, 13.10 WIB
43. http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRD diakses pada 22 Oktober 2011, 10.22 WIB
44. http://en.wikipedia.org/wiki/Planck_constant diakses pada 30 Januari 2012, 6.25 WIB
45. Zhang S, Li X.. 2004. Synthesis and Characterization of $\text{CaCO}_3@SiO_2$ Core-Shell Nanoparticles. *Powder Technol* 141 75-59.
46. Tapas Kumar Kundu, Nantu Karak, Puspendu Barik, Satyajit Saha. 2011. Optical Properties of ZnO Nanoparticles Prepared by Chemical Method Using Poly(VinylAlcohol) (PVA) as Capping Agent. ISSN: 2231-2307 Vol-1, Issue-NCRAMT

Lampiran 1

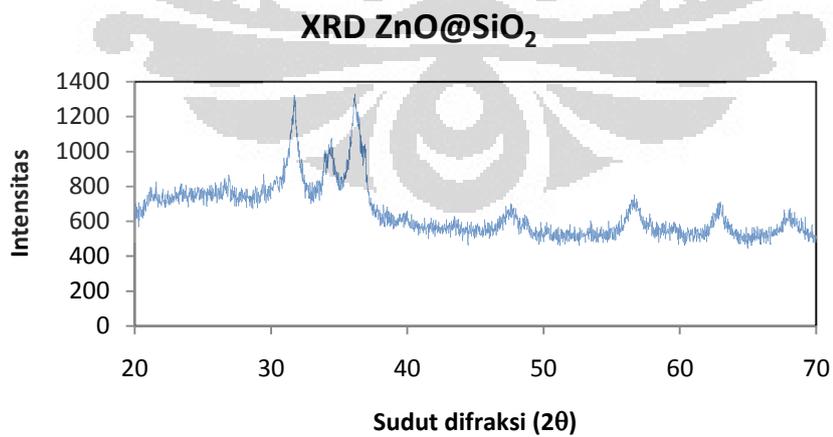
Hasil XRD tiap sampel

Lampiran 1.1

Sampel ZnO



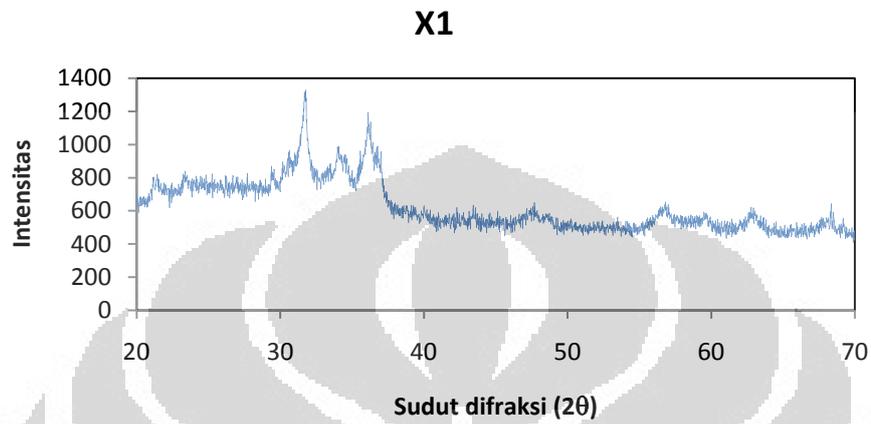
Lampiran 1.2

Sampel ZnO@SiO₂

(lanjutan)

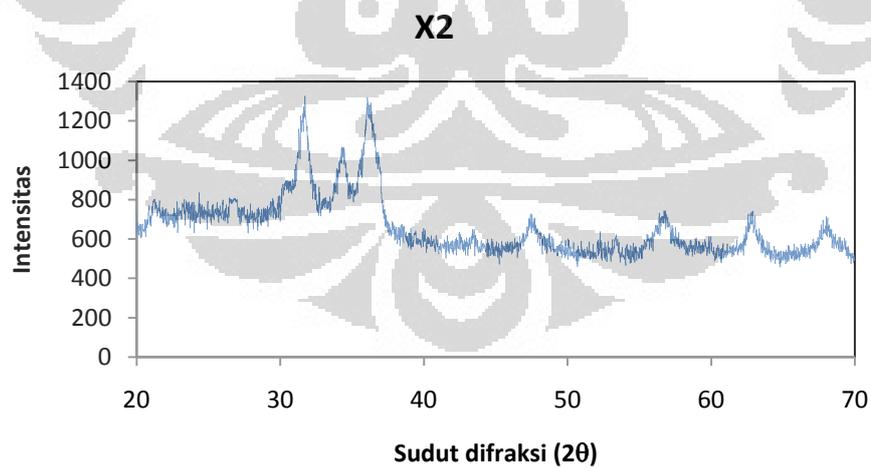
Lampiran 1.3

Sampel X1



Lampiran 1.4

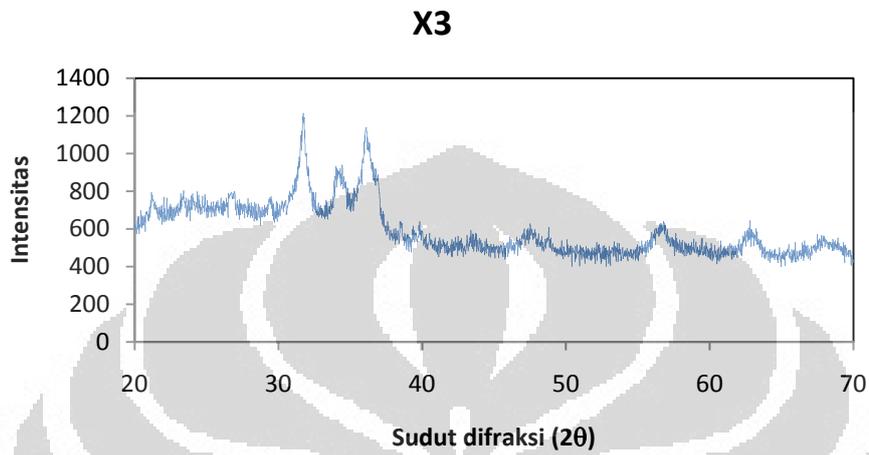
Sampel X2



(lanjutan)

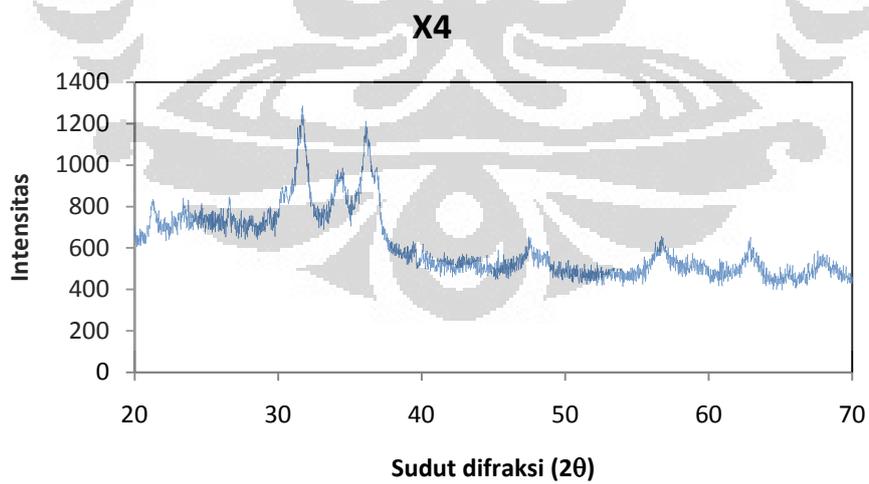
Lampiran 1.5

Sampel X3



Lampiran 1.6

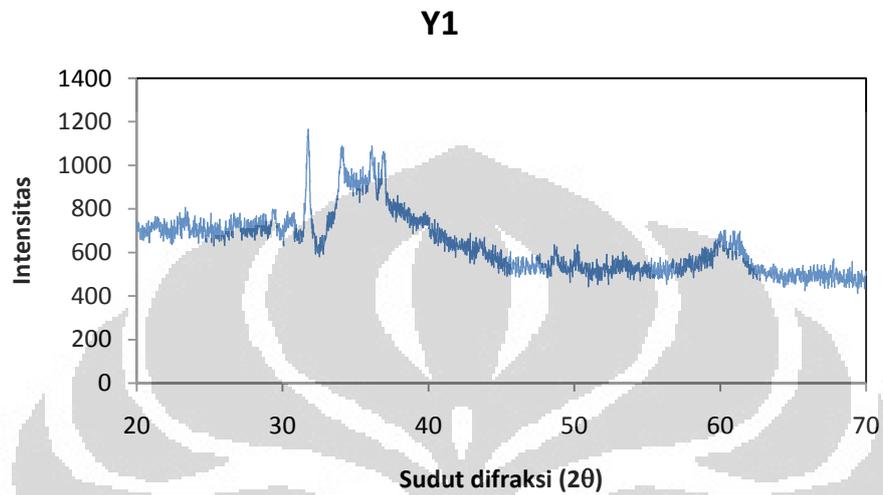
Sampel X4



(lanjutan)

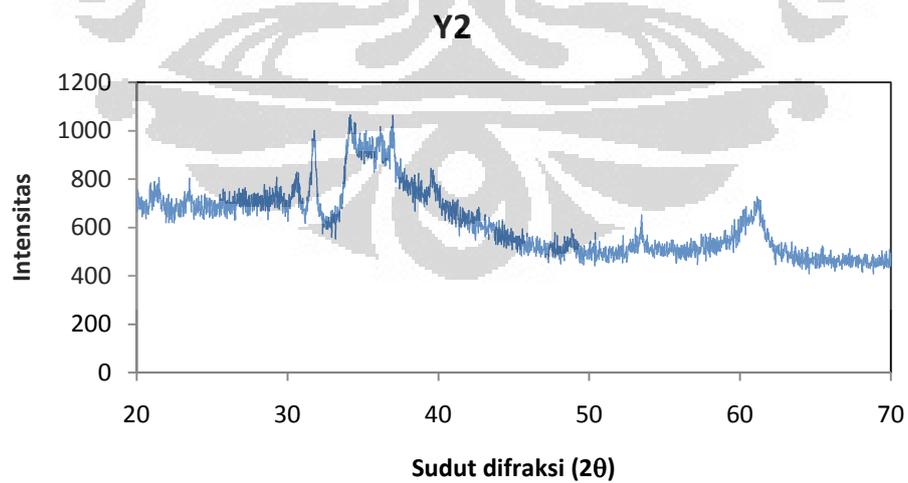
Lampiran 1.7

Sampel Y1



Lampiran 1.8

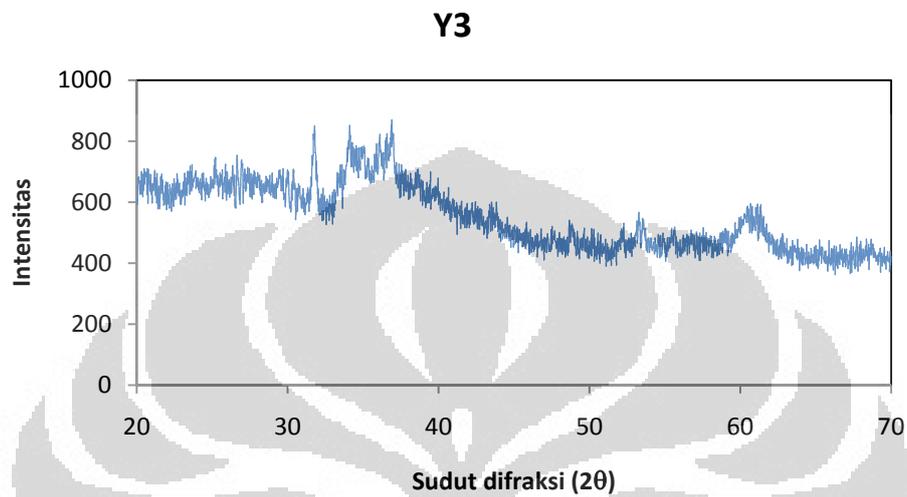
Sampel Y2



(lanjutan)

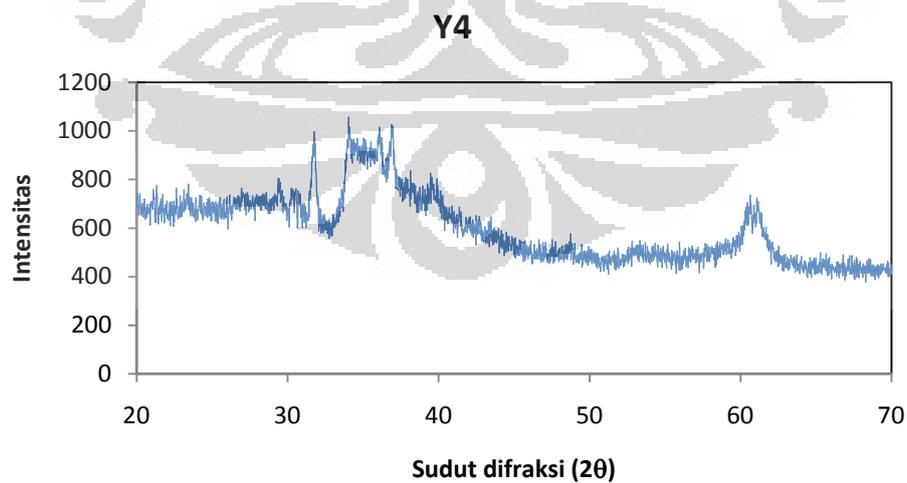
Lampiran 1.9

Sampel Y3



Lampiran 1.10

Sampel Y4



Lampiran 2

Pengolahan Data Estimasi Ukuran Kristalit

Hasil pengolahan data dengan menggunakan program Peakfit akan diolah kembali menggunakan program Microsoft Excel untuk memperoleh grafik ekstrapolasi linear. Nilai FWHM akan dimasukkan kedalam persamaan *Scherrer* untuk mendapatkan nilai pelebarannya (B_r). Selanjutnya, nilai pelebaran akan dimasukkan kedalam diagram *scatter* untuk mendapatkan nilai konstanta (c) hasil dari puncak-puncak difraksi tertinggi. Dari grafik *scatter* akan diperoleh persamaan garis linear dimana konstanta persamaan tersebut akan digunakan untuk menghitung besar kristalit dengan menggunakan formulasi di bawah ini.

= —

dimana k adalah ketetapan Scherrer 0.89. λ adalah panjang gelombang sinar-X, yaitu 0.15406 nm, dan c adalah nilai konstanta hasil grafik pelebaran puncak difraksi.

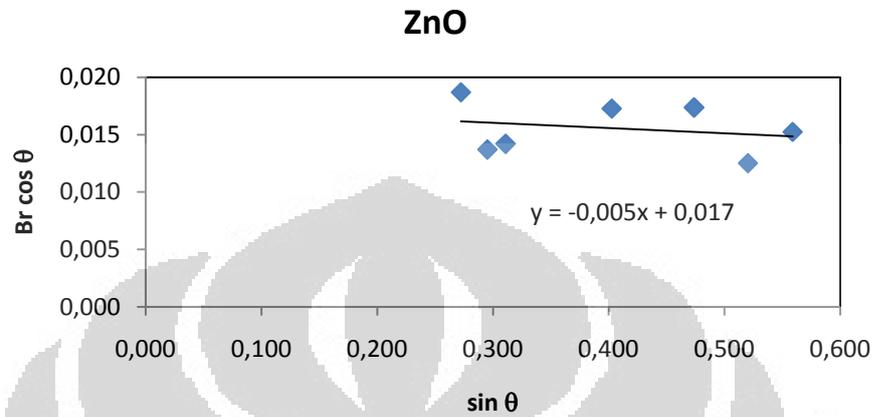
Berikut hasil pengolahan data dengan Program Microsoft Excel.

Lampiran 2.1

Sampel ZnO

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	B_r	θ	$\cos q$	$\sin q$	$B_r \cos q$
31,6123	1,1197	0,0195	0,0023	0,0194	15,8061	0,9622	0,2724	0,0187
34,3401	0,8312	0,0145	0,0023	0,0143	17,1700	0,9554	0,2952	0,0137
36,2274	0,8654	0,0151	0,0023	0,0149	18,1137	0,9504	0,3109	0,0142
47,4898	1,0884	0,0190	0,0023	0,0189	23,7449	0,9153	0,4027	0,0173
56,5609	1,1369	0,0198	0,0023	0,0197	28,2805	0,8806	0,4738	0,0174
62,7093	0,8493	0,0148	0,0023	0,0146	31,3547	0,8540	0,5203	0,0125
67,9645	1,0604	0,0185	0,0023	0,0184	33,9822	0,8292	0,5589	0,0152

(lanjutan)

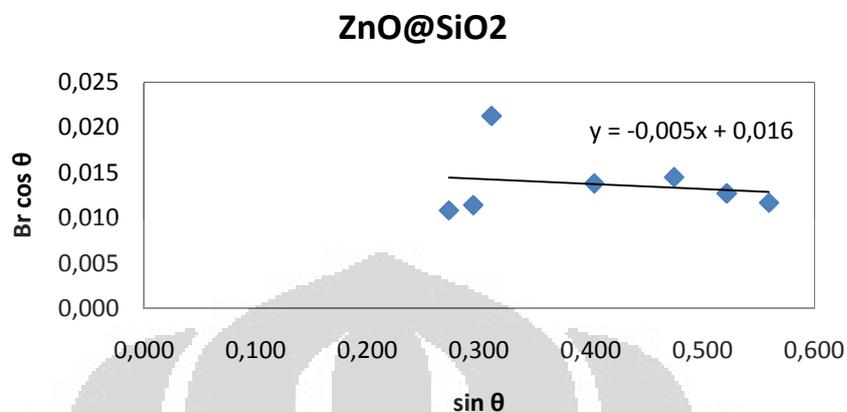


Lampiran 2.2

Sampel ZnO@SiO₂

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,6743	0,6478	0,0113	0,0023	0,0113	15,8372	0,9620	0,2729	0,1785
34,2749	0,6868	0,0120	0,0023	0,0120	17,1375	0,9556	0,2947	0,2049
36,2363	1,2832	0,0224	0,0023	0,0224	18,1181	0,9504	0,3110	0,4055
47,5345	0,8668	0,0151	0,0023	0,0151	23,7673	0,9152	0,4030	0,3590
56,6385	0,9460	0,0165	0,0023	0,0165	28,3193	0,8803	0,4744	0,4669
62,8712	0,8558	0,0149	0,0023	0,0149	31,4356	0,8532	0,5215	0,4688
68,0185	0,8093	0,0141	0,0023	0,0141	34,0092	0,8289	0,5593	0,4794

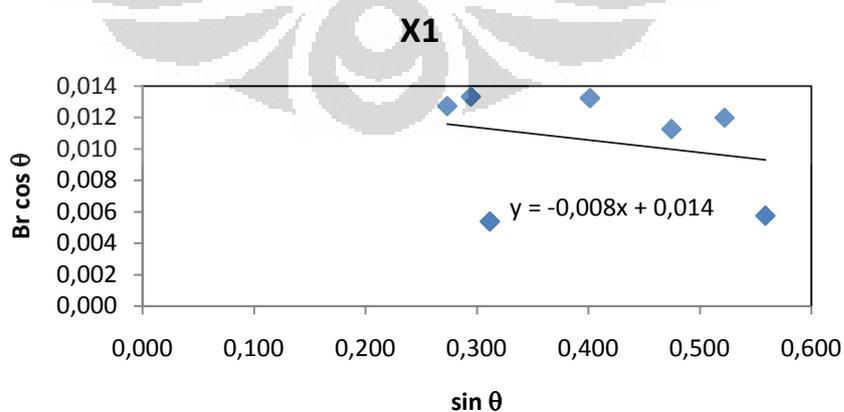
(lanjutan)



Lampiran 2.3

Sampel X1

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,7229	0,7692	0,0134	0,0023	0,0132	15,8615	0,9619	0,2733	0,0127
34,2535	0,8094	0,0141	0,0023	0,0139	17,1267	0,9557	0,2945	0,0133
36,3012	0,3499	0,0061	0,0023	0,0057	18,1506	0,9502	0,3115	0,0054
47,3226	0,8381	0,0146	0,0023	0,0145	23,6613	0,9159	0,4013	0,0132
56,6376	0,7443	0,0130	0,0023	0,0128	28,3188	0,8803	0,4744	0,0113
62,9450	0,8157	0,0142	0,0023	0,0141	31,4725	0,8529	0,5221	0,0120
67,9229	0,4183	0,0073	0,0023	0,0069	33,9615	0,8294	0,5586	0,0058

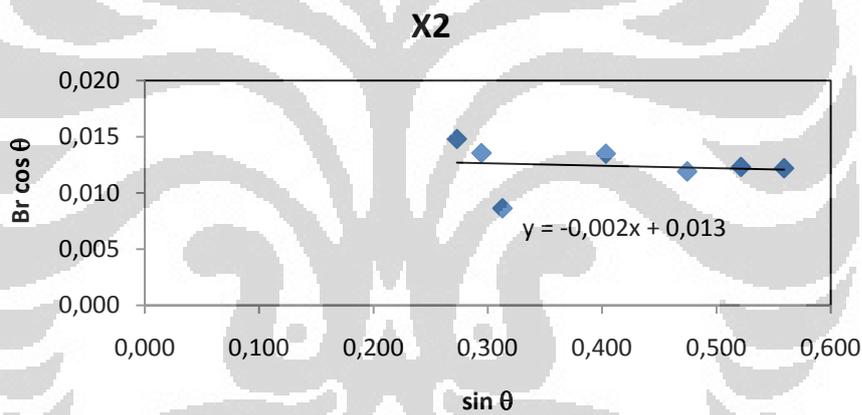


(lanjutan)

Lampiran 2.4

Sampel X2

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,6873	0,8907	0,0155	0,0003	0,0154	15,8436	0,9620	0,2730	0,0148
34,2514	0,8229	0,0144	0,0003	0,0142	17,1257	0,9557	0,2945	0,0136
36,4582	0,5372	0,0094	0,0002	0,0091	18,2291	0,9498	0,3128	0,0086
47,5670	0,8550	0,0149	0,0003	0,0147	23,7835	0,9151	0,4033	0,0135
56,6546	0,7861	0,0137	0,0002	0,0135	28,3273	0,8803	0,4745	0,0119
62,8728	0,8366	0,0146	0,0003	0,0144	31,4364	0,8532	0,5216	0,0123
68,0136	0,8527	0,0149	0,0003	0,0147	34,0068	0,8290	0,5593	0,0122

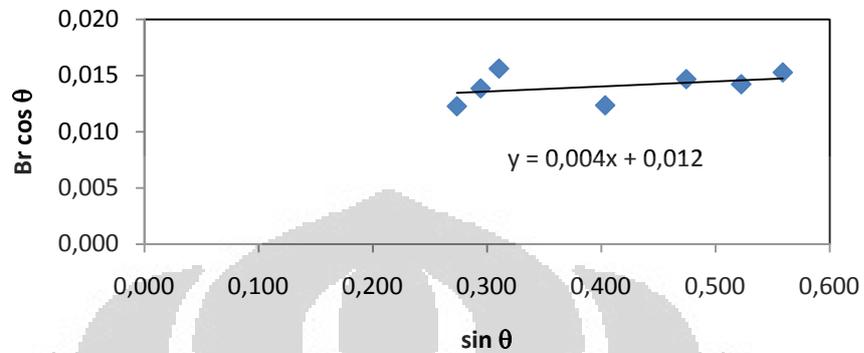


Lampiran 2.5

Sampel X3

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,7623	0,7423	0,0130	0,0023	0,0128	15,8811	0,9618	0,2736	0,0123
34,2448	0,8418	0,0147	0,0023	0,0145	17,1224	0,9557	0,2944	0,0139
36,1698	0,9511	0,0166	0,0023	0,0164	18,0849	0,9506	0,3104	0,0156
47,5862	0,7838	0,0137	0,0023	0,0135	23,7931	0,9150	0,4034	0,0123
56,6437	0,9646	0,0168	0,0023	0,0167	28,3218	0,8803	0,4744	0,0147
62,9992	0,9650	0,0168	0,0023	0,0167	31,4996	0,8526	0,5225	0,0142
67,9537	1,0640	0,0186	0,0023	0,0184	33,9768	0,8293	0,5589	0,0153

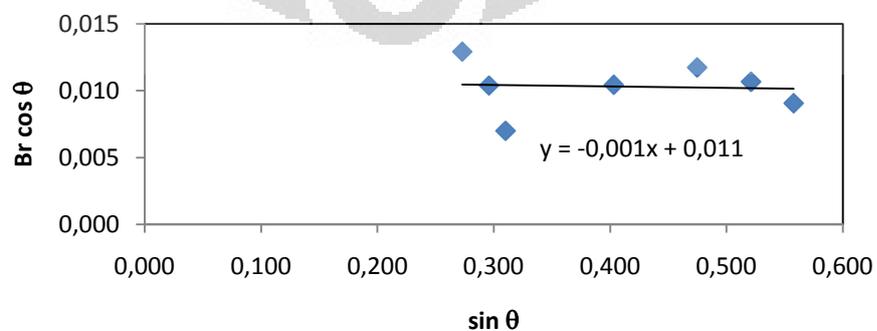
(lanjutan)

X3

Lampiran 2.6

Sampel X4

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	Br cos θ
31,6928	0,7804	0,0136	0,0002	0,0134	15,8464	0,9620	0,2731	0,0129
34,4232	0,6365	0,0111	0,0002	0,0109	17,2116	0,9552	0,2959	0,0104
36,1397	0,4411	0,0077	0,0001	0,0074	18,0699	0,9507	0,3102	0,0070
47,5583	0,6666	0,0116	0,0002	0,0114	23,7791	0,9151	0,4032	0,0104
56,6907	0,7751	0,0135	0,0002	0,0133	28,3454	0,8801	0,4748	0,0117
62,8066	0,7278	0,0127	0,0002	0,0125	31,4033	0,8535	0,5211	0,0107
67,7880	0,6389	0,0112	0,0002	0,0109	33,8940	0,8301	0,5577	0,0091

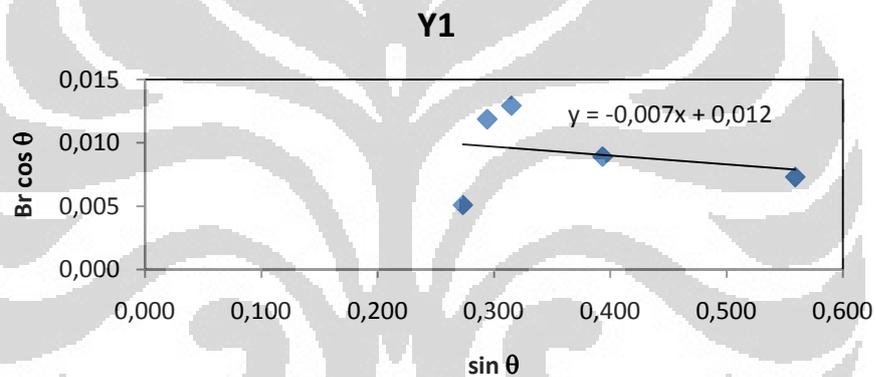
X4

(lanjutan)

Lampiran 2.7

Sampel Y1

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,7203	0,3302	0,0058	0,0023	0,0053	15,8602	0,9619	0,2733	0,0051
34,2163	0,7233	0,0126	0,0023	0,0124	17,1082	0,9558	0,2942	0,0119
36,7157	0,7915	0,0138	0,0023	0,0136	18,3578	0,9491	0,3150	0,0129
46,3380	0,5704	0,0100	0,0023	0,0097	23,1690	0,9193	0,3934	0,0089
67,9856	0,5211	0,0091	0,0023	0,0088	33,9928	0,8291	0,5591	0,0073



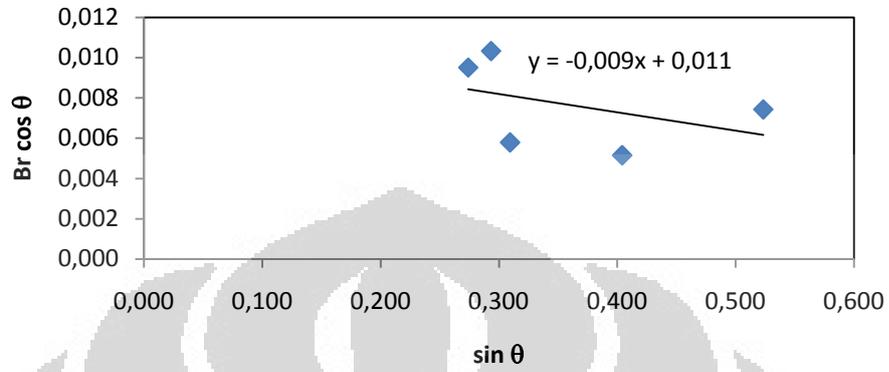
Lampiran 2.8

Sampel Y2

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,8185	0,5811	0,0101	0,0023	0,0099	15,9093	0,9617	0,2741	0,0095
34,1150	0,6324	0,0110	0,0023	0,0108	17,0575	0,9560	0,2933	0,0103
36,0408	0,3726	0,0065	0,0023	0,0061	18,0204	0,9509	0,3094	0,0058
47,6687	0,3481	0,0061	0,0023	0,0056	23,8344	0,9147	0,4041	0,0052
63,1001	0,5161	0,0090	0,0023	0,0087	31,5500	0,8522	0,5232	0,0074

(lanjutan)

Y2

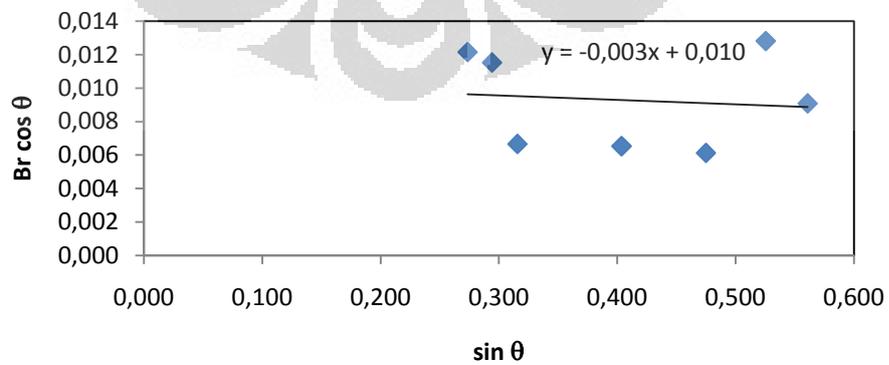


Lampiran 2.9

Sampel Y3

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,6594	0,4941	0,0086	0,0023	0,0083	15,8297	0,9621	0,2728	0,0080
34,0375	0,4753	0,0083	0,0023	0,0080	17,0187	0,9562	0,2927	0,0076
36,8164	0,4981	0,0087	0,0023	0,0084	18,4082	0,9488	0,3158	0,0080
56,7135	0,5514	0,0096	0,0023	0,0094	28,3568	0,8800	0,4750	0,0082
67,1675	0,3506	0,0061	0,0023	0,0057	33,5837	0,8331	0,5532	0,0047

Y3

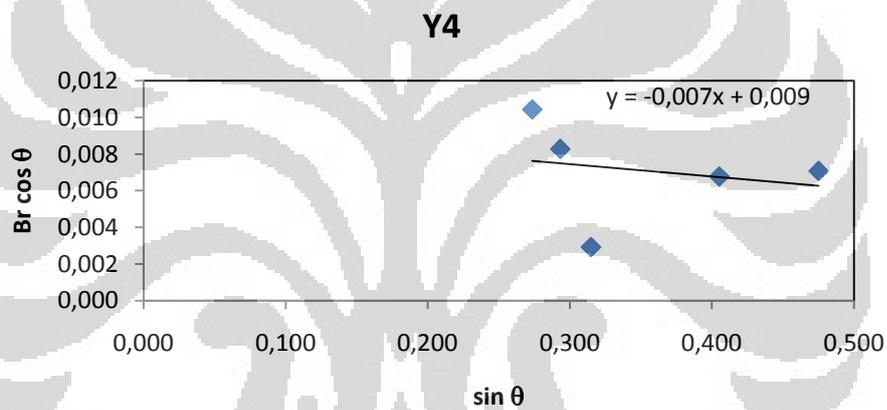


(lanjutan)

Lampiran 2.10

Sampel Y4

2θ	B (deg)	B (rad)	B_{inst} (rad)	Br	θ	$\cos \theta$	$\sin \theta$	$Br \cos \theta$
31,7573	0,6343	0,0111	0,0023	0,0108	15,8786	0,9618	0,2736	0,0104
34,1032	0,5124	0,0089	0,0023	0,0087	17,0516	0,9560	0,2932	0,0083
36,7078	0,2191	0,0038	0,0023	0,0031	18,3539	0,9491	0,3149	0,0029
47,8093	0,4437	0,0077	0,0023	0,0074	23,9046	0,9142	0,4052	0,0068
56,7297	0,4783	0,0083	0,0023	0,0080	28,3648	0,8799	0,4751	0,0071



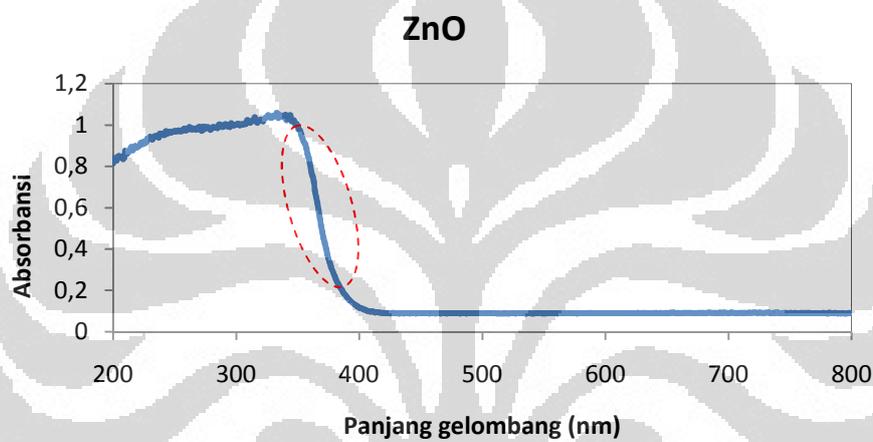
Lampiran 3

Pengolahan data UV-Vis

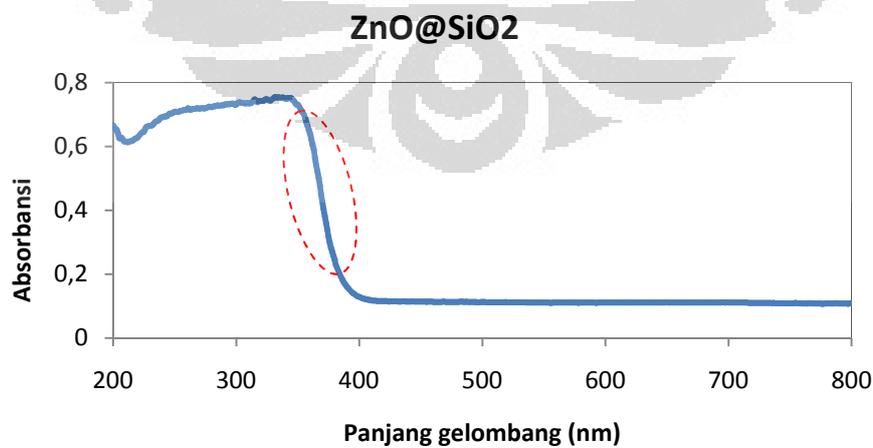
- Data Awal Spektrum Absorbansi

Lampiran 3.1

Spektrum Absorbansi Sampel ZnO



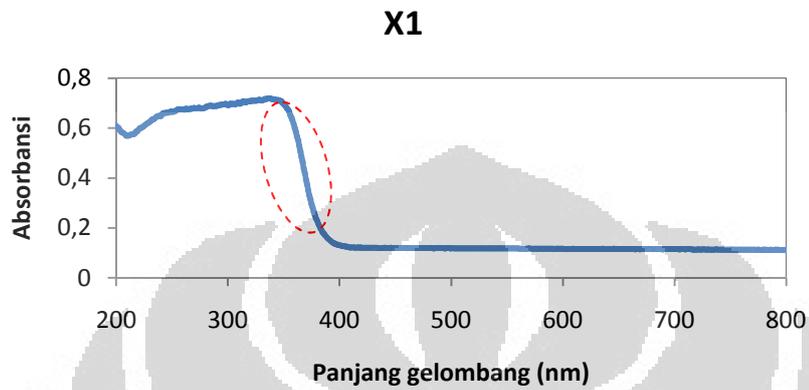
Lampiran 3.2

Spektrum Absorbansi Sampel ZnO@SiO₂

(lanjutan)

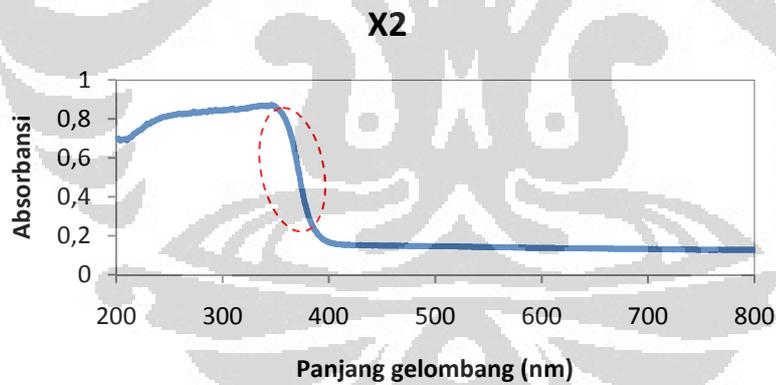
Lampiran 3.3

Spektrum Absorbansi Sampel X1



Lampiran 3.4

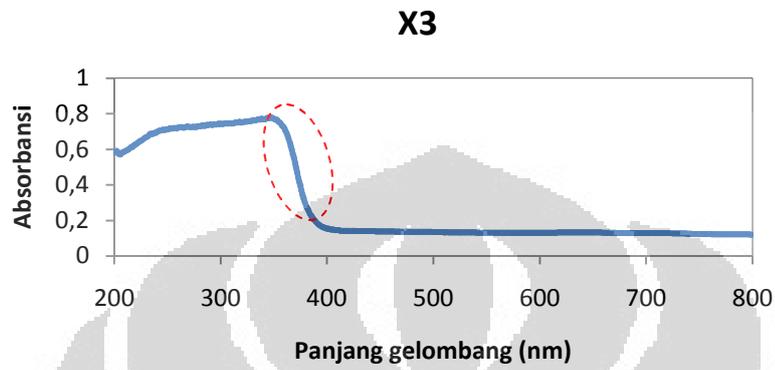
Spektrum Absorbansi Sampel X2



(lanjutan)

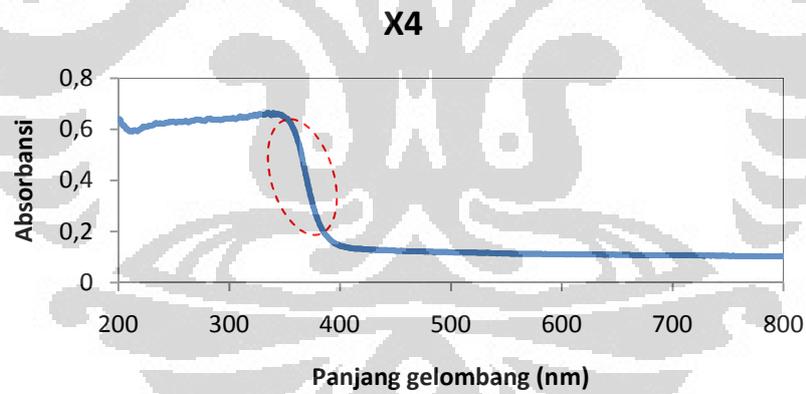
Lampiran 3.5

Spektrum Absorbansi Sampel X3



Lampiran 3.6

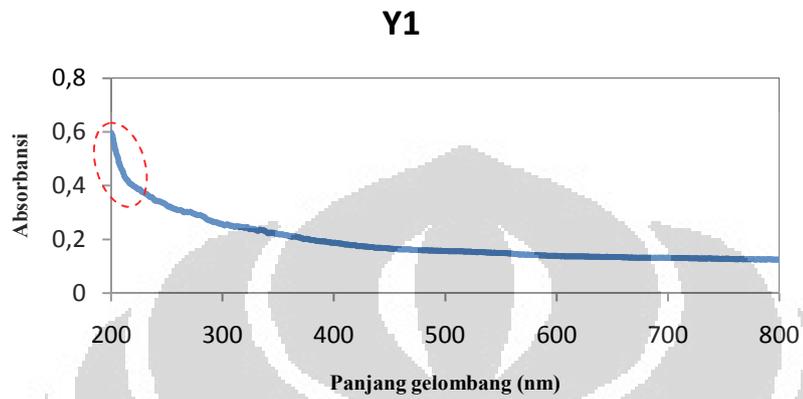
Spektrum Absorbansi Sampel X4



(lanjutan)

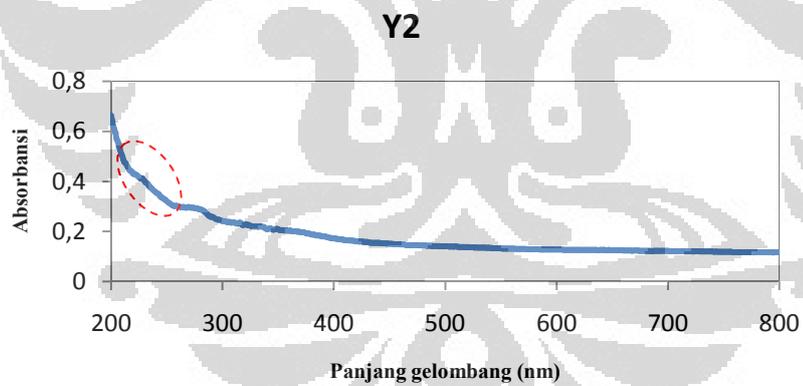
Lampiran 3.7

Spektrum Absorbansi Sampel Y1



Lampiran 3.8

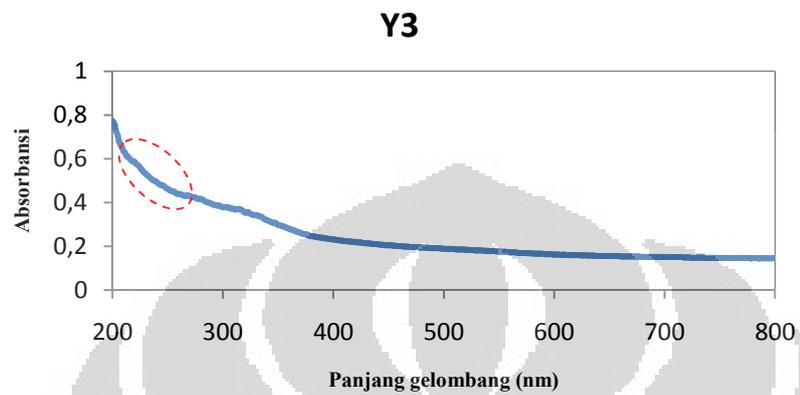
Spektrum Absorbansi Sampel Y2



(lanjutan)

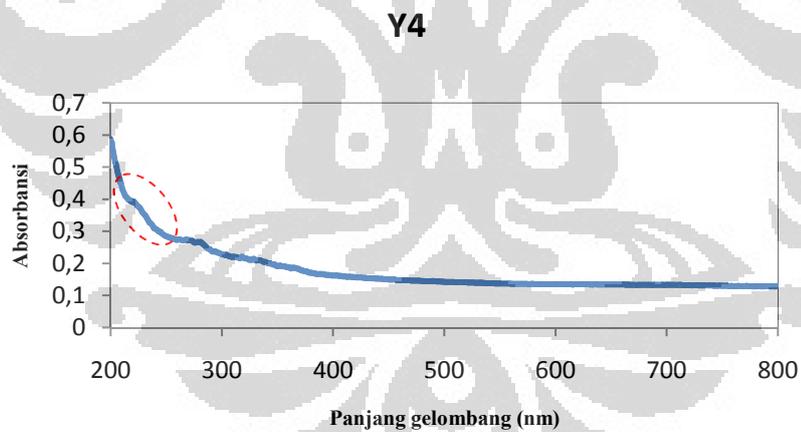
Lampiran 3.9

Spektrum Absorbansi Sampel Y3



Lampiran 3.10

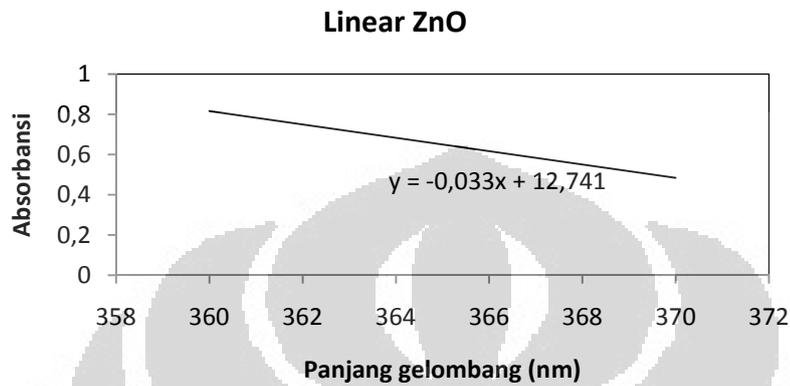
Spektrum Absorbansi Sampel Y4



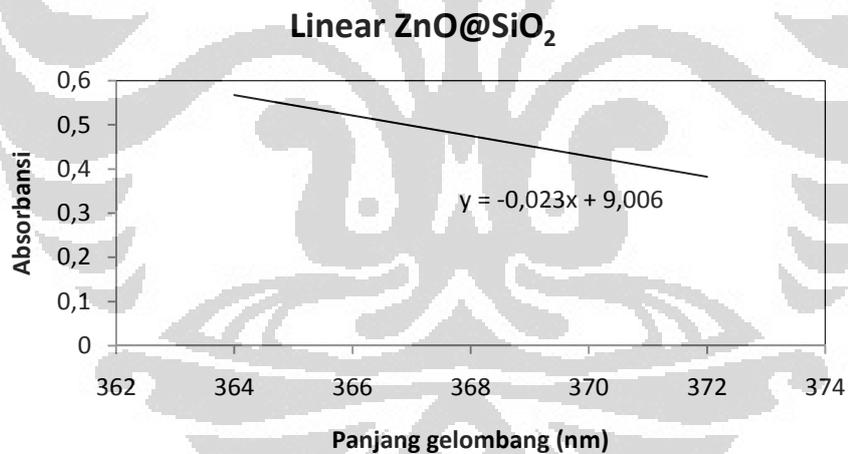
(lanjutan)

- Pengolahan Pendekatan Linear Grafik Absorbansi

Lampiran 3.11

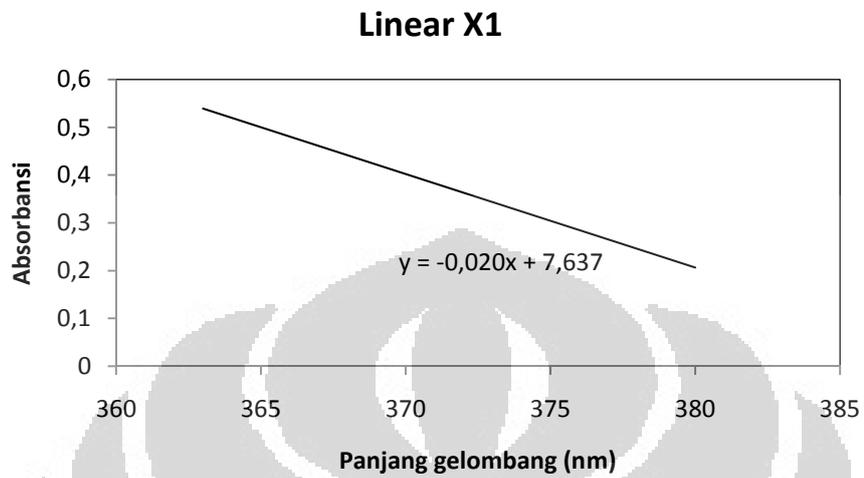


Lampiran 3.12

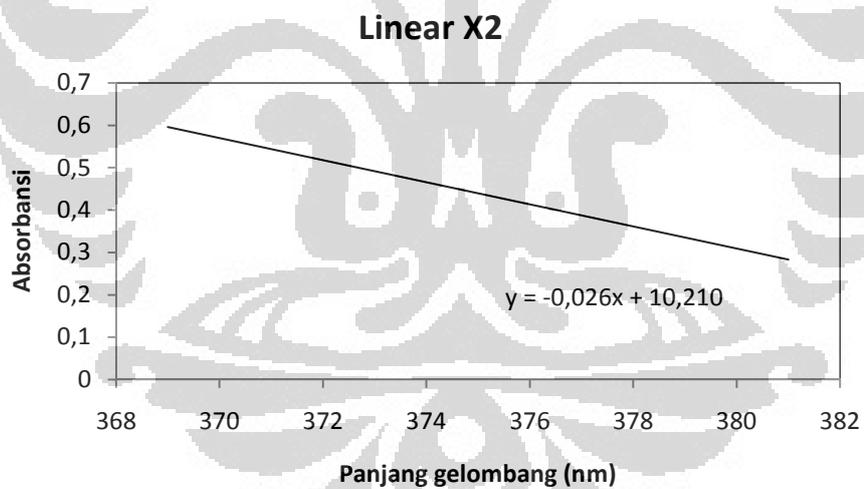


(lanjutan)

Lampiran 3.13

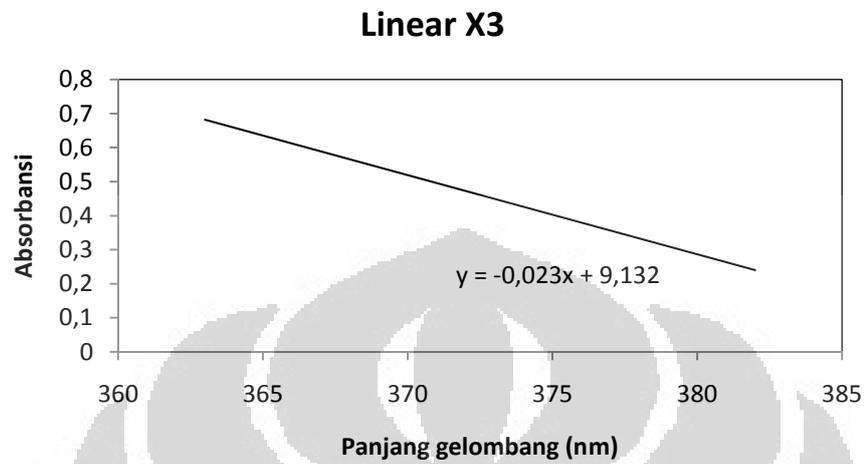


Lampiran 3.14

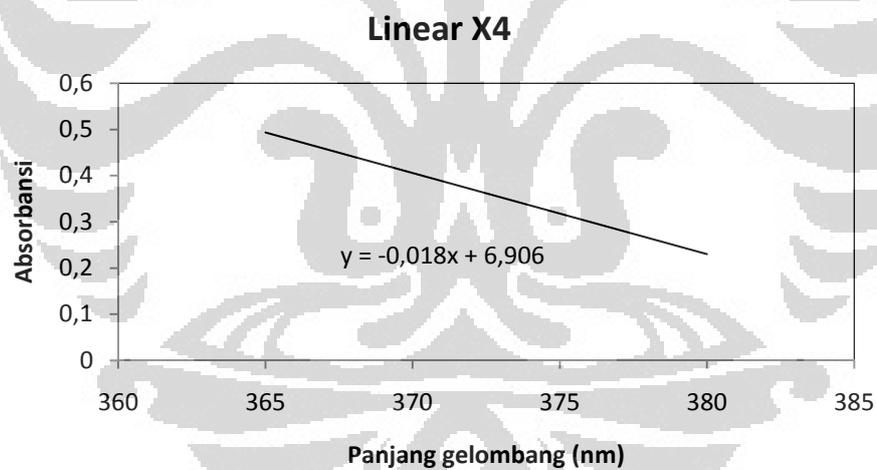


(lanjutan)

Lampiran 3.15

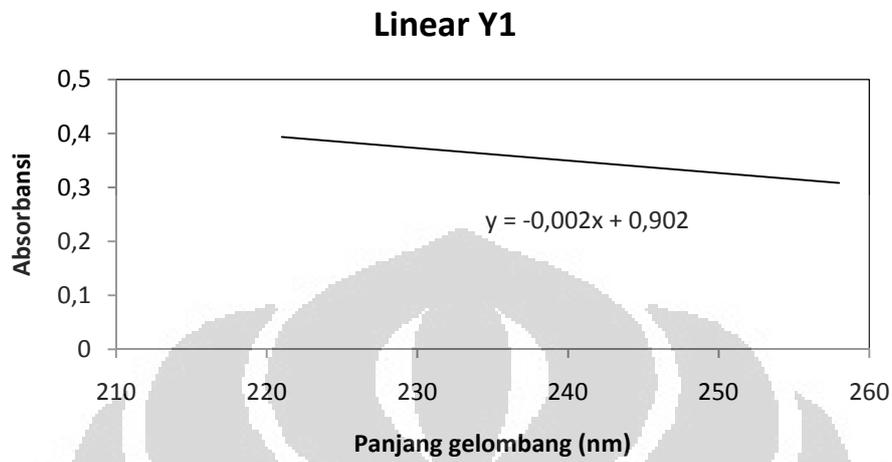


Lampiran 3.16

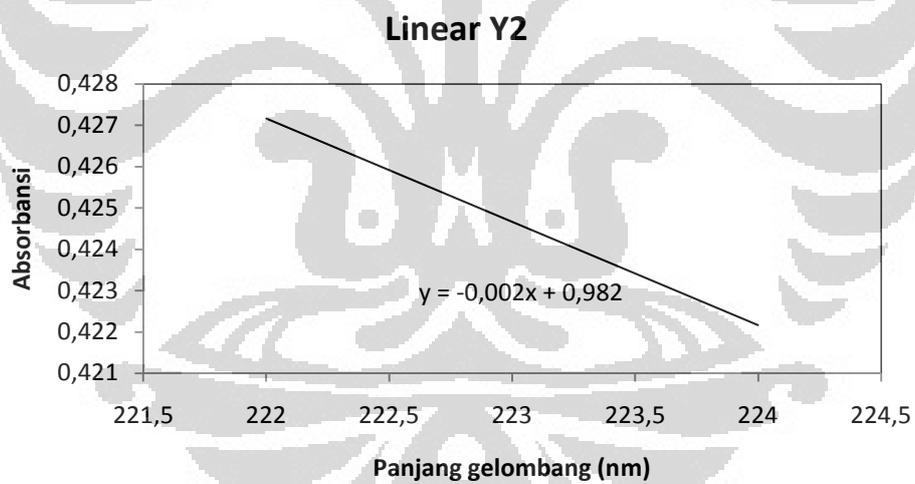


(lanjutan)

Lampiran 3.17

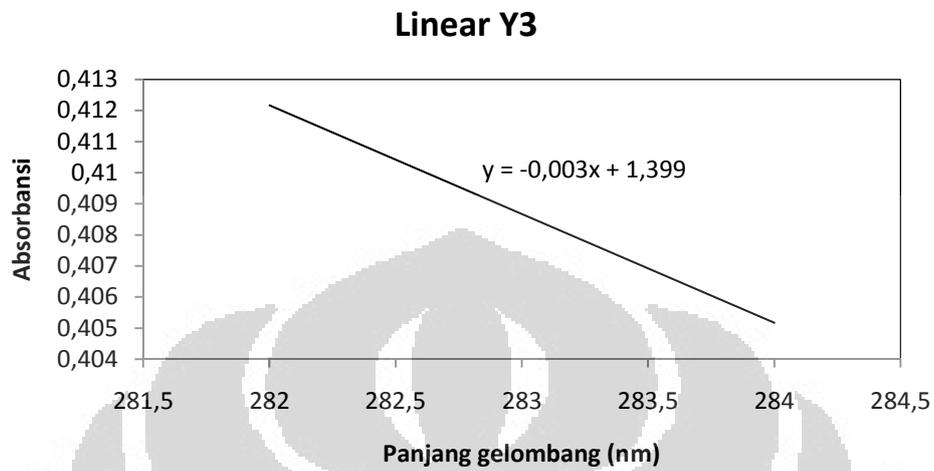


Lampiran 3.18

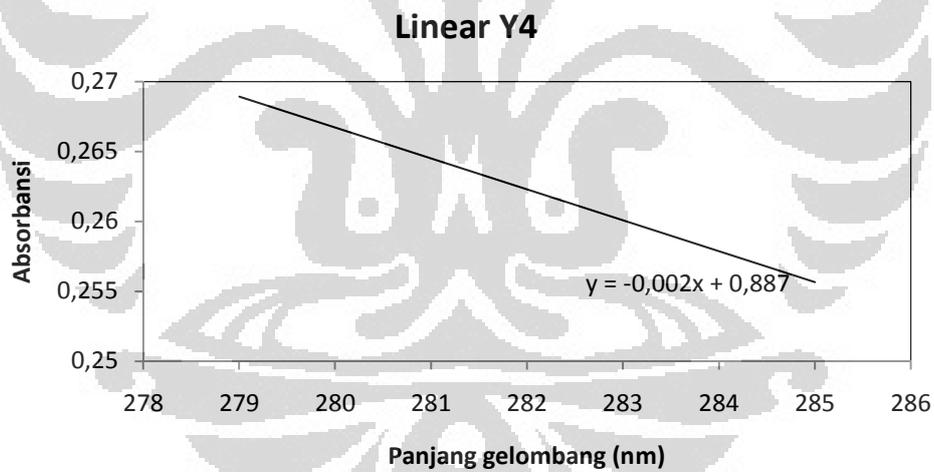


(lanjutan)

Lampiran 3.19



Lampiran 3.10



(lanjutan)

Lampiran 3.21

Hasil Pengukuran Titik Potong terhadap Panjang Gelombang

$y = mx + c$	ZnO	ZnO@SiO ₂	X1	X2	X3	X4	Y1	Y2	Y3	Y4
m =	-0,033	-0,023	-0,020	-0,026	-0,024	-0,018	-0,002	-0,003	-0,004	-0,002
c =	12,741	9,006	7,637	10,210	9,132	6,906	0,902	0,982	1,399	0,887
λ (nm) =	384,62	388,49	390,58	391,86	392,30	393,10	391,96	392,87	399,76	400,50

Lampiran 3.22

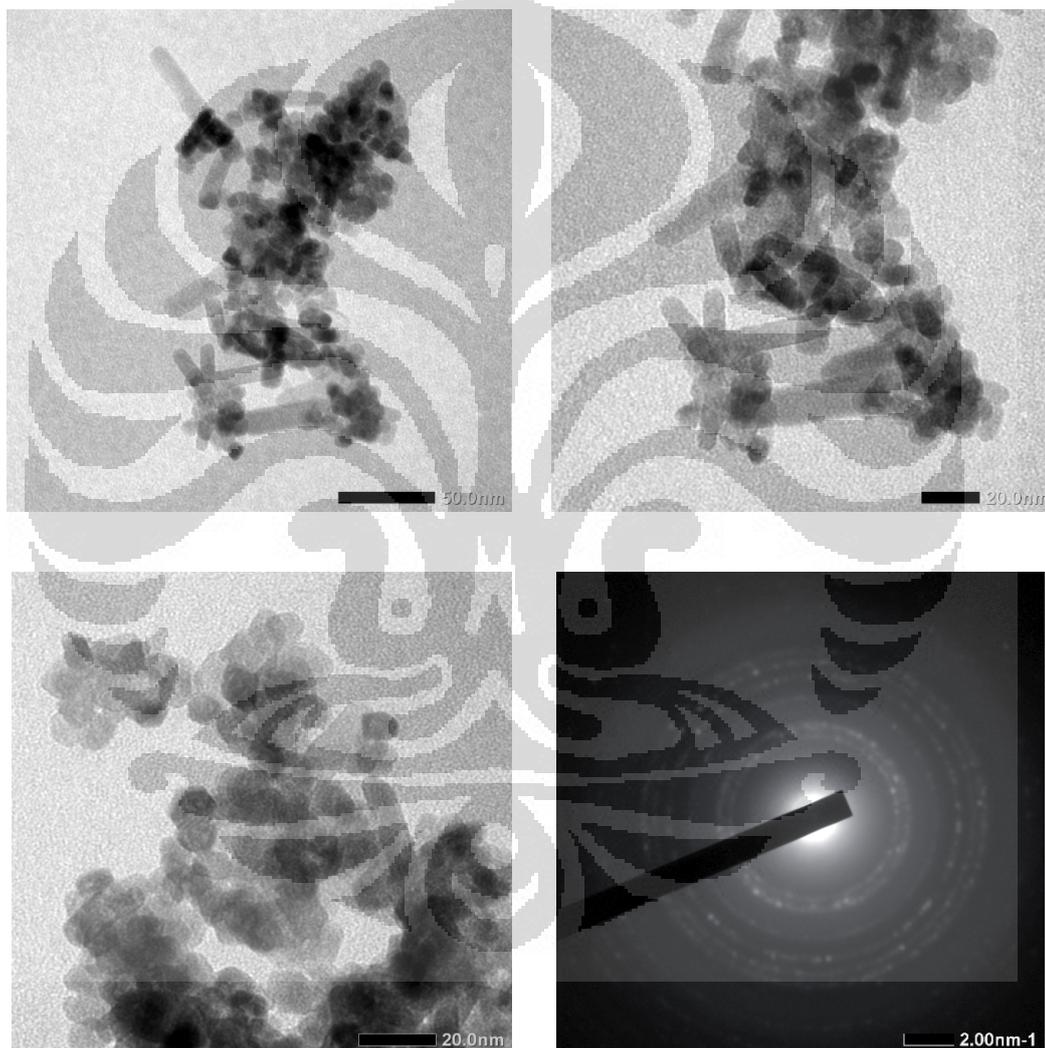
Hasil Konversi Panjang Gelombang terhadap Energi Celah Pita

	ZnO	ZnO@SiO ₂	X1	X2	X3	X4	Y1	Y2	Y3	Y4
λ (nm) =	-384,62	388,49	390,58	391,86	392,30	393,10	391,96	392,87	399,76	400,50
Energi celah pita	3,224	3,192	3,174	3,164	3,161	3,154	3,164	3,156	3,102	3,096

Lampiran 4**Hasil TEM**

- Lampiran 4.1

Nanopartikel ZnO



(lanjutan)

- Lampiran 4.2

Nanopartikel ZnO@SiO₂