



UNIVERSITAS INDONESIA

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

SKRIPSI

FAJAR RAHMIYANTI

0806331544

FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
DEPOK
JANUARI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

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

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana S1

FAJAR RAHMIYANTI

0806331544

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 : Fajar Rahmiyanti

NPM : 0806331544

Tanda Tangan : 

Tanggal : 18 Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Fajar Rahmiyanti
NPM : 0806331544
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi :

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

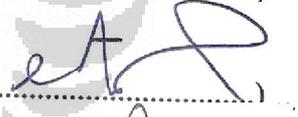
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

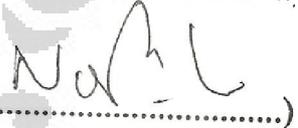
Pembimbing: Dr. Ir. Akhmad Herman Yuwono M.Phil.Eng

()

Penguji : Dr. Ir. Sotya Astutiningsih M.Eng

()

Penguji : Dr. Nofrijon Sofyan, Ph.D

()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 18 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim,

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT 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 perkuliahan, 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. Dr. Badrul Munir, S.T, M.Eng. Sc. sebagai pembimbing akademis yang selalu memberikan perhatian dan dukungan penuh terhadap perkembangan akademis penulis.
4. Kedua orang tua dan adik-adik saya yang senantiasa memberikan pengertian, dukungan dan motivasi kepada saya dalam menyelesaikan rangkaian tugas akhir;
5. Fransisca Dian Handayati, Maryane Anugerah Putri, Widia Kurnia Adi sebagai sahabat dan rekan penelitian yang siap membantu dan menemani penulis dalam serangkaian proses penelitian;
6. Seluruh Bapak-Ibu staf pengajar DMM FTUI yang telah memberikan banyak ilmu kepada penulis selama menjalani kegiatan perkuliahan;

7. Seluruh staf Laboratorium Afiliasi Kimia – FMIPA UI, Bapak Priambodo – staf Laboratorium Terpadu UIN Syarif Hidayatullah, dan LPPT UGM yang telah membantu penulis dalam melakukan proses karakterisasi UV-Vis, XRD dan TEM;
8. Vidya Rina Wulandari dan Ghiska Ramahdita sebagai sahabat yang menemani dan memberikan inspirasi penulis dalam proses penulisan skripsi;
9. Achmad Handryanto yang senantiasa memberikan semangat dan mengingatkan penulis untuk fokus menyelesaikan serangkaian proses penelitian;
10. Seluruh teman-teman penulis yang senantiasa memberikan semangat untuk menyelesaikan penyusunan skripsi.

Akhir kata, saya berharap Allah Subhanahu Wa Ta'ala 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 : Fajar Rahmiyanti
NPM : 0806331544
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 PERLAKUAN
PASCA-HIDROTERMAL 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,



(Fajar Rahmiyanti)

ABSTRAK

Nama : Fajar Rahmiyanti
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul :

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

Penelitian teknologi nano pada nanopartikel ZnO untuk aplikasi pelabelan sel memiliki potensi yang besar karena kemampuannya dalam mengemisikan warna hijau. Kemampuan emisi warna hijau dapat ditingkatkan dengan meningkatkan kristalinitas dan menurunkan energi celah pita mendekati material ruahnya. Dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis nanopartikel dengan teknik presipitasi yang dikombinasikan dengan perlakuan permukaan berupa selubung silika pada permukaan nanopartikel ZnO membentuk ZnO@SiO₂ dan perlakuan panas pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur tahan 80, 100, 120, dan 150°C dengan waktu konstan selama 24 jam, secara khusus ditujukan untuk mengetahui pengaruh perlakuan tersebut terhadap ukuran nanopartikel, kristalinitas dan energi celah pita nanopartikel tersebut. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pemberian perlakuan permukaan dan peningkatan temperatur pasca-hidrotermal mampu meningkatkan ukuran kristalit nanopartikel ZnO dari 7.88 menjadi 12.56 nm, serta menurunkan energi celah pita dari 3.223 menjadi 3.156 eV.

Kata kunci:

Nanopartikel ZnO, pasca-hidrotermal, energi celah pita, kristalinitas, emisi warna hijau

ABSTRACT

Name : Fajar Rahmiyanti
Study Program : Metallurgy and Material Science Engineering
Title :

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

Research on ZnO nanoparticle for cell labeling has great potential due to its ability to emit green light. This ability can be enhanced by improvement its crystallinity and reduction its band gap energy into its bulk (3,07 eV). In the current research, the synthesis of ZnO nanoparticle has been performed, using precipitation technique assisted by surface modification ZnO with silica to form encapsulated silica (ZnO@SiO₂) and post-hydrothermal treatment with various holding temperature of 80, 100, 120, and 150°C. These procedures were specifically aimed at studying the effect of these treatments on nanoparticle size, crystallinity, and band gap energy of the resulting nanoparticles. The result of this research showed that surface modification and the increase in post-hydrothermal treatment temperature from 80°C to 150°C has increased nanoparticle ZnO size from 7.88 to 12.56 nm, and decreased the band gap energy from 3.223 to 3.156 eV.

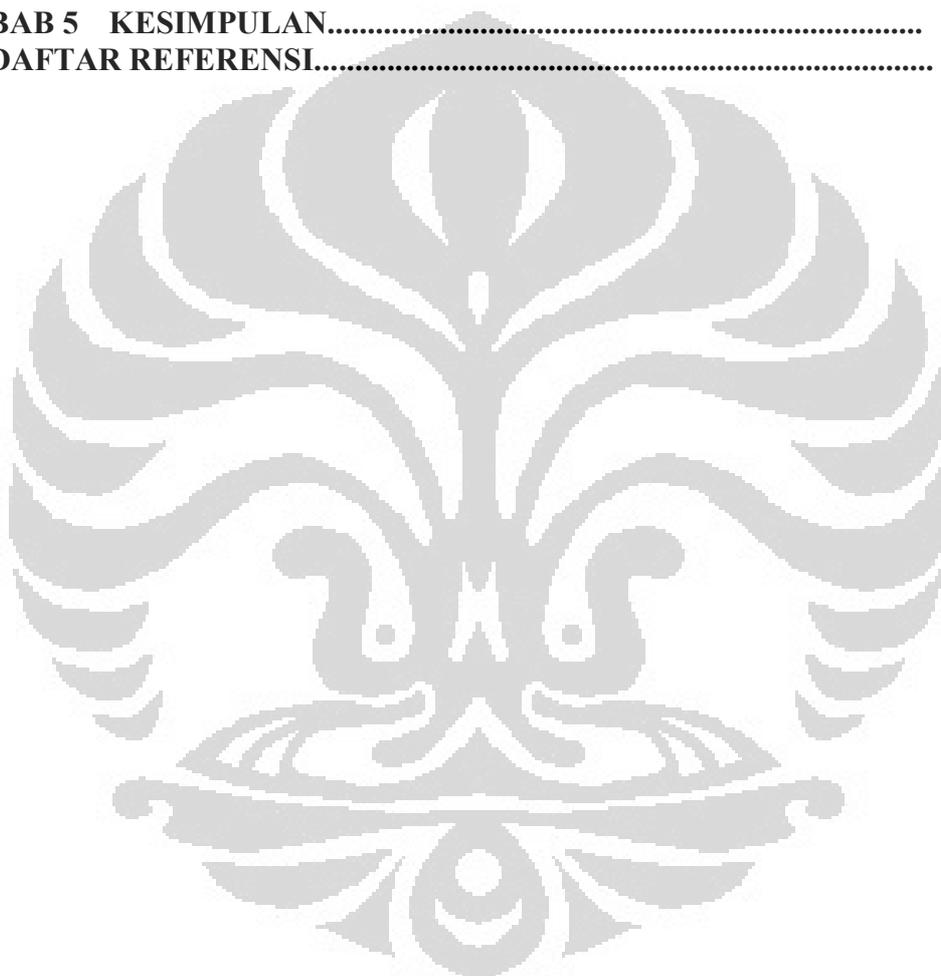
Key words:

ZnO nanoparticles, post-hydrothermal, band gap energy, crystallinity, green emission

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.....	xvi
DAFTAR RUMUS.....	xvii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xviii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Permasalahan.....	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	4
1.4. Batasan Masalah.....	4
1.5. Sistematika Penulisan.....	4
BAB 2 DASAR TEORI.....	6
2.1. Nanopartikel ZnO.....	6
2.2. Nanopartikel <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂ dan Pelabelan Sel.....	10
2.3. Proses Sintesis Nanopartikel ZnO.....	13
2.3.1. Deposisi Uap Fisik (PVD).....	14
2.3.2. Laser Ablation – Assisted CVD.....	14
2.3.3. Presipitasi.....	15
2.3.4. Proses Hidrotermal.....	18
2.4. Proses Pembuatan Nanopartikel <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂	22
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....	28
3.1. Diagram Alir Eksperimen.....	28
3.2. Alat dan Bahan.....	29
3.3. Prosedur Penelitian.....	31
3.3.1. Proses Formulasi.....	31
3.3.2. Sintesis Zn(OH) ₂ dengan Proses Mixing.....	31
3.3.3. Pembuatan Serbuk Nanopartikel ZnO.....	32
3.3.4. Pembuatan <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂	33
3.3.5. Proses Anil Pada Nanopartikel <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂	34
3.3.6. Proses Perlakuan Pasca-Hidrotermal Pada Nanopartikel ZnO@SiO ₂	34

3.3.7. Pengujian Nanopartikel ZnO dan <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂	34
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	41
4.1. Analisa Proses Sintesis Nanopartikel ZnO dan <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂	41
4.2. Analisa Nanopartikel ZnO.....	43
4.3. Analisa Nanopartikel <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂	47
4.4. Analisa Hubungan Nanopartikel ZnO dan <i>Core-Shell</i> ZnO@SiO ₂	54
BAB 5 KESIMPULAN.....	61
DAFTAR REFERENSI.....	63



DAFTAR TABEL

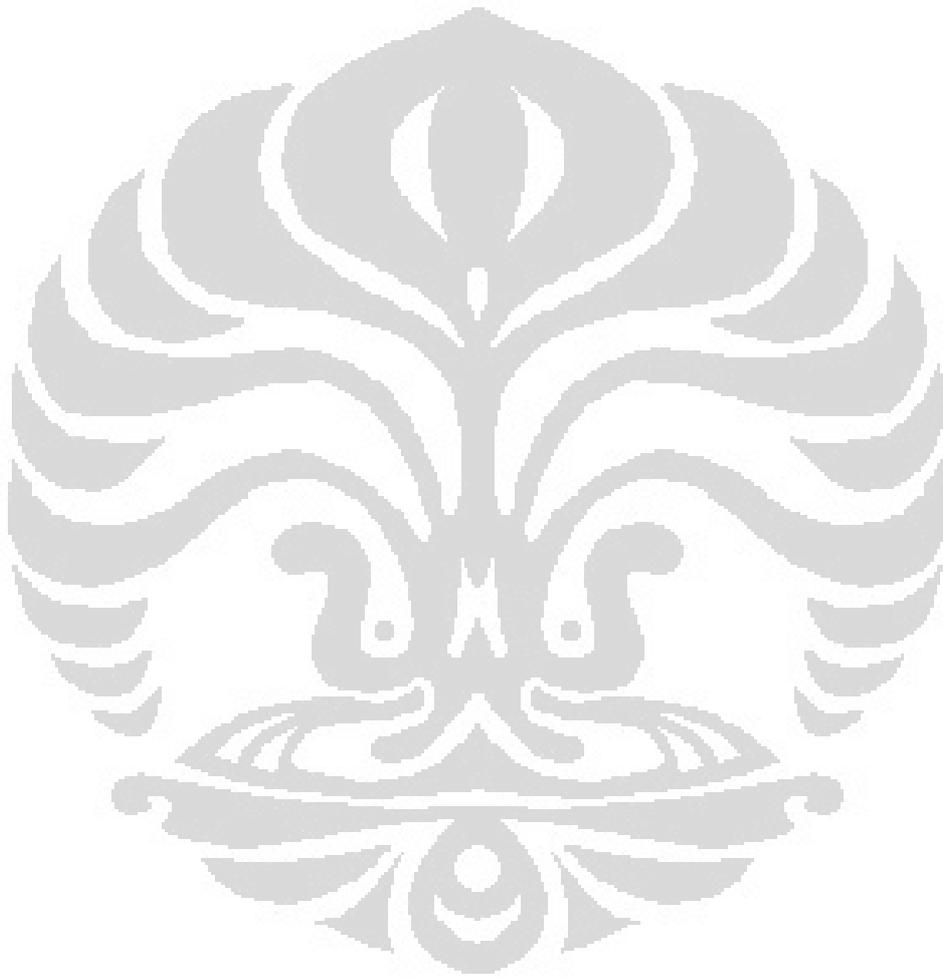
	Halaman
Tabel 3.1. Kode sampel sintesis nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	35
Tabel 4.1. Kisi kristal pada sudut difraksi ZnO.....	44
Tabel 4.2. Ukuran kristalit nanopartikel ZnO hasil sintesis dengan teknik presipitasi.....	45
Tabel 4.3. Energi celah pita (E _g) nanopartikel ZnO hasil sintesis dengan teknik presipitasi.....	46
Tabel 4.4. Ukuran kristalit nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂	49
Tabel 4.5. Besar energi celah pita nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂	49
Tabel 4.6. Besar ukuran nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂ setelah proses perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal.....	52
Tabel 4.7. Besar energi celah pita (E _g) nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂ setelah proses perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal.....	53
Tabel 4.8. Ukuran kristalit nanopartikel ZnO dan ZnO @SiO ₂ hasil perlakuan panas anil temperatur konstan dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur.....	55
Tabel 4.9. Perbandingan nilai energi celah pita (E _g) nanopartikel ZnO, ZnO@SiO ₂ sebelum dan setelah perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal.....	57
Tabel 4.10. Perbandingan ukuran kristalit dengan energi celah pita (E _g) nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂	59

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur kristal ZnO (a) <i>Rock Salt</i> , (b) <i>Zinc Blende</i> , (c) <i>Hexagonal Wurtzite</i> . Atom Zn berwarna abu-abu, atom O berwarna hitam.....	6
Gambar.2.2. Pengaruh ukuran material dengan lebar celah pita.....	8
Gambar 2.3. Spektrum warna berdasarkan gelombang cahaya.....	8
Gambar 2.4. Hasil pengujian nanopartikel ZnO perlakuan anil pada variasi temperatur dengan (a) XRD dan (b) PL.....	9
Gambar 2.5. Ikatan nanopartikel ZnO dengan SiO ₂ membentuk nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂	11
Gambar 2.6. Skema terjadinya eksitasi dan emisi elektron.....	13
Gambar2.7. Gambar <i>fluorescence</i> NIH/3T3 yang dilabeli oleh nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂ yang mengemisikan warna (a) hijau, (b) kuning dan (c)jingga.....	13
Gambar 2.8. Skema proses PVD.....	14
Gambar 2.9. Skema proses laser ablation – assisted CVD.....	15
Gambar 2.10. Hasil pengamatan dengan TEM nanopartikel ZnO pada pH (a) 12, (b) 10, (c) 8 dan (d) 6.....	18
Gambar 2.11. <i>Autoclave container</i> berbahan <i>stanless-steel</i> dan <i>protective insert</i> berbahan Teflon	19
Gambar 2.12. Hasil pengujian TEM pada nanopartikel ZnO hasil sintesis 0,3 M NaOH dengan pemanasan temperatur 150°C selama 6 jam.....	20
Gambar 2.13. Hasil pengujian TEM pada nanopartikel ZnO (a) dan (b) dengan perbesaran rendah, (c) <i>selected area diffraction</i> yang mengindikasikan struktur kristal <i>hexagonal wurtzite</i> murni (P ₆ mc).....	20
Gambar 2.14. Hasil pengujian XRD (a) nanopartikel ZnO, nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂ dengan rasio Zn:SiO ₂ (b) 1:0.05,	

Gambar 4.3. Hasil pengujian UV-Vis Spektrometer pada nanopartikel ZnO hasil sintesis teknik presipitasi	45
Gambar 4.4. Hasil pengujian TEM nanopartikel ZnO dengan perbesaran (a) 100000 X, (b) 150000X, (c) 200000 X, dan (d) SAD.....	46
Gambar 4.5. Puncak difraksi nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂ hasil pengujian dengan XRD.....	48
Gambar 4.6. Grafik spektrum UV-Vis nanopartikel <i>core shell</i> ZnO@SiO ₂	49
Gambar 4.7. Hasil pengujian TEM nanopartikel ZnO@SiO ₂ dengan perbesaran (a) 50000 X, (b) dan (c) 80000 X, (d) 150000 X, dan (e) SAD.....	50
Gambar 4.8. Grafik hasil uji XRD nanopartikel ZnO@SiO ₂ setelah perlakuan anil dan variasi temperatur pasca-hidrotermal.....	51
Gambar 4.9. Spektrum UV-Vis nanopartikel <i>core-shell</i> ZnO@SiO ₂ setelah proses perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal...53	
Gambar 4.10. Grafik hasil uji XRD nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂ dengan perlakuan anil dan variasi temperatur pasca-hidrotermal.....	54
Gambar 4.11. Grafik perbandingan ukuran kristalit nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂ sebelum dan setelah diberi perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur..55	
Gambar 4.12. Grafik persentase peningkatan ukuran kristalit ZnO@SiO ₂ sebelum dan setelah perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal dibandingkan dengan nanopartikel ZnO.....	56
Gambar 4.13. Grafik hasil uji UV-Vis nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂ dengan perlakuan anil dan variasi temperatur pasca-hidrotermal.....	57
Gambar 4.14. Diagram batang penurunan besar energi celah pita (E _g) nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO ₂ sebelum dan setelah diberi perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur	58

Gambar 4.15. Grafik persentase penurunan nilai energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO@SiO₂ setelah dan sebelum perlakuan panas dibandingkan dengan nanopartikel ZnO 59



DAFTAR SINGKATAN



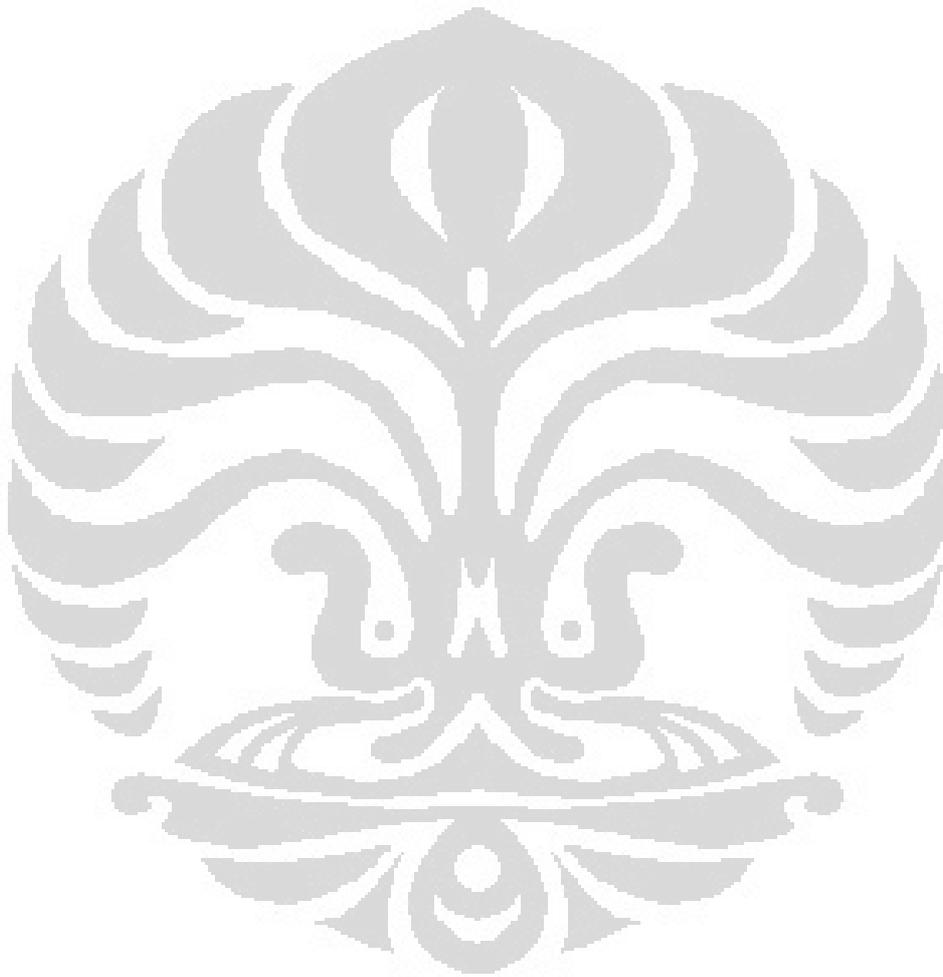
E_g	<i>Bandgap energy</i>
eV	<i>electron Volt</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
JCPDS	<i>Joint Comitte for Power Diffraction Standard</i>
LiOH	<i>Lithium Hydroxide</i>
nm	<i>nanometer</i>
PL	<i>Photoluminescence</i>
QDs	<i>quantum dots</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
SAD	<i>Selected Area Diffraction</i>
SiO ₂	<i>silika</i>
TEM	<i>Transmission Electron Microscope</i>
TEOS	<i>Tetraethyl Orthosilicate</i>
UV	<i>Ultra Violet</i>
UV-Vis	<i>Ultra Violet-Visible</i>
ZnO	<i>Zinc Oxide</i>
Zn(OH) ₂	<i>Zinc Hydroxide</i>

DAFTAR RUMUS

	Halaman
2.1. Persamaan reaksi hidrolisi TEOS.....	22
3.1. Persamaan FWHM total.....	36
3.2. Persamaan FWHM	37
3.3. Persamaan Lorentzian.....	37
3.4. Persamaan Gaussian.....	37
3.5. Persamaan Campuran.....	37
3.6. Persamaan Scherrer.....	37
3.7. Ekstrapolasi konstanta c.....	37
3.8. Substitusi Persamaan Scherrer.....	37
4.1. Persamaan reaksi <i>Zn Acetat</i> dan LiOH	42
4.2. Persamaan reaksi $Zn(OH)_2$	42
4.3. Persamaan reaksi $Zn(OH)_4^{2-}$	42

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Pengolahan Data Difraksi Sinar-X.....	68
Pengolahan Data Spektroskopi UV-VIS.....	75
Foto Hasil Uji TEM.....	82



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Penelitian di bidang nanopartikel telah banyak dilakukan dan menghasilkan sifat yang unik, yaitu material dengan ukuran skala nano memiliki sifat yang berbeda dengan material ruahnya.^[1] Sifat yang banyak dikembangkan untuk aplikasi teknologi nano adalah sifat optik dan elektrik, diantaranya untuk konversi solar sel, *non-linear optic*, katalis, pigmen, sensor gas, hingga kosmetik.^[2]

Prinsip dalam merekayasa material berukuran nano adalah memanfaatkan efek ukuran (*size effect*), efek permukaan (*surface effect*), dan interaksi antar partikel dan media sekitar (*interaction between particles and surrounding medium*) dari material nano tersebut. Hal ini memungkinkan terjadinya kontak permukaan yang lebih besar karena luas permukaan yang lebih kecil, akibatnya jumlah material nano yang berinteraksi dengan lingkungan banyak, sehingga reaksi terjadi di seluruh area permukaan material nano. Selain itu, ukuran yang kecil dapat membentuk ikatan antarmuka *matrix* dan *filler* yang lebih kuat dibandingkan dengan material ruahnya.^[1]

Salah satu material nanopartikel yang banyak diteliti adalah nanopartikel ZnO. ZnO dipilih karena tidak membutuhkan biaya yang terlalu besar dalam proses sintesisnya.^[3] Untuk menghasilkan nanopartikel ZnO terdapat banyak cara, antara lain: metode kimiawi basah *sol-gel*, *spray pyrolysis*, *physical vapor deposition*, *solvothermal*, dan *hydrothermal*.^[4] Nanopartikel ZnO memiliki *wide direct band gap energy* (E_g), yaitu sebesar 3,07 eV.^[5] Energi yang besar ini banyak digunakan untuk varistor, semikonduktor transparan, film transparan pelindung sinar UV, gas sensor^[2], serta aplikasi di bidang biologi, yaitu pelabelan sel (*cell labeling*).^[6]

Aplikasi teknologi nano untuk pelabelan sel banyak digunakan dalam penelitian di bidang biologi. Material untuk teknologi ini harus mampu larut di dalam air,

biokompatibel, tidak beracun, dan mampu menjejak sel serta menghasilkan tampilan sel dengan kualitas yang baik.^[6] Teknologi pelabelan sel yang saat ini digunakan adalah memanfaatkan efek *fluorescence* yang dipancarkan dari *fluorophore* berbahan organik dan protein *fluorescence*. Pemanfaatan teknologi ini luas digunakan untuk mempelajari morfologi, perilaku serta fungsi fisiologi suatu sel. Namun karena material organik yang menghasilkan pancaran *fluorescence* sangat rentan terhadap terjadinya *photobleaching*, yaitu diperoleh gambar yang kabur akibat intensitas pancaran cahaya berkurang, pada gambar yang dihasilkan, maka penggunaan *fluorescence* untuk pelabelan sel tidak dapat digunakan dalam waktu yang lama.^[6] Keterbatasan *fluorophore* organik diatasi dengan penggunaan *fluorophore quantum dots* (QDs) berbahan kadmium (Cd). Namun penggunaan Cd, yang merupakan logam berat, menimbulkan resiko bagi kesehatan manusia dan lingkungan, karena selama proses *fluorescence* terdapat ion Cd^{2+} yang tertinggal di dalam tubuh manusia^[6, 7].

Penelitian penggunaan nanopartikel ZnO untuk aplikasi pelabelan sel telah banyak dilakukan setelah diketahui bahwa nanopartikel ZnO mampu mengemisikan cahaya hijau jika terkena pancaran sinar UV. Emisi warna hijau yang dihasilkan ini diyakini akibat adanya cacat pada permukaan nanopartikel ZnO, namun untuk membuktikan dugaan ini belum ada penelitian yang hasilnya cukup valid.^[6,8,9] Kemampuan ZnO untuk mengemisikan cahaya tampak sangat terbatas, tergantung dari ukuran nanopartikel ZnO yang digunakan.^[10] Kelemahan lain dari nanopartikel ZnO adalah ZnO tidak stabil pada air karena memiliki kesetimbangan konsentrasi pada rentang pH yang luas serta terdapat kecenderungan membentuk agregat yang dapat merusak permukaan nanopartikel ZnO.^[6,7] Untuk mengatasi kelemahan ini, maka dilakukan modifikasi permukaan pada nanopartikel ZnO dengan senyawa *tetraethyl orthosilicate* (TEOS). Hasil modifikasi ini adalah nanopartikel ZnO terselubung silika (*core-shell* ZnO@SiO₂). Material silika dipilih karena memiliki sifat biokompatibel, kestabilan dalam air yang baik serta ikatan yang kuat.^[6]

Pada penelitian sebelumnya^[6,7,8,9], sintesis nanopartikel ZnO dilakukan dengan metode *sol-gel* dan presipitasi, karena proses ini tidak membutuhkan zat aditif

sehingga mampu menghasilkan nanopartikel yang bersih. Dari hasil pengujian nanopartikel ZnO dengan *Transmission Electron Microscope* (TEM)^[6], diperoleh hasil bahwa terjadi peningkatan ukuran nanopartikel ZnO dengan menurunnya pH. Pada pH 10, 8 dan 6 diperoleh ukuran nanopartikel sebesar 4.5, 5.5, dan 6 nm secara berturut-turut. Pada pH 8 dan 6 diperoleh nanopartikel dengan tingkat kristalinitas yang baik. Pengujian lain dilakukan dengan *luminescence spectra*, hasilnya pH mempengaruhi warna emisi yang dihasilkan. Warna emisi yang dihasilkan adalah biru, hijau, kuning dan coklat untuk pH 12, 10, 8, dan 6 berturut-turut.

Sintesis nanopartikel ZnO dengan nilai pH yang rendah mungkin dilakukan, namun pH akan mempengaruhi warna emisi yang dihasilkan. Warna emisi yang diinginkan adalah hijau, yang dihasilkan oleh nanopartikel ZnO dengan pH 10. Selain itu diperlukan jumlah LiOH dalam jumlah yang sedikit, hal ini akan mempengaruhi proses sintesis, sehingga menjadi tidak efisien baik dalam penggunaan bahan baku dan waktu.

1.2. Perumusan Masalah

Penelitian ini difokuskan pada sintesis nanopartikel ZnO dengan metode kimiawi basah teknik presipitasi, yang dikombinasikan dengan melakukan modifikasi permukaan serta perlakuan panas pada nanopartikel ZnO. Modifikasi permukaan dilakukan dengan membuat nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ untuk meningkatkan kestabilan nanopartikel ZnO di dalam air dan meningkatkan kestabilan emisi hijau yang dihasilkan. Perlakuan panas dilakukan dengan proses anil dan pasca-hidrotermal, guna mengetahui pengaruh perlakuan panas terhadap ukuran serta kemampuan absorpsi energi untuk menghasilkan emisi cahaya tampak.

1.3. Tujuan penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menginvestigasi proses sintesis nanopartikel ZnO dan pembuatan *core-shell* ZnO@SiO₂ dengan metode kimiawi basah teknik presipitasi.
2. Mengetahui pengaruh proses anil dan pasca-hidrotermal terhadap karakteristik nanostruktural dari ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂.

1.4. Batasan Masalah

Penelitian ini meliputi sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan prekursor *Zn-acetate* dalam pelarut etanol yang direaksikan dengan LiOH dalam pelarut yang sama hingga memperoleh pH 12, selanjutnya dilakukan penguapan untuk menurunkan konsentrasi larutan dan dilakukan penambahan serbuk LiOH untuk memperoleh pH 10. Pembuatan *core-shell* ZnO@SiO₂ dilakukan dengan menambahkan TEOS, air dan perlakuan ultrasonik untuk mendapatkan campuran yang lebih homogen, serta penambahan NH₄OH dalam suspensi nanopartikel ZnO sebagai katalis reaksi. Proses anil dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur tahan 80-150°C dilakukan untuk mengontrol ukuran nanopartikel ZnO. Hasil penelitian dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X, spektroskopi UV-Vis, dan TEM.

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 : TINJAUAN PUSTAKA

Menjelaskan material nanopartikel dan karakter umum nanopartikel ZnO, modifikasi permukaan menghasilkan nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ dengan senyawa ester (TEOS), sifat dan aplikasi nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂, metode sintesis nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂ yang mengerucut pada metode sintesis kimiawi basah dengan mekanisme pembuatannya, serta modifikasi permukaan nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂.

BAB III : METODE PENELITIAN

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

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

Menjelaskan hasil yang diperoleh selama penelitian dan menganalisisnya. Hasil penelitian yang diperoleh berupa difraksi sinar-X untuk mengetahui tingkat kristalinitas nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂ yang diberi perlakuan panas anil temperatur konstan dan pasca-hidrotermal variasi temperatur tahan dengan menggunakan program *PeakFit* untuk memperoleh besar pelebaran puncak difraksi dan *Scherrer's formula* untuk menghitung besar kristalit rata-rata, spektroskopi UV-Vis untuk mengetahui energi celah pita (E_g) ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂ dengan menggunakan persamaan Energi Foton, serta TEM untuk mengetahui keberhasilan *shell* silika menyelubungi *core* nanopartikel ZnO.

BAB V : KESIMPULAN

Menjelaskan kesimpulan yang diperoleh selama penelitian dan beberapa hal yang disarankan untuk kepentingan pengembangan penelitian. pengembangan penelitian.

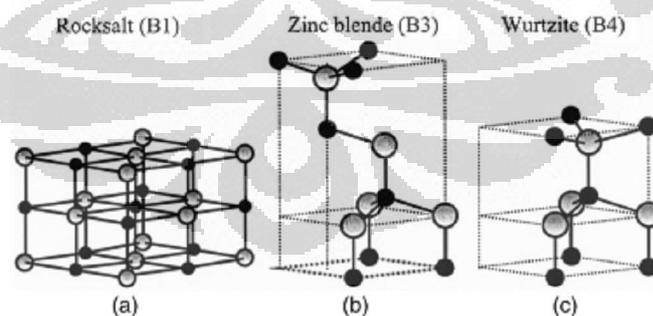
BAB II

DASAR TEORI

2.1. Nanopartikel ZnO

Seng oksida merupakan salah satu senyawa inorganik berupa serbuk berwarna putih, hampir tidak larut dalam air, namun dapat larut di dalam larutan asam atau basa. Seng oksida memiliki rumus umum ZnO dan ditemukan di alam dalam mineral *Zincite*. Kristal ZnO memiliki sifat *thermochromic*, dimana akan mengalami perubahan warna jika diberi perlakuan panas. Serbuk putih ZnO akan berubah warna menjadi kuning jika dipanaskan dan akan kembali (putih) jika didinginkan kembali.^[11]

ZnO memiliki tiga bentuk kristal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1, yaitu *rock salt*, *cubic zincblende*, dan *hexagonal wurtzite*. Struktur yang paling stabil pada temperatur ruang adalah *hexagonal wurtzite*, sementara struktur *zinc blende* stabil jika ditumbuhkan pada struktur kubik dan struktur *rock salt* stabil pada tekanan tinggi (10 GPa). Kestabilan struktur *hexagonal wurtzite* pada temperatur ruang membuat struktur ini banyak digunakan dalam pengaplikasian ZnO.



Gambar 2.1. Struktur kristal ZnO (a) *Rock Salt*, (b) *Zinc Blende*, (c) *Hexagonal Wurtzite*. Atom Zn berwarna abu-abu, atom O berwarna hitam.^[42]

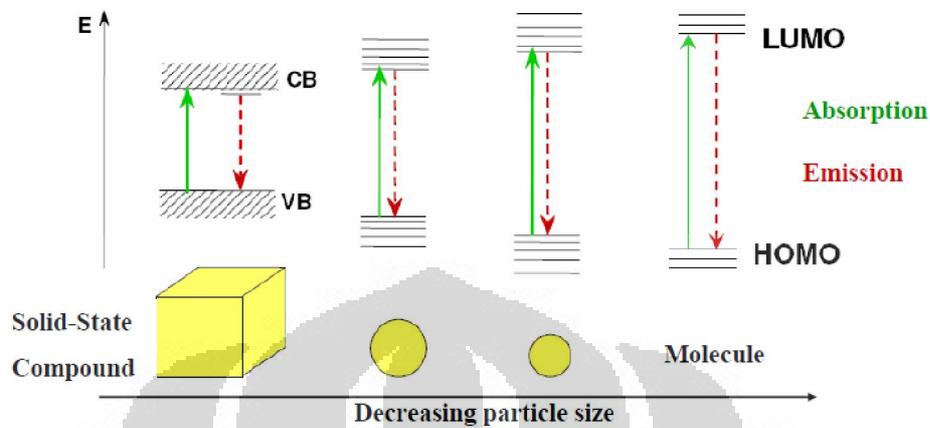
ZnO termasuk material semikonduktor tipe II-VI karena letak unsur O dan Zn masing-masing berada pada periode 2 dan 6 dalam tabel periodik unsur kimia.

ZnO memiliki energi celah pita (E_g) 3,07 eV dan *excitonic binding energy* 60 meV pada temperatur kamar. Kedua sifat tersebut mempengaruhi emisi UV, transparansi, konduktivitas dan ketahanan terhadap degradasi elektronik pada temperatur tinggi.^[7] Nilai energi celah pita (E_g) yang dimiliki ZnO cukup tinggi sehingga mampu menyerap energi pada panjang gelombang yang pendek. Selain itu, nilai *excitonic binding energy* yang tinggi akan meningkatkan efisiensi emisi UV pada temperatur ruang.^[5]

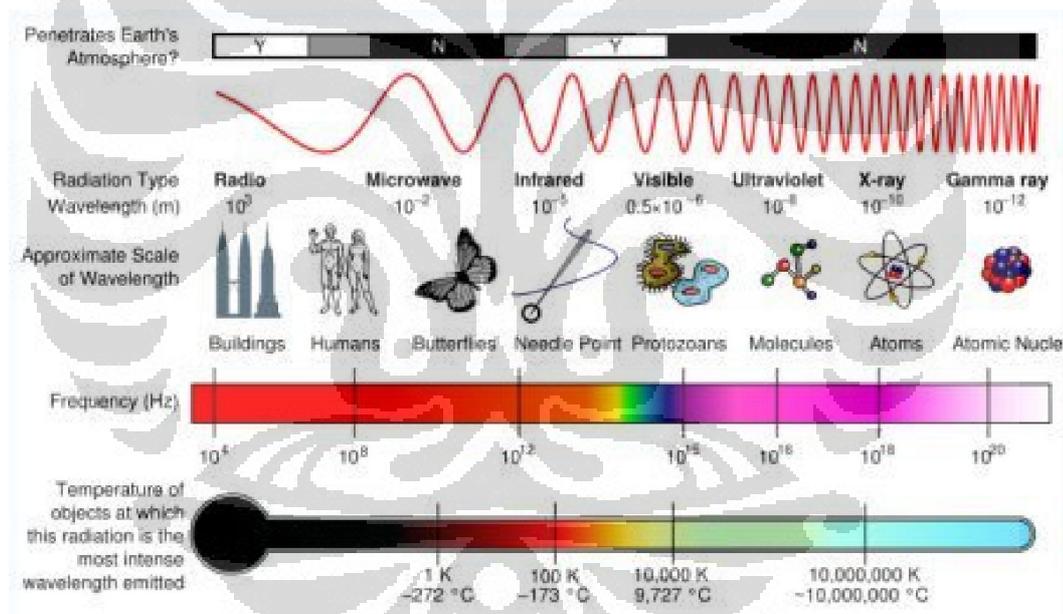
Material berukuran nano dapat direkayasa dengan memanfaatkan efek ukuran (*size effect*), efek permukaan (*surface effect*), dan interaksi antar partikel dan media sekitar (*interaction between particles and surrounding medium*) dari material nano tersebut. Adanya efek ukuran yang dikenal sebagai *quantum size effect* dapat memperluas aplikasi material nano dimana partikel dengan ukuran yang lebih kecil dapat menghasilkan energi celah pita (E_g) yang semakin besar dibandingkan material ruahnya. Hal ini didasarkan pada efek permukaan (*surface effect*) yang menjelaskan bahwa material dengan ukuran kecil hingga pada skala nano akan memiliki persentase atom terluar yang semakin besar dibandingkan keseluruhan atom yang dimiliki oleh partikel tersebut. Susunan atom terluar inilah yang memiliki fungsionalitas paling baik karena dapat berinteraksi langsung dengan lingkungan luar melalui bagian *interface* yang tersusun oleh atom terluar, sehingga potensi yang dimiliki oleh nanopartikel akan semakin besar. Pengaruh ukuran dengan lebar celah pita dari material nano dapat dilihat pada Gambar 2.2.

Nanopartikel ZnO memiliki kemampuan mengemisikan cahaya tampak warna hijau membuat material ini potensial untuk diaplikasikan sebagai biomaterial, sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. dimana sel makhluk hidup dapat diamati pada rentang gelombang cahaya tampak. Sebagian besar sel normal mengemisikan warna biru, sementara sel abnormal mengemisikan warna hijau, sehingga sel abnormal dapat terdeteksi dari perbedaan emisi warna yang dihasilkan. Emisi hijau yang dihasilkan berasal dari radiasi rekombinasi elektron dengan *hole oxygen vacancy* pada pita konduksi.^[6] Nanopartikel ZnO juga memiliki kemampuan penetrasi ke dalam sel hidup dan bukan termasuk senyawa yang beracun. Oleh karena itu, nanopartikel ZnO merupakan senyawa yang

potensial untuk menggantikan *fluorescence* label berbasis Cd karena bersifat *non-toxic*, murah, dan stabil di udara bebas.



Gambar.2.2. Pengaruh ukuran material dengan lebar celah pita.^[43]

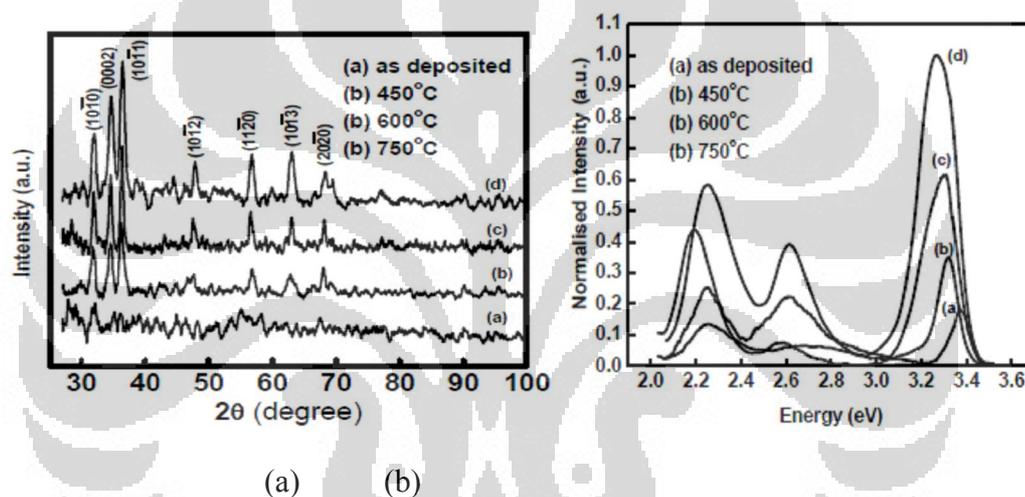


Gambar 2.3. Spektrum warna berdasarkan gelombang cahaya.^[44]

Emisi hijau dari sinar UV yang dihasilkan oleh nanopartikel ZnO muncul karena karakteristik emisi ZnO dan hubungannya dengan *band edge emission* atau transisi eksitonik. Emisi warna hijau meningkat seiring dengan peningkatan ukuran kristalit dan penurunan energi celah pita (E_g) nanopartikel. Adapun peningkatan ukuran kristalit dapat dilakukan dengan memberi perlakuan panas pada nanopartikel ZnO, dimana semakin tinggi temperatur tahan yang diberikan,

maka ukuran kristalit nanopartikel semakin meningkat, karena energi yang tersedia untuk atom menyusun diri membentuk bidang kristal yang sama semakin besar dan kristal yang terbentuk semakin besar.^[13,14,15,16]

Pengaruh peningkatan temperatur pada peningkatan ukuran kristalit dapat dilihat dari hasil pengujian difraksi sinar-X (XRD) pada Gambar 2.4. (a) dan penurunan energi celah pita (E_g) dapat dilihat pada Gambar 2.4. (b). Energi celah pita (E_g) diperoleh dari pengujian dengan pengujian *Photoluminescence* (PL), yang menyatakan semakin tinggi temperatur maka energi celah pita mengalami penurunan dan emisi terjadi pada panjang gelombang cahaya tampak.



Gambar 2.4. Hasil pengujian nanopartikel ZnO perlakuan anil pada variasi temperatur dengan (a) XRD dan (b) PL^[13]

Pengaplikasian nanopartikel ZnO untuk pelabelan sel memang masih sedikit. Nanopartikel ZnO ditemukan memiliki kestabilan yang buruk di dalam air. Hal ini karena kestabilan konsentrasi Zn dalam air cukup tinggi pada rentang pH yang luas, sehingga nanopartikel ZnO cenderung membentuk agregat, akibatnya terjadi kerusakan pada permukaan ZnO yang pada akhirnya akan menghilangkan mampu emisi hijau nanopartikel ZnO.^[12]

Nanopartikel ZnO memiliki keunggulan lain, yaitu dapat disintesis dengan metode yang konvensional. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa nanopartikel ZnO dapat difabrikasi melalui berbagai teknik, mulai dari yang konvensional seperti *milling* dan metode kimiawi basah, hingga metode yang cukup kompleks seperti

deposisi uap fisik (PVD) dan *chemical vapor deposition* (CVD) yang membutuhkan teknologi tinggi. Karena struktur kristal yang dimilikinya, nanopartikel ZnO hasil sintesis stabil pada temperatur ruang. Hal ini mendukung kecenderungan nanopartikel ZnO untuk dimanfaatkan lebih lanjut pada berbagai aplikasi.

Penelitian mengenai fabrikasi dalam skala nano menunjukkan bahwa semikonduktor nanopartikel memiliki tingkat fleksibilitas fungsi melalui desain atau pengaturan strukturnya. Dalam konteks ini, tujuan utamanya adalah untuk:

- (i) menciptakan berbagai alat atau *device* dengan ukuran yang kecil,
- (ii) meningkatkan kepresisian dimensi,
- (iii) pengontrolan dan desain berbagai sifat-sifat material berukuran kecil.

Hal yang perlu diperhatikan dalam pengembangan nanopartikel adalah usaha pengaturan sifat-sifat dari material melalui modifikasi ukuran. Hal ini dikarenakan material dengan ukuran yang kecil akan memiliki sifat yang berbeda dengan material ruahnya. Pengontrolan ukuran dan bentuk nanopartikel merupakan langkah yang penting dalam usaha menciptakan *nanodevice* dan aplikasi.

2.2. Nanopartikel *Core-Shell* ZnO@SiO₂ dan Pelabelan Sel

Core-shell (*nanoshell*) adalah inti partikel suatu senyawa yang diselubungi dengan senyawa lain dengan ketebalan berukuran nanometer. Ukuran *nanoshell* berkisar antara 20 - 200 nm. Pada aplikasi untuk *biomedicine*, *nanoshell* akan menyerap energi pada panjang gelombang tertentu, tergantung dari ketebalan *shell*. Umumnya material *nanoshell* dibuat dengan inti silika dan partikel emas sebagai material *shell*. *Nanoshell* telah diteliti dapat membunuh sel kanker pada tikus dengan menginjeksi *nanoshell* ke sel tumor, diberikan energi dari luar hingga *nanoshell* cukup panas untuk membunuh sel tumor^[17]

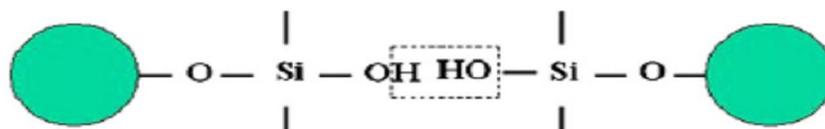
Dalam hal menjaga kestabilan ukuran nanopartikel, material *shell* dipilih karena dapat mencegah partikel membentuk aglomerat, sehingga distribusi nanopartikel

meningkat. Struktur *core-shell* juga meningkatkan kestabilan panas dan kimia nanopartikel, kelarutan, mengurangi bahaya racun dan ikatan molekul lain dengan nanopartikel. Material *shell* juga diharapkan dapat mencegah terjadinya oksidasi material inti karena material *shell* (biasanya polimer atau *inorganic layer*) membentuk struktur hibrid dimana fungsi material inti dan *shell* bekerja sinergi.

Struktur *core-shell* pada material berskala nano dapat mengubah muatan, fungsi dan kereaktifan permukaan atau dengan kata lain meningkatkan kestabilan dan kemampuan terdispersi material inti.^[1] Sifat material tersebut sangat berguna dalam aplikasi katalis, optik, atau magnetis.

Material yang banyak digunakan untuk material *shell* adalah silika (SiO_2). SiO_2 memiliki kelebihan, yaitu mudah dalam preparasi sampel, memiliki kestabilan terhadap lingkungan dan kompatibilitas dengan material lain yang baik.^[6] Kelebihan ini kemudian yang mendorong penggunaan SiO_2 sebagai material *shell* dengan *core* ZnO, khususnya untuk aplikasi fotokatalis. Nanopartikel ZnO dalam aplikasi fotokatalis mudah sekali mengalami degradasi jika terpapar pada polutan air, sehingga mempengaruhi sifat ZnO dalam aplikasinya.^[14]

Sebagai sumber silika, digunakan larutan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS). TEOS merupakan senyawa *alkoxy silane* dengan empat gugus alkoksil. Pada Gambar 2.5. terlihat gugus alkoksil ini akan terhidrolisis dan bereaksi dengan gugus OH- pada permukaan ZnO untuk membentuk lapisan di permukaannya. Layer dapat dibuat dengan ketebalan yang cukup karena tiga gugus alkoksil dapat terhidrolisis dan bergabung dengan molekul TEOS lain. Oleh karena itu penambahan TEOS harus diperhitungkan dan dikontrol dengan baik mengingat ukuran partikel nanopartikel berperan besar untuk fungsionalitasnya.

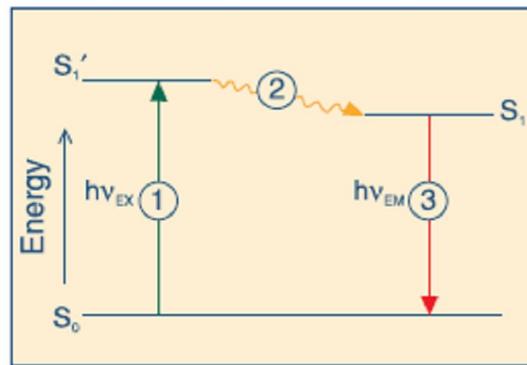


Gambar 2.5. Ikatan nanopartikel ZnO dengan SiO_2 membentuk nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO_2 ^[39]

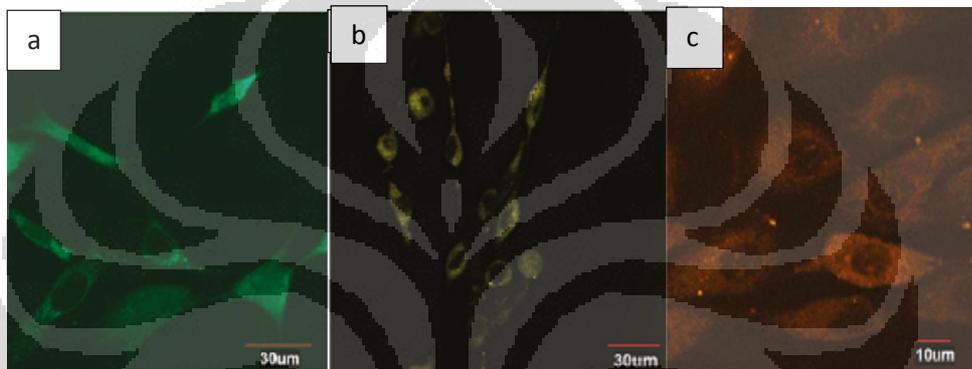
Nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ pada penelitian ini ditujukan untuk aplikasi pelabelan sel, yaitu sebagai *contrast agent*. Pelabelan sel adalah teknik pengambilan gambar sel di dalam tubuh makhluk hidup dengan memanfaatkan warna emisi *fluorescence*. Seperti yang telah diketahui, sel makhluk hidup mengalami daur hidup dimana selalu mengalami pembelahan sel menghasilkan sel baru untuk menggantikan sel yang sudah rusak atau mati. Ketidaknormalan saat proses pembelahan mungkin terjadi karena gen yang mengatur proses ini mengalami kerusakan^[20], sementara pembelahan sel akan terus terjadi selama pasokan nutrisi yang dialirkan melalui pembuluh darah terus masuk, akibatnya jumlah sel semakin banyak dan membentuk agregat berupa benjolan, yang dikenal dengan tumor. Enzim restriksi yang dimiliki tiap sel untuk mengenali dan menyerang benda asing di dalam tubuh makhluk hidup, tidak mengenali gen yang rusak sebagai benda asing, oleh karena itu gen yang rusak tidak akan diserang.^[21] Aktivitas pembelahan sel ini membuat sel abnormal memancarkan suatu energi yang berbeda dibandingkan dengan sel normal lain.

Teknik pelabelan sel memanfaatkan pancaran *fluorescence* suatu senyawa jika diberikan energi dari luar. *Fluorescence* sendiri adalah mekanisme terbentuknya pancaran *fluorescence* akibat tabrakan energi foton yang berasal dari sumber cahaya tampak dengan *fluorophore*.^[22] Energi tersebut kemudian diserap oleh *fluorophore* (senyawa yang dapat memancarkan warna emisi tertentu) sehingga terjadi eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi, lalu terjadi relaksasi pada nanopartikel dan menghasilkan emisi elektron yang kembali ke pita valensi dari pita konduksi.^[23] Skema *fluorescence* secara sederhana ditunjukkan pada Gambar 2.6.

Jika intensitas *fluorescence* yang dihasilkan menurun, maka merupakan indikasi terjadinya *photobleaching*.^[23] *Photobleaching* terjadi karena *fluorophore* tidak mampu memancarkan *fluorescence* akibat kerusakan *irreversible* zat *fluorophore* oleh foton serta terjadinya modifikasi kovalen dari transisi eksitasi singlet ke eksitasi triplet.^[22] Emisi yang dihasilkan berupa pancaran cahaya monokromatik,^[22] yang dapat digunakan untuk aplikasi pelabelan sel, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.6. Skema terjadinya eksitasi dan emisi elektron [22]



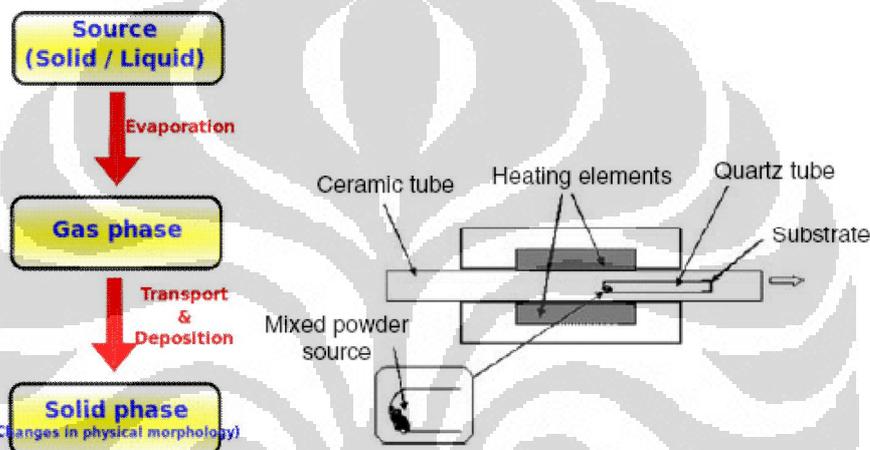
Gambar 2.7. Pancaran *fluorescence* pada sel NIH/3T3 yang dilabeli oleh nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ yang mengemisikan warna (a) hijau, (b) kuning dan (c) jingga [6]

2.3. Proses Sintesis Nanopartikel ZnO

Penelitian nanopartikel ZnO telah banyak dilakukan karena sifat-sifatnya yang menarik untuk konversi solar sel, katalis, pigmen, sensor gas, pelabelan sel hingga kosmetik. Nanopartikel ZnO juga dapat disintesis dengan berbagai macam metode, antara lain deposisi uap fisik (PVD), *chemical vapor deposition* dan *solution method*. Pemilihan metode sintesis nanopartikel juga memperhatikan aplikasi nanopartikel.

2.3.1. Deposisi Uap Fisik (PVD)

Proses yang dilakukan untuk menghasilkan nanopartikel ZnO membutuhkan temperatur kerja yang berbeda. Proses PVD membutuhkan suhu yang tinggi untuk melakukan proses evaporasi pada material dasar untuk disublimkan pada material substrat di bawah pengaruh aliran gas inert. Metode ini akan menghasilkan nanopartikel ZnO evaporasi bubuk Zn, atau campuran antara Zn dengan material lain, seperti Se, maupun campuran antara ZnO dengan grafit, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.8.



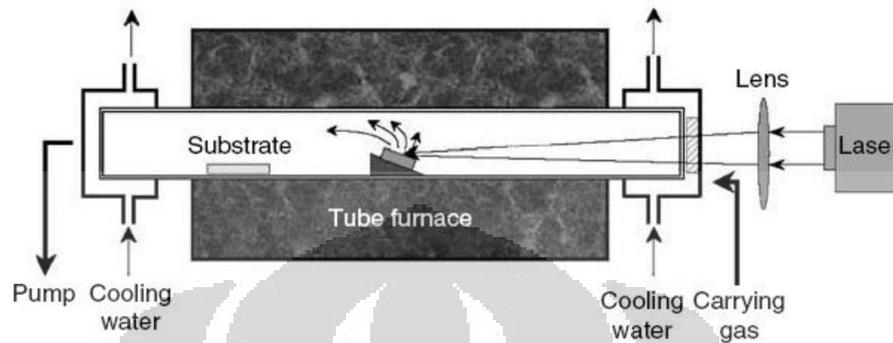
Gambar 2.8. Skema proses PVD ^[24]

Pada proses sintesis ini, uap dari material dasar akan diarahkan ke substrat dengan bantuan gas argon, atau campuran antara gas argon dengan oksigen dan hidrogen. Metode ini biasanya membutuhkan prekursor seperti *diethyl zinc* ($\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$) atau *zinc acetylacetonate hydrate* $\text{Zn}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2) \cdot x\text{H}_2\text{O}$.^[24]

2.3.2. Laser Ablation – Assisted Chemical Vapor Deposition (CVD)

Metode ini merupakan salah satu metode yang cukup efektif dalam menciptakan struktur nano dalam satu dimensi (1D) ^[25], terutama pada semikonduktor. Metode *laser ablation* tidak seperti metode lainnya, deposisi terjadi secara dua dimensi, dimana target diletakkan pada bagian atas *tube* mengakibatkan sistem ini

menggunakan kombinasi dari *pulse laser* dan *thermal evaporation* dengan beberapa modifikasi, seperti terlihat pada Gambar 2.9 Sumber material (*source material*) dilekatkan ke alumina krusibel dengan sudut 45° terhadap sinar laser.



Gambar 2.9. Skema proses *laser ablation – assisted CVD* ^[25]

Proses ini serupa dengan proses *thermal evaporation*. Temperatur yang digunakan pada proses ini berkisar antara $500 - 800^{\circ}\text{C}$. Ketika 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 nanopartikel 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*.

2.3.3. Presipitasi

Sintesis nanopartikel ZnO dengan metode presipitasi telah banyak dilakukan oleh peneliti dan hasilnya menunjukkan bahwa sintesis nanopartikel dengan metode ini

tergantung pada fungsi jenis dan meterial reaktan, kondisi pH dan temperatur. Metode presipitasi Spanhel and Anderson,^[26] menunjukkan prosedur pembuatan *quantum size* nanopartikel ZnO dengan menambahkan *Zn-acetat* dan unsur alkali dalam pelarut etanol. Penelitian ini difokuskan pada sintesis nanopartikel ZnO dengan LiOH sebagai sumber alkali. Sintesis nanopartikel ZnO dilakukan dengan menambahkan larutan *Zn-acetat* dan LiOH dalam pelarut etanol.

Penggunaan prekursor seng asetat didasarkan pada sifat senyawa ini yang sangat mudah larut dengan alkohol, khususnya isopropanol dan etanol. Sementara itu, seng nitrat perlu dilarutkan dengan *ethylene glycol monomethyl ether*. Pada penelitian sebelumnya ditunjukkan bahwa penggunaan prekursor seng nitrat menghasilkan kristalisasi yang cepat dan acak, berbeda dengan seng asetat yang dapat menghasilkan topografi yang lebih baik dan juga kristalinitas yang lebih stabil dan seragam. Dari penelitian tersebut ditunjukkan bahwa penggunaan prekursor seng asetat lebih stabil dan memerlukan pelarut yang mudah didapatkan.

Zinc-acetate dihydrate pada fasa etanol telah diteliti sebelumnya sebagai *dispersing agent* sekaligus pelarut yang baik dan stabil.^[27] Pada proses pelarutan *Zinc-acetate dihydrate* dan LiOH akan diperoleh larutan transparan yang menunjukkan telah terjadi reaksi antara larutan seng dengan larutan hidroksida dalam skala nano. Jika dilakukan pengadukan terus menerus, akan dihasilkan larutan yang lebih keruh yang menunjukkan hasil reaksi yang terjadi sudah cukup stabil membentuk $Zn(OH)_2$. Dengan proses pengeringan dapat dihasilkan serbuk putih yang mengandung kristalit ZnO berukuran nano.^[8]

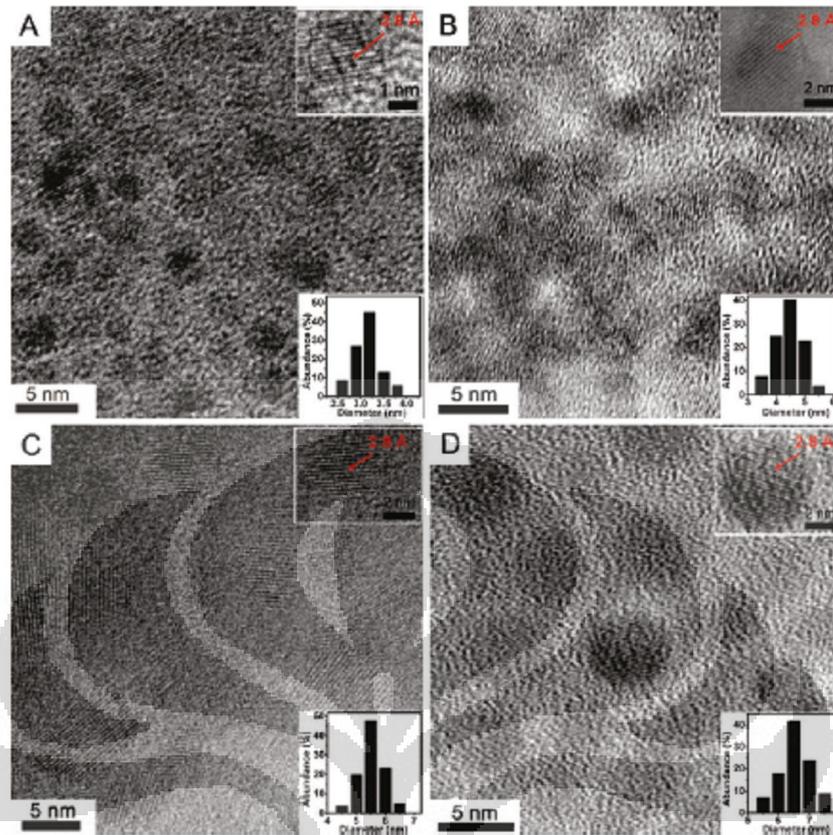
Reaksi antara *Zinc-acetat* dengan LiOH menunjukkan larutan koloid *translucent*, hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi reaksi antara larutan Zn dengan larutan hidroksida yang mengandung sumber alkali. Setelah dilakukan pengesetan pH menjadi 10 dengan penambahan serbuk LiOH, warna larutan menjadi lebih keruh, hal ini menunjukkan hasil reaksi ZnO cukup stabil. Proses lanjutan dapat dihasilkan nanopartikel yang terbungkus oleh silika dalam bentuk kristal.

Zeshan Hu, *et.al.*^[28] melakukan penelitian sintesis nanopartikel ZnO metode kimiawi basah dengan mereaksikan *Zn-acetat* dengan senyawa alkali dengan

perbandingan tertentu dan penambahan H₂O dalam larutan. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa fraksi volume H₂O mempengaruhi laju nukleasi dan pertumbuhan partikel. Semakin besar fraksi volume H₂O maka semakin cepat laju nukleasi dan pertumbuhan partikel sehingga membuat proses pertumbuhan menjadi tidak stabil.

M. A. Shah dan M. Al-Shahry,^[4] melakukan eksperimen sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan prekursor serbuk logam Zn yang direaksikan dengan alkohol. Alkohol berfungsi sebagai pelarut dengan tujuan terbentuknya senyawa hidrokarbon dan oksida pada permukaan logam Zn akibat penguraian C-O. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam wadah *autoclave* dan dipanaskan perlahan hingga suhu 200°C selama 24 dan 48 jam. Hasil yang diperoleh adalah ukuran partikel berukuran nano dengan meningkatnya waktu tahan. Hasil pengujian dengan EDX menunjukkan rasio Zn:O seperti rasio pada material ruahnya dan pengujian dengan XRD menunjukkan struktur kristalnya berbentuk *hexagonal wurtzite* (a: 0,3249 nm, c: 0,5206 nm).

Xiaosheng Tang, *et.al.*^[6] melakukan penelitian sintesis nanopartikel ZnO dengan prekursor *Zinc-acetat* dengan pelarut etanol dan LiOH dengan pelarut yang sama dan dilakukan pengesetan pH 10, 8, dan 6 dengan penambahan LiOH sebanyak 14, 10 dan 5,5 mg. Hasil pengujian TEM yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. diketahui bahwa ukuran partikel meningkat dengan menurunnya nilai pH. Pada pH 12, partikel terdistribusi merata dan memiliki ukuran 2 - 5 nm dengan rata-rata 3,3 nm. Pada pH 10, 8 dan 6, ukuran nanopartikel berturut-turut adalah sebesar 4,5, 5,5, dan 6,5 nm. Penyebab peningkatan ukuran partikel dengan menurunnya nilai pH adalah karena pada pH tinggi, partikel bernukleasi lebih cepat dibandingkan pada pH rendah, hal ini mengakibatkan adanya kompetisi antar inti-inti partikel yang terbentuk, sehingga ukuran partikel menjadi lebih kecil dibandingkan ukuran partikel pada pH yang rendah. Hasil pengujian ini menunjukkan bahwa faktor pH pada sintesis nanopartikel ZnO memegang peranan penting dalam mengontrol laju nukleasi partikel.



Gambar 2.10. Hasil pengamatan dengan TEM nanopartikel ZnO pada pH (a) 12, (b) 10, (c) 8 dan (d) 6 [6]

2.3.4. Proses Hidrotermal

Teknik hidrotermal merupakan salah satu teknik sintesis alternatif karena tidak membutuhkan temperatur proses yang tinggi dan sangat mudah dalam hal mengontrol ukuran partikel hasil sintesis. Teknik ini memiliki beberapa keuntungan, yaitu peralatan yang mudah, pertumbuhan partikel tanpa katalis, biaya proses relatif terjangkau, ukuran partikel yang seragam, serta ramah lingkungan. [5]

Byrappa dan Yoshimura, [35, 36] mendefinisikan bahwa hidrotermal sebagai keseragaman atau ketidakseragaman reaksi kimia akibat adanya bahan pelarut pada temperatur tinggi dan tekanan yang sangat tinggi diatas 1 atmosfer (atm) pada sistem tertutup. Proses hidrotermal dilakukan dengan menggunakan *autoclave container* yang terbuat dari *stainless steel* seperti yang ditunjukkan

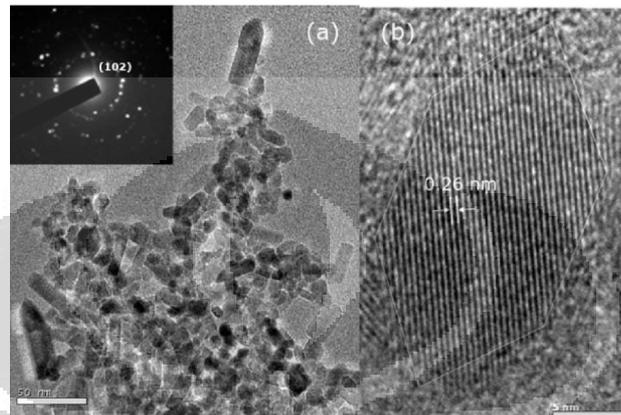
pada Gambar 2.11. Senyawa kimia yang disintesis sebagian memiliki sifat korosif, sehingga diperlukan *protective insert* untuk menghindari terjadinya reaksi antara wadah dengan material yang ingin disintesis. *Protective insert* yang biasa digunakan antara lain *carbon-free iron*, tembaga, perak, emas, platina, titanium, kaca (kuarsa), atau Teflon, tergantung penggunaan temperatur dan jenis larutan yang digunakan.



Gambar 2.11. *Autoclave container* berbahan *stainless-steel* dan *protective insert* berbahan Teflon

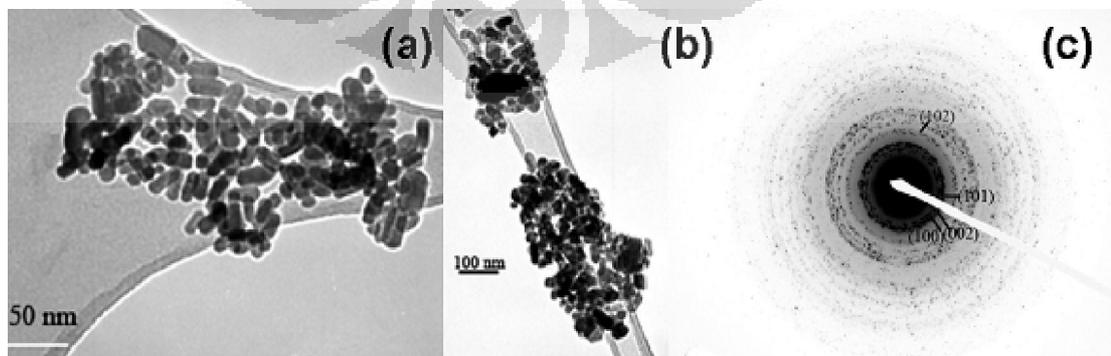
A.M. Aneesh, *et al.*^[8] melakukan penelitian sintesis nanopartikel ZnO dengan metode hidrotermal. *Zinc-acetat* dalam pelarut metanol direaksikan dengan NaOH dengan konsentrasi yang berbeda sehingga menghasilkan larutan dengan pH bervariasi 8 dan 11. Larutan ini selanjutnya dipindahkan ke dalam wadah *autoclave* yang terbuat dari *stainless steel* dan diberi pemanasan pada suhu 100-200°C selama 6 dan 12 jam. Karakterisasi nanopartikel dilakukan dengan XRD, TEM, dan Spektroskopi UV-Vis. Hasil pengujian dengan XRD terdapat pelebaran pada puncak difraksi yang terbentuk yang mengindikasikan ukuran material dalam skala nanometer. Pada variabel temperatur hidrotermal, hasilnya adalah ukuran partikel bertambah dengan semakin meningkatnya temperatur hidrotermal. Sementara pada variabel konsentrasi NaOH, puncak difraksi meningkat dengan berkurangnya konsentrasi NaOH, hal ini menunjukkan rasio OH^- dan Zn^{2+} adalah faktor dominan dalam pembentukan ZnO. Pengujian dengan TEM dihasilkan pengaruh konsentrasi terhadap ukuran nanopartikel yang terbentuk, semakin tinggi konsentrasi maka ukuran nanopartikel semakin membesar. Pada Gambar 2.12. hasil pengujian TEM pada konsentrasi 0,3 M NaOH dengan perlakuan panas temperatur 150°C selama 6 jam pada wadah *autoclave* menunjukkan terbentuknya

ZnO *nanorods* pada bidang standard stuktur heksagonal serta gambar SAD yang menunjukkan cincin-cincin yang tegas menandakan nanopartikel ZnO sudah terbentuk dalam fasa kristalin. Sedangkan pengujian dengan UV-Vis menunjukkan energi celah pita (E_g) yang dihasilkan 3,42 eV lebih besar dari ruah ZnO (3,37 eV), hal ini terjadi karena adanya *quantum confinement effect*.



Gambar 2.12. Hasil pengujian TEM pada nanopartikel ZnO hasil sintesis 0,3 M NaOH dengan pemanasan temperatur 150°C selama 6 jam.^[8]

Erwan Rauwel, *et.al.*^[16] melakukan pengujian TEM pada nanopartikel ZnO yang disintesis dari prekursor *zinc acetylacetonate hidrate* dengan teknik hidrotermal. Hasil pengujiannya ditunjukkan pada Gambar 2.13. (a) dan (b) menunjukkan monodispersi nanopartikel ZnO yang membentuk aglomerat karena kestabilan ZnO dalam air yang buruk, Gambar 2.13. (c) menunjukkan *selected area diffraction* (SAD) nanopartikel ZnO berupa cincin yang terbentuk dari difraksi fasa *zincite*.^[40]



Gambar 2.13. Hasil pengujian TEM pada nanopartikel ZnO (a) dan (b) dengan perbesaran rendah, (c) *selected area diffraction* yang mengindikasikan struktur kristal *hexagonal wurtzite* murni ($P6_3mc$)^[16]

Hal yang perlu diperhatikan dalam melakukan proses hidrotermal adalah lingkungan kimia yang harus disesuaikan dengan material yang akan diproses. Meskipun proses ini memiliki waktu reaksi yang lebih lama jika dibandingkan dengan proses pendeposisian pada fasa uap atau *milling*, proses ini mampu menghasilkan partikel dengan tingkat kristalinitas yang tinggi dengan pengontrolan ukuran dan bentuk yang lebih baik. Pada teknik hidrotermal telah diketahui bahwa temperatur, tekanan, dan potensial kimia adalah variabel-variabel utama untuk memberikan hasil yang diinginkan.

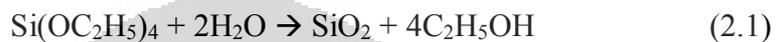
Yuwono, *et.al.*^[37, 38] menunjukkan proses hidrotermal yang dilakukan pada material logam oksida TiO₂ pada rangkaian proses sol-gel menghasilkan tingkat kristalinitas yang tinggi, dengan tetap mempertahankan ukurannya pada skala di bawah 10 nm tanpa terjadi agregasi. Nanokristalin TiO₂ berukuran 10-15 nm dapat dicapai dengan perlakuan pasca-hidrotermal melalui mekanisme pembelahan (*cleavage*) jaringan Ti-O-Ti yang kaku sebagai penyebab tingkat amorfus yang tinggi pada nanopartikel hasil sol-gel, selanjutnya hasil pemotongan tersebut melakukan penyusunan ulang (*rearrangement*) dan memadat membentuk nanokristalin TiO₂.

Mekanisme pembelahan proses pasca-hidrotermal yang dilakukan oleh Yuwono *et.al.*^[37] memberikan informasi bagaimana pengaruh pemberian tekanan uap yang tinggi terhadap kristalinitas ZnO dari serbuk yang dihasilkan. Pada penelitian ini akan dilakukan pemberian tekanan uap tinggi pada fasa padatan, dimana nanopartikel ZnO sudah berhasil disintesis namun memiliki ukuran kristalit yang masih rendah.

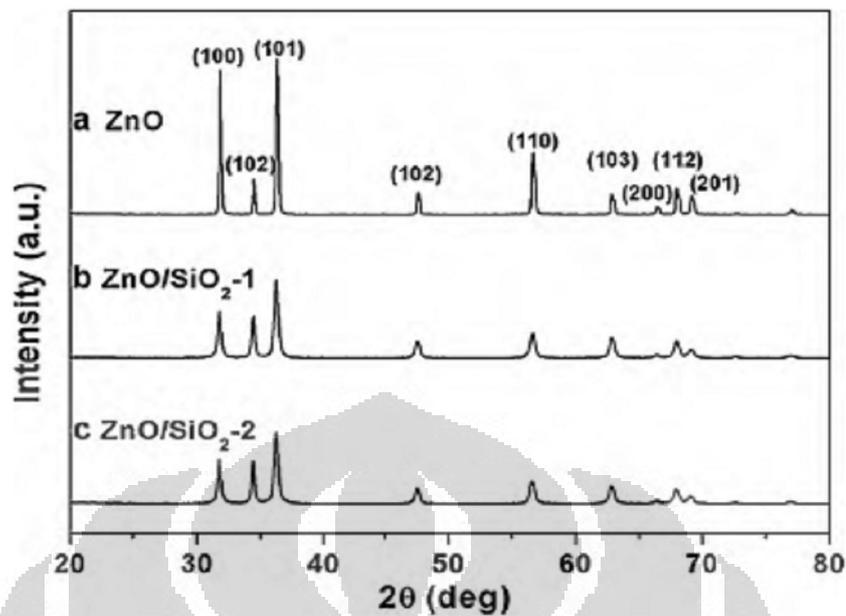
Sebelum dilakukan proses pasca-hidrotermal, dilakukan proses anil terlebih dahulu. Tujuan dilakukan anil adalah untuk menyeragamkan ukuran kristalinitas partikel. Yuwono, *et.al.*^[37] menunjukkan ukuran kristalinitas nanopartikel TiO₂ yang diberi perlakuan *drying*, anil, dan pasca-hidrotermal lebih tinggi dibandingkan yang diberi perlakuan pasca-hidrotermal tanpa anil.

2.4. Proses Pembuatan Nanopartikel *Core-Shell ZnO@SiO₂*

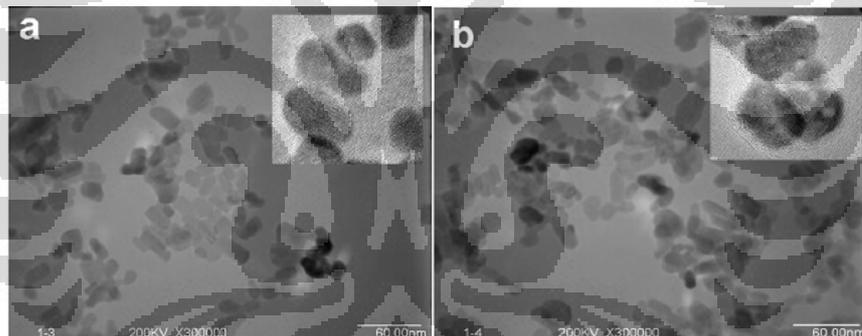
Sintesis *shell* silika pada permukaan nanopartikel ZnO menggunakan metode Stober dan Fink, *et.al.*^[34] yang menggunakan larutan TEOS, etanol, *aquades*, dan katalis amonia dan dicampurkan ke nanopartikel ZnO. Sintesis ini menghasilkan *luminescence* nanopartikel silika yang dapat digunakan untuk aplikasi deteksi *bio-analytical*^[17] TEOS digunakan sebagai sumber silika karena mudah dikonversi menjadi silikon oksida jika direaksikan dengan air, sesuai dengan Persamaan 2.1.



Silika pada *core-shell ZnO@SiO₂* mempengaruhi nilai kristalinitas nanopartikel ZnO. Pada penelitian yang dilakukan oleh Jing Zhai, *et.al.*^[18], pembuatan *core-shell ZnO@SiO₂* dilakukan dengan mencampurkan ZnO, TEOS, zat pelarut dan amonia selama 4 jam. Rasio konsentrasi ZnO dan SiO₂ yang digunakan adalah 1:0,05 dan 1:0,1 masing-masing untuk nanopartikel *core-shell ZnO@SiO₂*-1 dan *ZnO@SiO₂*-2. Larutan selanjutnya disentrifugasi dan dicuci dengan etanol sebanyak 3 kali lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 160°C selama 2 jam. Nanopartikel *core-shell* selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan TEM. Hasil karakterisasi dengan XRD pada Gambar 2.14. menunjukkan tidak terbentuknya puncak pengotor (*impurity*) pada konsentrasi silika yang sedikit, disamping puncak-puncak hasil difraksi nanopartikel ZnO hasil sintesis. Namun, keberadaan silika mempengaruhi intensitas penyerapan energi pada sudut-sudut difraksi nanopartikel. Hasil karakterisasi TEM pada Gambar 2.15. menunjukkan gambar nanopartikel ZnO yang dikelilingi oleh suatu lapisan tipis, dimana lapisan tipis ini adalah lapisan silika.



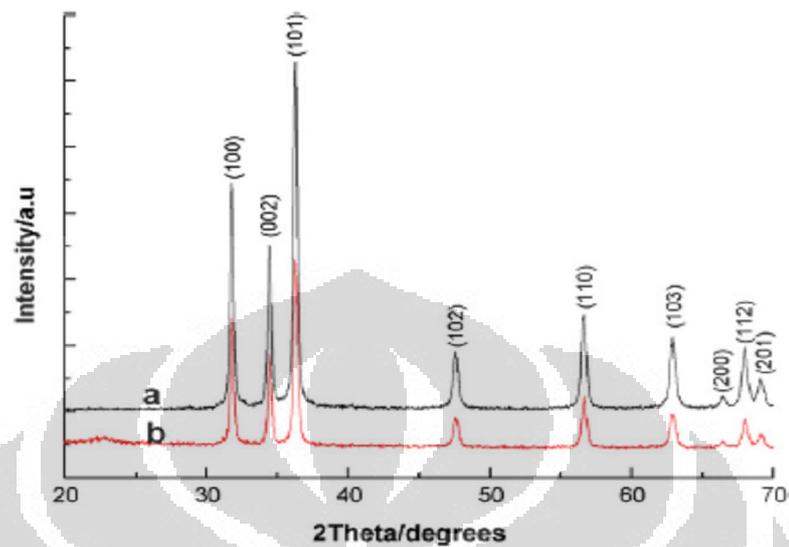
Gambar 2.14. Hasil pengujian XRD (a) nanopartikel ZnO, nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ dengan rasio Zn:SiO₂ (b) 1:0.05, (c) 1:0.1^[18]



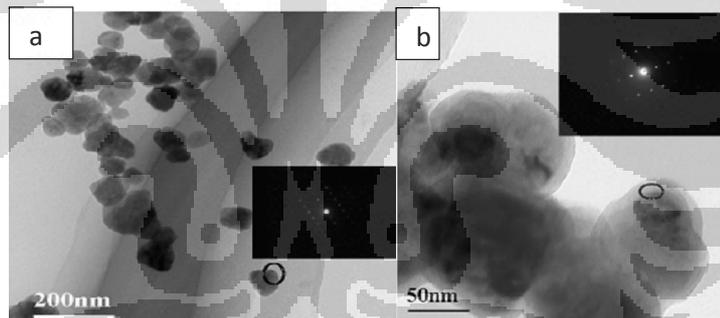
Gambar 2.15. Hasil pengujian TEM pada nanopartikel (a) ZnO dan (b) *core-shell* ZnO@SiO₂^[18]

Fe Li, *et.al.*^[19] membuat nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ dengan mencampurkan nanopartikel ZnO dalam fasa koloid dengan etanol, air, amonia dan TEOS dengan perlakuan ultrasonik. Selanjutnya dilakukan sentrifugasi, pencucian dengan etanol dan air, serta pengeringan dalam oven pada suhu 80°C selama 2 jam. Karakterisasi dilakukan dengan XRD dan TEM. Hasil pengujian dengan XRD pada Gambar 2.16, menunjukkan struktur kristal yang terbentuk adalah *hexagonal wurtzite* ZnO ($a = 0,325$ nm dan $c = 0,520$ nm) dengan intensitas puncak ZnO@SiO₂ lebih lemah dibanding nanopartikel ZnO karena keberadaan SiO₂ yang berstruktur amorfus. Hasil pengujian dengan TEM pada

Gambar 2.17. menunjukkan ZnO@SiO₂ sedikit lebih besar dibandingkan dengan nanopartikel ZnO. Hal ini karena terdapat unsur Si pada nanopartikel.

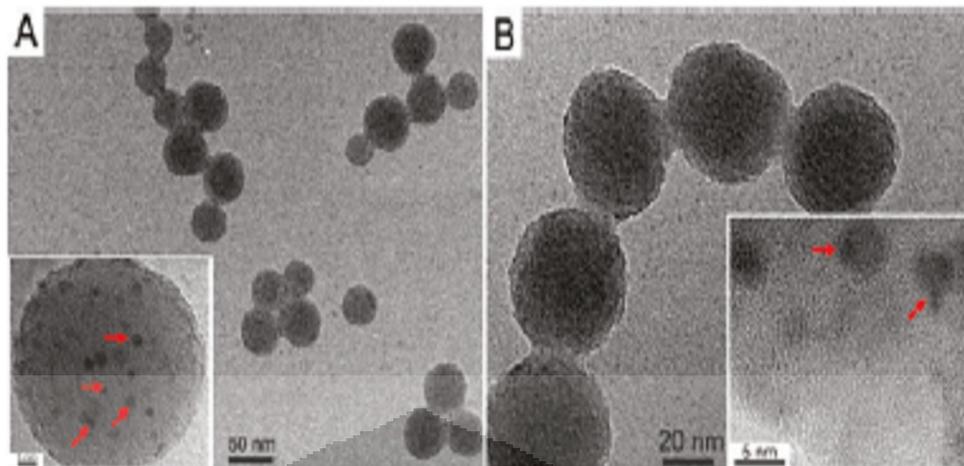


Gambar 2.16. Grafik pengujian XRD pada nanopartikel (a) ZnO dan (b) *core-shell* ZnO@SiO₂ ^[19]



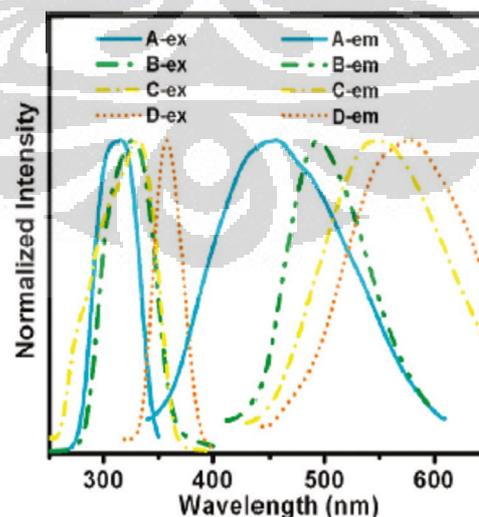
Gambar 2.17. Hasil pengujian TEM pada nanopartikel (a) ZnO dan (b) *core-shell* ZnO@SiO₂ ^[19]

Sementara Xiaosheng Tang, *et.al.* ^[6] melakukan penelitian membuat *core-shell* ZnO@SiO₂ dengan variasi pH, yaitu dengan pH 6, 8, 10, dan 12. Pembuatan *core-shell* dilakukan dengan mencampurkan larutan koloid nanopartikel ZnO dengan TEOS dan amonia lalu diberi perlakuan ultrasonik, kemudian disentrifugasi dalam atmosfer nitrogen selanjutnya dikarakterisasi dengan TEM dan PL. Hasil pengujian dengan TEM pada Gambar 2.18. menunjukkan permukaan nanopartikel ZnO pada variasi pH 8 dan 10 terlapisi sempurna dengan silika, terdapat setidaknya 20 nanopartikel pada tiap selubung silika, dan ukuran partikel rata-rata sebesar 50 nm.



Gambar 2.18. Hasil pengujian dengan TEM nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ pada pH (a) 10 dan (b) 8 ^[6]

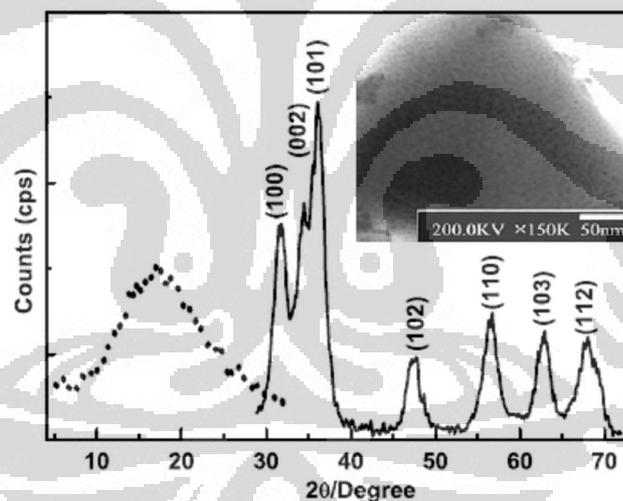
Hasil pengujian dengan PL pada Gambar 2.19. menunjukkan bahwa faktor pH menjadi penentu warna emisi yang dihasilkan oleh nanopartikel ZnO@SiO₂. Pada pH 12, 10, 8, dan 6 terjadi peningkatan panjang gelombang untuk eksitasi dan masing-masing pH mengemisikan cahaya warna biru, hijau, kuning, dan jingga pada panjang gelombang 455 nm, 495 nm, 570 nm, dan 590 nm. Informasi peningkatan panjang gelombang emisi cahaya warna tampak menunjukkan penurunan energi celah pita nanopartikel ZnO, dimana energi celah pita nilainya berbanding terbalik dengan panjang gelombang.



Gambar 2.19. Hasil pengujian PL nanopartikel ZnO@SiO₂ dengan pH (a) 12, (b) 10, (c) 8, dan (d) 6 ^[6]

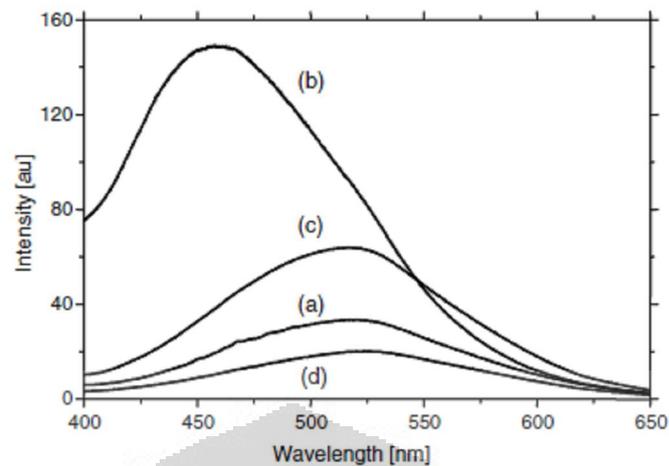
ZnO merupakan salah satu senyawa oksida yang bersifat amfoter, yaitu senyawa yang dapat bereaksi dengan H^+ dan OH^- membentuk Zn^{2+} dan H_2O pada larutan asam maupun basa. [29,30,31] Daneshvar, *et.al.* [32] melaporkan terjadi fotodegradasi 49% pada nanopartikel pH 3,5, sedangkan Wang, *et.al.* [33] melaporkan fotodegradasi 58% pada nanopartikel pH 7 tetapi hanya 12% untuk nanopartikel pH 11. Informasi mengenai aktivitas fotodegradasi nanopartikel yang disintesis pada beberapa pH menjadi pertimbangan pemilihan pH 10 untuk sintesis nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂.

Sebagai perbandingan, pada penelitian yang dilakukan oleh Zhengping Fu, *et.al.* [41] dilaporkan hasil pengujian XRD nanokomposit ZnO-SiO₂ dengan rasio penambahan ZnO:SiO₂ 1:10 menunjukkan terbentuknya fasa baru seng silikat (Zn₂SiO₄), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.20. Pembentukan fasa baru ini mengindikasikan bahwa nanopartikel ZnO terdispersi merata pada matriks SiO₂.



Gambar 2.20. Hasil pengujian XRD nanokomposit ZnO-SiO₂. Garis solid menunjukkan puncak difraksi ZnO sedangkan garis putus-putus menunjukkan puncak difraksi ZnO-SiO₂. Gambar inset adalah hasil pengujian dengan HREM, menunjukkan titik-titik hitam sebagai nanopartikel ZnO terdispersi merata pada latar belakang putih sebagai matriks SiO₂ [14]

Penelitian yang dilakukan oleh Mikrajuddin Abdullah, *et.al.* [41] menunjukkan terjadi pergeseran penyerapan panjang gelombang oleh nanopartikel ZnO dan nanokomposit ZnO-SiO₂ menuju panjang gelombang yang lebih tinggi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.21.



Gambar 2.21. Pengujian PL pada koloid ZnO (a) tanpa penambahan TEOS dan waktu tahan, penambahan 1 gr TEOS dengan waktu tahan (b) 0 jam, (c) 12 jam, dan (d) 1 minggu pada suhu $150^{\circ}\text{C}^{[41]}$

Senyawa *shell* turut berperan pada fungsionalitas dan kereaktifan permukaan karena meningkatkan kestabilan dan kemampuan terdispersi material *core*. Material *shell* yang banyak digunakan adalah SiO_2 karena mudah dibuat, stabil, dan kompatibel dengan material lain.

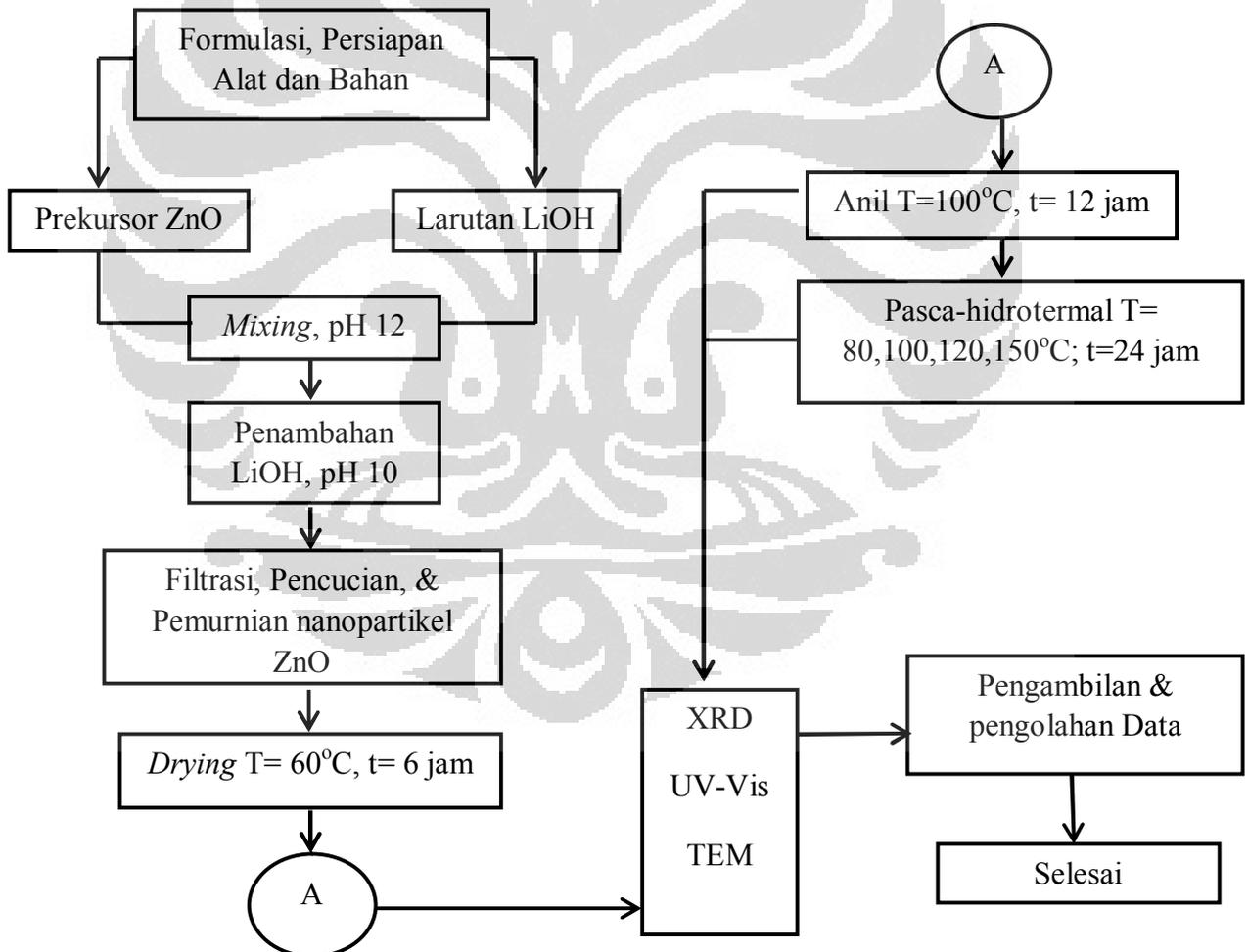
Hipotesis yang ingin dibuktikan dalam penelitian ini adalah proses anil dan pasca-hidrotermal akan mempengaruhi ukuran kristalinitas nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO_2 yang dihasilkan dalam skala nanometer dan terdispersi merata. Hal ini dibuktikan setelah proses anil dan pasca-hidrotermal yang dilakukan pada hasil sintesis nanopartikel dengan metode presipitat.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Eksperimen

Rangkaian penelitian pada Gambar 3.1. meliputi: (i) Proses formulasi, (ii) Sintesis ZnO dengan proses *mixing*, (iii) Pembuatan serbuk nanopartikel ZnO, (iv) Pembuatan *core-shell* ZnO@SiO₂, (v) Proses anil pada nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂, (vi) Penggunaan *hydrothermal container*, (vii) Pengujian nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂.



Gambar 3.1. Diagram alir metodologi penelitian

3.2. Alat dan Bahan

Proses sintesis nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ menggunakan bahan pada Gambar 3.2. dan alat pada Gambar 3.3., yaitu:

Bahan:

- 0,215 gr Zn(CH₃COO)₂·2H₂O *Sigma-Aldrich*
- 0,180 gr LiOH *Sigma-Aldrich*
- 200 mL etanol 95% *Merck*
- 0,06 ml *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) *Fluka*
- 5 gr NH₄OH *Merck*
- *Aquades*



Gambar 3.2. Bahan baku sintesis nanopartikel ZnO dan nanopartikel ZnO@SiO₂

Alat:

- Labu erlenmeyer 100 mL
- *Beaker glass* 100 mL
- Tabung ukur 100 mL, 25 mL, dan 5 mL
- Spatula
- Cawan petri
- Pipet tetes
- Buret
- Corong
- *Centrifuge cone*
- Mortar
- *Magnetic bar*
- Parafilm *Pechiney*
- Kertas saring
- pH Universal indicator
- pH meter *Hanna*
- Timbangan digital *ACIS*
- *Magnetic stirrer* Cimarec
- Oven *Vecstar Furnace*
- *Centrifuge*
- *Hair dryer* Phillips
- *Ultrasonic cleaner*
- *Hydrothermal container*



Gambar 3.3. Alat-alat yang digunakan dalam proses sintesis nanopartikel ZnO dan nanopartikel ZnO@SiO₂

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Proses Formulasi

Proses sintesis dengan metode presipitasi membutuhkan formulasi yang khusus. Pada proses pencampuran larutan diharapkan tidak terbentuk endapan melainkan terbentuk larutan koloid. Proses formulasi dilakukan dengan menambahkan serbuk LiOH dengan jumlah yang berbeda-beda hingga diperoleh jumlah optimum yang menghasilkan pH 10. Pengukuran nilai pH dilakukan dengan indikator pH dan dikonfirmasi hasilnya dengan pH meter. Hasilnya proses presipitasi pada penelitian ini membutuhkan berat LiOH yang sedikit lebih banyak dibandingkan yang dilakukan oleh peneliti terdahulu.

Proses penentuan formulasi yang optimum diawali dengan pembuatan larutan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan menyiapkan 0,043 gram $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pada labu erlenmeyer 100 mL (A) yang ditimbang dengan timbangan digital lalu dilarutkan dengan etanol sebanyak 50 mL. Selanjutnya mempersiapkan 0,036 gram LiOH yang ditimbang pada labu erlenmeyer 100 mL (B) lalu dilarutkan dengan pelarut yang sama sebanyak 50 mL. Proses pelarutan dua larutan tersebut dilakukan dengan *magnetic stirrer* dengan skala kecepatan putar 5 selama ± 2 jam dengan temperatur ruang.

3.3.2. Sintesis ZnO dengan Proses *Mixing*

Setelah dilakukan proses formulasi seperti yang dilakukan pada 3.3.1., proses selanjutnya adalah proses *mixing* seperti pada Gambar 3.4. dengan formula yang sama, yaitu:

- a. Pada labu A dilakukan penimbangan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,043 gram dengan pelarut etanol 50 mL;
- b. Pada labu B dilakukan penimbangan LiOH 0,036 gram dengan pelarut etanol 50 mL



Gambar 3.4. Proses *mixing* larutan Zn-asetat dan LiOH

Setelah proses pelarutan kedua larutan selesai, larutan *Zn-asetat* diteteskan secara *drop wise* dengan buret ke dalam larutan Li-OH sambil terus dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirer* dengan kecepatan putar 5 selama ± 4 jam pada temperatur ruang hingga terbentuk larutan dengan pH 12. Proses ini penting karena akan mempengaruhi pH larutan dan kekeruhan larutan koloid yang terbentuk. Setelah direaksikan selama ± 4 jam, larutan diuapkan pada suhu 100°C selama ± 24 jam hingga volume larutan 20 mL, selanjutnya ditambahkan LiOH sebanyak 0,001 gram ke dalam larutan ZnO untuk memperoleh pH 10. Pengukuran pH dilakukan dengan dua cara, yaitu mengukur dengan pH meter dan indikator universal pH. Proses ini dilakukan sebanyak 7 kali untuk 7 parameter pengujian.

3.3.3. Pembuatan Serbuk Nanopartikel ZnO

Proses *mixing* menghasilkan larutan berwarna putih keruh. Larutan ini kemudian disaring dengan kertas saring hingga larutan berwarna bening, presipitat yang mengendap di permukaan kertas saring dipindahkan ke dalam *centrifuge cone* diberi etanol 10 mL untuk dilakukan pencucian dalam *centifuge*. Pencucian dengan *centrifuge* dilakukan sebanyak 3 kali, masing-masing selama 10 menit. Tujuan pencucian dengan *centrifuge* adalah untuk menghilangkan senyawa pengotor yang tidak diinginkan agar diperoleh presipitat ZnOH dengan kemurnian

yang baik. Selanjutnya presipitat disaring kembali dan hasilnya dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan selama 24 jam pada temperatur ruang, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.5.. Bagian atas cawan ditutup plastik yang sudah dilubangi kecil-kecil agar tidak ada partikel asing dari luar mengkontaminasi serbuk ZnO, serta etanol yang menguap dapat langsung terlepas ke udara bebas, tidak mengembun pada permukaan plastik penutup.



Gambar 3.5. Serbuk nanopartikel ZnO hasil sintesis

3.3.4. Pembuatan *Core-Shell* ZnO@SiO₂

Pembuatan *core-shell* ZnO@SiO₂ dilakukan dengan menambahkan 20 mL etanol pada 0,02 gram serbuk nanopartikel ZnO dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambahkan dengan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) sebanyak 0,06 mL sebagai sumber silika. Campuran ini lalu dilarutkan dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan putar 4 selama \pm 30 menit pada temperatur ruang. Setelah 30 menit pencampuran, akan diperoleh larutan putih keruh.

Larutan yang dihasilkan kemudian dipindahkan ke dalam labu erlenmeyer 100 mL yang sudah dimasukan 4 mL aquades lalu dilakukan proses *mixing* dengan *ultrasonic cleaning* selama 10 menit. Selanjutnya larutan ini ditambahkan NH₄OH sebanyak 0,005 gram dan etanol 10 mL diteteskan perlahan sambil dilakukan proses pengadukan dengan *magnetic stirrer*. Setelah proses reaksi \pm 30 menit,

larutan dituang ke dalam cawan petri dan dilakukan *drying* dalam oven dengan suhu 60°C selama \pm 12 jam. Presipitat ZnO@SiO₂ yang sudah mengering di dasar cawan petri selanjutnya dikeruk, dimasukkan ke dalam plastik klip dan diletakkan di dalam desikator. Proses ini dilakukan sebanyak enam kali untuk enam parameter pengujian.

3.3.5. Proses Anil Pada Nanopartikel *Core-Shell* ZnO@SiO₂

Serbuk preipitat ZnO@SiO₂ yang terbentuk selanjutnya dilakukan proses anil. Serbuk diletakkan di cawan petri lalu dimasukkan ke dalam oven dengan temperatur tahan 100°C selama 12 jam.

3.3.6. Proses Pasca-Hidrotermal Pada Nanopartikel ZnO@SiO₂

Setelah dilakukan proses anil, nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ diberi perlakuan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur tahan 80, 100, 120, dan 150°C selama 24 jam. Proses ini diawali dengan memasukkan 20 mL *aquades* ke dalam wadah *protective insert* yang terbuat dari Teflon. Serbuk ZnO dimasukkan ke dalam wadah terbuat dari kawat kasa, lalu diletakkan diatas kawat *stand* di dalam *protective insert*. Air dalam wadah diusahakan untuk tidak menyentuh serbuk ZnO dalam kawat kasa. Selanjutnya *protective insert* dimasukkan ke dalam wadah *autoclave* yang terbuat dari *stainless steel*.

3.3.7. Pengujian Nanopartikel ZnO dan *Core-Shell* ZnO@SiO₂.

Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ yang diperoleh dibagi menjadi 7 sampel yang tertera pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Kode sampel sintesis nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂

Kode Sampel / Variabel	M	N	O	A	B	C	D
TEOS	-	√	√	√	√	√	√
Anil T=100°C	-	√	√	√	√	√	√
Pasca-hidrotermal (°C)	-	-	0	80	100	120	150
XRD	√	√	√	√	√	√	√
UV-Vis	√	√	√	√	√	√	√
TEM	√	√	-	-	-	-	-

Keterangan kode sampel pada Tabel 3.1. adalah sebagai berikut:

- Sampel M adalah nanopartikel ZnO yang tidak diberi perlakuan permukaan maupun perlakuan panas. Sampel ini kemudian diuji dengan XRD, UV-Vis, dan TEM.
- Sampel N adalah sampel nanopartikel ZnO yang hanya diberi perlakuan permukaan dengan penambahan TEOS menghasilkan nanopartikel ZnO@SiO₂. Sampel ini kemudian diuji dengan XRD, UV-Vis, dan TEM.
- Sampel O adalah sampel nanopartikel ZnO@SiO₂ yang diberi perlakuan panas anil 100°C selama 24 jam tanpa perlakuan pasca-hidrotermal. Sampel ini kemudian diuji dengan XRD dan UV-Vis.
- Sampel A, B, C, dan D, adalah nanopartikel ZnO@SiO₂ yang diberikan perlakuan panas anil 100°C dengan waktu konstan 12 jam dan pasca-hidrotermal dengan temperatur tahan masing-masing 80, 100, 120, dan 150°C dengan waktu konstan 24 jam. Sampel ini kemudian diuji dengan XRD dan UV-Vis.

a. Difraksi Sinar -X (XRD)

Difraksi sinar-X digunakan untuk karakterisasi serbuk nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂. Pengujian XRD dilakukan dengan mesin XRD-7000 Shimadzu, menggunakan radiasi Cu K α dengan $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Data yang diperoleh dari pengujian berupa grafik hubungan 2θ dan intensitas, nilai 2θ yang ditunjukkan adalah spesifik untuk suatu senyawa. Data yang diperoleh selanjutnya diolah dengan program *PeakFit* untuk memperoleh nilai *full width at half maximum* (FWHM).



Gambar 3.6. X-Ray Diffractometer (XRD) XRD-7000 Shimadzu

Nilai FWHM yang diperoleh melalui pengolahan data dengan *PeakFit* diolah dengan program olah data yang telah dibuat dalam *Microsoft Excel*. Nilai FWHM hasil pengujian dengan XRD tidak hanya berasal dari ukuran kristalit yang sangat kecil. Terdapat kontribusi pelebaran akibat adanya regangan yang tidak seragam di dalam material. Faktor inilah yang menyebabkan difraksi sinar-X dari bidang-bidang kristal menjadi tidak koheren dan hasil akhirnya berupa puncak-puncak difraksi hasil uji yang melebar. Disamping itu pelebaran hasil uji difraksi sinar-X juga dikontribusikan oleh instrumen mesin itu sendiri, berkaitan dengan *set-up X-Ray generator, collimator, detector, alignment*, dan lain sebagainya.

Secara ringkas FWHM dalam hasil uji XRD adalah sebagai berikut:

$$B_{total} = B_{kristal} + B_{regangan} + B_{instrumen} \quad (3.1)$$

Pada hasil pengujian XRD, notasi B_r berarti B_{total} dan hasil pelebaran karena instrumen dapat diabaikan terlebih dahulu sehingga diperoleh ukuran kristal yang

disebabkan oleh material itu sendiri. Selain itu, pada perhitungan ini perlu diperhatikan apakah kurva yang dihasilkan setelah proses pengujian XRD menunjukkan tipikal Lorentzian, Gaussian, dan atau campuran keduanya. Ketiga persamaan tipikal ini memberikan perbedaan perhitungan yaitu:

$$B_{total} = B_{kristal} + B_{regangan} \quad (3.2)$$

Lorentzian: $B_r = B_{total} - B_{instrumen}$ (3.3)

Gaussian : $B_r^2 = B_{total}^2 - B_{instrumen}^2$ (3.4)

Campuran: $B_r^2 = (B_{total} - B_{instrumen}) (B_{total}^2 - B_{instrumen}^2)^{1/2}$ (3.5)

Dengan menggunakan persamaan Scherrer dan dari penggabungan semua rumus yang dibahas diatas, secara ringkas diperoleh Persamaan 3.6.

$$B_r \cos \theta = \frac{k \lambda}{t} + n \sin \theta \quad (3.6)$$

Hasil dari Persamaan 3.6. merupakan suatu persamaan garis lurus (linear), dimana nilai $B_r \cos \theta$ adalah nilai y; $n \sin \theta$ adalah mx, dan $k \lambda/t$ adalah suatu konstanta (c). Dari hasil perhitungan dapat dicari besar nilai konstanta (c) dengan memanfaatkan grafik pengolahan data pelebaran pada beberapa puncak.

$$c = \frac{k \lambda}{t} \quad (3.7)$$

Sehingga akhirnya bisa didapatkan nilai ukuran kristalit rata-rata (t) dengan menggunakan ulang persamaan Scherrer :

$$t = \frac{k \lambda}{c} \quad (3.8)$$

Olah data dengan *Microsoft Excel* menggunakan nilai 2θ , FWHM, serta FWHM instrumen ($0,1299^\circ$), hasilnya adalah grafik hubungan $\sin \theta$ dan $B_r \cos \theta$ dan persamaan linear hubungan keduanya. Persamaan linear ini kemudian dimasukkan ke dalam persamaan Scherrer, hingga diperoleh nilai kristalit nanopartikel ZnO.

b. Spektroskopi UV-Vis

Banyak senyawa organik dan anorganik yang dapat dianalisis secara kualitatif maupun kuantitatif dengan menggunakan spektrofotometer ultraviolet (200-400 nm). Kemudahan dalam pengukuran dapat diperoleh dengan spektrofotometer yang mempunyai alat pencatat. Dibandingkan dengan daerah infra merah (IR), spektra UV dari molekul-molekul dalam larutan relatif sederhana, hanya satu atau dua puncak dibandingkan dengan IR yang mungkin dapat mencapai 20 atau lebih puncak yang dihasilkan.

Bila molekul menyerap dalam daerah tampak dan UV, elektron valensi atau ikatan akan naik ke tingkat energi yang lebih tinggi, disertai dengan eksitasi vibrasi dan rotasi. Jarak tingkat vibrasi dan rotasi yang berdekatan dalam tingkat energi elektroniknya menyebabkan terdapat sejumlah besar kemungkinan transisi elektron dengan perbedaan tingkat energi yang kecil. Hal tersebut disertai pula dengan adanya interaksi zat terlarut-pelarut, cenderung menghasilkan pita serapan yang lebar dalam daerah UV.

Molekul-molekul dengan elektron yang terikat lemah dapat menyerap energi pada daerah UV. Spektra UV dapat digunakan untuk menentukan molekul-molekul yang menyerap gugus kromofor, karena hanya molekul dengan ikatan rangkap yang mempunyai energi eksitasi yang cukup rendah yang menimbulkan penyerapan dalam daerah UV.

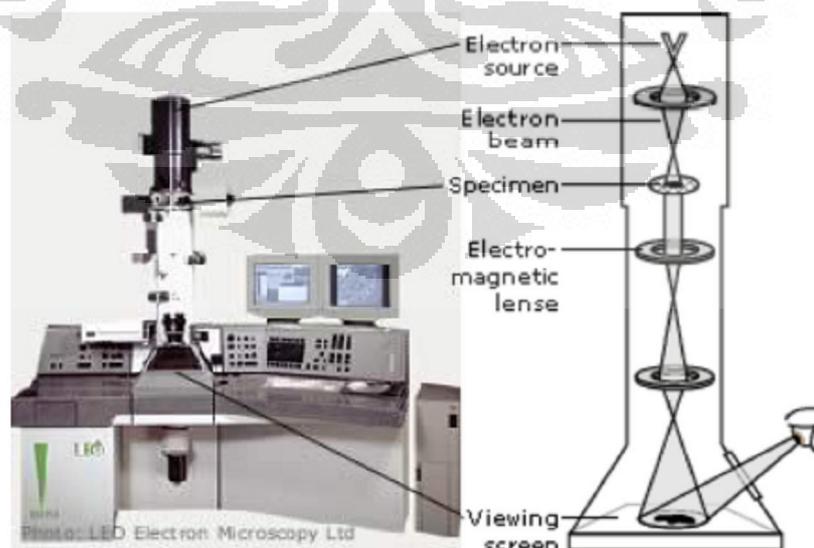
Dengan alasan tersebut hidrokarbon jenuh, alkohol dan eter transparan (tidak menunjukkan serapan) dalam UV, seperti juga monofungsional olefin, asetilen, asam karboksilat, ester, dan amida yang puncak serapannya terdapat pada panjang gelombang yang agak lebih pendek daripada UV. Gugus-gugus fungsi tak jenuh seperti aldehid, keton, senyawa nitro alifatik, dan ester nitrat mempunyai puncak serapan pada UV, akan tetapi intensitasnya begitu rendah, sehingga hanya dapat digunakan pada kondisi khusus.

Pengujian spektroskopi UV-Vis dilakukan untuk mengetahui energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO serta ukuran partikel ZnO. Pengujian dilakukan dengan meletakkan serbuk nanopartikel secukupnya pada kaca preparat, lalu diletakan ke

dalam mesin *UV-Vis Spectrophotometer - 2450*. Sebagai pembanding digunakan serbuk KOH. Data yang diperoleh dari pengujian ini berupa grafik hubungan panjang gelombang (*wavelength*) dan *absorbance* serta data angka. Dari grafik yang diperoleh dicari rentang titik dimana menunjukkan garis hampir lurus. Lalu dicari titik-titik tersebut dalam data angka yang diperoleh dan diolah dalam *Microsoft Excel*. Pengolahan data dengan *Microsoft Excel* menghasilkan sebuah grafik hubungan *wavelength* dan *absorbance* dan persamaan garis linear. Persamaan garis linear ini diinterpolasikan ke dalam persamaan Energi Foton. Dari persamaan tersebut dicari x dengan menganggap nilai $y = 0$. Setelah diperoleh nilai x, dilakukan perhitungan untuk memperoleh nilai energi celah pita dengan persamaan Energi Foton.

c. *Transmission Electron Microscope (TEM)*

Transmission electron microscope (TEM) digunakan untuk mempelajari mikrostruktur internal suatu material, mendapatkan gambar struktur atom, mempelajari distribusi komposisi dengan resolusi *spatial* yang sangat tinggi (~ 1 nm) dan untuk mengukur struktur elektron (seperti ikatan antar-atom). Oleh karena itu, dibutuhkan kualitas sampel yang baik agar diperoleh hasil yang baik pula.



Gambar 3.7. Skema *Transmission electron microscope (TEM)* ^[45]

Gambar 3.7. Menunjukkan skema sederhana TEM berikut proses kerjanya. *Electron beam* berenergi tinggi (100-400 kV) berjalan melewati spesimen yang sangat tipis (*electron transparent*). Beberapa elektron terpecah (*scattered*) oleh spesimen, kemudian lensa yang terletak setelah spesimen digunakan untuk menampilkan gambar pada layar yang terletak di bagian bawah mikroskop.

Pengamatan dilakukan dengan mesin TEM JEOL JEM-1400 (200 kV) dilakukan untuk mengobservasi struktur nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂. Hasil pengamatan keduanya akan dibandingkan, sehingga akan memperoleh gambaran perbedaan sampel nanopartikel ZnO dan nanopartikel yang diselubungi oleh silika (*core-shell* ZnO@SiO₂).



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini akan dibahas hasil-hasil yang diperoleh selama pelaksanaan rangkaian penelitian dari tahapan preparasi larutan prekursor, sintesis nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂ serta karakterisasi terkait dengan ukuran partikel, ukuran kristalinitas, dan energi celah pita (E_g). Pembahasan ini secara umum didasarkan pada tahapan pembuatan nanopartikel dari fasa larutan (proses formulasi) dan fasa padatan (pengeringan, anil, dan pasca-hidrotermal).

4.1. Analisis Proses Sintesis Nanopartikel ZnO dan *Core-Shell* ZnO@SiO₂

Tahapan yang paling penting dalam proses kimia pada fabrikasi nanopartikel ZnO adalah preparasi nanopartikel ZnO. Preparasi nanopartikel ini dilakukan dengan teknik yang diperkenalkan oleh Spanhel dan Anderson^[26], yaitu dengan larutan prekursor. Dengan demikian, tahapan formulasi jumlah seng asetat dan LiOH akan membantu proses fabrikasi nanopartikel dengan metode presipitasi serta perlakuan permukaan dan panas yang optimal.

Untuk memperoleh hasil akhir berupa nanopartikel ZnO yang mampu mengemisikan warna hijau, campuran larutan seng asetat dan LiOH harus memiliki pH 10. Penambahan larutan seng oksida ke dalam larutan LiOH akan terbentuk larutan berwarna transparan, namun dengan pengadukan pada kecepatan konstan, larutan akan berubah warna menjadi putih keruh dengan pH 12, selanjutnya ditambahkan serbuk LiOH agar diperoleh larutan dengan pH 10.^[6,20] Larutan transparan yang terbentuk mengindikasikan terjadinya reaksi tepat jenuh antara larutan seng oksida dengan larutan hidroksida sehingga belum terlihat adanya presipitat. Pengadukan membuat reaksi berlangsung lebih cepat dan merata, sehingga muncul presipitat seng hidroksida berwarna putih dengan pH 12. Penambahan serbuk LiOH ke dalam larutan seng hidroksida untuk memperoleh

pH 10, membuat warna larutan semakin keruh, akibat konsentrasi yang melebihi hasil kali kelarutan. Pengamatan visual dapat dilihat pada Gambar 4.1.



(a) (b) (c)

Gambar 4.1. Pengamatan visual (a) larutan LiOH setelah ditambahkan larutan seng oksida, (b) pengadukan dengan kecepatan konstan diperoleh larutan pH 12, (c) penambahan serbuk LiOH hingga diperoleh larutan pH 10

Reaksi yang terjadi dari pencampuran zat-zat tersebut dapat dilihat pada Persamaan 4.1.



Presipitat $\text{Zn}(\text{OH})_2$ dan $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ yang terbentuk sesuai dengan perhitungan stoikiometri, yaitu Zn^{2+} yang berasal dari larutan seng asetat dan OH^- yang berasal dari larutan LiOH. Reaksi diperolehnya ion Zn^{2+} dan OH^- dapat dilihat pada Persamaan Reaksi 4.2 dan 4.3.



Proses formulasi dianalisis sehingga diperoleh formulasi jumlah zat yang optimum. Seng asetat yang digunakan sebanyak 0,043 gram dengan pelarut 20 mL etanol direaksikan LiOH sebanyak 0,036 gram dengan pelarut 20 mL etanol, dimana terjadi reaksi yang optimum antara ion seng dan ion hidroksida dalam keadaan berupa ion terlarut yang akan menjadi presipitat bakalan terbentuknya nanopartikel ZnO yang mampu mengemisikan warna hijau.

Pada proses pembuatan nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ ditambahkan air agar terjadi reaksi hidrolisis senyawa *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) menjadi silika dan etanol, ditunjukkan pada Persamaan 2.1.

Senyawa SiO₂ akan membentuk ikatan kovalen dengan permukaan nanopartikel ZnO membentuk selubung disekeliling nanopartikel menjadi *core-shell* ZnO@SiO₂. Sementara senyawa etanol akan menguap pada proses *drying* dengan oven pada temperatur 60°C selama ± 6 jam. Pada proses pembuatan *core-shell* dilakukan pencampuran nanopartikel ZnO dan silika dengan getaran *ultrasonic* untuk membantu proses penyelubungan nanopartikel ZnO yang optimal. Diharapkan dengan prekursor dan proses perlakuan permukaan yang optimal, maka proses perlakuan panas, anil dan pasca-hidrotermal, juga dapat berjalan optimal dan menghasilkan ukuran partikel ZnO dalam skala nanometer.

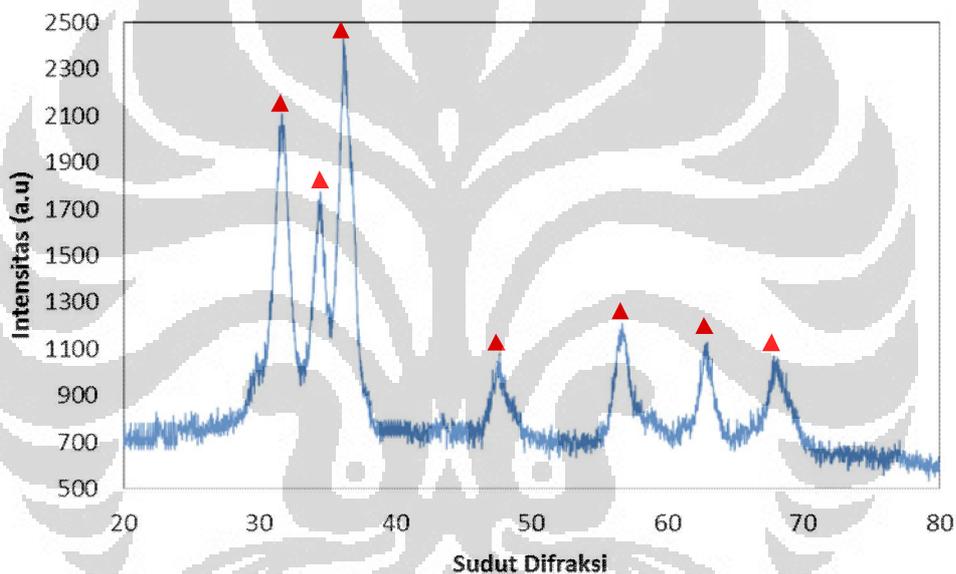
4.2. Analisis Nanopartikel ZnO

Nanopartikel ZnO hasil sintesis diuji dengan XRD, UV-Vis dan TEM. Pengujian dengan XRD diperoleh data kualitatif dan data kuantitatif. Data kualitatif dianalisa untuk menentukan kristalinitas sampel yang diuji dengan melihat ketajaman puncak dan lebar puncak difraksi, sedangkan data kuantitatif berupa ukuran kristalinitas nanopartikel ZnO yang diperoleh dari pengolahan data pelebaran dan sudut difraksi pada puncak-puncak difraksi yang terbentuk.

Data hasil pengujian XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. dicocokkan dengan database JCPDS ZnO 36-1451 untuk mengkonfirmasi puncak difraksi yang muncul adalah milik senyawa ZnO. Data ini selanjutnya diolah dengan program Match! dengan memasukan panjang gelombang yang digunakan oleh mesin uji XRD Shimadzu 7000 yaitu 1,5406 Å untuk mengetahui kisi kristal ZnO yang muncul, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1

Tabel 4.1. Kisi kristal pada sudut difraksi ZnO

2θ ($^{\circ}$)	Bidang Kristal
31,73	(100)
34,42	(002)
36,22	(101)
47,51	(102)
56,53	(110)
62,83	(103)
67,89	(112)



Gambar 4.2. Puncak difraksi nanopartikel ZnO hasil pengujian dengan XRD. Tanda (\blacktriangle) menunjukkan puncak difraksi ZnO dengan struktur kristal *hexagonal wurtzite*

Pada Gambar 4.2. data kualitatif yang diperoleh adalah nanopartikel ZnO hasil sintesis memiliki struktur *hexagonal wurtzite* yang stabil pada temperatur ruang serta tidak terlihat adanya senyawa pengotor. Intensitas puncak difraksi nanopartikel ZnO juga cukup tinggi dengan pelebaran yang relatif sempit. Hal ini menunjukkan bahwa nanopartikel ZnO hasil presipitasi sudah berada pada fasa kristalin. Data kuantitatif dari pengujian XRD diperoleh dengan pengolahan data pada program PeakFit untuk memperoleh nilai *full width at half maximum* (FWHM) atau pelebaran pada puncak difraksi. Nilai FWHM yang diperoleh ini

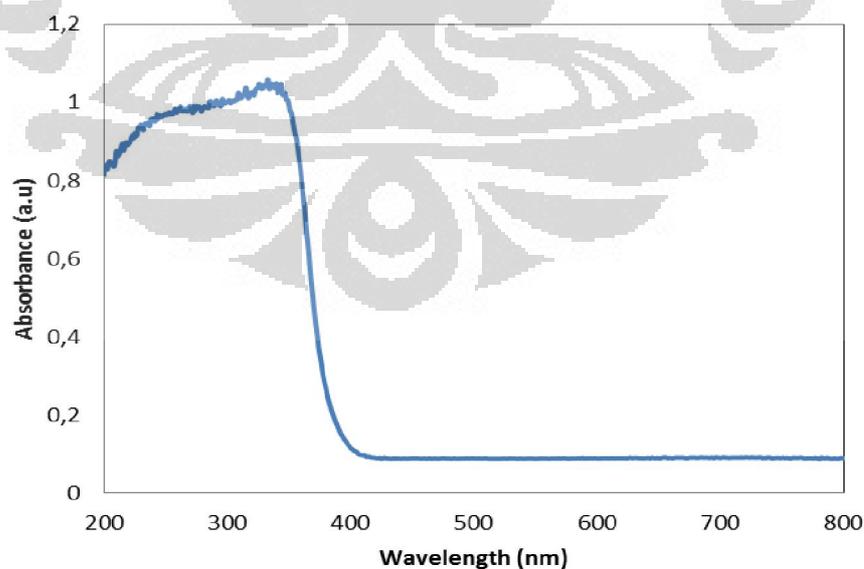
kemudian diolah dengan menggunakan persamaan Scherrer sehingga diperoleh ukuran kristalit nanopartikel ZnO. Ukuran kristalit pada nanopartikel ZnO ditunjukkan pada Tabel 4.2. sedangkan detail pengolahan data ukuran kristalit dapat dilihat pada Lampiran L1.1.

Tabel 4.2. Ukuran kristalit nanopartikel ZnO hasil sintesis dengan teknik presipitasi

$y = mx + c$	c	k	λ	Ukuran kristalit $t = k\lambda/c$ (nm)
ZnO	0,0174	0,89	0,15406	7,88

Nanopartikel hasil sintesis dengan teknik presipitasi baik dari hasil pengamatan maupun pengolahan data menunjukkan telah membentuk fasa kristalin dengan ukuran kristalit rata-rata sebesar 7,88 nm. Hasil ini sesuai dengan penelitian sintesis nanopartikel dengan teknik presipitasi terdahulu^[6], dimana nanopartikel yang dihasilkan sudah dalam fasa kristalin dengan struktur kristal *hexagonal wurtzite* serta memiliki kemurnian yang cukup tinggi.

Untuk mengkonfirmasi ukuran kristalit pada pengujian dengan XRD, dilakukan pengujian spektroskopi UV-Vis, yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar 4.3 serta nilai energi celah pita (E_g) hasil pengolahan data ditunjukkan pada Tabel 4.3., sedangkan detail pengolahan data dapat dilihat pada Lampiran L2.1.



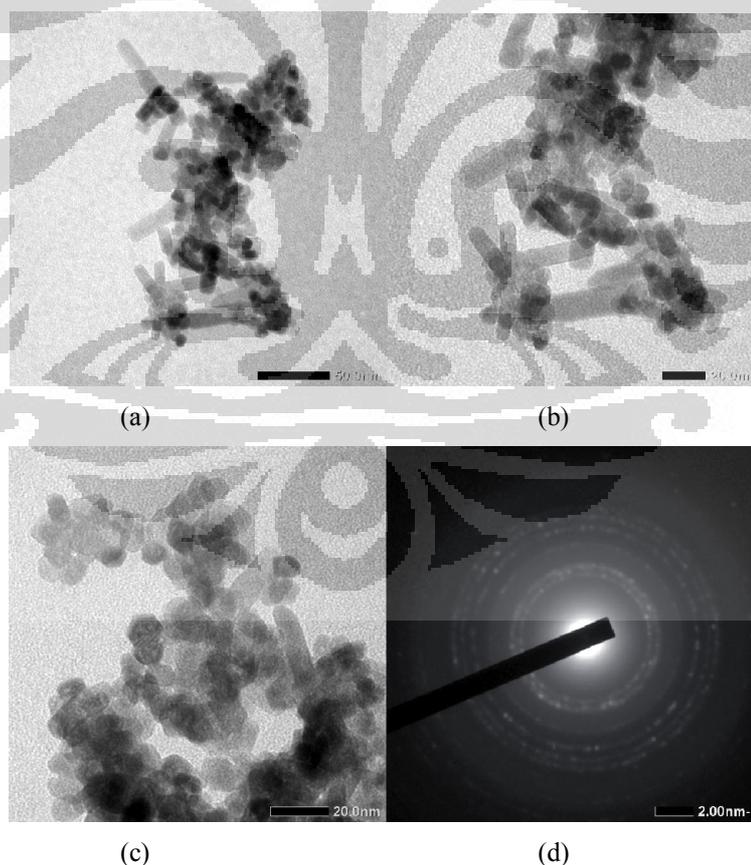
Gambar 4.3. Hasil pengujian spektroskopi UV-Vis pada nanopartikel ZnO hasil sintesis teknik presipitasi

Dari gambar 4.3. ditunjukkan bahwa eksitasi terjadi pada panjang gelombang UV 384 nm dan dari hasil pengolahan data yang ditunjukkan pada Tabel 4.3. diperoleh besar energi celah pita (E_g) 3,22 eV. Nilai energi celah pita (E_g) yang diperoleh lebih besar dari energi celah pita (E_g) material ruahnya, yaitu 3,07 eV. Jika dihubungkan dengan hasil pengolahan XRD, penurunan energi celah pita (E_g) terjadi akibat adanya *quantum confinement effect*, dimana pada ukuran partikel yang kecil memiliki energi celah pita (E_g) yang besar.

Tabel. 4.3. Energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO hasil sintesis dengan teknik presipitasi

$y = mx + c$	m	c	λ	Energi celah pita (E_g) (eV)
ZnO	0,0334	12,852	384,79	3,223

Hasil pengujian dengan TEM ditunjukkan pada Gambar 4.4. Tujuan pengujian ini adalah untuk membandingkan struktur nanopartikel ZnO dan nanopartikel ZnO@SiO₂.



Gambar 4.4. Hasil pengujian TEM nanopartikel ZnO dengan perbesaran (a) 100000 X, (b) 150000X, (c) 200000 X, dan (d) SAD

Nanopartikel ZnO pada Gambar 4.4.(a), nanopartikel ZnO hasil sintesis membentuk aglomerat dengan beberapa struktur batangan yang terbentuk, 4.4.(b), masih menunjukkan nanopartikel ZnO hasil sintesis yang membentuk aglomerat dengan beberapa struktur batang namun dengan perbesaran yang lebih besar, 4.4.(c) dengan perbesaran yang lebih besar, terlihat facet-facet tajam yang menunjukkan kristalinitas nanopartikel ZnO, dan 4.4.(d) pola SAD berupa cincin-cincin yang terbentuk dari difraksi fasa *zincite* yang mengkonfirmasi kristalinitas nanopartikel ZnO dengan struktur kristal HCP. Hasil ini dibandingkan dengan hasil TEM nanopartikel ZnO pada penelitian yang telah dilakukan oleh Erwan Rauwel, *et.al.*^[16] dan Carla Cannas, *et.al.*^[40]

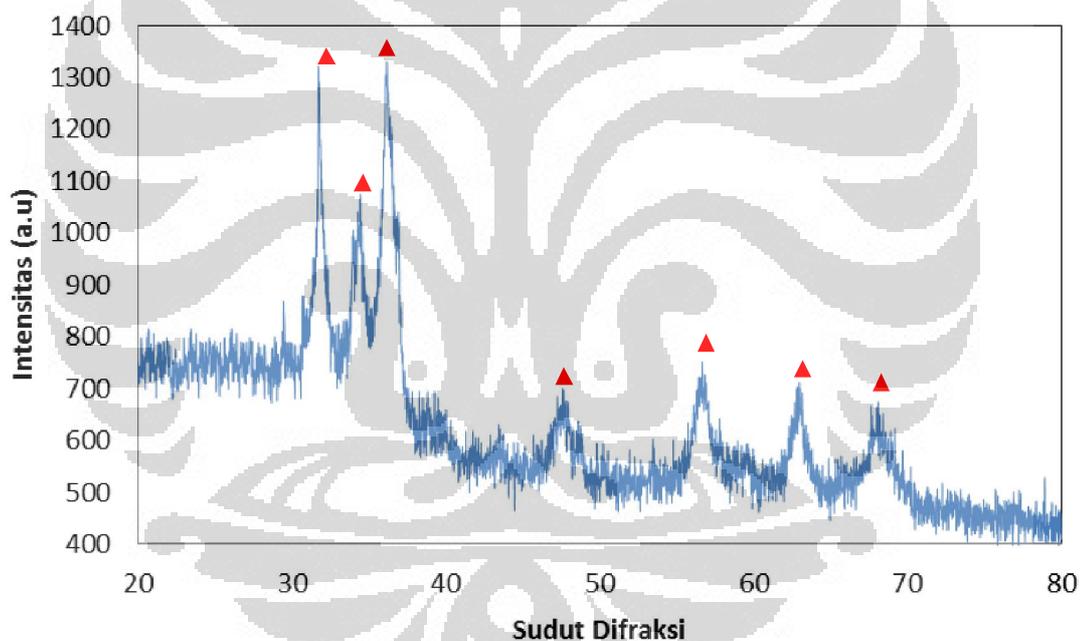
Ukuran nanopartikel ZnO rata-rata hasil sintesis berdasarkan Gambar 4.4. (a) (b), dan (c) adalah lebih kecil dari 20 nm, yaitu 11,5 nm . Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Xiaosheng, *et.al.*^[6] yang memperoleh nanopartikel ZnO dengan ukuran dibawah 20 nm pada pH 12 dan 10. Nanopartikel ZnO yang dihasilkan sebagian masih amorfus dan sebagian lagi kristalin. Namun secara umum, nanopartikel ZnO sudah dapat dikategorikan sebagai fasa kristalin, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.4. (d) SAD yang menampakkan cincin-cincin difraksi yang tegas.

4.3. Analisis Nanopartikel *Core-Shell* ZnO@SiO₂

Nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ adalah nanopartikel yang dibuat dengan melakukan modifikasi permukaan nanopartikel ZnO. Nanopartikel ini kemudian diberi perlakuan panas, yaitu anil dengan temperatur konstan dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur tahan. Hasil pengujian XRD pada nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ sebelum diberi perlakuan panas dapat dilihat pada Gambar 4.5. dan ukuran kristalit hasil pengolahan data disajikan pada Tabel 4.4. dengan detil pengolahan data dapat dilihat pada Lampiran L1.2.

Dari Gambar 4.5. hasil pengujian dengan XRD pada nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ tidak menunjukkan terbentuknya puncak difraksi baru akibat enkapsulasi permukaan nanopartikel ZnO dengan silika. Namun, terdapat

perbedaan puncak difraksi yang terbentuk pada nanopartikel ZnO@SiO₂ jika dibandingkan dengan nanopartikel ZnO, yaitu pada awal terbentuknya puncak pada sudut difraksi $\pm 30^\circ$. Puncak yang terbentuk lebih tinggi dengan terbentuknya *short range order* karena pengaruh silika yang belum membentuk fasa kristalin pada temperatur dan konsentrasi yang rendah sehingga belum cukup untuk membentuk fasa sendiri namun cukup mengganggu puncak difraksi ZnO yang terbentuk. Adapun potensi silika membentuk fasa seng silikat (Zn₂SiO₄) di permukaan nanopartikel ZnO biasanya terbentuk pada nanokomposit ZnO-SiO₂, dimana nanopartikel ZnO terdispersi merata pada matriks silika. Intensitas puncak difraksi yang ditampilkan pada grafik cukup tinggi dan tajam dengan pelebaran yang relatif sempit, serta masih menunjukkan nanopartikel ZnO dengan struktur *hexagonal wurzite*.



Gambar 4.5. Puncak difraksi nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ hasil pengujian dengan XRD.

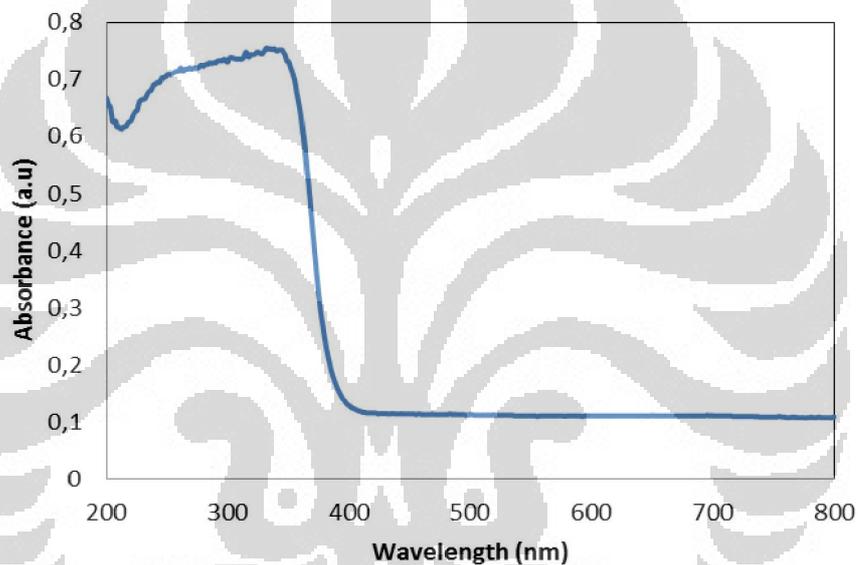
Tanda (▲) menunjukkan puncak difraksi ZnO dengan struktur kristal *hexagonal wurzite*.

Ukuran kristalit rata-rata yang diperoleh dari hasil olah data ditunjukkan pada Tabel 4.4. yaitu sebesar 8,67 nm. Hasil ini menunjukkan nanopartikel ZnO setelah diberi perlakuan permukaan dengan silika masih berfasa kristalin.

Tabel 4.4. Ukuran kristalit nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂

$y = mx + c$	c	k	λ	Ukuran kristalit $t = k\lambda/c$ (nm)
ZnO@SiO ₂	0,0158	0,89	0,15406	8,67

Pengujian spektroskopi UV-Vis dilakukan untuk mengkonfirmasi besar ukuran kristalit rata-rata hasil pengujian dengan XRD. Grafik spektrum UV-Vis nanopartikel *core shell* ZnO@SiO₂ dapat dilihat pada Gambar 4.6 dan nilai energi celah pita (E_g) hasil pengolahan data pada Tabel 4.5., sedangkan detail pengolahan data dapat dilihat pada Lampiran L2.2.

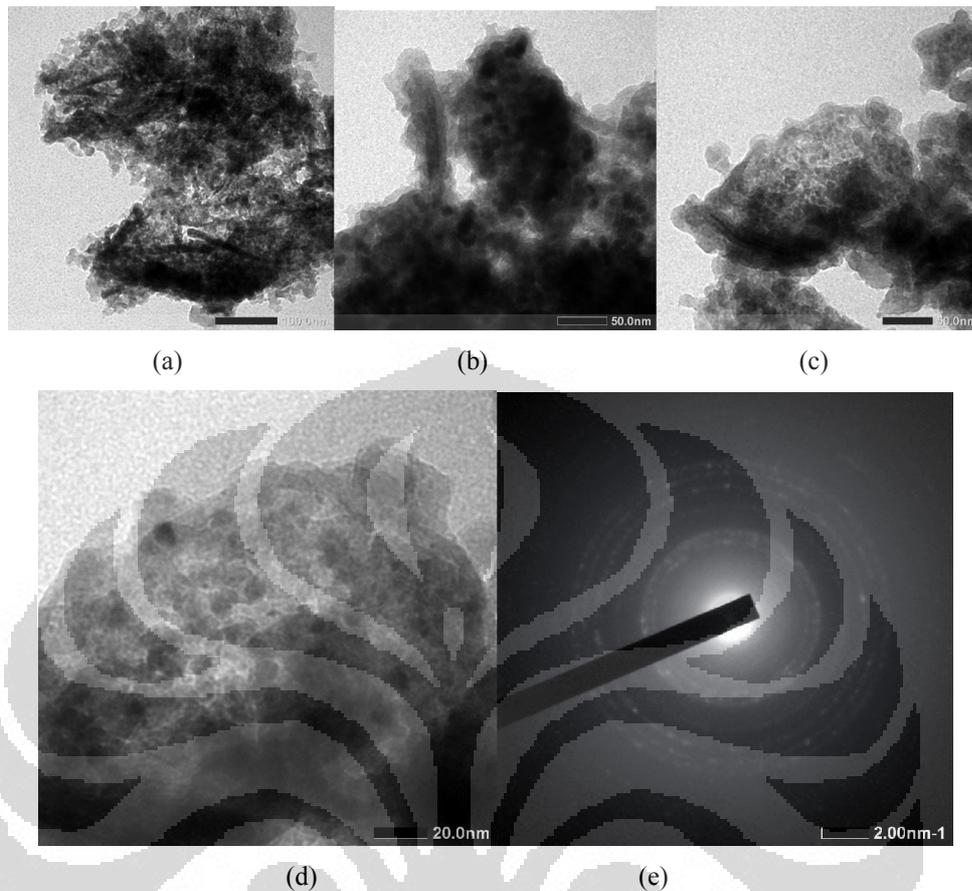
**Gambar 4.6.** Grafik spektrum UV-Vis nanopartikel *core shell* ZnO@SiO₂

Dari Gambar 4.6. ditunjukkan bahwa penyerapan energi terjadi pada panjang gelombang daerah UV, yaitu pada 389 nm dan besar energi celah pita (E_g) berdasarkan tabel yang disajikan Tabel 4.5. sebesar 3,184 eV. Besar energi celah pita (E_g) yang diperoleh lebih besar dari energi celah pita (E_g) material ruahnya, jika dihubungkan dengan ukuran kristalit dari hasil pengujian dengan XRD hasil ini menunjukkan terjadi *quantum confinement effect*.

Tabel 4.5. Besar energi celah pita nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂

$y = mx + c$	m	c	λ	Energi Celah Pita (E_g) (eV)
ZnO@SiO ₂	0,0226	8,8003	389,39	3,18443

Hasil TEM nanopartikel ZnO@SiO₂ ditunjukkan pada Gambar 4.7. dibawah ini.

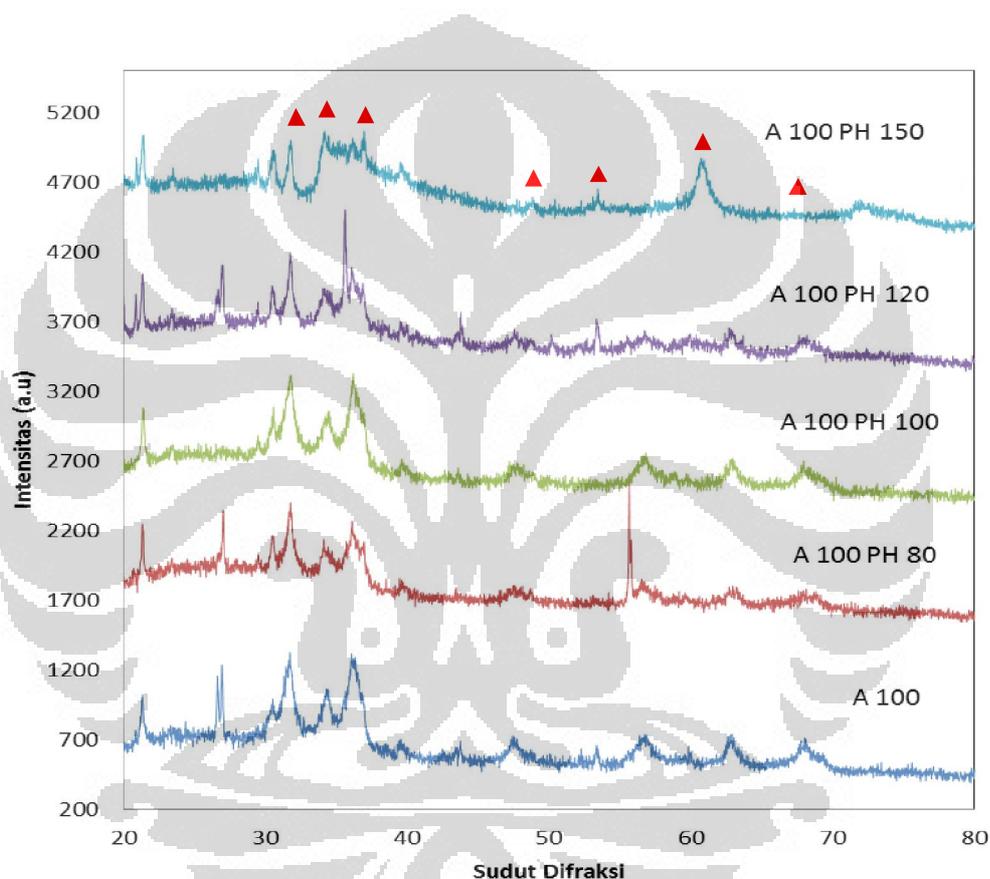


Gambar 4.7. Hasil pengujian TEM nanopartikel ZnO@SiO₂ dengan perbesaran (a) 50000 X, (b) dan (c) 80000 X, (d) 150000 X, dan (e) SAD

Pada Gambar 4.7. (a), (b), (c), dan (d) menunjukkan nanopartikel ZnO terselubung oleh silika dengan perbesaran 50000 hingga 150000 X, dimana fasa yang berwarna gelap adalah nanopartikel ZnO dan yang berwarna lebih terang adalah silika. Dalam penelitian ini selubung silika pada permukaan nanopartikel ZnO belum terbentuk dengan sempurna, dimana nanopartikel ZnO tidak terdispersi merata, melainkan membentuk aglomerat. Ukuran nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ mengalami peningkatan dibandingkan dengan ukuran nanopartikel ZnO, yaitu sebesar 15,72 nm. Hal ini terjadi akibat pemberian getaran dengan ultrasonik pada proses pembuatan selubung silika dan pemanasan pada proses *drying*, dimana nanopartikel diberi kesempatan untuk tumbuh dan membentuk aglomerat. Namun secara umum dari Gambar 4.7.(d) pola SAD

nanopartikel ZnO@SiO_2 telah dianggap memiliki struktur kristalin dan tetap berstruktur HCP.

Hasil pengujian nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO_2 setelah dilakukan proses perlakuan panas anil dengan temperatur konstan dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur dapat dilihat pada Gambar 4.8. sedangkan ukuran kristalit hasil pengolahan data dapat dilihat pada Tabel 4.6., detil pengolahan data dapat dilihat pada Lampiran L1.3-L1.7.



Gambar 4.8. Grafik hasil uji XRD nanopartikel ZnO@SiO_2 setelah perlakuan anil dan variasi temperatur pasca-hidrotermal. Tanda (▲) menunjukkan puncak ZnO stuktur kristal *hexagonal wurtzite*

Hasil pengujian XRD pada nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO_2 setelah dilakukan proses perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal menunjukkan intensitas puncak difraksi nanopartikel ZnO menurun, namun pelebarannya relatif lebih sempit. Puncak difraksi nanopartikel ZnO yang terlihat masih memiliki struktur kristal *hexagonal wurtzite* pada perlakuan panas anil 100°C dan pasca-hidrotermal suhu

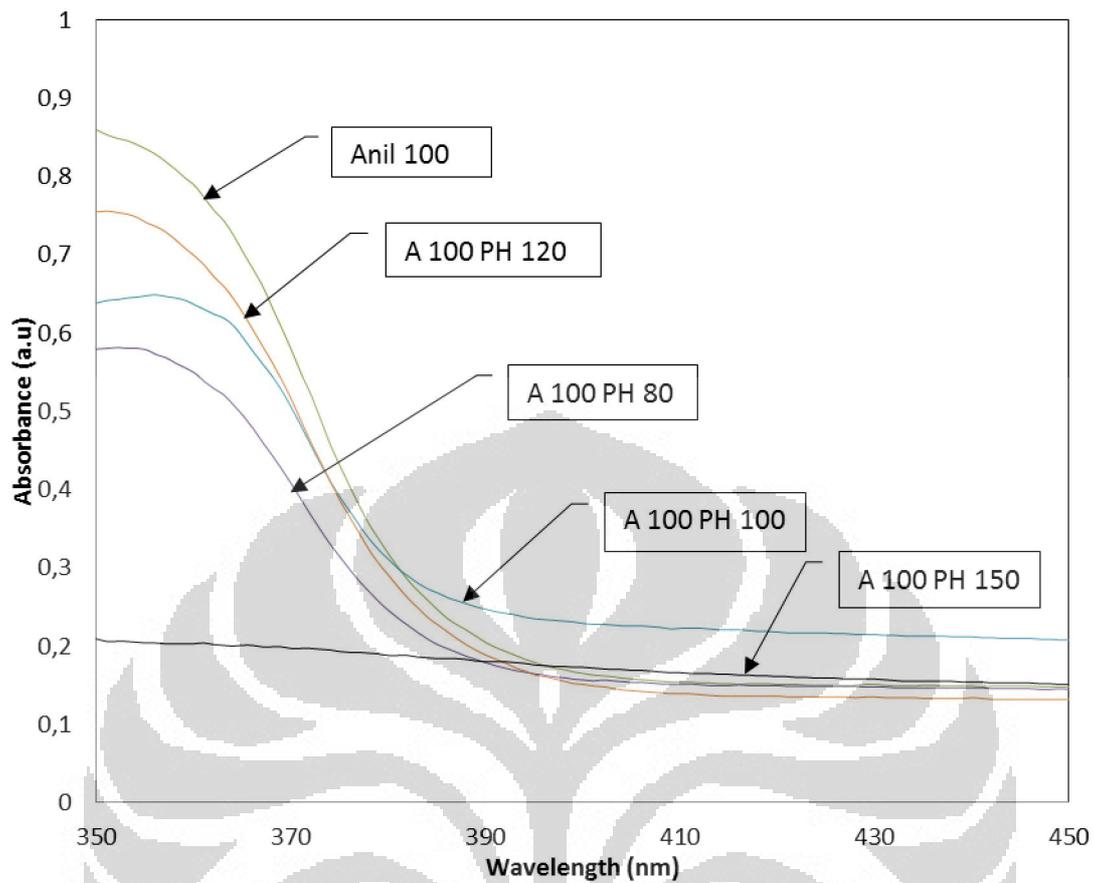
80-120°C, sedangkan pada suhu 150°C terjadi pergeseran puncak akibat *overlapping* dengan puncak difraksi senyawa lain. Peningkatan ukuran kristalit setelah proses anil terjadi karena terjadi pemutusan ikatan seng dan asetat yang masih tersisa oleh panas dan memungkinkan terbentuknya senyawa ZnO yang lebih banyak lagi. Difraksi senyawa lain muncul pada sampel pasca-hidrotermal 120 dan 150°C karena pada temperatur ini aktivitas pembelahan ikatan Zn-O-Zn oleh uap air bertekanan tinggi makin besar, sehingga merusak ikatan ZnO dengan SiO₂ pada permukaan yang menyebabkan terbentuknya senyawa lain. Adapun besar ukuran kristalit dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6. Besar ukuran nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ setelah proses perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal

$y = mx + c$	c	k	λ	Ukuran kristalit $t = k\lambda/c$ (nm)
A100	0,015	0,89	0,15406	9,19
A100 PH80	0,0146	0,89	0,15406	9,39
A100 PH100	0,0142	0,89	0,15406	9,65
A100 PH120	0,0125	0,89	0,15406	10,96
A100 PH150	0,0231	0,89	0,15406	12,56

Spektrum UV-Vis nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ setelah perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal ditunjukkan pada Gambar 4.9 dan besar energi celah pita (E_g) hasil pengolahan data ditunjukkan pada Tabel 4.7, sedangkan detail pengolahan data energi celah pita (E_g) dapat dilihat pada Lampiran L2.3-L2.7.

Nanopartikel ZnO@SiO₂ setelah perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal menunjukkan penyerapan energi terjadi pada panjang gelombang 391-392 nm. Besar energi celah pita (E_g) mengalami penurunan dari 3,167 menjadi 3,156 eV. Ukuran energi celah pita (E_g) hasil perlakuan panas secara umum semakin mendekati energi celah pita (E_g) material ruahnya. Penurunan energi celah pita (E_g) sejalan dengan hasil data XRD yang menyatakan peningkatan ukuran kristalit nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ seiring dengan meningkatnya temperatur.



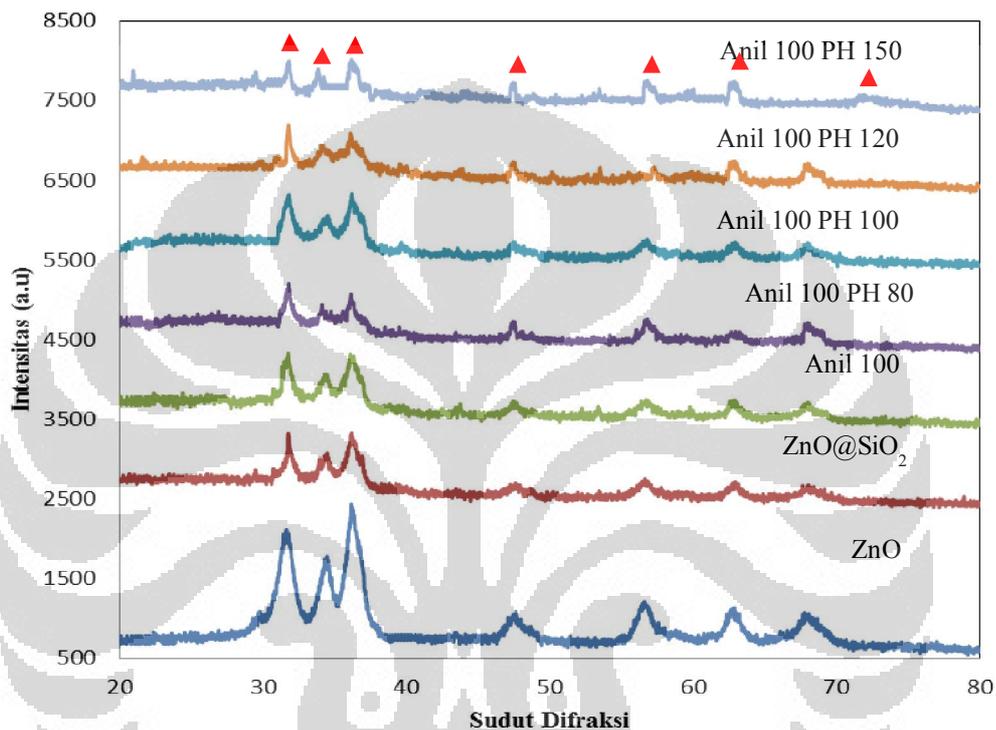
Gambar 4.9. Spektrum UV-Vis nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ setelah proses perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal

Tabel 4.7. Besar energi celah pita (E_g) nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ setelah proses perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal

$y = mx + c$	m	c	λ	Energi celah pita (E_g) (eV)
A100	0,0258	10,103	391,58	3,167
A100 PH80	0,0178	6,8748	391,84	3,164
A100 PH100	0,0223	8,7394	391,90	3,164
A100 PH120	0,0225	8,821	392,04	3,163
A100 PH150	0,0025	0,9823	392,92	3,156

4.4. Analisis Hubungan Nanopartikel ZnO dan *Core-Shell* ZnO@SiO₂

Nanopartikel ZnO dan *core-shell* ZnO@SiO₂ sebelum dan setelah diberi perlakuan panas menunjukkan perbedaan ukuran kristalit dan besar energi celah pita (E_g). Perbandingan besar ukuran kristalit dapat dilihat pada Gambar 4.10. dibawah ini.



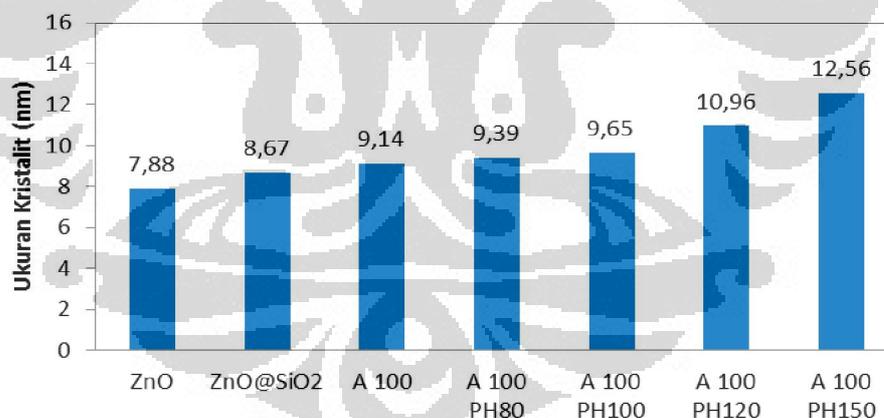
Gambar 4.10. Grafik hasil uji XRD nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ dengan perlakuan anil dan variasi temperatur pasca-hidrotermal. Tanda (▲) menunjukkan puncak ZnO struktur kristal *hexagonal wurtzit*

Dari grafik pada Gambar 4.10. terlihat bahwa intensitas puncak difraksi nanopartikel ZnO terus mengalami penurunan setelah diberi perlakuan permukaan dengan selubung silika, begitu juga pada peningkatan temperatur perlakuan panas. Puncak difraksi masih terlihat cukup tajam dengan besar pelebaran puncak difraksi yang relatif kecil. Adapun perbandingan besar ukuran kristalit dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8. Ukuran kristalit nanopartikel ZnO dan ZnO @SiO₂ hasil perlakuan panas anil temperatur konstan dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur.

$y = mx + c$	c	k	λ	Ukuran kristalit $t = k\lambda/c$ (nm)
ZnO	0,0174	0,89	0,15406	7,88
ZnO@SiO ₂	0,0158	0,89	0,15406	8,67
A100	0,015	0,89	0,15406	9,19
A100 PH80	0,0146	0,89	0,15406	9,39
A100 PH100	0,0142	0,89	0,15406	9,65
A100 PH120	0,0125	0,89	0,15406	10,96
A100 PH150	0,0231	0,89	0,15406	12,56

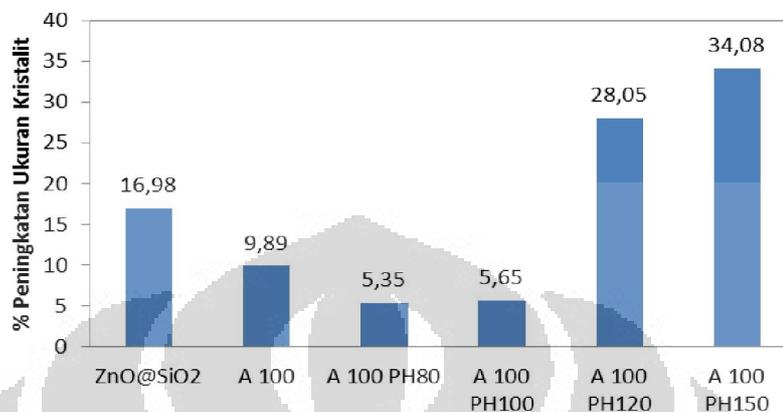
Data besar ukuran kristalit dari Tabel 4.8. menyatakan terjadi peningkatan ukuran kristalit nanopartikel ZnO pada setelah dan sebelum dilakukan perlakuan permukaan menjadi *core-shell* ZnO@SiO₂, begitu juga nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ sebelum dan setelah dilakuan perlakuan panas. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 4.11. dibawah ini.



Gambar 4.11. Grafik perbandingan ukuran kristalit nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ sebelum dan setelah diberi perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur

Peningkatan ukuran kristalit nanopartikel ZnO ke ZnO@SiO₂ dari 7,88 menjadi 8,67 nm terjadi karena pengaruh proses pelapisan silika, dimana pada proses tersebut dilalui proses drying pada temperatur 60°C selama 6 jam. Proses pemanasan ini memberikan kesempatan kristal nanopartikel ZnO untuk bertambah

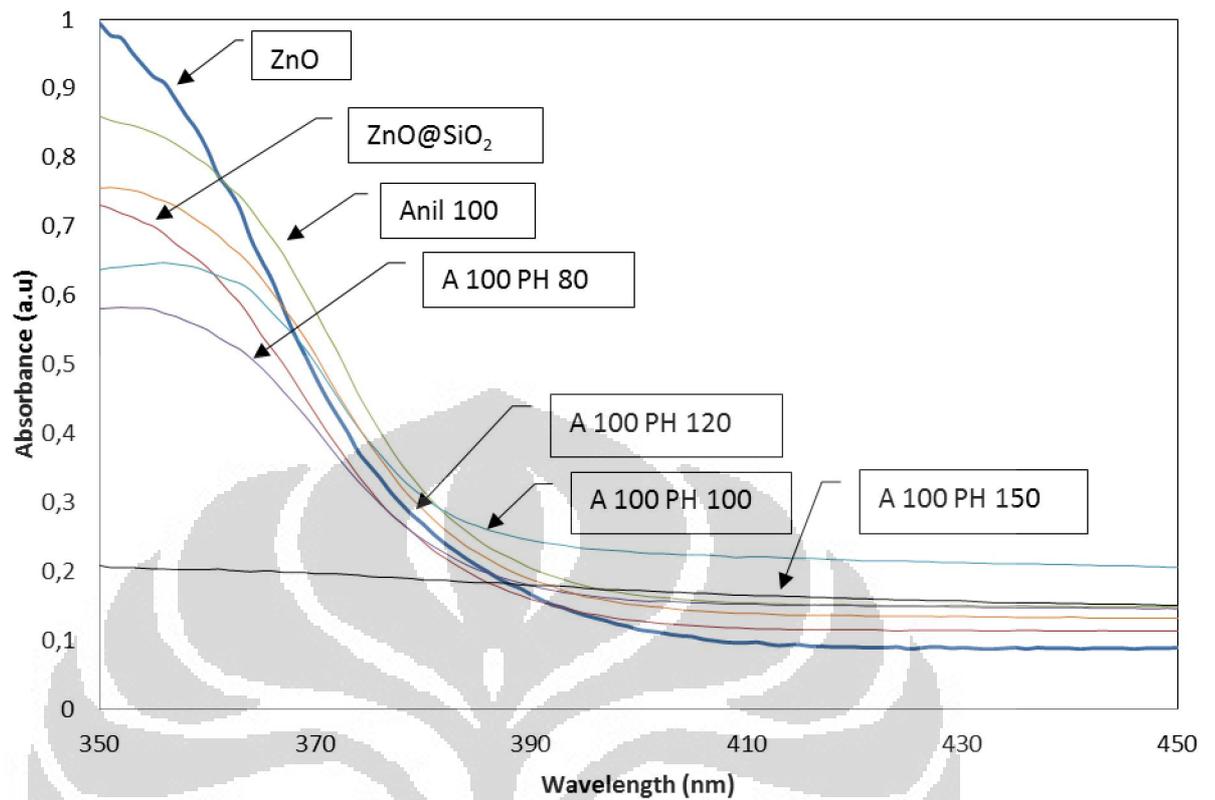
banyak. Ukuran nanopartikel setelah perlakuan panas juga mengalami peningkatan ukuran kristalit. Adapun persentase peningkatan ukuran kristalit dapat dilihat pada Gambar 4.12. dibawah ini.



Gambar 4.12. Grafik persentase peningkatan ukuran kristalit ZnO@SiO₂ sebelum dan setelah perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal dibandingkan dengan nanopartikel ZnO

Persentase peningkatan ukuran kristalit ditunjukkan pada Gambar 4.9. Ukuran kristalit nanopartikel ZnO menjadi *core-shell* ZnO@SiO₂ sebelum perlakuan panas mengalami peningkatan yang cukup tinggi, yaitu sebesar 16,98%, hal ini disebabkan karena perlakuan panas *drying*. Sementara peningkatan ukuran kristalit ke nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ setelah perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal pada temperatur 80-100°C tidak terlalu signifikan, yaitu sebesar 5.35% dan 5.65%, hal ini menunjukkan bahwa perlakuan pasca-hidrotermal dapat digunakan untuk mengontrol pertumbuhan nanopartikel ZnO@SiO₂.

Hasil pengujian dengan XRD di konfirmasi dengan hasil pengujian dengan spektrum UV-Vis yang ditunjukkan pada Gambar 4.13. Dari grafik pada Gambar 4.13. terjadi pergeseran *absorption edge* ke panjang gelombang yang lebih panjang yang menunjukkan terjadinya fenomena *red-shift*. Fenomena *red-shift* merupakan efek dari *quantum size confinement* yang menandakan ukuran nanopartikel yang terbentuk memiliki energi celah pita (E_g) yang hampir mendekati energi celah pita (E_g) material ruahnya. Besar energi celah pita (E_g) diperoleh dari olah data, sedangkan detil pengolahan data setiap sampel pengujian UV-Vis selengkapnya diberikan pada Lampiran 2.

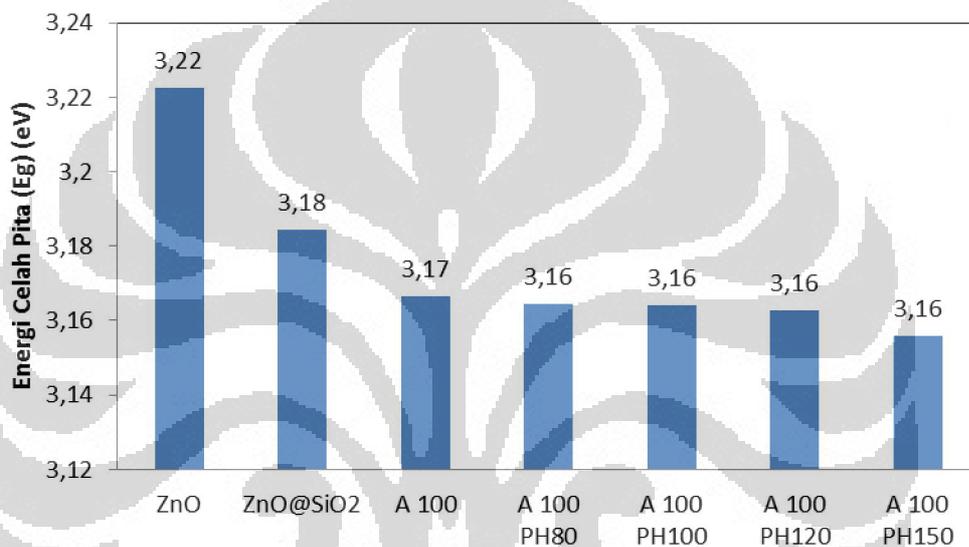


Gambar 4.13. Grafik hasil uji UV-Vis nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ dengan perlakuan anil dan variasi temperatur pasca-hidrotermal

Tabel 4.9. Perbandingan nilai energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO, ZnO@SiO₂ sebelum dan setelah perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal.

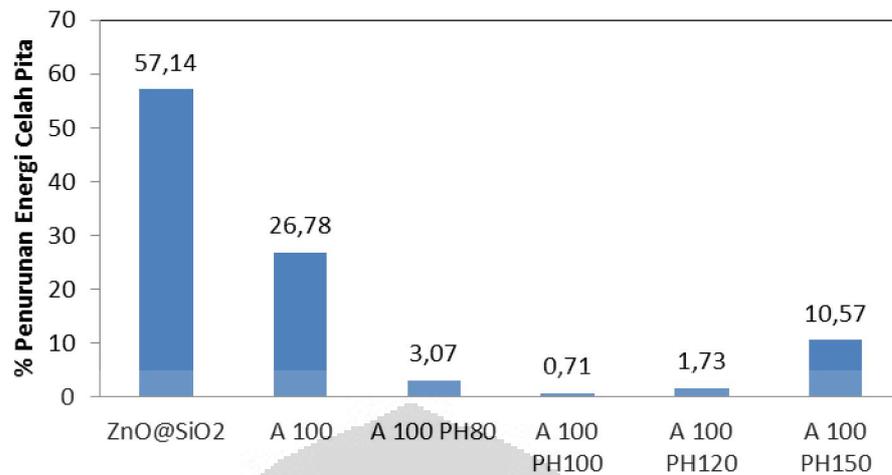
$y = mx + c$	m	c	λ	Energi celah pita (E_g) (eV)
ZnO	0,0334	12,852	384,79	3,223
ZnO@SiO ₂	0,0226	8,8003	389,39	3,184
A100	0,0258	10,103	391,58	3,167
A100 PH80	0,0178	6,8748	391,84	3,164
A100 PH100	0,0223	8,7394	391,90	3,164
A100 PH120	0,0225	8,821	392,04	3,163
A100 PH150	0,0025	0,9823	392,92	3,156

Diagram batang pada Gambar 4.14. menunjukkan dengan jelas bahwa telah terjadi penurunan besar energi celah pita (E_g) yang cukup besar dari nanopartikel ZnO ke nanopartikel ZnO@SiO₂ baik sebelum maupun setelah proses perlakuan panas. Penurunan energi celah pita (E_g) dari nanopartikel ZnO@SiO₂ sebelum dan setelah dilakukan perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal sampai dengan temperatur 100°C tidak terlalu besar, namun kembali terjadi lonjakan penurunan energi celah pita (E_g) pada hasil perlakuan pasca-hidrotermal variasi temperatur 120 dan 150°C.



Gambar 4.14. Diagram batang penurunan besar energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ sebelum dan setelah diberi perlakuan panas anil dan pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur

Nilai energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO mengalami penurunan setelah dilakukan proses enkapsulasi dengan silika membentuk nanopartikel ZnO@SiO₂ dari 3,223 eV menjadi 3,184 eV. ZnO@SiO₂ setelah perlakuan panas anil 100°C serta pasca-hidrotermal dengan variasi temperatur tahan dari 80-150°C mengalami penurunan energi celah pita (E_g) dari 3,167 – 3,156 eV.



Gambar 4.15. Grafik persentase penurunan nilai energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO@SiO₂ setelah dan sebelum perlakuan panas dibandingkan dengan nanopartikel ZnO.

Persen penurunan energi celah pita (E_g) dapat dilihat pada Gambar 4.15., dimana penurunan yang cukup signifikan terjadi pada nanopartikel ZnO sebelum dan setelah dilakukan perlakuan permukaan dan perlakuan anil 100°C, yaitu masing-masing sebesar 57.14% dan 26,78% serta nanopartikel ZnO@SiO₂ pada perlakuan pasca-hidrotermal 150°C sebesar 10,57%.

Tabel 4.10. Perbandingan ukuran kristalit dengan energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂

Sampel	Ukuran Kristalit (nm)	Energi celah pita (E_g) (eV)
ZnO	7,88	3,223
ZnO@SiO ₂	8,67	3,184
Anil 100	9,14	3,167
Anil 100 PH 80	9,39	3,164
Anil 100 PH 100	9,65	3,164
Anil 100 PH 120	10,96	3,163
Anil 100 PH 150	12,56	3,156

Pada proses enkapsulasi dan perlakuan panas anil, panas yang diberikan memberikan kesempatan nanopartikel ZnO@SiO₂ untuk bertambah banyak, karena terjadi pemutusan ikatan Zn dan asetat oleh panas yang memungkinkan terbentuknya kembali ikatan ZnO yang lebih banyak sehingga terjadi peningkatan ukuran kristalit mendekati material ruahnya, oleh karena itu energi celah pita (E_g) nanopartikel juga menurun mendekati energi celah pita (E_g) material ruahnya (3,07 eV). Hasil ini membuktikan bahwa efek *quantum size confinement* mampu dihasilkan melalui metode kimiawi basah. Perbandingan ukuran kristalit dan energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO dapat dilihat pada Tabel 4.10.



BAB V

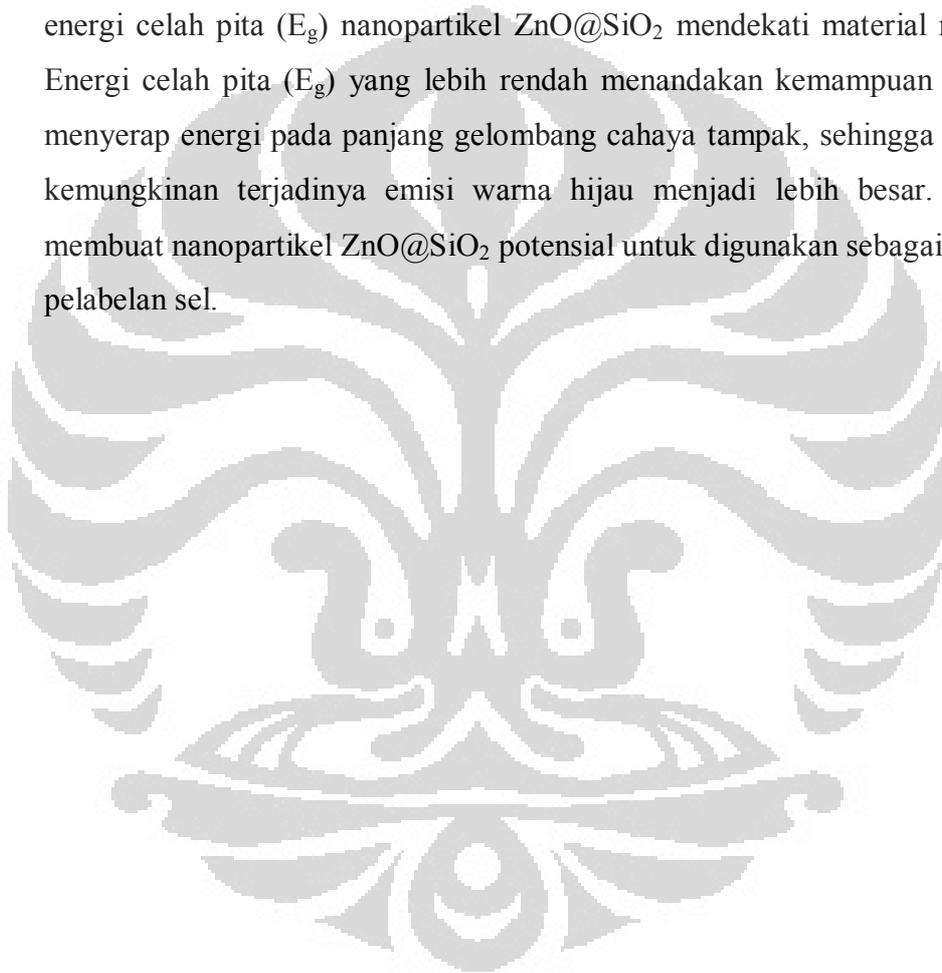
KESIMPULAN

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

1. Nanopartikel ZnO dan ZnO@SiO₂ telah berhasil dibuat dengan metode kimiawi basah teknik presipitasi.
2. Nilai kristalit nanopartikel ZnO diperoleh sebesar 7,88 nm dan nanopartikel ZnO@SiO₂ sebesar 8,67 nm. Proses anil yang dilakukan pada temperatur 100°C menyebabkan terjadinya peningkatan ukuran kristalit nanopartikel ZnO@SiO₂, yaitu 9,14 nm.
3. Perlakuan pasca-hidrotermal menyebabkan ukuran kristalit sampel bertambah besar seiring dengan meningkatnya temperatur pasca-hidrotermal, yaitu 9.38, 9.65, 10.96, dan 12.56 nm untuk sampel pada temperatur pasca-hidrotermal 80, 100, 120 dan 150°C.
4. Peningkatan ukuran kristalit diikuti dengan penurunan nilai energi celah pita (E_g). Energi celah pita (E_g) tertinggi sebesar 3.224 eV didapat dari sampel dengan ukuran terkecil (7.886 nm) dari nanopartikel ZnO sebelum diberi perlakuan permukaan maupun panas dan energi celah pita (E_g) terkecil yaitu 3,155 didapat dari sampel dengan ukuran terbesar (12,56 nm) dari ZnO@SiO₂ perlakuan anil 100°C dan pasca-hidrotermal pada temperatur 150°C.
5. Ukuran partikel rata-rata nanopartikel ZnO adalah sebesar 11,45 nm sedangkan ukuran partikel rata-rata nanopartikel *core-shell* ZnO@SiO₂ adalah sebesar 15,72 nm.
6. Mekanisme anil menyebabkan ukuran kristalit bertambah karena terjadi pemutusan ikatan Zn dan asetat oleh panas yang memungkinkan terbentuknya ikatan ZnO yang lebih banyak. Perlakuan pasca-hidrotermal dengan variasi

temperatur membuat ukuran kristalit nanopartikel setelah di anil meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur pasca-hidrotermal. Semakin tinggi temperatur pasca-hidrotermal, maka aktivitas pemotongan ikatan Zn-O-Zn oleh uap menjadi Zn-OH semakin intens, yang memicu terjadinya proses penyusunan kembali kristal Zn-O-Zn yang lebih teratur, sehingga ukuran kristalinitas nanopartikel ZnO meningkat.

7. Peningkatan ukuran kristalit memberikan efek terhadap penurunan besar energi celah pita (E_g) nanopartikel ZnO@SiO₂ mendekati material ruahnya. Energi celah pita (E_g) yang lebih rendah menandakan kemampuan material menyerap energi pada panjang gelombang cahaya tampak, sehingga efisiensi kemungkinan terjadinya emisi warna hijau menjadi lebih besar. Hal ini membuat nanopartikel ZnO@SiO₂ potensial untuk digunakan sebagai aplikasi pelabelan sel.



DAFTAR REFERENSI

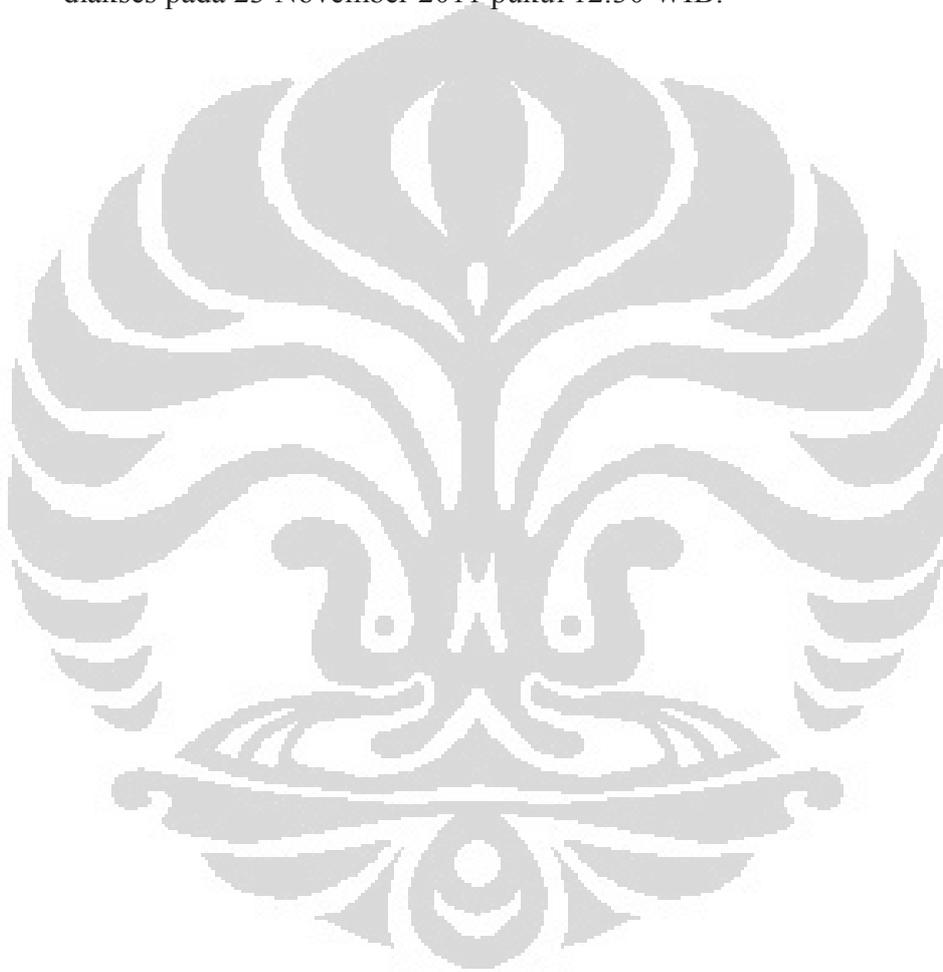
- [1] Guozhong Cao. 2004. Nanostructure and Nanomaterials : Synthesis, Properties & Applications. London : Imperial College Press.
- [2] Chapter 3 Preparation and Characterization of Zinc Oxide
- [3] Dusan Nohavica & Petar Gladkov. 2010. ZnO Nanoparticles and Their Applications-New Achievements.
- [4] Shah, M.A & M. Al-Shahry. 2009. Zinc Oxide Nanoparticles Prepared by the Reaction of Zinc Metal with Ethanol.
- [5] Lieber, C.M. Solid State Commun. 66 (1998) 5309.
- [6] Xiaosheng Tang, Eugene Shi Guang Choo, Ling Li, Jun Ding, Junmin Xue. 2010. Synthesis of ZnO Nanoparticle with Tunable Emission Colors and Their Cell Labeling Applications.
- [7] Ranvir Singh Panwar. 2009. A Thesis On Preparation of Modified ZnO Nanoparticles by Sol-Gel Process and Their Characterization.
- [8] Aneesh P.M., Vanaja, K.A., Jayaraj, M.K., Synthesis of ZnO Nanoparticles by Hydrothermal Method.2007
- [9] Yinyan Gong, Tamar Andelman, Gertrude F. Neumark, Stephen O'Brien, Igor L. Kuskovsky. 2007. Origin of Defect-Related Green Emission From ZnO Nanoparticles : Effect of Surface Modification
- [10] <http://bio-sensors.net/wsc36599038/1256.html> diakses pada 2 Desember 2011 pukul 19:39 WIB
- [11] http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide diakses pada 7 Desember 2011 pukul 06:38 WIB

- [12] Xiaosheng Tang, Eugene Shi Guang Choo, Ling Li, Jun Ding, Junmin Xue. 2009. One-Pot Synthesis of Water-Stable ZnO Nanoparticles Via a Polyol Hydrolysis Route and Their Cell Labeling Applications.
- [13] S. Mandal, H.Mallik, A.Dhar, dan S.K.Ray. 2007. Effect of Annealing on Photoluminescence Property of Nanoparticle Compsite ZnO Films.
- [14] Ahmad Umar, E.K Suh, dan Yoon-Bog Hahn. 2004. Growth and Optical Properties of Large-Quantity Single-Crystalline ZnO Rods by Thermal Evaporation.
- [15] Tapas Kumar Kundu, Nantu Karak, Puspendu Barik, Satyajit Saha. 2011. Optical Properties of ZnO Nanoparticles Prepared by Chemical Method Using Poly (Vinyl Alcohol) (PVA) as Capping Agent.
- [16] Erwan Rauwel, Augustinas Galeckas, Protima Rauwel, Martin Fleissner, Sunding, dan Helmer Fjelly. 2011. Precursor-Dependent Blue-Green Photoluminescence Emission of ZnO Nanoparticle.
- [17] Meera Basa. Synthesis and Characterization of Silica Coated Iron Oxide Nanoparticles by Sol-Gel Technique.
- [18] Jing Zhai, Xia Tao, Yuan Pu, Xiao-Fei Zeng, Jian-Feng Chen. 2010. Core/Shell Structure ZnO/SiO₂ Nanoparticles : Preparation, Characterization and Photocatalytic Property
- [19] Fei Li, Xintang Huang, Yin Jiang, Luoyuan Liu, Zhen Li. 2009. Synthesis and Characterization of ZnO/SiO₂ Core/Shell Nanocomposites and Hollow SiO₂ Nanostructures
- [20] http://www.chem-is-try.org/tanya_pakar/apa-penyebab-orang-menderita-kanker/ diakses pada 17 Desember 2011 pukul 09:43 WIB
- [21] <http://sciencebiotech.net/transformasi-ekspresi-gen-asing-dalam-sel-bakteri/> diakses pada 17 Desember 2011 pukul 11:07 WIB
- [22] Kevin Teng. 2010. Photobleaching Techniques in Fluorescence Microscopy.

- [23] probes.invitrogen.com/media/publications/144.pdf diakses pada 14 November 2011 pukul 22:53 WIB
- [24] Klug H.P. and Alexander L.E. X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials, 1st Ed, Chapter 9, Wiley, New York, 1954.
- [25] Akhmad Herman Yuwono, Yu Zhang , John Wang, Xin Hai Zhang, Haiming Fan dan Wei Ji, Chemistry of Materials, 18: 5876-5889 (2006).
- [26] Spanhel, L.; Anderson, M. A. *J. Am. Chem. Soc.* 1991, *113*, 2826
- [27] Huan-Ming Xiong, Ri-Zhao Ma, Su Feng Wang, Yong-Yao Xia. 2010. Photoluminescent ZnO Nanoparticles Synthesized at The Interface Between Air and Triethylene Glycol.
- [28] Zeshan Lu, Jose F. Herrera Santos, Gerko Oskam, Peter C. Searson. 2005. Influence of Reactant Concentrations on the Synthesis of ZnO Nanoparticles.
- [29] N. Kislov, J. Lahiri, H. Verma, D. Stefanakos, M. Batzill. 2009. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange Over Single Crystalline ZnO: Orientation Dependence of Photoactivity and Photostability of ZnO. *Langmuir* 25 (2009) 3310–3315.
- [30] N. Daneshvar, D. Salari, A.R. Khataee. 2004. Photocatalytic Degradation of Azo Dye Acid Red 14 in Water on ZnO as an Alternative Catalyst to TiO₂, *J. Photochem. Photobiol. A: Chem.* 162 (2004) 317–322.
- [31] B. Pare, S.B. Jonnalagadda, H. Tomar, P. Singh, V.W. Bhagwat. 2008. ZnO Assisted Photocatalytic Degradation of Acridine Orange in Aqueous Solution Using Visible Irradiation. *Desalination* 232 (2008) 80–90.
- [32] N. Daneshvar, S. Aber, M.S. Dorraji. 2007. Photocatalytic Degradation of The Insecticide Diazinon in The Presence of Prepared Nanocrystalline ZnO Powders Under Irradiation of UV-C Light. *Sep. Purif. Technol.* 58 (2007) 91–98.

- [33] J. Wang, Z. Jiang, Z. Zhang, Y. Xie, Y. Lv, J. Li, Y. Deng, X. Zhang. 2009. Study on Inorganic Oxidants Assisted on Photocatalytic Degradation of Acid Red B in Presence of Nanosized ZnO Powder. *Sep. Purif. Technol.* 67 (2009) 38–43.
- [34] Stober dan Fink W. *Stober, A. Fink and E. Bohn, J. Colloid Interf. Sci.* 26 (1968) 62
- [35] Yoshimura, M dan K. Byrappa, “*Hydrothermal processing of materials: past, present and future.*”
<http://www.springerlink.com/content/r367n732203j6231/fulltext.pdf>
Diakses pada 16 November 2012 pukul 14:00 WIB.
- [36] Byrappa , B dan Masahiro Yoshimura. “*Handbook of Hydrothermal Technology : A Technology for Crystal Growth and Materials Processing.*”
- [37] Akhmad Herman Yuwono, Junmin Xue, John Wang, Hendry Izaac Elim, Wei Ji. 2006. Titania-PMMA Nanohybrids of Enhanced Nanocrystallinity.
- [38] Akhmad Herman Yuwono, Binghai Liu, Junmin Xue, John Wang, Hendry Izaac Elim, Wei Ji, Ying Li, Timothy John White. Controlling The Crystallinity and Nonlinear Optical Properties of Transparent TiO₂-PMMA Nanohybrids.
- [39] Y.L. Wu, A.I.Y. Tok, F.Y.C. Boey, X.T. Zeng, dan X.H. Zhang. 2007. Surface modification of ZnO nanocrystals.
- [40] Carla Cannas, Mariano Casu, Adolfo Lai, Anna Musinu, dan Giorgio Piccaluga. 1999. XRD, TEM, and ²⁹Si MAS NMR Study of Sol-Gel ZnO-SiO₂ Nanocomposite.
- [41] Mikrajuddin Abdullah, Shinji Shibamoto, Kikuo Okuyama. 2004 Synthesis of ZnO/SiO₂ nanocomposite emitting specific luminescence colors.
- [42] U. Ozgur, Ya. I. Alinov, C. Liu, A. Teke, M. A. Reshchikov, et.al. 2005. A Comprehensive Review of ZnO Materials and Device.

- [43] <http://www.sigmaaldrich.com/sigma-aldrich/technical-documents/articles/material-matters/quantum-dots-an-emerging.html>
diakses pada 17 Desember 2011 pukul 11:43 WIB
- [44] <http://nanobioart.com/members/ageorge/> diakses pada 10 Januari 2012
pukul 18:30 WIB.
- [45] <http://www.nobelprize.org/educational/physics/microscopes/tem/index.html>
diakses pada 23 November 2011 pukul 12.30 WIB.

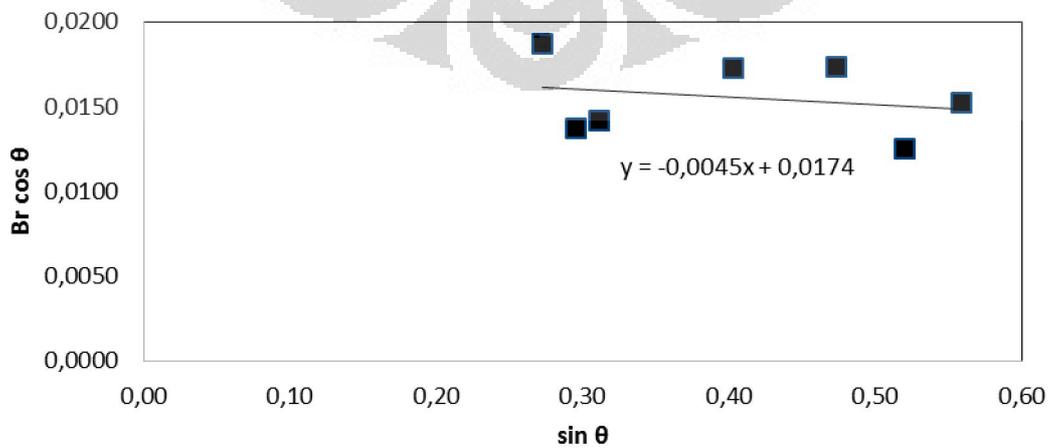


Lampiran 1

PENGOLAHAN DATA DIFRAKSI SINAR-X

L1.1. ZnO

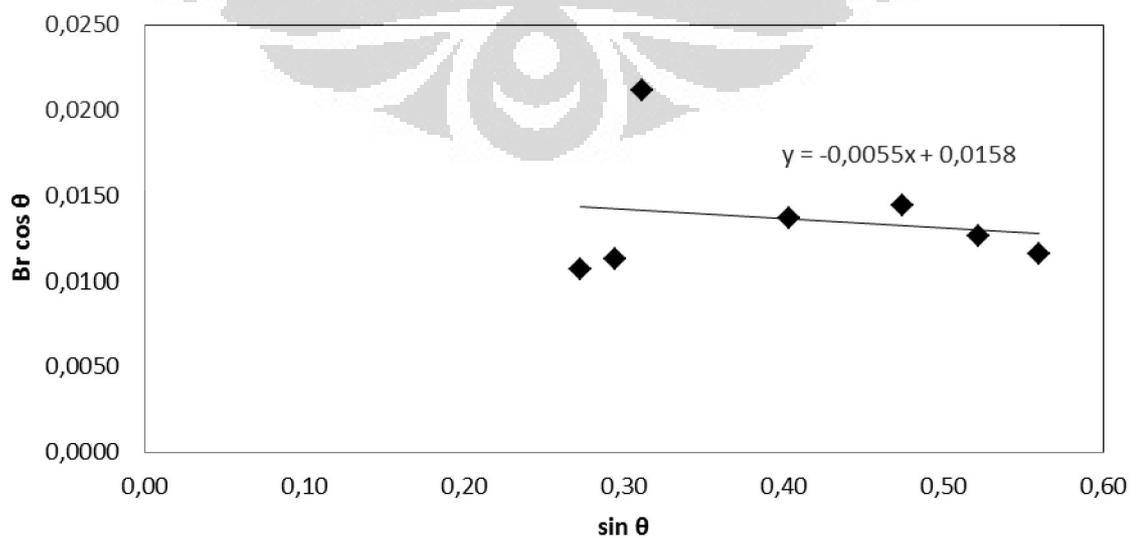
		B _{instrument} 0,1299					
Center	FWHM	2 θ	B (degree)	B (radian)	2 θ	B (deg)	B (rad)
31,612282	1,11974747	31,612282	0,1299	0,00226718	31,612282	1,11974747	0,01954328
34,3400936	0,83124812	34,3400936	0,1299	0,00226718	34,3400936	0,83124812	0,01450802
36,2273656	0,86535822	36,2273656	0,1299	0,00226718	36,2273656	0,86535822	0,01510335
47,4897879	1,08843252	47,4897879	0,1299	0,00226718	47,4897879	1,08843252	0,01899673
56,5609323	1,13694976	56,5609323	0,1299	0,00226718	56,5609323	1,13694976	0,01984352
62,7093328	0,84929716	62,7093328	0,1299	0,00226718	62,7093328	0,84929716	0,01482303
67,9644841	1,0603953	67,9644841	0,1299	0,00226718	67,9644841	1,0603953	0,01850739



c=	0,017
k=	0,8
λ =	0,1
t=	7,880

L1.2. ZnO@SiO₂

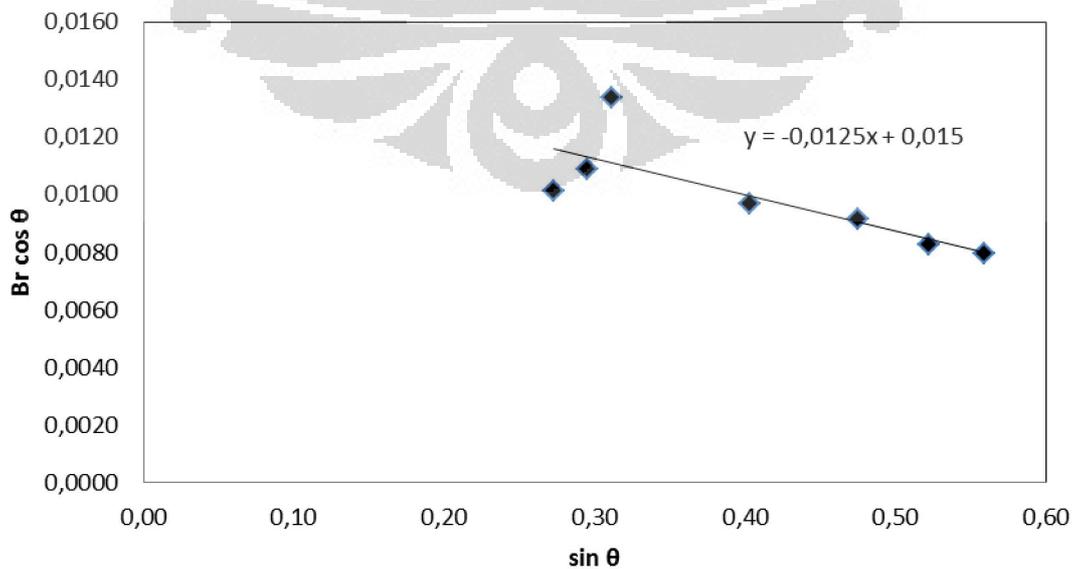
		B _{instrument} 0,1299		B _r ² = B _{tot} ² - B _{ins} ²					
Center	FWHM	2 θ	B (degree)	B (radian)	2 θ	B (deg)	B (rad)	θ	Br ² (rad)
31,67431	0,647758	31,6743061	0,1299	0,002267	31,67431	0,647758	0,011306	15,83715	0,000
34,27491	0,686768	34,274913	0,1299	0,002267	34,27491	0,686768	0,011986	17,13746	0,000
36,2363	1,28324	36,2362957	0,1299	0,002267	36,2363	1,28324	0,022397	18,11815	0,000
47,53453	0,866812	47,5345253	0,1299	0,002267	47,53453	0,866812	0,015129	23,76726	0,000
56,63854	0,946014	56,6385353	0,1299	0,002267	56,63854	0,946014	0,016511	28,31927	0,000
62,87123	0,855845	62,8712276	0,1299	0,002267	62,87123	0,855845	0,014937	31,43561	0,000
68,01848	0,809271	68,0184757	0,1299	0,002267	68,01848	0,809271	0,014124	34,00924	0,000



c=
k=
λ=
t=

L1.3. ZnO@SiO₂ Anil 100°C

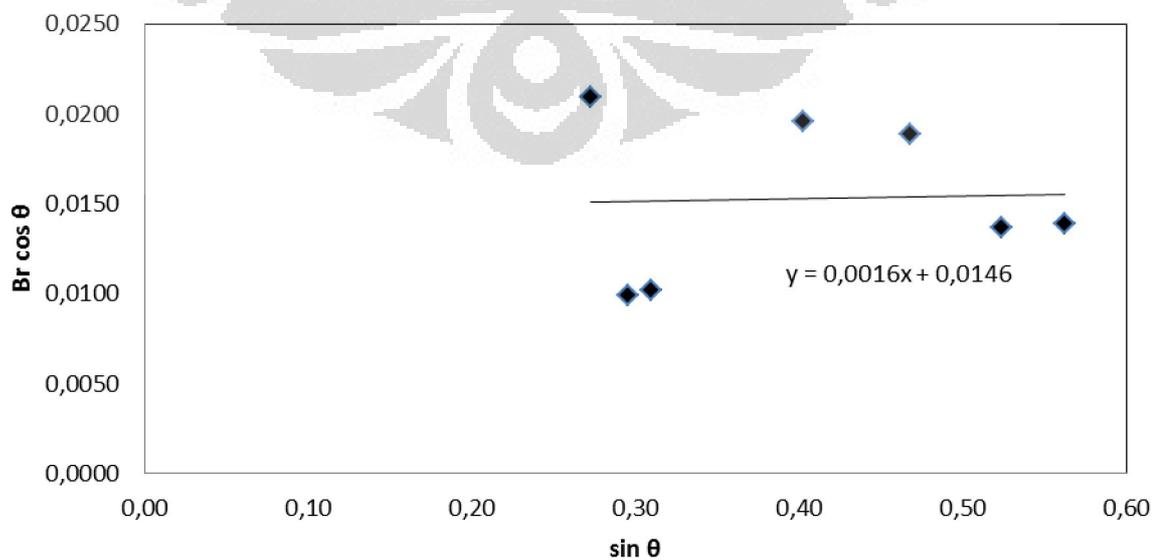
Center	FWHM	2 θ	B (degree)	B (radian)	2 θ	B (deg)	B (rad)	θ	Br ² (rad)
31,66321	0,61657	31,6632103	0,1299	0,002267	31,66321	0,61657	0,010761	15,83161	0,000
34,27155	0,666413	34,2715498	0,1299	0,002267	34,27155	0,666413	0,011631	17,13577	0,00
36,26365	0,81574	36,2636513	0,1299	0,002267	36,26365	0,81574	0,014237	18,13183	0,000
47,55263	0,620886	47,5526258	0,1299	0,002267	47,55263	0,620886	0,010836	23,77631	0,000
56,66844	0,609607	56,6684389	0,1299	0,002267	56,66844	0,609607	0,01064	28,33422	0,000
62,87333	0,568859	62,8733276	0,1299	0,002267	62,87333	0,568859	0,009928	31,43666	9,34E
67,99609	0,563765	67,9960919	0,1299	0,002267	67,99609	0,563765	0,00984	33,99805	9,17E



c=	0
k=	
λ=	0
t=	9,13

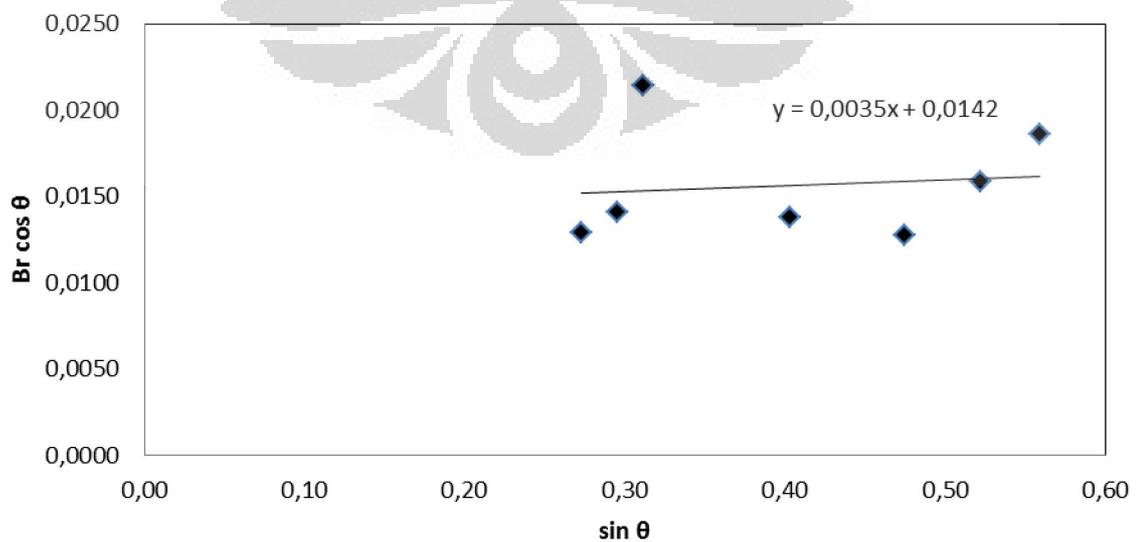
L.1.4. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 80°C

		$B_{\text{instrument}} = 0,1299$			$B_r^2 = B_{\text{tot}}^2 - B_{\text{ins}}^2$				
Center	FWHM	2 θ	B (degree)	B (radian)	2 θ	B (deg)	B (rad)	θ	Br^2 (rad)
31,68508	1,253256	31,6850834	0,1299	0,002267	31,68508	1,253256	0,021873	15,84254	0,000
34,38977	0,607273	34,3897735	0,1299	0,002267	34,38977	0,607273	0,010599	17,19489	0,000
36,11046	0,625405	36,1104581	0,1299	0,002267	36,11046	0,625405	0,010915	18,05523	0,000
47,46389	1,232379	47,4638893	0,1299	0,002267	47,46389	1,232379	0,021509	23,73194	0,000
55,79967	1,229495	55,7996677	0,1299	0,002267	55,79967	1,229495	0,021459	27,89983	0,000
63,11991	0,92903	63,1199055	0,1299	0,002267	63,11991	0,92903	0,016215	31,55995	0,000
68,47051	0,969754	68,4705147	0,1299	0,002267	68,47051	0,969754	0,016925	34,23526	0,000



L1.5. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 100°C

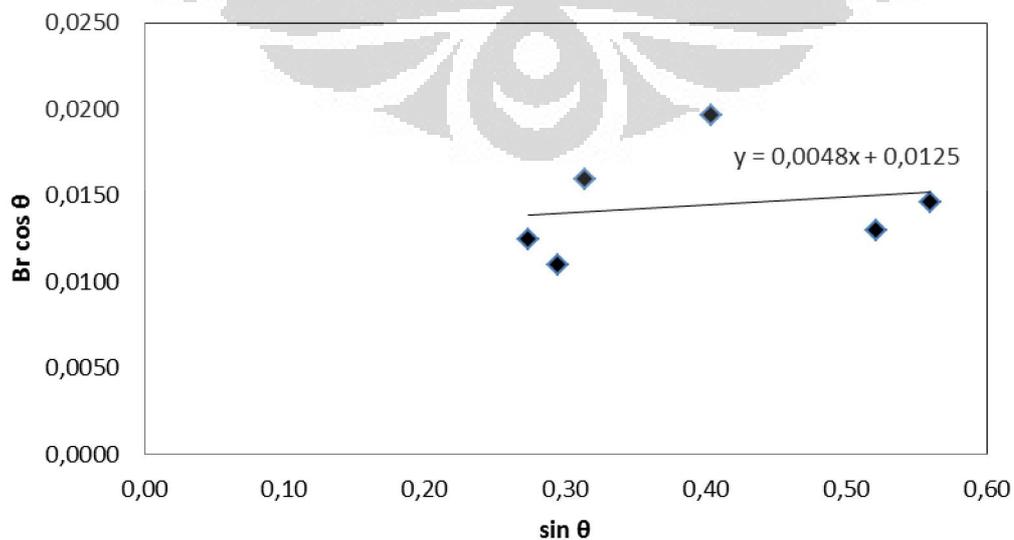
		$B_{\text{instrument}} = 0,1299$			$B_r^2 = B_{\text{tot}}^2 - B_{\text{ins}}^2$				
Center	FWHM	2 θ	B (degree)	B (radian)	2 θ	B (deg)	B (rad)	θ	Br^2 (rad)
31,69368	0,779048	31,69368	0,1299	0,002267	31,69368	0,779048	0,013597	15,84684	0,000
34,3633	0,855112	34,3633	0,1299	0,002267	34,3633	0,855112	0,014925	17,18165	0,000
36,28054	1,295991	36,28054	0,1299	0,002267	36,28054	1,295991	0,022619	18,14027	0,000
47,5246	0,872202	47,5246	0,1299	0,002267	47,5246	0,872202	0,015223	23,7623	0,000
56,62153	0,839891	56,62153	0,1299	0,002267	56,62153	0,839891	0,014659	28,31077	0,000
62,90263	1,073863	62,90263	0,1299	0,002267	62,90263	1,073863	0,018742	31,45131	0,000
67,9935	1,293808	67,9935	0,1299	0,002267	67,9935	1,293808	0,022581	33,99675	0,000



c=
k=
λ =
t=

L1.6. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 120°C

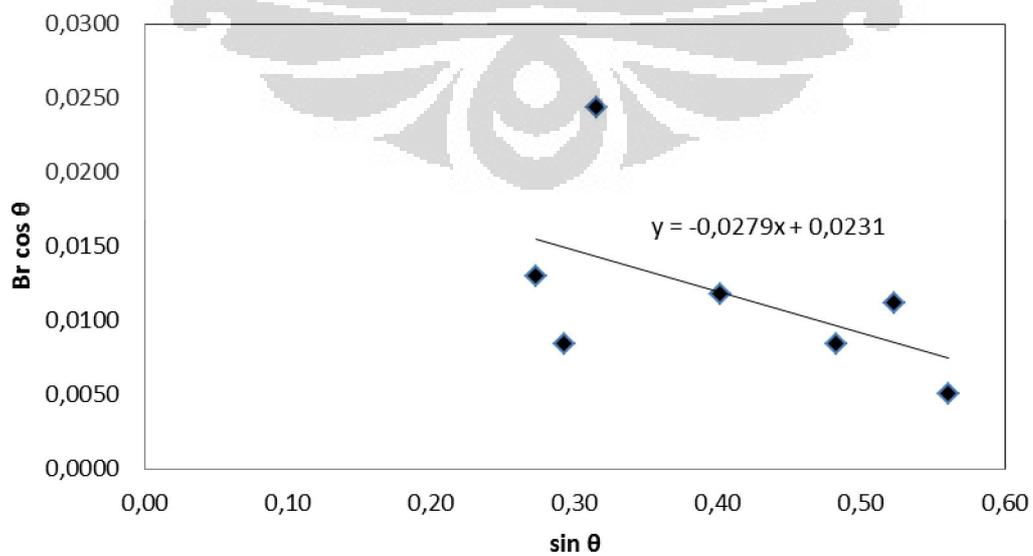
		$B_{\text{instrument}} = 0,1299$			$B_r^2 = B_{\text{tot}}^2 - B_{\text{ins}}^2$					
Center	FWHM	2 θ	B (degree)	B (radian)	2 θ	B (deg)	B (rad)	θ	Br^2 (rad)	
31,69589	0,751031	31,69589	0,1299	0,002267	31,69589	0,751031	0,013108	15,84795	0,000	
34,23865	0,669205	34,23865	0,1299	0,002267	34,23865	0,669205	0,01168	17,11933	0,000	
36,60886	0,970929	36,60886	0,1299	0,002267	36,60886	0,970929	0,016946	18,30443	0,000	
47,6534	1,237391	47,6534	0,1299	0,002267	47,6534	1,237391	0,021597	23,8267	0,000	
62,87064	0,880077	62,87064	0,1299	0,002267	62,87064	0,880077	0,01536	31,43532	0,000	
68,06458	1,017355	68,06458	0,1299	0,002267	68,06458	1,017355	0,017756	34,03229	0,000	



c=	0,012
k=	0,8
λ =	0,15
t=	10,964

L1.7. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 150°C

		$B_{\text{instrument}}$ 0,1299		$B_r^2 = B_{\text{tot}}^2 - B_{\text{ins}}^2$					
Center	FWHM	2 θ	B (degree)	B (radian)	2 θ	B (deg)	B (rad)	θ	Br ² (rad)
31,73199	0,782604	31,73199	0,1299	0,002267	31,73199	0,782604	0,013659	15,866	0,000
34,04399	0,523657	34,04399	0,1299	0,002267	34,04399	0,523657	0,00914	17,022	7,84E
36,78043	1,477997	36,78043	0,1299	0,002267	36,78043	1,477997	0,025796	18,39022	0,00
47,37666	0,747011	47,37666	0,1299	0,002267	47,37666	0,747011	0,013038	23,68833	0,000
57,69898	0,566116	57,69898	0,1299	0,002267	57,69898	0,566116	0,009881	28,84949	9,25E
63,02921	0,760516	63,02921	0,1299	0,002267	63,02921	0,760516	0,013274	31,5146	0,000
68,25381	0,376027	68,25381	0,1299	0,002267	68,25381	0,376027	0,006563	34,12691	3,79E

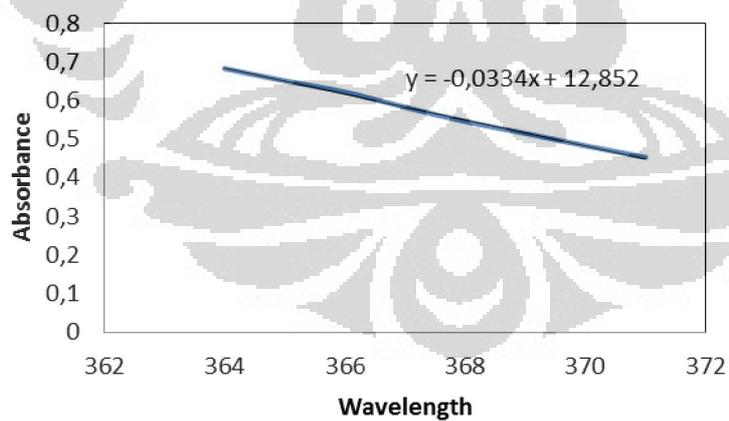
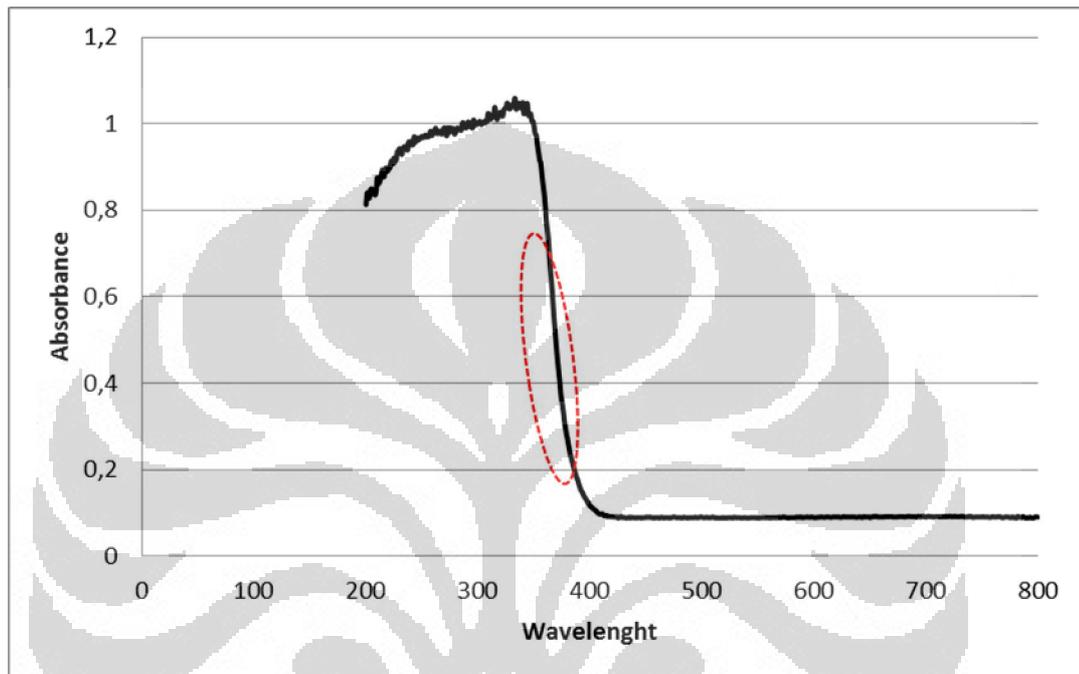


c=	0,023
k=	0,8
λ =	0,15
t=	12,5596

Lampiran 2

PENGOLAHAN DATA SPEKTROSKOPI UV-VIS

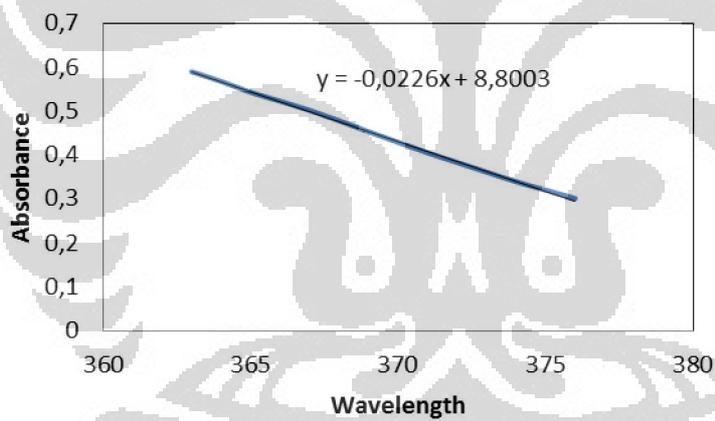
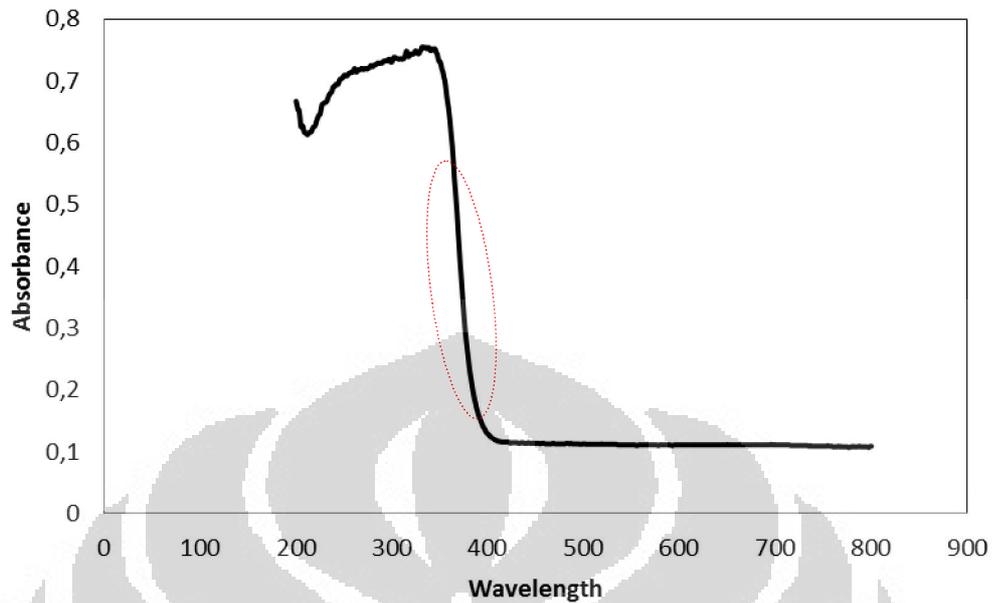
L.2.1. ZnO



λ (nm)	Abs
364	0,683
365	0,651
366	0,622
367	0,583
368	0,546
369	0,515
370	0,483
371	0,453

x	384,7904
E_g (eV)	3,222533

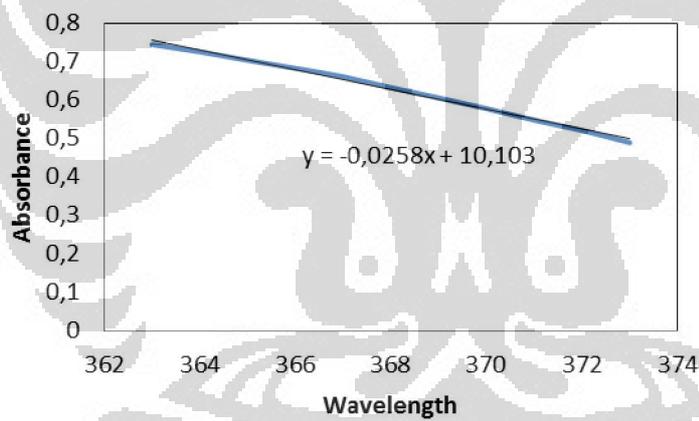
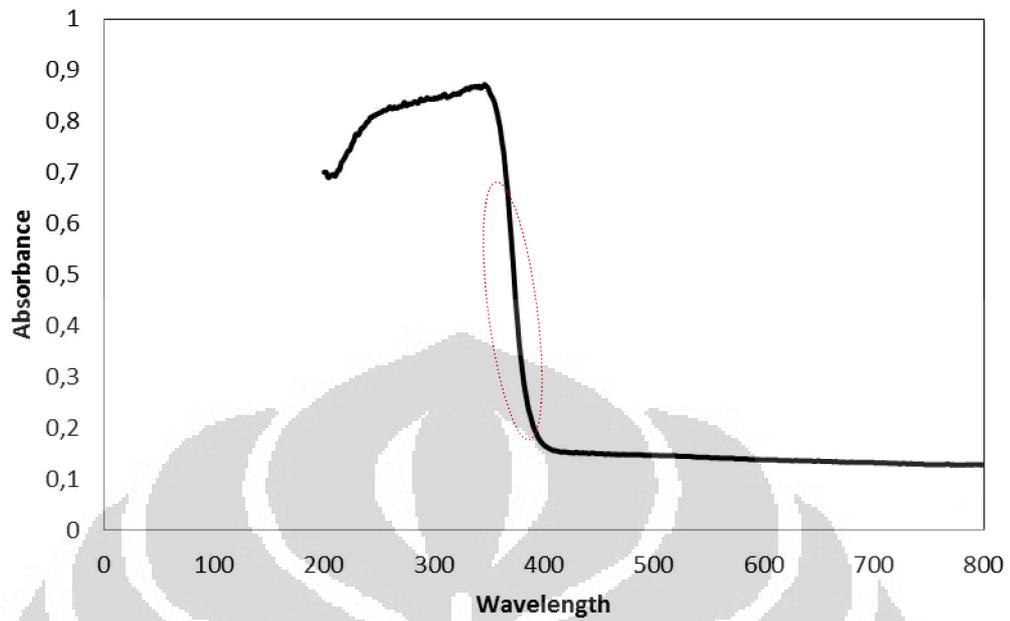
L2.2. ZnO@SiO₂



λ (nm)	Abs
376	0,3
375	0,319
374	0,338
373	0,36
372	0,382
371	0,404
370	0,428
369	0,452
368	0,477
367	0,501
366	0,522
365	0,542
364	0,567
363	0,589

x	389,3938
E_g (eV)	3,184437

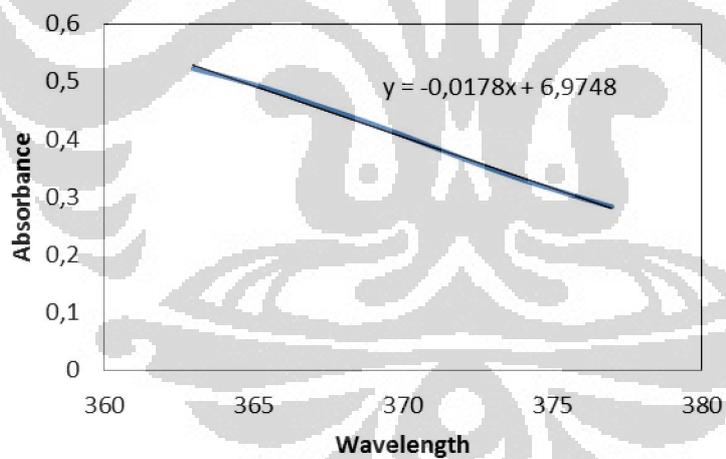
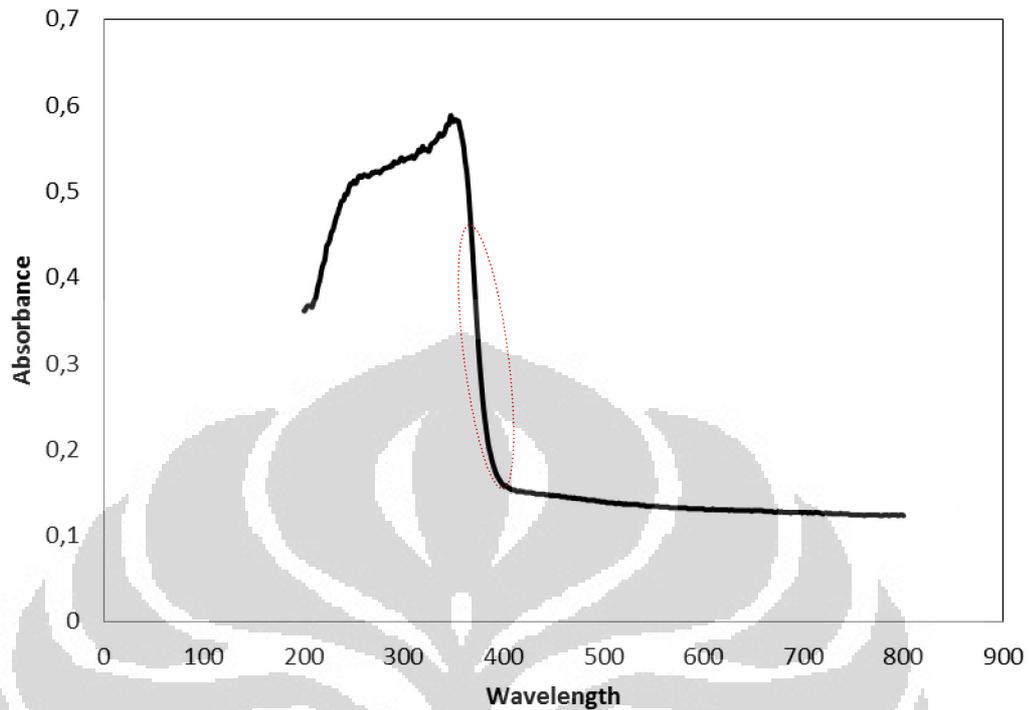
L2.3. ZnO@SiO₂ Anil 100°C



λ (nm)	Abs
373	0,488
372	0,52
371	0,547
370	0,577
369	0,605
368	0,632
367	0,66
366	0,682
365	0,703
364	0,725
363	0,744

x	391,5891
E_g (eV)	3,166584

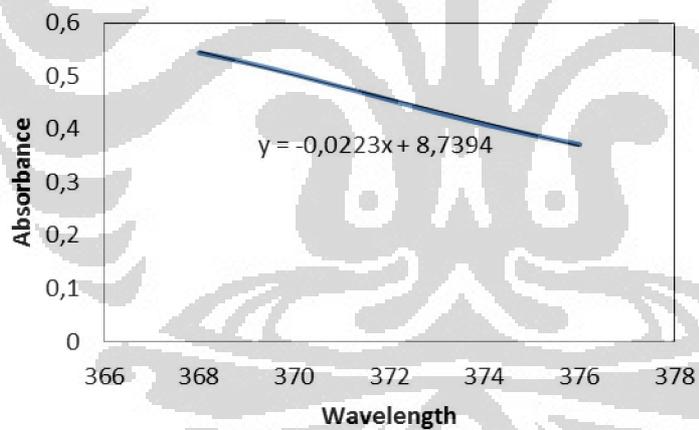
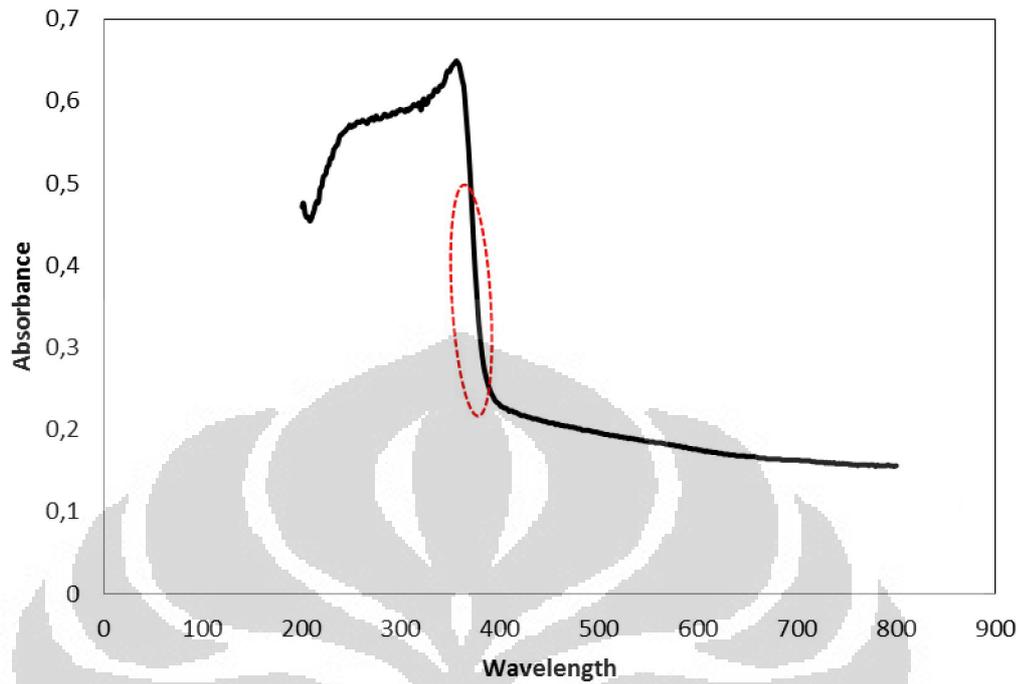
L2.4. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 80°C



λ (nm)	Abs
363	0,522
364	0,509
365	0,495
366	0,479
367	0,461
368	0,444
369	0,426
370	0,407
371	0,387
372	0,367
373	0,348
374	0,33
375	0,314
376	0,298
377	0,283

x	391,8427
E_g (eV)	3,164535

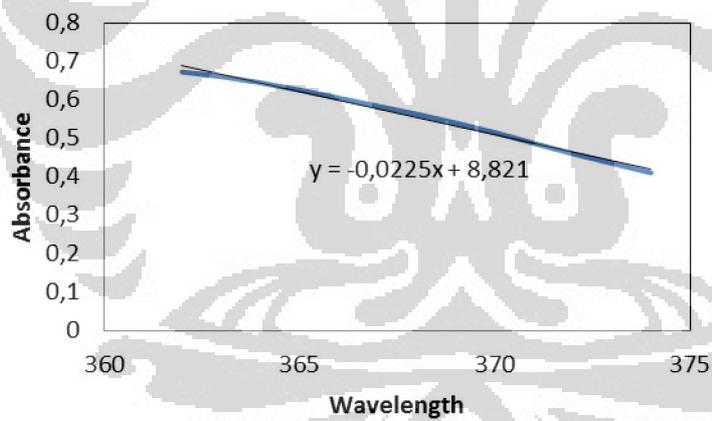
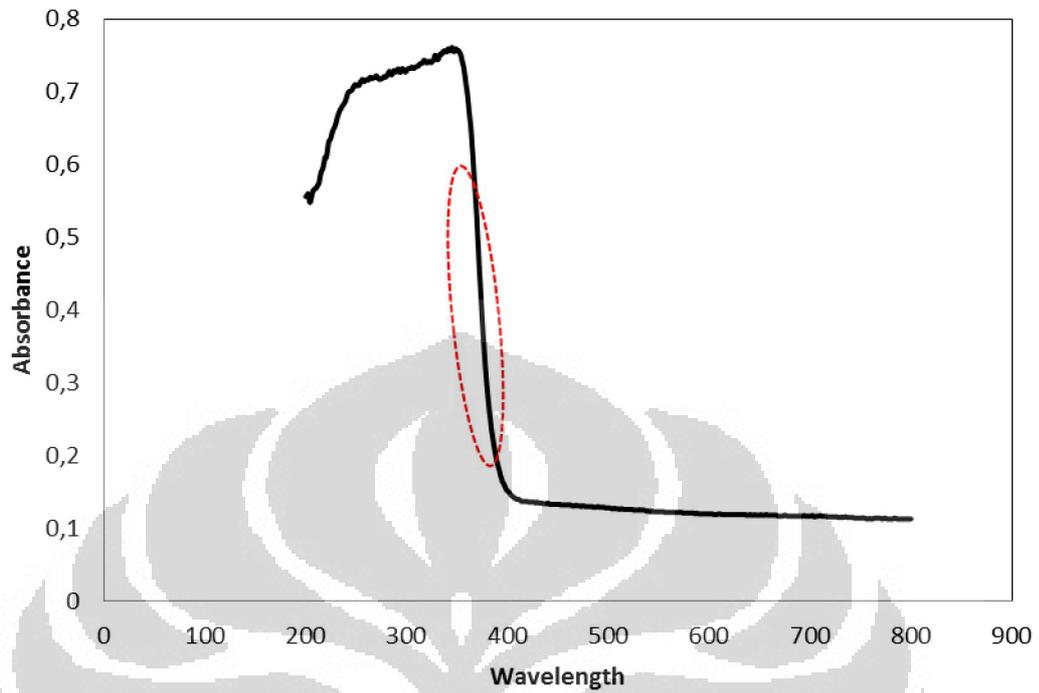
L2.5. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 100°C



λ (nm)	Abs
368	0,544
369	0,525
370	0,503
371	0,479
372	0,455
373	0,431
374	0,409
375	0,389
376	0,371

x	391,9013
E _g (eV)	3,164062

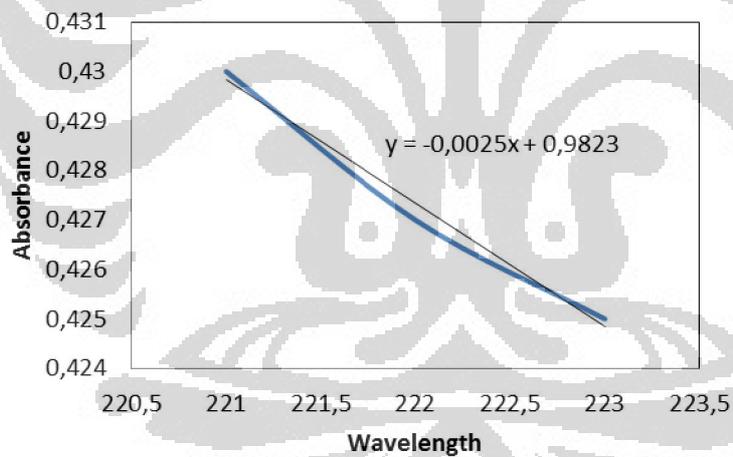
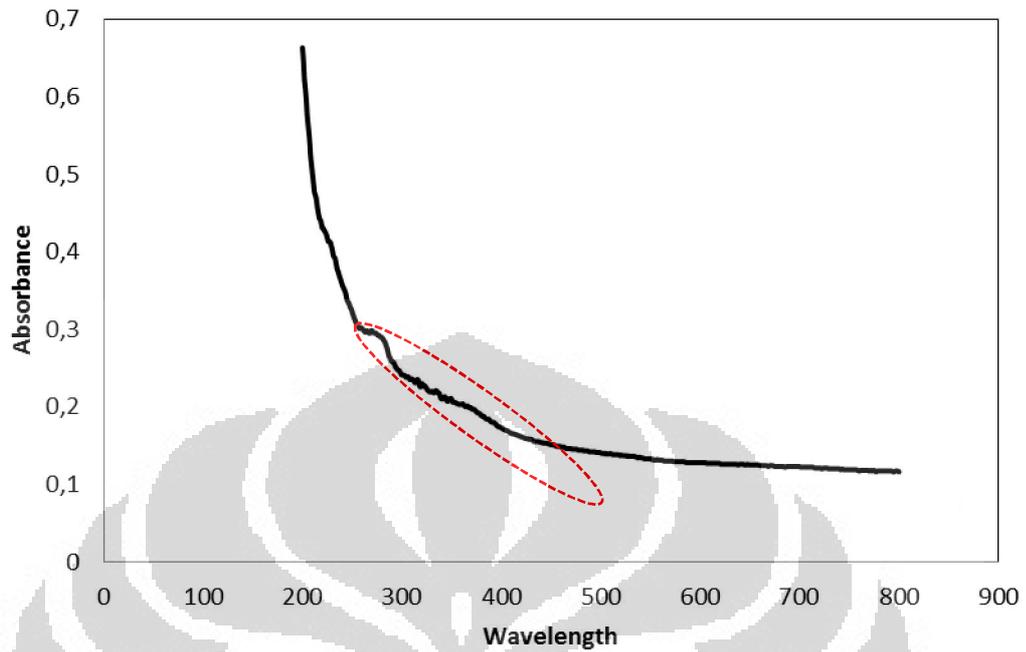
L2.6. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 120°C



λ (nm)	Abs
362	0,672
363	0,66
364	0,644
365	0,625
366	0,604
367	0,583
368	0,562
369	0,539
370	0,514
371	0,486
372	0,459
373	0,434
374	0,409

x	392,0444
E_g (eV)	3,162907

L2.7. ZnO@SiO₂ Anil 100°C dan Pasca-Hidrotermal 150°C



λ (nm)	Abs
223	0,425
222	0,427
221	0,43

X	392,92
E _g (eV)	3,155859

Lampiran 3

FOTO HASIL UJI TEM

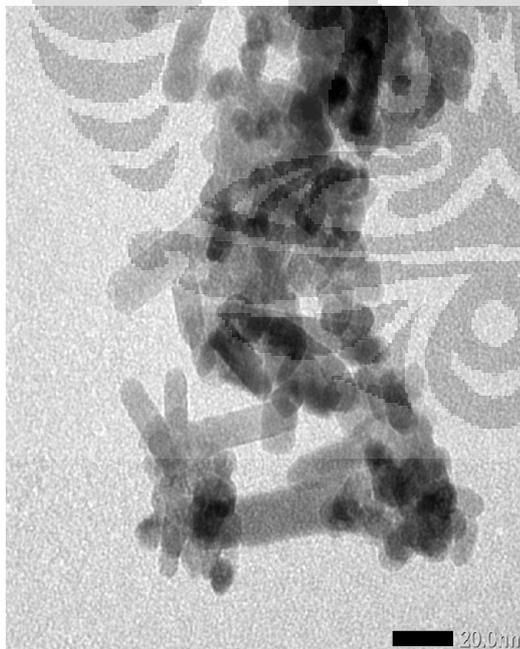
L3.1. ZnO



```

$CM_FORMAT JEOL/EO
$CM_VERSION 1.0
$CM_COMMENT -
$CM_DATE 12/28/2011
$CM_TIME 12:50 PM
$CM_OPERATOR JEM Administrator
$CM_INSTRUMENT JEM-1400
$CM_NAME ZnO
$CM_FRAME_SIZE 1024 1024
$CM_DATA_BIT 8
$CM_EFFECT_BIT 8
$CM_ACCEL_VOLT 120
$CM_MAG 100000
$CM_SIGNAL TEM
$$SEM_PIXELSPERMETER_X 39184
$$SEM_PIXELSPERMETER_Y 39184
$$$MICRON_BAR 196
$$$MICRON_MARKER 50.0nm

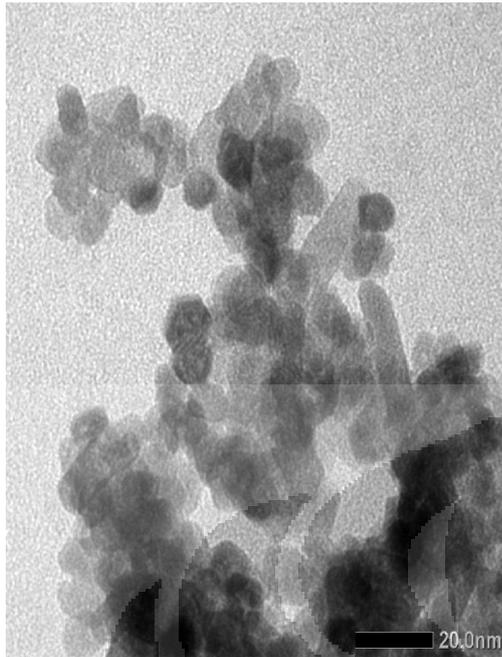
```



```

$CM_FORMAT JEOL/EO
$CM_VERSION 1.0
$CM_COMMENT -
$CM_DATE 12/28/2011
$CM_TIME 12:54 PM
$CM_OPERATOR JEM Administrator
$CM_INSTRUMENT JEM-1400
$CM_NAME ZnO
$CM_FRAME_SIZE 1024 1024
$CM_DATA_BIT 8
$CM_EFFECT_BIT 8
$CM_ACCEL_VOLT 120
$CM_MAG 150000
$CM_SIGNAL TEM
$$SEM_PIXELSPERMETER_X 39184
$$SEM_PIXELSPERMETER_Y 39184
$$$MICRON_BAR 118
$$$MICRON_MARKER 20.0nm

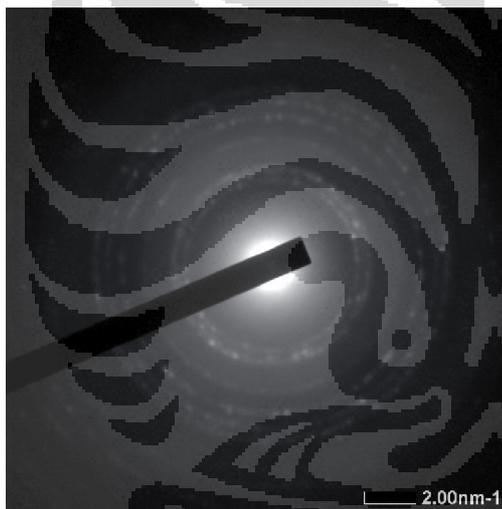
```



```

$SCM_FORMAT JEOL/EO
$SCM_VERSION 1.0
$SCM_COMMENT -
$SCM_DATE 12/28/2011
$SCM_TIME 3:17 PM
$SCM_OPERATOR JEM Administrator
$SCM_INSTRUMENT JEM-1400
$SCM_NAME ZnO
$SCM_FRAME_SIZE 1024 1024
$SCM_DATA_BIT 8
$SCM_EFFECT_BIT 8
$SCM_ACCEL_VOLT 120
$SCM_MAG 200000
$SCM_SIGNAL TEM
$$SEM_PIXELSPERMETER_X 39184
$$SEM_PIXELSPERMETER_Y 39184
$$$M_MICRON_BAR 157
$$$M_MICRON_MARKER 20.0nm

```



```

$SCM_FORMAT
$SCM_VERSION
$SCM_COMMENT -
$SCM_DATE 12/28/2011
$SCM_TIME 3:23 PM
$SCM_OPERATOR JEM Administrator
$SCM_INSTRUMENT JEM-1400
$SCM_NAME ZnO
$SCM_FRAME_SIZE 512 512
$SCM_DATA_BIT 8
$SCM_EFFECT_BIT 8
$SCM_ACCEL_VOLT 120
$SCM_MAG 400
$SCM_SIGNAL DIFF

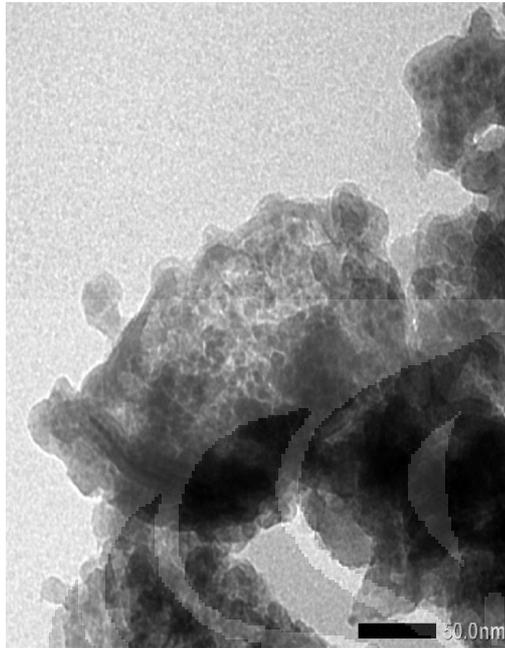
```

```

$$SEM_PIXELSPERMETER_X 19592.000000
$$SEM_PIXELSPERMETER_Y 19592.000000

```

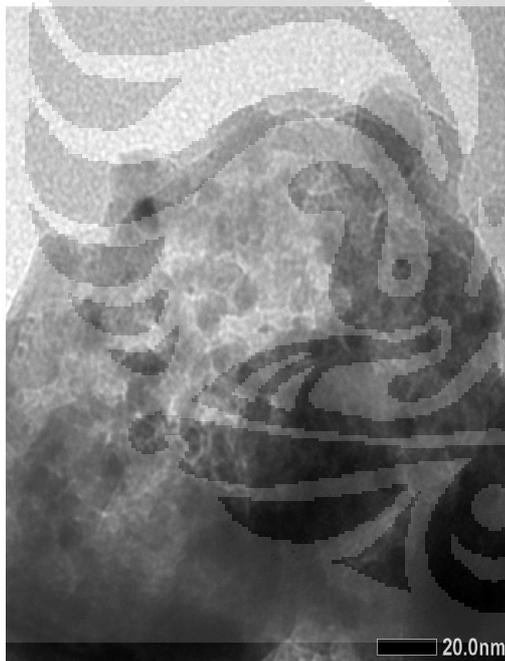
L3.2. ZnO@SiO₂



```

$CM_FORMAT JEOL/EO
$CM_VERSION 1.0
$CM_COMMENT -
$CM_DATE 12/28/2011
$CM_TIME 4:10 PM
$CM_OPERATOR JEM Administrator
$CM_INSTRUMENT JEM-1400
$CM_NAME ZnO
$CM_FRAME_SIZE 1024 1024
$CM_DATA_BIT 8
$CM_EFFECT_BIT 8
$CM_ACCEL_VOLT 120
$CM_MAG 80000
$CM_SIGNAL TEM
$SEM_PIXELSPERMETER_X 39184
$SEM_PIXELSPERMETER_Y 39184
$SSM_MICRON_BAR 157
$SSM_MICRON_MARKER 50.0nm

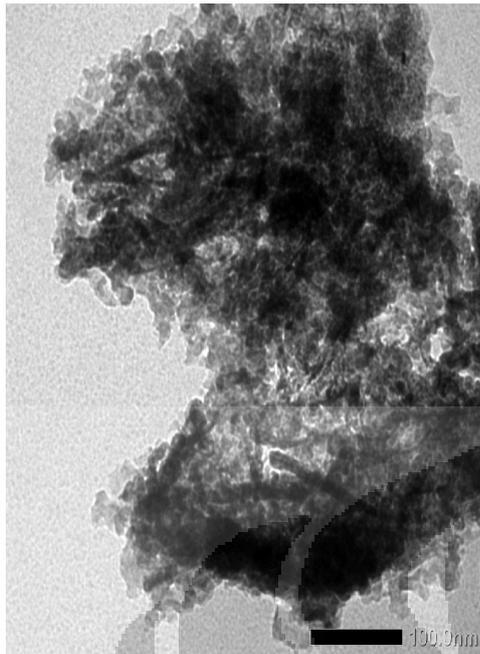
```



```

$CM_FORMAT JEOL/EO
$CM_VERSION 1.0
$CM_COMMENT -
$CM_DATE 12/28/2011
$CM_TIME 4:10 PM
$CM_OPERATOR JEM Administrator
$CM_INSTRUMENT JEM-1400
$CM_NAME ZnO
$CM_FRAME_SIZE 1024 1024
$CM_DATA_BIT 8
$CM_EFFECT_BIT 8
$CM_ACCEL_VOLT 120
$CM_MAG 150000
$CM_SIGNAL TEM
$SEM_PIXELSPERMETER_X 39184
$SEM_PIXELSPERMETER_Y 39184
$SSM_MICRON_BAR 118
$SSM_MICRON_MARKER 20.0nm

```



```

$CM_FORMAT JEOL/EO
$CM_VERSION 1.0
$CM_COMMENT -
$CM_DATE 12/28/2011
$CM_TIME 4:14 PM
$CM_OPERATOR JEM Administrator
$CM_INSTRUMENT JEM-1400
$CM_NAME ZnO
$CM_FRAME_SIZE 1024 1024
$CM_DATA_BIT 8
$CM_EFFECT_BIT 8
$CM_ACCEL_VOLT 120
$CM_MAG 50000
$CM_SIGNAL TEM
$$SEM_PIXELSPERMETER_X 39184
$$SEM_PIXELSPERMETER_Y 39184
$$SM_MICRON_BAR 196
$$SM_MICRON_MARKER 100.0nm

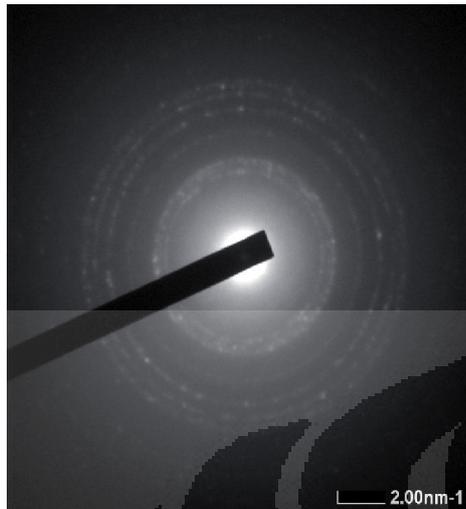
```



```

$CM_FORMAT JEOL/EO
$CM_VERSION 1.0
$CM_COMMENT -
$CM_DATE 12/29/2011
$CM_TIME 7:35 AM
$CM_OPERATOR JEM Administrator
$CM_INSTRUMENT JEM-1400
$CM_NAME ZnO
$CM_FRAME_SIZE 1024 1024
$CM_DATA_BIT 8
$CM_EFFECT_BIT 8
$CM_ACCEL_VOLT 120
$CM_MAG 80000
$CM_SIGNAL TEM
$$SEM_PIXELSPERMETER_X 39184
$$SEM_PIXELSPERMETER_Y 39184
$$SM_MICRON_BAR 157
$$SM_MICRON_MARKER 50.0nm

```



\$SCM_FORMAT
\$SCM_VERSION
\$SCM_COMMENT -
\$SCM_DATE 12/29/2011
\$SCM_TIME 7:36 AM
\$SCM_OPERATOR JEM Administrator
\$SCM_INSTRUMENT JEM-1400
\$SCM_NAME ZnO
\$SCM_FRAME_SIZE 512 512
\$SCM_DATA_BIT 8
\$SCM_EFFECT_BIT 8
\$SCM_ACCEL_VOLT 120
\$SCM_MAG 400
\$SCM_SIGNAL DIFF

\$SEM_PIXELSPERMETER_X 19592.000000
\$SEM_PIXELSPERMETER_Y 19592.000000

