

PENGGUNAAN OVEN MICROWAVE UNTUK MENSINTESIS NANOPARTIKEL ZnO MENGGUNAKAN EKSTRAK *Sargassum* sp. DAN *Padina* sp.

Rodiah Nurbaya Sari*, Hari Eko Irianto, Diah Lestari Ayudiarti

Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pengolahan Produk dan Bioteknologi

Kelautan dan Perikanan, Jl. KS. Tubun Petamburan VI, Jakarta Pusat 10260

Telepon (021)53650157, Faks. (021)53650158

*Korespondensi: rnurbayasari@gmail.com

Cara sitasi: Sari RN, Irianto HE, Ayudiarti DL. 2019. Penggunaan oven microwave untuk mensintesis nanopartikel ZnO menggunakan ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 22(2): 375-390.

Abstrak

Penggunaan oven *microwave* telah dilakukan untuk mensintesis nanopartikel seng oksida (ZnO) menggunakan ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. dengan larutan $ZnCl_2$ 0,1 M sebagai prekursor. Nanopartikel ZnO yang dihasilkan dikarakterisasi seperti struktur kimia diamati dengan instrumen FT-IR *Spectrofotometer* distribusi ukuran partikel menggunakan PSA, morfologi dikonfirmasi dengan SEM/EDS, dan kristalinitas dengan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa gugus fungsi dari analisis FT-IR yang berperan mereduksi kation Zn^{2+} membentuk nanopartikel ZnO adalah hidroksil dan sulfat polisakarida sedangkan kestabilan nanopartikel ZnO adalah protein. ZnO dari sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. masing-masing menghasilkan rata-rata ukuran partikel sebesar 351,14 dan 1.336,19 nm. Distribusi ukuran partikel sudah homogen namun belum memenuhi ukuran besaran nanometer. Kisaran %mass elemen Zn dan O ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. tidak mendekati ZnO standar. Struktur kristalinitas menunjukkan hanya ZnO sintesis ekstrak *Padina* sp. yang memiliki puncak dengan nilai sudut 2θ hampir sama dengan ZnO standar dan setelah dikonfirmasi program Match! 3 struktur kristal ZnO wurtzit tersebut berbentuk heksagonal tidak sempurna. *Oven microwave* dapat digunakan untuk mensintesis ZnO dari ekstrak *Padina* sp. namun masih diperlukan pengembangan metode agar dapat diperoleh ZnO dengan ukuran nanopartikel dan struktur kristal wurtzit heksagonal yang sempurna.

Kata kunci: ekstrak *Sargassum* sp., ekstrak *Padina* sp., *oven microwave*, prekursor, sintesis

Using Oven Microwave for Synthesis ZnO Nps using Sargassum sp. and Padina sp. Extract

Abstract

An oven microwave was established for synthesis of zinc oxide nanoparticles using *Sargassum* sp. and *Padina* sp. extract and 0.1 M $ZnCl_2$ solution as a precursor. The ZnO nanoparticles had been characterized such as chemical structure by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, particle size distribution with Particle Size Analyzer (PSA), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS) and crystalline properties with X-ray diffraction (XRD). The result showed that FTIR spectra revealed the involvement of hydroxyl groups and sulfate polysaccharide in the formation of ZnO NPs and protein was involved in stabilizing. PSA analysis showed that the size ranged of ZnO NPs extract *Sargassum* sp. synthesized 351,14 and 1.336.19 nm for extract *Padina* sp. The particle size distribution was homogeneous but their size hadn't met the size of nanometers. The range of %mass elements Zn and O ZnO extract *Sargassum* sp. and *Padina* sp. synthesized didn't approach standard ZnO. The crystallinity properties showed only ZnO extract of *Padina* sp. synthesized which had a peak with an angle value of 2θ was almost equal to standard ZnO and after confirmed to Match program! 3 crystal structure ZnO synthesized wasn't imperfect hexagonal wurtzite. *Ovens microwave* could be used to synthesize ZnO from *Padina* sp. extract but it was still necessary to develop a method so that ZnO could be obtained with nanoparticle size and ideal hexagonal wurtzite structure.

Keywords : microwave, *Padina* sp. extract, prekursor, synthesis, *Sargassum* sp. extract

PENDAHULUAN

Nanopartikel adalah partikel berukuran sangat kecil dan telah disempurnakan reaktivitas katalitik, konduktivitas termal, kinerja optik non linier, dan kemantapan kimianya karena area permukaannya yang lebih besar dibandingkan rasio volume (Tabrez *et al.* 2016). Teknologi nano ini mendapatkan perhatian yang cukup nyata terutama pada aplikasinya di bidang pangan. Beberapa contoh aplikasinya yaitu sebagai nano-enkapsulasi, nano-emulsi, nano-ingredient, dan nano-material additive pada produk-produk susu, *nutritional drink*, dan pengemas.

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan beberapa cara seperti *top down* (fisika), *bottom up* (kimiawi) dan biosintesis. Biosintesis nanopartikel menjadi tema kajian menarik dalam beberapa tahun terakhir dikarenakan memiliki keuntungan lebih banyak jika diaplikasikan pada produksi nanopartikel skala besar, namun dengan syarat dalam prosesnya tidak melibatkan proses biologi yang menggunakan bakteri dan khamir, terutama pada tahapan pemeliharaan kultur sel (Singh *et al.* 2012). Biosintesis umumnya menggunakan *strain* alami dan ekstrak tanaman yang mengandung senyawa fitokimia yang berperan sebagai agen pereduksi dan penstabilisasi (Kumar dan Rani 2013) sehingga menjadi alternatif cara yang ramah lingkungan (Mohanpuria *et al.* 2008).

Pengembangan sintesis nanopartikel telah banyak ditujukan untuk menghasilkan nanopartikel logam contohnya perak, emas, zink (Zn), dan lainnya. Semakin kecil ukuran nanopartikel logam memungkinkan untuk dapat diaplikasikan lebih luas sehingga penelitian tentang nanopartikel logam beberapa tahun belakangan ini banyak menarik perhatian para peneliti. Aplikasi nanopartikel logam yang telah banyak digunakan di Indonesia seperti pada produk sampo, deterjen, sabun, sepatu, kosmetik produk, dan pasta gigi, selain pada produk medis dan farmasi. Nanopartikel seng (zink) merupakan salah satu jenis dari nanopartikel logam yang disintesis dalam bentuk ZnO. Berbagai metode telah digunakan untuk mensintesis nanopartikel ZnO di antaranya

presipitasi langsung (Perez-Lopez *et al.* 2005), presipitasi homogen (Kim *et al.* 2005), metode solvothermal (Na Ayudhya *et al.* 2006), metode sonokimia (Kandjani *et al.* 2008), misel *reverse* sistem (Hirai dan Asada 2005), metode gel sol (Ristic *et al.* 2005), hidrotermal (Bin dan Chun 2003), dekomposisi termal (Baskoutas *et al.* 2007), dan iradiasi langsung gelombang mikro (*microwave*) (Cho *et al.* 2009).

Sintesis nanopartikel ZnO menggunakan ekstrak rumput laut (*marine algae*) juga telah dilakukan (Sari *et al.* 2017; Sari *et al.* 2018). Ekstrak rumput laut diyakini bertindak sebagai reduktor dan agen penstabil dalam sintesis nanopartikel ZnO. Sifat ekstrak rumput laut mempengaruhi jenis dan morfologi nanopartikel yang disintesis. Zink (Zn) merupakan salah satu unsur logam yang terdapat dalam rumput laut meski kadar unsur Zn ini berbeda-beda untuk tiap jenis dan lokasi tumbuh rumput laut. Jegan *et al.* (2012) juga melakukan sintesis nanokomposit ZnO dari agar-agar menggunakan metode *microwave*. Nanokomposit ZnO yang dihasilkan berukuran antara 50-100 nm. Priyadharshini *et al.* (2014) mensintesis nanopartikel logam ZnO menggunakan rumput laut merah *Gracilaria edulis* dari Pantai Mandapam, India dengan metode *microwave*. Nanopartikel ZnO yang dihasilkan berukuran antara 66-95 nm. Sari dan Utomo (2018) mensintesis ZnO dari rumput laut hijau *Caulerpa* sp. dan *Ulva* sp. dari Binuangeun, Banten Selatan, Indonesia menggunakan metode *oven microwave* dan menghasilkan ZnO berukuran 413,49-1.642,10 nm.

ZnO merupakan nutrisi esensial pada manusia dan hewan sebagai fungsi fisiologis termasuk kekebalan tubuh dan antioksidan, pertumbuhan, perkembangan tulang, pertumbuhan kulit, nafsu makan, penyembuhan luka, dan reproduksi. ZnO juga dapat digunakan sebagai sumber suplementasi Zn yang aman untuk memfortifikasi bahan makanan pada industri makanan karena ZnO terurai menjadi ion Zn setelah dikonsumsi (Priyadharshini *et al.* 2014). Penelitian terkait dengan keberhasilan penggunaan *microwave* untuk mensintesis nanopartikel ZnO dari rumput laut merah *Gracilaria* sp. sudah pernah

dilaporkan namun dari rumput laut coklat belum banyak sehingga dilakukan penelitian ini yang bertujuan penggunaan oven microwave untuk mensintesis nanopartikel ZnO dari ekstrak rumput laut coklat *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. Penelitian ini nantinya diharapkan juga dapat memberikan informasi tambahan ke masyarakat dan industri pengemasan makanan mengenai manfaat lain dari rumput laut coklat.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah rumput laut coklat *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. dari perairan Binuangeun, Banten Selatan. Rumput laut setelah dipanen dicuci dengan air laut, dibilas dan dikemas dalam *coolbox* yang berisi es curah lalu dibawa ke Balai Besar Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan, Jakarta. Rumput laut dicuci kembali dengan air tawar dan dikering-anginkan selama seminggu sampai kadar airnya 12-17% (bk), selanjutnya digiling menjadi tepung. Bahan kimia yang digunakan $ZnCl_2$ (Merck), NaOH (Merck), dan HCl (Merck), ZnO standar (Sigma aldrich), KBr (Merck) dan etanol (Merck).

Alat yang digunakan yaitu *coolbox* (Marina Cooler) kapasitas 500 liter, *hammer mill*, *hot plate* (Labinco LD-844), *freeze dryer* (Christ Beta 2-8 LD plus), *type pH meter-009(I)*, *oven microwave* daya 399 W (Sharp) dan *oven vacuum* (Shellab). Peralatan analisis meliputi: instrumentasi *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy/SEM-EDS* (Jeol), *fourier transform infrared spectroscopy/FT-IR* (Spectrophotometers Perkin Elmer), *Particle Size Analyzer/PSA* (Beckman Coulter), dan *X-ray Diffraction/XRD* (Shimadzu XRD-7000 Maxima).

Metode Penelitian

Sintesis nanopartikel ZnO

Nanopartikel ZnO disintesis menggunakan ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. dengan oven microwave yang mengacu metode Jegan *et al.* (2012). Tahapan analisis dilakukan dengan menimbang masing-masing 1 g tepung *Sargassum* sp. dan *Padina* sp., dilarutkan ke 100 mL *ultrapure*

(type 1) *water* lalu dipanaskan pada suhu 95°C dan diaduk selama 25 menit. Larutan disaring untuk memisahkan antara ekstrak (filtrat) dan padatan. *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. dijadikan tepung dengan tujuan untuk memudahkan ekstraksi dan penggunaan *ultrapure* (type 1) *water* ini bertujuan menarik senyawa polar yang terdapat di *Sargassum* sp. dan *Padina* sp.

Masing-masing ekstrak ditambahkan larutan $ZnCl_2$ 0,1 M 100 mL dan pH larutan diatur hingga menjadi 10 dengan penambahan larutan NaOH 0,1 M, setelah pH tercapai larutan dimasukkan ke oven *microwave* selama 25 menit. Reaksi pembentukan nanopartikel ZnO ditandai dengan terbentuknya endapan berwarna putih susu. Endapan putih susu tersebut dicuci dengan air *ultrapure* (type 1) *water* dan dikeringkan dengan oven pada suhu 80°C selama semalam.

Karakteristik nanopartikel ZnO

a. Gugus fungsi menggunakan instrumen FTIR

Analisis gugus fungsi ZnO dilakukan mengacu ASTM D-6348 (2010) dengan tahapan sebagai berikut: ekstrak kering rumput laut, ZnO hasil dari penelitian, dan ZnO standar masing-masing dipreparasi dengan KBr sampai menjadi pelet kemudian dianalisis menggunakan FT-IR pada panjang gelombang 450-4000 cm^{-1} . Puncak-puncak yang muncul diamati untuk menganalisis gugus fungsi yang berperan sebagai agen pereduksi dan penstabil lalu hasilnya dibandingkan dengan gugus fungsi yang ada pada ekstrak dan ZnO standar.

b. Distribusi ukuran partikel menggunakan instrumen PSA

Analisis distribusi ukuran partikel ZnO dilakukan mengacu ASTM D422-63 (2007) dengan tahapan sebagai berikut: ZnO hasil penelitian sebanyak 0,1 g dilarutkan dalam 5 mL akuades kemudian disonikasi dengan waktu 15 menit. Analisis distribusi ukuran partikel dilakukan dengan memasukkan larutan ke kuvet *portable* dan ditempatkan dalam instrumen PSA. Pengukuran dilakukan 10 kali ulangan dan pengolahan data menggunakan program Delsa Max 1.0.1.6.

c. Morfologi permukaan menggunakan instrumen SEM-EDS

Identifikasi morfologi permukaan ZnO dilakukan mengacu ASTM E1508 (2012) dengan tahapan sebagai berikut: ZnO hasil penelitian dan standar masing-masing dipreparasi dengan pelapisan sampel menggunakan logam emas agar profil permukaan dapat diamati secara jelas. Morfologi dari permukaan sampel diamati dengan nilai perbesaran 3000 x dan dianalisis persentase tiap-tiap unsur menggunakan EDS. Hasil analisis ZnO penelitian dibandingkan dengan ZnO standar.

d. Struktur kristal menggunakan instrumen XRD

Struktur kristal ZnO dilakukan mengacu ASTM D3906-03 (2013) dengan tahapan sebagai berikut: 2 mg padatan ZnO biosintesis dari ekstrak sampel dan standar masing-masing dipreparasi pada tempat sampel kemudian permukaannya diratakan. Sampel diradiasi dengan anoda Cu pada panjang gelombang 1,54187 Å (0,154051 nm), kisaran sudut 2θ antara 3-80°, dan *step size* 5. Difraktogram hasil uji XRD diolah menggunakan aplikasi Match! 3 dan struktur yang terbentuk dikonfirmasi dengan referensi database kisi kristal yaitu *crystallography open database* (COD) 96-230-0113 (Heidrun dan Hans 2006) sehingga diperoleh bidang kristalografi yang ditetapkan menggunakan tiga Indeks Miller yaitu h, k, dan l; 2θ ; dan tinggi puncak, dari instrumen XRD ini dapat diketahui ukuran kristal dan tingkat kristalinitas suatu material. Lebar puncak pada setengah tinggi puncak maksimum (FWHM/*full width at half maximum*) dapat dihitung dengan rumus (Nurmawati 2007):

$$\beta = 1/2 (2\theta_2 - 2\theta_1)$$

Keterangan :

β = FWHM (derajat)

$2\theta_1$ dan $2\theta_2$ = Jarak antara dua titik yang memiliki nilai setengah dari puncak tertinggi.

Nilai FWHM tersebut dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal suatu

sampel menggunakan persamaan Debye Scherrer (Nagarajan dan Kuppusamy 2013):

$$D = k. \lambda / \beta. \cos \theta$$

Keterangan :

S = ukuran kristal

k = konstanta 0,7 - 1,7 tergantung bentuk kristal dan indeks miller

λ = panjang gelombang

β = FWHM (radian)

θ = sudut difraksi sinar-X pada puncak tertinggi (radian).

Analisis Data

Data yang diperoleh baik dari pengujian dan pengukuran selanjutnya diolah dan dibahas untuk mendapatkan karakteristik ZnO nanopartikel yang dihasilkan dari penelitian ini dengan membandingkan terhadap ZnO standar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Nanopartikel ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. menggunakan oven microwave yang telah dihasilkan dapat dilihat pada *Figure 1*. ZnO yang dihasilkan tidak berwarna putih namun agak kecoklatan (*pale brown*). Warna tersebut seperti hasil penelitian Priyadharshini *et al.* (2014). Priyadharshini *et al.* (2014) menjelaskan bahwa ekstrak rumput laut bereaksi dengan ion Zn^{2+} yang bertindak sebagai agen pereduksi terhadap larutan prekursor untuk pembentukan nanopartikel ekstraselular. Hasilnya berbeda dengan Jegan *et al.* (2012) yang menyatakan bahwa nanopartikel ZnO berwarna putih susu (*milky white*). Hal ini diduga karena perbedaan daya microwave oven yang digunakan. Jegan *et al.* (2012) menggunakan oven microwave dengan daya 170 W.

Mekanisme pembentukan nanopartikel ZnO yang terjadi adalah pada saat ekstrak rumput laut ditambahkan *ultrapure* (type 1) *water* dan dipanaskan pada suhu 95°C, ekstrak tersebut menjadi terlarut sempurna dimana ion Zn mengikat gugus fungsi yang ada dan membentuk suatu ikatan kompleks. Ion Zn berubah menjadi zink hidroksida akibat penambahan NaOH di saat pH larutan



Figure 1 (a) Synthesis of ZnO NPs using oven microwave 399 W, (b) ZnO synthesized of *Sargassum* sp. extract (SBM) and *Padina* sp. extract (PBM).

mencapai sekitar 10, setelah pemanasan dengan oven microwave ZnO terbentuk dalam matriks ekstrak. Polimer alami memiliki afinitas yang kuat pada permukaan oksida untuk mengikat gugus karboksilat di sepanjang permukaan oksida (Jegan *et al.* 2012).

Karakteristik Nanopartikel ZnO Pola spektra ekstrak *Sargassum* sp. *Padina* sp. dan ZnO sintesis

Pola spektra FT-IR dari ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp., ZnO standar dan hasil sintesis dapat dilihat pada Figure 2. Karakteristik spektra FT-IR ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. menunjukkan puncak-puncak 3.429,24; 1.633,53; 1.384,67; 899,57; dan 672,55. Masing-masing puncak tersebut berkorelasi dengan O-H stretching, (NH) C=O stretching, nitro N-O stretch, gugus sulfat polisakarida, dan C-alkil khlorida stretch, sedangkan ZnO sintesis ekstrak *Padina* sp. menunjukkan puncak-puncak 3.429,24; 1.633,53; 1.384,67; 899,57; dan 672,55. Masing-masing puncak tersebut berkorelasi dengan O-H stretching, (NH)C=O stretching, nitro N-O stretch, gugus sulfat polisakarida, dan C-alkil khlorida stretch.

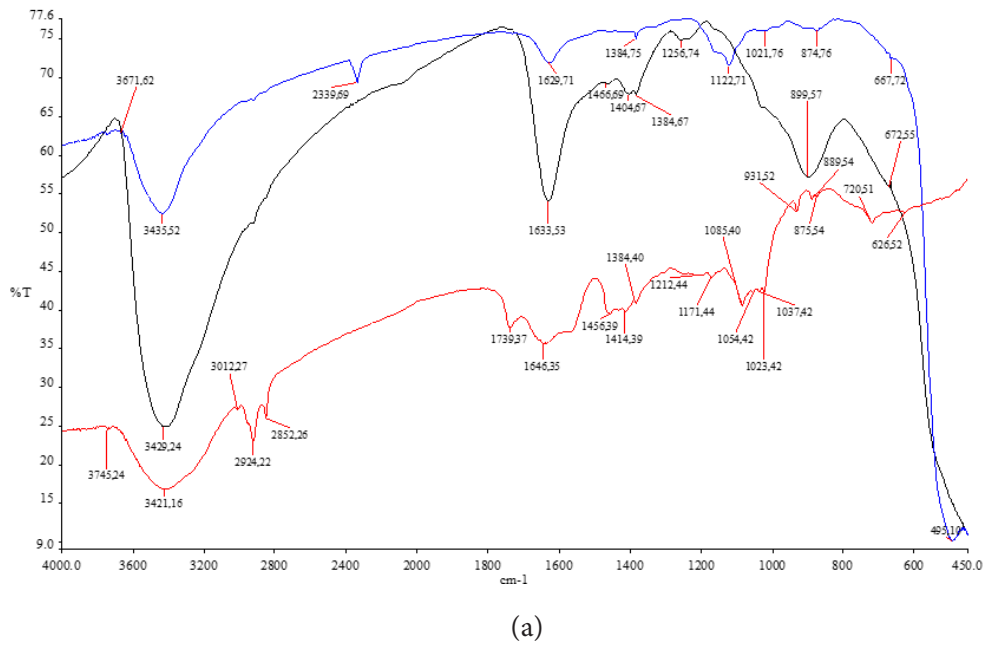
Detail perubahan spektra FT-IR ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. terlihat pada Table 1 dan Table 2. ZnO sintesis keduanya terdapat gugus fungsi hidroksi dan karbonil. Gugus fungsi hidroksi dan karbonil memiliki peran sebagai ligan pendonor pasangan elektron bebas ke orbital Zn^{2+} kemudian Zn^{2+} dan gugus polar tersebut menjadi senyawa kompleks

dalam *template* berukuran nano (Tiwari dan Declan 2015). Menurut Azizi *et al.* (2014) bilangan gelombang 1.630-1.647,93 cm^{-1} merupakan getaran peregangan (*stretching*) dari gugus fungsional (NH)C=O yang menjadi karakteristik protein. Spektra ekstrak *Sargassum* sp. mengalami pergeseran pada bilangan gelombang 1.646,35 menjadi 1.633,53 cm^{-1} . Pergeseran ini juga terjadi pada spektra ekstrak *Padina* sp. yaitu dari 1.623,60 menjadi 1.633,53 cm^{-1} . Gugus fungsi (NH) C=O dengan bentuk peptida siklik terlibat dalam menstabilkan nanopartikel (Azizi *et al.* 2014). Peletiri *et al.* (2012) juga menyatakan apabila protein terlibat dalam proses reduksi Zn^{2+} menjadi ZnO^0 dengan fungsinya sebagai *capping agent* pada sintesis nanopartikel ZnO.

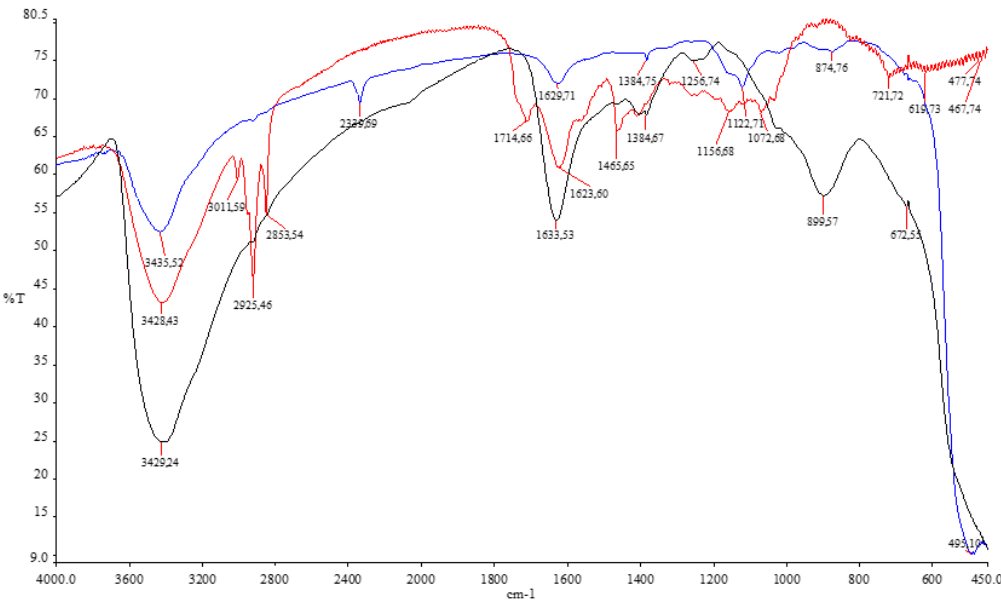
Pola spektra FT-IR ZnO sintesis menggunakan ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. yang diperoleh dari penelitian ini hampir sama dengan hasil penelitian Azizi *et al.* (2014) dan Nagarajan dan Kuppusamy (2013) namun tidak ditemukan pita penyerapan ZnO pada kedua ZnO hasil sintesis. Pita penyerapan ZnO standar yang digunakan pada adalah 495,0 cm^{-1} dan Jiang *et al.* (2008) menyatakan pita penyerapan ZnO yang digunakan pada penelitiannya terdapat di kisaran 400-600 cm^{-1} .

Distribusi ukuran partikel ZnO sintesis

Distribusi ukuran partikel ZnO sintesis dapat dilihat pada Figure 3. Ukuran partikel ZnO hasil sintesis ekstrak *Sargassum* sp. berkisar antara 225,11-477,16 nm. Sedangkan



(a)



(b)

Figure 2 (a) Spectrum of ZnO synthesized of *Sargassum sp.* extract, and (b) ZnO synthesized of *Padina sp.* extract. — *Sargassum sp./Padina sp.* extract; — Standard ZnO; — ZnO synthesized of *Sargassum sp.* (SBM)/*Padina sp.* extract (PBM).

Table 1 FT-IR spectrum of *Sargassum* sp. extract, standard ZnO, and ZnO synthesized

Functional groups Studied	<i>Sargassum</i> sp. extract	Standard ZnO	Synthesized ZnO	Vibration of functional groups
3,422.11; 3,200-3,600 (Pongpiachan 2014; Sakthivel <i>et al.</i> 2015)	3,421.16	3,435.52	3,429.24	O-H stretching
2,926.24; 2,850-3,000 (Nagajyothi <i>et al.</i> 2013; Pongpiachan 2014)	2,924.22			C-H strong stretching
1,736 (Nagarajan and Kuppusamy 2013)	1,739.37			carbonil C=O strong stretching
1,630-1,647.93 (Azizi <i>et al.</i> 2014)	1,646.35	1,629.71	1,633.53	(NH)C=O stretching
1,400-1,600 (Pongpiachan 2014)	1,456.39			aromatic C=C
1,345-1,385 (Pongpiachan 2014)		1,384.75	1,384.67	nitro N-O stretch
1,040.70-1,117.81 (Sakthivel <i>et al.</i> 2015)	1,085.40	1,122.71		C-O-C, C-O polysaccharide
930.0 (Christiaen and Bodard 1983)	931.52			C-O-C bridge
800-850; 804-871 (Barros <i>et al.</i> 2013; Pereira <i>et al.</i> 2009)	875.54	874.76	899.57	Polysaccharide sulfate groups
650.01;600-800 (Pongpiachan 2014; Santhoshkumar <i>et al.</i> 2017)		667.72	672.55	C-Alkil chloride stretch
400-600 Jiang <i>et al.</i> (2008)		495.10		ZnO absorption band

ukuran partikel ZnO hasil sintesis ekstrak *Padina* sp. berkisar antara 1.117,94-1.554,44 nm. Distribusi ukuran ZnO sintesis dari ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. sudah homogen namun belum masuk pada kisaran besaran ukuran nanometer (1-100 nm). Hal ini diduga efektivitas dari *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. sebagai agen penstabil masih rendah. Menurut Dumur *et al.* (2011) agar agregasi tidak terjadi dan pertumbuhan kluster terbatas serta kluster Zn^o yang terbentuk tidak tumbuh dan tetap berukuran nano maka diperlukan penstabil yang kuat.

Morfologi permukaan ZnO

Hasil analisis morfologi permukaan ZnO standar dan sintesis dapat dilihat pada *Figure 4*. Foto hasil pengamatan SEM ZnO standar dan sintesis dari ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. hasil penelitian ini tidak maksimal. Hal tersebut dikarenakan keterbatasan deteksi yang dimiliki oleh alat pencitraan yang ada di laboratorium.

ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. berbentuk *spherical* namun tidak seragam yang dapat dilihat pada *Figure 4(b)* dan *Figure 4(c)*. Ketidakseragaman

Table 2 FT-IR spectrum of *Padina* sp. extract, standard ZnO, and ZnO synthesized

Functional groups Studied	<i>Padina</i> sp. extract	Standard ZnO	Synthesized ZnO	Vibration of functional groups
3,422.11; 3,200-3,600 (Pongpiachan 2014; Sakthivel <i>et al.</i> 2015)	3,428.43	3,435.52	3,429.24	O-H stretching
2,926.24 (Nagajyothi <i>et al.</i> 2013; Pongpiachan 2014)	2,925.46			C-H strong stretching
1,630-1,647.93 (Azizi <i>et al.</i> 2014)	1,623.60	1,629.71	1,633.53	(NH)C=O stretching
1,400-1,600 (Pongpiachan 2014)	1,465.65			aromatic C=C
1,345-1,385 (Pongpiachan 2014)		1,384.75	1,384.67	nitro N-O stretch
1,258.0 (Melo <i>et al.</i> 2002)	1,156.68	1,122.71		S=O ester gugus sulfate groups
1,000-1,300 (Pongpiachan 2014)	1,072.68			eter C-O stretch
800-850; 804-871 (Barros <i>et al.</i> 2013; Pereira <i>et al.</i> 2009)	854.40	874.76	899.51	Polysaccharide sulfate groups
650.01;600-800 (Pongpiachan 2014; Santhoshkumar <i>et al.</i> 2017)		667.72	672.55	C-Alkil chloride stretch
400-600 Jiang <i>et al.</i> (2008)		495.10		ZnO absorption band

diduga karena terjadi aglomerasi antara partikel-partikel ZnO (Gunalan *et al.* 2011). Aglomerasi tersebut dapat terjadi akibat masih adanya senyawa-senyawa kimia lainnya dalam ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. yang turut berperan sebagai pemerangkap (*template*) prekursor ZnCl₂.

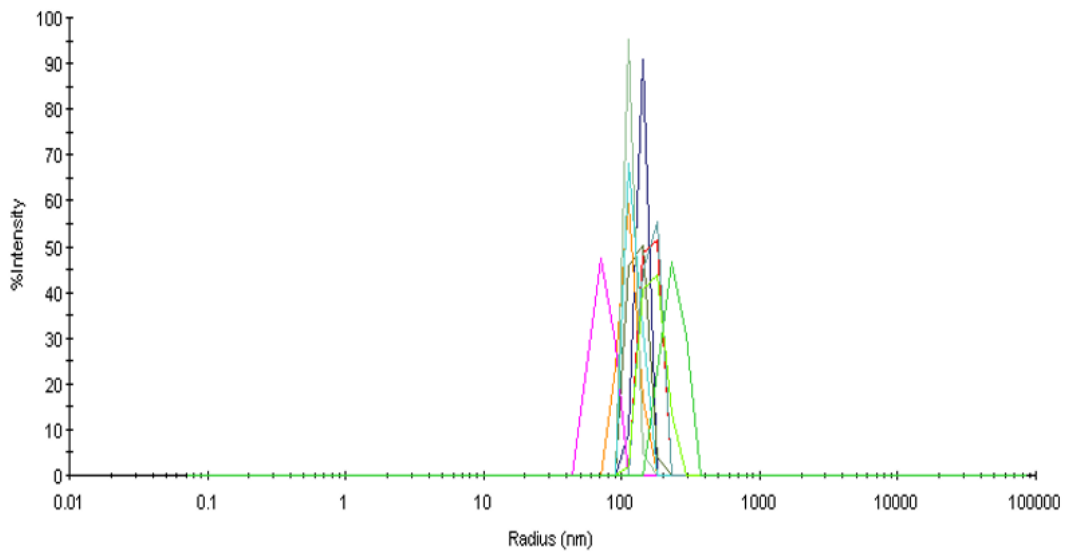
Analisis lanjutnya dilakukan menggunakan instrumen EDS. Hasil analisis ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. dibandingkan terhadap ZnO standar. Berdasarkan *Figure 4* diketahui %massa unsur Zn dan O ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. tidak mendekati ZnO standar. Rasio %massa unsur Zn dan O ZnO standar adalah 8:1 sedangkan pada ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. masing-masing adalah 1,4:1 dan 2,4:1. Hal ini diduga akibat suhu pemanasan yang tinggi saat

pembentukan nanopartikel ZnO dalam *oven microwave* berdaya 399 W. Menurut Fawcett *et al.* (2017) suhu reaksi sintesis berpengaruh pada pembentukan morfologi ZnO.

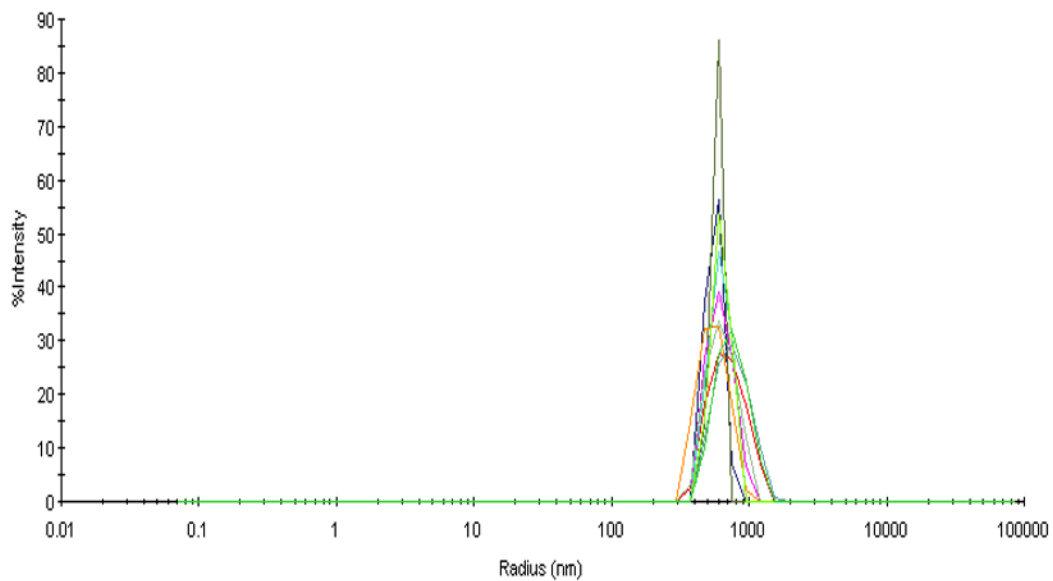
Struktur kristal ZnO

Struktur kristal ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. terlihat di *Figure 5*. ZnO sintesis ekstrak *Sargassum* sp. tidak membentuk struktur kristal sedangkan ZnO ekstrak *Padina* sp. membentuk struktur kristal heksagonal wurtzit namun tidak sempurna. Pola difraksi ZnO yang telah dikonfirmasi dengan data COD 96-230-0113 dapat dilihat pada *Table 3* dan hasil perhitungan lebar puncak FWHM pada *Table 3*.

Berdasarkan *Table 3* dapat dilihat ZnO ekstrak *Padina* sp. memiliki intensitas puncak tertinggi pada bidang yang sama yaitu 101



(a)

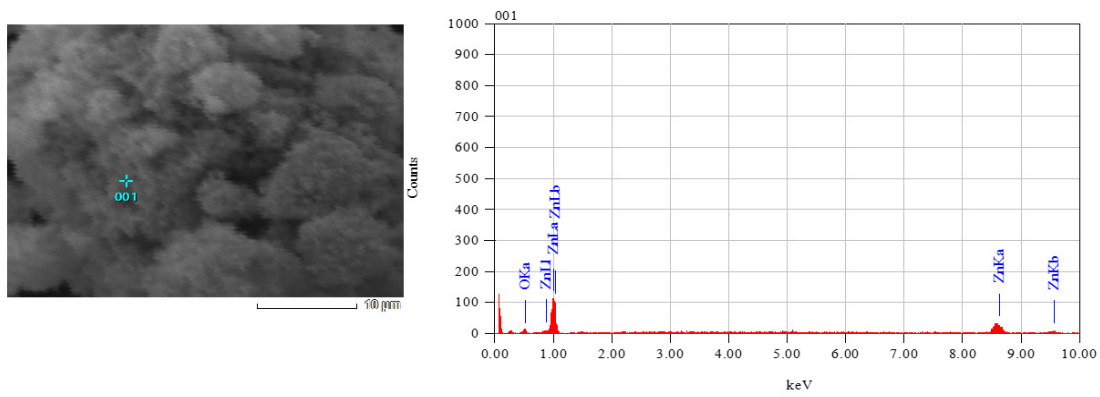


(b)

Figure 3 ZnO synthesized particle size distribution of (a) *Sargassum* sp. extract and (b) *Padina* sp. extract.

dengan ZnO standar namun pada sudut 2θ yang berbeda namun tidak signifikan. ZnO yang dihasilkan tersebut berstruktur kristal heksagonal wurtzit tidak sempurna karena pada beberapa arah h, k, l tidak terdapat puncak.

Ukuran partikel ZnO sintesis *Padina* sp. hasil perhitungan dapat dilihat pada Table 3, diperoleh sebesar 19,16 nm dengan nilai $k = 0,91$ disesuaikan bentuk kristal ZnO yang heksagonal dengan puncak tertinggi di (101) (Nagarajan dan Kuppasamy 2013).

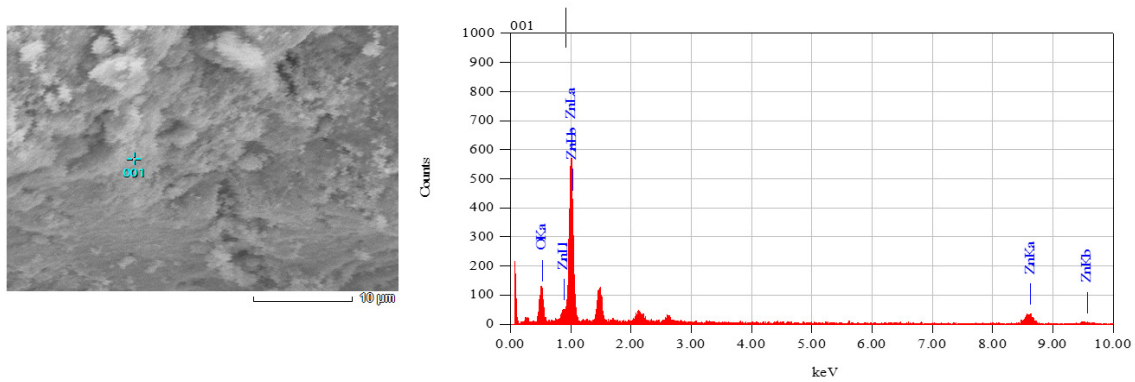


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient: 0.6153

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	8.91	0.87	28.54		8.8085		
Zn K	8.630	91.09	5.05	71.46		91.1915		
Total		100.00		100.00				

(a)

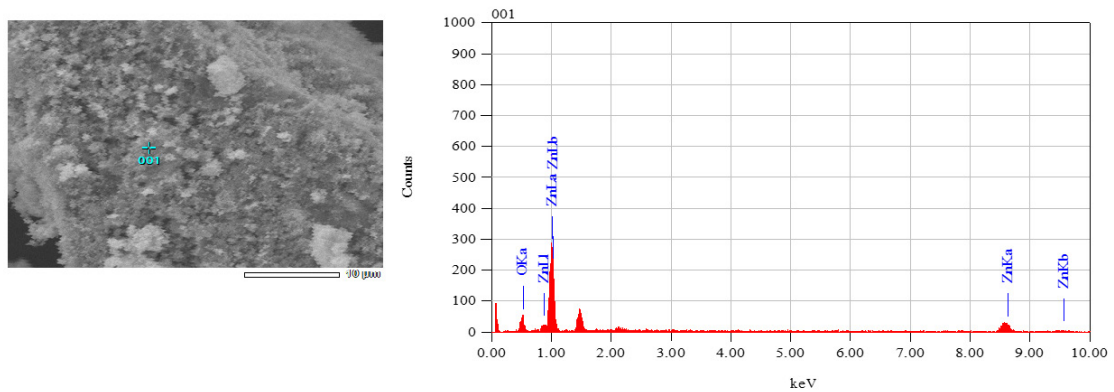


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient: 0.4808

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	29.60	1.42	63.21		32.2621		
Zn K	8.630	70.40	4.24	36.79		67.7379		
Total		100.00		100.00				

(b)



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient: 0.4526

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass% Cation	K
O K	0.525	41.34	1.27	74.23		47.1397	
Zn K	8.630	58.66	3.02	25.77		52.8603	
Total		100.00		100.00			

(c)

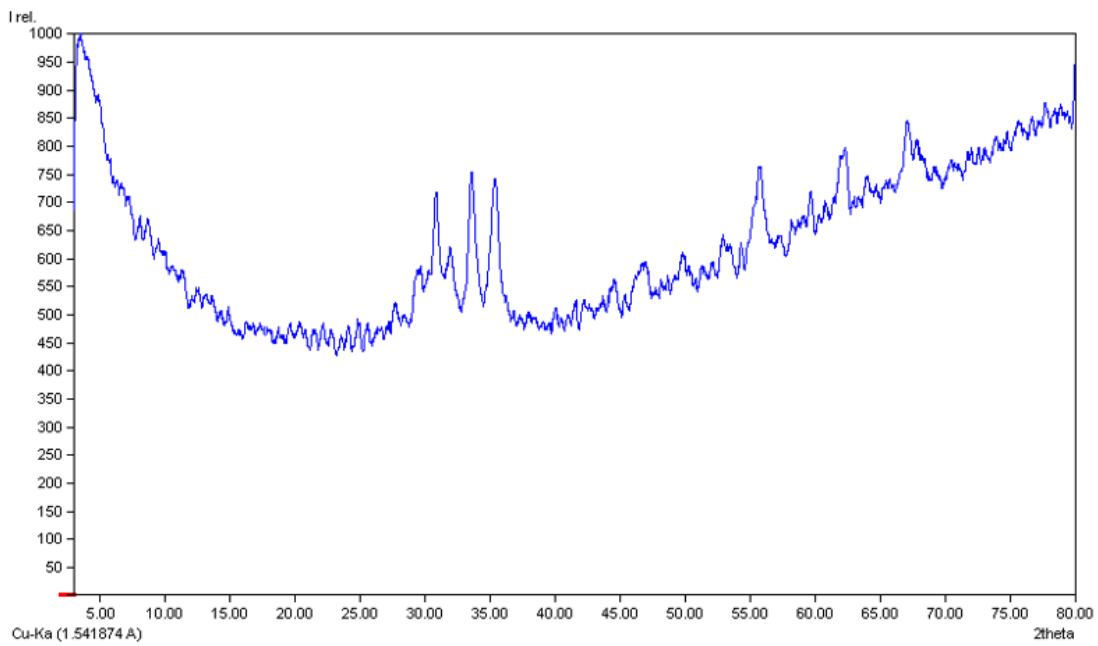
Figure 4 Surface morphology of (a) Standard ZnO; (b) ZnO synthesized of *Sargassum* sp. extract; (c) ZnO synthesized of *Padina* sp. extract.

Perbedaan terjadi antara hasil pengukuran partikel menggunakan instrumen PSA dan persamaan Debye–Scherrer. Hal ini karena persamaan Debye–Scherrer yang digunakan dalam pendugaan ukuran kristalin material dan bukan ukuran partikel. Satu partikel terdiri atas sejumlah kristalin kecil-kecil. Kristalin dapat diukur dari pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Umumnya partikel berukuran nanometer, satu partikel hanya terdapat satu kristalin sehingga ukuran kristalinitas yang dihitung menggunakan persamaan Debye–Scherrer juga merupakan ukuran partikel. Hasil pengukuran partikel ZnO sintesis ekstrak *Padina* sp. pada penelitian ini dengan instrumen PSA menunjukkan partikelnya belum berukuran nanometer, sehingga kristalin yang diperoleh dari perhitungan persamaan Debye–Scherrer tidak menunjukkan ukuran partikel.

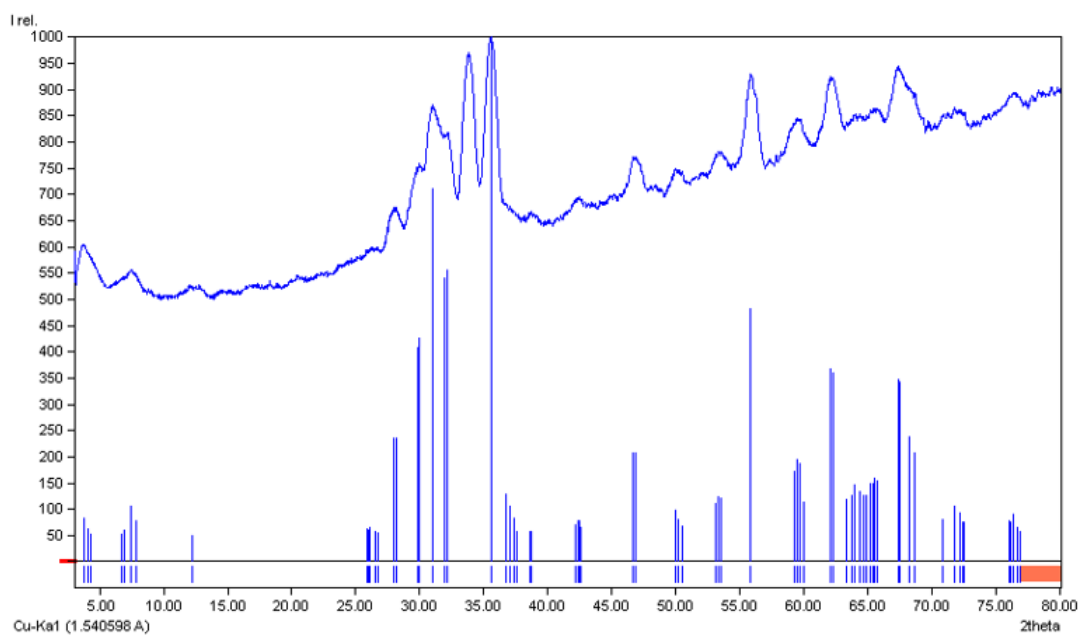
Ukuran partikel yang diperoleh di atas berbeda dengan Azizi *et al.* (2014), Kumar dan Rani (2013); dan Nagarajan dan Kuppasamy (2013). Hal tersebut diduga karena perbedaan

referensi yang digunakan pada program Match! 3. Penelitian ini menggunakan ZnO standar Sigma aldrich dan data hasil analisisnya didekatkan dengan referensi COD 96-230-0113. Sedangkan Nagarajan dan Kuppasamy (2013) menggunakan referensi JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) card No 89–1397 dan Priyadharshini *et al.* (2014) serta Azizi *et al.* (2014) menggunakan JCPDS card No 36-1451.

Hasil penelitian mendapatkan gugus fungsi yang bertugas mereduksi kation Zn^{2+} menjadi nanopartikel ZnO adalah hidroksil dan sulfat polisakarida sedangkan kestabilan dari nanopartikel adalah protein. ZnO sintesis menggunakan ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. belum masuk kisaran ukuran nano tetapi distribusi ukuran partikel ZnO sudah homogen. %mass Zn dan O juga tidak mendekati ZnO standar dan hanya ZnO sintesis menggunakan ekstrak *Padina* sp. saja yang membentuk struktur kristal heksagonal wurtzit namun juga tidak sempurna.



(a)



(b)

Figure 5 Diffraction pattern of ZnO synthesized (a) *Sargassum* sp. extract and (b) *Padina* sp. extract.

Table 3 2θ peak of standard ZnO and ZnO synthesized of *Sargassum* sp. extract and *Padina* sp. extract

No.	Sample	Direction (h, k, l)	2θ ($^{\circ}$)	The highest peak
1.	Standard ZnO	(100)	31.60	591.1
		(002)	34.26	505.0
		(101)	36.09	1000.0
		(012)	47.38	225.4
		(110)	56.45	345.1
		(013)	62.71	305.4
		(200)	66.21	45.9
		(112)	67.81	254.2
		(201)	68.95	132.9
		(004)	72.41	28.4
		(202)	76.85	45.3
2.	ZnO synthesized of <i>Sargassum</i> sp. extract	-	-	-
3.	ZnO synthesized of <i>Padina</i> sp. extract	(100)	32.20	555.5
		(002)	34.47	-
		(101)	35.58	1000.0
		(012)	47.79	-
		(110)	57.17	-
		(013)	60.49	-
		(200)	63.39	117.7
		(112)	67.07	-
		(201)	69.78	-
(004)	72.59	75.5		
(202)	77.64	-		

Table 4 FWHM and size particle of ZnO synthesized of *Sargassum* sp. extract and *Padina* sp. extract

Sample	$2\theta_1$	$2\theta_2$	FWHM (β)		The highest peak			Particle size (nm)
	($^{\circ}$)	($^{\circ}$)	($^{\circ}$)	Radian	2θ	θ	Radian	
ZnO synthesized of <i>Sargassum</i> sp. extract	-	-	-	-	-	-	-	-
ZnO synthesized of <i>Padina</i> sp. extract	35.34	36.02	0.4400	0.007683	35.58	17.79	0.310619	19.16

KESIMPULAN

Penelitian sintesis ZnO menggunakan ekstrak *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. dengan oven microwave telah berhasil dilakukan. Analisis FT-IR menunjukkan gugus fungsi yang memiliki peran mereduksi kation Zn^{2+} hingga menjadi ZnO adalah hidroksil dan sulfat polisakarida sedangkan kestabilan dari ZnO adalah protein. Distribusi ukuran partikel sudah homogen namun belum masuk pada kisaran ukuran nanometer. Morfologi permukaan ZnO sintesis tidak mendekati %mass Zn dan O ZnO standar yang digunakan. Struktur kristal terbentuk hanya pada ZnO sintesis dari ekstra *Padina* sp. namun struktur kristal heksagonal wurtzit yang terbentuk juga tidak sempurna. Oven microwave dapat digunakan untuk mensintesis ZnO dari ekstrak *Padina* sp. namun ukuran nanopartikel dan struktur kristal wurtzit heksagonal belum sempurna.

DAFTAR PUSTAKA

- [ASTM] American Society for Testing and Materials. 2007. ASTM D422-63(2007) e2, Standard test method for particle-size analysis of soils. ASTM International, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. (diakses pada 10 Juli 2017). <https://www.astm.org/Standards/D422.htm>.
- [ASTM] American Society for Testing and Materials. 2010. ASTM D6348-03(2010), Standard test method for determination of gaseous compounds by extractive direct Interface Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. ASTM International, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. (diakses pada 10 Juli 2017). <https://www.astm.org/Standards/D6348.htm>.
- [ASTM] American Society for Testing and Materials. 2012. ASTM E1508-12a, Standard guide for quantitative analysis by energy-dispersive spectroscopy. ASTM International, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. (diakses pada 10 Juli 2017). <https://www.astm.org/Standards/E1508.htm>.
- [ASTM] American Society for Testing and Materials. 2013. ASTM D3906-03(2013), Standard test method for determination of relative x-ray diffraction intensities of faujasite-type zeolite-containing materials. ASTM International, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. (diakses pada 10 Juli 2017). <https://www.astm.org/Standards/D3906.htm>.
- Azizi S, Mansor BA, Farideh N, Rosfarizan M. 2014. Green biosynthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles using brown marine macroalga *Sargassum muticum* aqueous extract. *Materials Letters*. 116: 275–277.
- Barros FC, Draulio CdaS, Venicios GS, Jeanny SM, Judith PAF, Ana LPF, Regina CMdeP. 2013. Structural characterization of polysaccharide obtained from red seaweed *Gracilaria caudata* (J Agardh). *Carbohydrate Polymers*. 92(1): 598–603.
- Baskoutas S, Giabouranis P, Yannopoulos SN, Dracopoulos V, Toth L, Chrissanthopoulos A. 2007. Preparation of ZnO nanoparticles by thermal decomposition of zinc alginate. *Thin solid films*. 515: 8461-8464.
- Bin L, Chun ZH. 2003. Hydrothermal synthesis of ZnO nanorods in the diameter regime of 50 nm. *Journal of the American Chemical Society*. 125(15): 4430-4431.
- Cho S, Shim DS, Jung SH, Oh E, Lee BR, Lee KH. 2009. Fabrication of ZnO nanoneedle arrays by direct microwave irradiation. *Materials Letters*. 63(9-10): 739-741.
- Christiaen D, Bodard M. 1983. Infrared spectroscopy of agar films from *Gracilaria verrucosa* (Huds.) papenfuss. *Botanica Marina*. 26(9): 425–427.
- Dumur F, Guerlin A, Dumas E, Bertin D, Gignes D, Mayer, C. 2011. Controlled spontaneous generation of gold nanoparticles assisted by dual reducing and capping agents. *Gold Bulletin*. 44(2): 119–137.
- Fawcett D, Verduin JJ, Shah M, Sharma SB, Poinern GEJ. 2017. Review of current research into the biogenic synthesis of metal and metal oxide nanoparticles via marine algae and seagrasses. *Journal of Nanoscience*. 2017(ID 8013850): 1-15.
- Gunalan S, Sivaraj R, Rajendran, V. 2011. Green synthesis of zinc oxide nanoparticles

- by aloe barbadensis miller leaf extract: structure and optical properties. *Materials Research Bulletin*. 46(12): 2560–2566.
- Heidrun S, Hans A. 2006. High-pressure x-ray investigation of zincite ZnO single crystals using diamond anvils with an improved shape. *Journal of Applied Crystallography*. 39(2): 169-175.
- Hirai T, Asada Y. 2005. Preparation of ZnO nanoparticles in a reverse micellar system and their photoluminescence properties. *Journal of Colloid and Interface Science*. 284(1): 184-189.
- Jegan A, Ramasubbu A, Karunakaran KS, Vasanthkumar S. 2012. Synthesis and characterization of zinc oxide–agar nanocomposite. *International Journal of Nano Dimension*. 2(3): 171-176.
- Jiang Z, Huang Z, Yang P, Chen J, Xin Y, Xu J. 2008. High PL-efficiency ZnO nanocrystallites/PPV composite nanofibers. *Composites Science and Technology*. 68(15-16): 3240-3244.
- Kandjani AE, Tabriz MF, Pourabbas B. 2008. Sonochemical synthesis of ZnO nanoparticles: The effect of temperature and sonication power. *Materials Research Bulletin*. 43(3): 645-654.
- Kim JH, Choi WC, Kim HY, Kang Y, Park YK. 2005. Preparation of monodispersed mixed metal oxide micro hollow spheres by homogeneous precipitation in a micro precipitator. *Powder Technology*. 153(3): 166-175.
- Kumar H, Rani R. 2013. Structural and optical characterization of ZnO nanoparticles synthesized by microemulsion route. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*. 14: 26-36.
- Melo MRS, Feitosa JPA, Freitas ALP, de Paula RCM. 2002. Isolation and characterization of soluble sulfated polysaccharide from the red seaweed *Gracilaria cornea*. *Carbohydrate Polymers*. 49(4): 491–498.
- Mohanpuria P, Rana NK, Yadav SK. 2008. Biosynthesis of nanoparticles: technological concepts and future applications. *Journal of Nanoparticle Research*. 10(3): 507–517.
- Na Ayudhya SK, Tonto P, Mekasuwandumrong O, Pavarajarn V, Prasertthdam P. 2006. Solvothermal synthesis of ZnO with various aspect ratios using organic solvents. *Crystal Growth & Design*. 6(11): 2446–2450.
- Nagarajan S, Kuppusamy KA. 2013. Extracellular synthesis of zinc oxide nanoparticle Using seaweeds of Gulf of Mannar, India. *Journal of Nanobiotechnology*. 11(39):1-11.
- Nagajyothi PC, Tran NMA, Sreekanth TVM, Jae-il L, Dong JL, Lee KD. 2013. Green route biosynthesis: Characterization and catalytic activity of ZnO nanoparticles. *Materials Letters*. 108: 160-163.
- Nurmawati M. 2007. Analisis derajat kristalinitas, ukuran kristal dan bentuk partikel mineral tulang manusia berdasarkan variasi umur dan jenis tulang. [Skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor.
- Peletiri C, Matur BM, Ihongbe JC, Okoye M. 2012. The Effect of *Azadirachta indica* (Neem Tree) On Human Plasmodiasis: The Laboratory Perspective. *Global Research Journal of Medical Sciences*. 2(1): 013–017.
- Pereira L, Amado AM, Critchley AT, van de Velde F, Ribeiro-Claro PJA. 2009. Identification of selected seaweed polysaccharides (phycocolloids) by vibrational spectroscopy (FTIR-ATR and FT-Raman). *Food Hydrocolloids*. 23(7): 1903-1909.
- Perez-Lopez OW, Farias AC, Marcilio NR, Bueno JMC. 2005. The catalytic behavior of zinc oxide prepared from various precursors and by different methods. *Materials Research Bulletin*. 40(12): 2089-2099.
- Pongpiachan S. 2014. FTIR spectra of organic functional group compositions in PM2.5 collected at Chiang-Mai City, Thailand during the haze episode in March 2012. *Journal of Applied Sciences*. 14: 2967-2977.
- Priyadarshini RI, Prasannaraj G, Geetha N, Venkatachalam P. 2014. Microwave-mediated extracellular synthesis of metallic silver and zinc oxide nanoparticles using macro-algae (*Gracilaria edulis*) extracts and its anticancer activity against human

- PC3 cell lines. *Applied Biochemistry and Biotechnology*. 174(8): 2777–2790.
- Ristic M, Music S, Ivanda M, Popovic S. 2005. Sol-gel synthesis and characterization of nanocrystalline ZnO powders. *Journal of Alloys and Compounds*. 397(1-2): L1- L4.
- Santhoshkumar J, Kumar SV, Rajeshkumar S. 2017. Synthesis of zinc oxide nanoparticles using plant leaf extract against urinary tract infection pathogen. *Resource-Efficient Technologies*. 3(4): 459-465.
- Sakthivel M, Deivasigamani B, Rajasekar T, Kumaran S, Alagappan KM. 2015. Immunostimulatory effects of polysaccharide compound from seaweed *Kappaphycus alvarezii* on Asian seabass (*Lates calcarifer*) and its resistance against *Vibrio parahaemolyticus*. *Journal of Marine Biology and Oceanography*. 4(2): 1-9.
- Sari RN, Nurhasni, Yaqin MA. 2017. Sintesis nanopartikel ZnO ekstrak *Sargassum* sp. dan karakteristik produknya. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 20(2): 238-254.
- Sari RN, Utomo BSB. 2018. Sintesis rumput laut hijau *Caulerpa* sp. dan *Ulva* sp. menjadi nanopartikel ZnO menggunakan microwave oven. *Prosiding Seminar Nasional Tahunan XV Hasil Penelitian Perikanan dan Kelautan*. Pasca Panen B (TB-09): 45-55.
- Sari RN, Chasanah, E, Nurhayati. 2018. Nanopartikel seng oksida (ZnO) dari biosintesis ekstrak rumput laut coklat *Sargassum* sp. dan *Padina* sp. *Jurnal Pascapanen dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan*. 13(1): 41-60.
- Singh M, Kalaivani R, Manikandan S, Sangeetha N, Kumaraguru AK. 2012. Facile green synthesis of variable metallic gold nanoparticle using *Padina gymnospora*, a brown marine macroalga. *Applied Nanoscience*. 3(2): 145–151.
- Tabrez S, Musarrat J, Al-Khedhairi AA. 2016. Countering drug resistance, infectious diseases, and sepsis using metal and metal oxides nanoparticles: Current status. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 146: 70-83.
- Tiwari BK, Declan JT. 2015. Seaweed Sustainability 1st edition: Food and Non-Food Applications Chapter 11: 288-313. Ireland (IE): Elsevier Inc. Academic Press.