

## KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT $Fe_3O_4$ -ZnO

**Juliandi Siregar<sup>1)</sup>**  
**Sutri Novika<sup>2)</sup>**  
**Jafri Hariyadi<sup>3)</sup>**  
**Sahara Lubis<sup>4)</sup>**

Universitas Muslim Nusantara Al-Washliyah  
Jl. Garu II A, Harjosari I, Kec. Medan Amplas, Kota Medan, Sumatera Utara  
email : juliandisiregar77@umnaw.ac.id

### **Abstrak**

Penelitian yang dilakukan adalah melakukan sintesis nanokomposit dua material. Kedua material nano tersebut adalah magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dan zink oxide (ZnO). Sintesis dilakukan menggunakan metode hidrottermal. Kemudian hasil sintesis di karakterisasi menggunakan XRD dan SEM. Penggunaan  $Fe_3O_4$  di samping sangat mudah didapatkan dan harganya murah juga merupakan oksida besi yang mudah disintesis dalam skala laboratorium.  $Fe_3O_4$  merupakan nanomaterial yang dapat diaplikasikan dalam skala yang luas. Melalui penelitian ini telah berhasil didapatkan material serbuk nanokomposit  $Fe_3O_4$ -ZnO melalui metode hidrottermal. Analisa XRD menampilkan struktur kristal terbentuk adalah trigonal (Hexagonal axes) parameter kisi  $a = 5.63270 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.22090 \text{ \AA}$ . Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 36,210$  dengan jarak spasi  $2,4787 \text{ \AA}$  dan ukuran butir  $49,20 \text{ nm}$ . Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai bahan aplikasi yang diperlukan dalam kehidupan sehari-hari. Dengan bahan  $Fe_3O_4$  yang mudah didapat, biaya murah dan mudah disintesis.

**Kata Kunci:** Magnetit, Zink Oxide, Hidrottermal.

### **Abstract**

The research carried out was to synthesize two material nanocomposites. The two nanoscale materials are magnetite ( $Fe_3O_4$ ) and zinc oxide (ZnO). Synthesis was carried out using the hydrothermal method. Then the results of the synthesis were characterized using XRD and SEM. Besides being very easy to obtain and cheap,  $Fe_3O_4$  is an iron oxide which is easy to synthesize on a laboratory scale.  $Fe_3O_4$  is a nanomaterial that can be applied on a wide scale. Through this research,  $Fe_3O_4$ -ZnO nanocomposite powder material has been successfully obtained through the hydrothermal method. XRD analysis shows that the crystal structure formed is trigonal (Hexagonal axes), lattice parameters  $a = 5.63270 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.22090 \text{ \AA}$ . The maximum peak is at an angle of  $2\theta = 36.210$  with a spacing of  $2.4787 \text{ \AA}$  and a grain size of  $49.20 \text{ nm}$ . The results of this study are expected to be used as application materials needed in everyday life. With  $Fe_3O_4$  material that is easily available, low cost and easy to synthesize.

**Keywords :** Magnetite, Zinc Oxide, Hydrothermal.

## **1. PENDAHULUAN**

Penggunaan  $Fe_3O_4$  disamping sangat mudah didapatkan dan harganya murah juga merupakan oksida besi yang mudah disintesis dalam skala laboratorium.  $Fe_3O_4$  merupakan nanomaterial yang dapat diaplikasikan dalam skala yang luas.  $Fe_3O_4$  yang mengandung partikel oksida Fe dengan ukuran struktur mikro atau skala nano seperti ukuran, bentuk, permukaan, struktur, dan komposisi dengan perlakuan panas tertentu akan menjadikannya material baru yang dapat meningkatkan sifat penginderaan gas sensor (Long et al., 2015). Nanomaterial  $Fe_3O_4$  yang dapat di sintesis dengan campuran  $FeCl_2$  dan  $FeCl_3$  dalam rasio

molar tertentu kemudian diberikan tambahan larutan ammonia  $\text{NH}_4\text{OH}$  akan menjadi material yang sangat efisien digunakan.

Salah satu bahan nanomaterial lain yang menarik untuk diteliti terkait dengan sintesis sebagai komposit adalah oksida seng ( $\text{ZnO}$ ) yang juga dapat diterapkan dalam berbagai bidang termasuk salah satunya adalah sebagai bahan aplikasi sensor gas etanol. Beberapa keunggulan sifat  $\text{ZnO}$  adalah sebagai bahan semikonduktor dengan stabilitas tinggi (Rasmussen *et al.*, 2010), biokompatibilitas (Bisht & Rayamajhi, 2016), energi pengikat eksitasi 60 eV (Ahadpour Shal & Jafari, 2014), (R. K. Sharma & Ghose, 2015) dan dikategorikan ke dalam lima senyawa yang dianggap aman oleh US Food and Drug Administration (D. Sharma *et al.*, 2010), (Premanathan *et al.*, 2011). Keunggulan tersebut memperluas aplikasi  $\text{ZnO}$  dalam berbagai bidang seperti fotovoltaiik (Kim *et al.*, 2015), elektronik, ilmu kedokteran, kosmetik (Koutu *et al.*, 2016) dan antibakteri (He *et al.*, 2011).

## 1.1. Tinjauan Pustaka

### 1.1.1. Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) adalah salah satu nanopartikel magnetik memiliki ukuran nanometer baik dari segi ukuran, morfologi serta sifat-sifat magnetiknya. Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) memiliki struktur kristal yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Fe}^{2+}$ .  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  merupakan nanomaterial yang dapat diaplikasikan dalam skala yang luas.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang mengandung partikel oksida Fe dengan ukuran struktur mikro atau skala nano seperti ukuran, bentuk, permukaan, struktur, dan komposisi dengan perlakuan panas tertentu akan menjadikannya material baru yang dapat meningkatkan sifat penginderaan gas sensor (Grzybowska *et al.*, 2009).

### 1.1.2. Nanopartikel Zink Oxide ( $\text{ZnO}$ )

$\text{ZnO}$  memiliki karakterisasi morfologi yang sangat bervariasi, dimana karakterisasi morfologi dari  $\text{ZnO}$  ini akan mempengaruhi karakteristik dari material yang telah difabrikasi dan pengaplikasiannya (Özgül *et al.*, 2005). Variasi karakteristik morfologi dari  $\text{ZnO}$  dapat diperoleh dengan memvariasikan parameter-parameter ketika melakukan proses sintesis. Berbagai macam  $\text{ZnO}$  nanostruktur telah berhasil disintesis seperti *nanodots*, *nanorods*, *nanowires*, *nanobelts*, *nanowalls*, *nanotubes* dan sebagainya.

Pada temperatur ruang, material  $\text{ZnO}$  memiliki resistansi yang sangat besar sehingga dapat dikategorikan sebagai insulator, akan tetapi ketika temperatur lingkungan material meningkat maka resistansi tersebut akan menurun (Zhang *et al.*, 2015). Namun  $\text{ZnO}$  juga dapat memiliki sifat semikonduktor tipe - p dan tipe - n, bergantung pada stoikiometri dari  $\text{ZnO}$  dan akan sangat mempengaruhi jumlah dan jenis pembawa muatan yang berarti akan mempengaruhi pula sifat listrik dari  $\text{ZnO}$  itu sendiri. (Zhang *et al.*, 2015).

### 1.1.3. Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$ Dengan Metode Hidrotermal

Saat ini sangat banyak metode yang digunakan untuk menghasilkan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$ , seperti ko-presipitasi, hidrotermal, mikroemulsi dan bio sintesis (Putri *et al.*, 2018). Dalam penelitian ini yang digunakan adalah metode hidrotermal untuk mensintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$  sebagai bahan aplikasi sensor. Metode hidrotermal diyakini sangat hemat biaya dan ramah lingkungan. Hidrotermal merupakan suatu teknik pengkristalan dari temperatur tinggi pada keadaan campuran dan tekanan tinggi (Ma *et al.*, 2014). Sintesis hidrotermal dapat juga didefinisikan metode yang menggunakan panas dan air. Pada praktiknya, metode ini melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) menggunakan air. Dalam wadah tertutup, tekanan meningkat dan air tetap sebagai cairan.

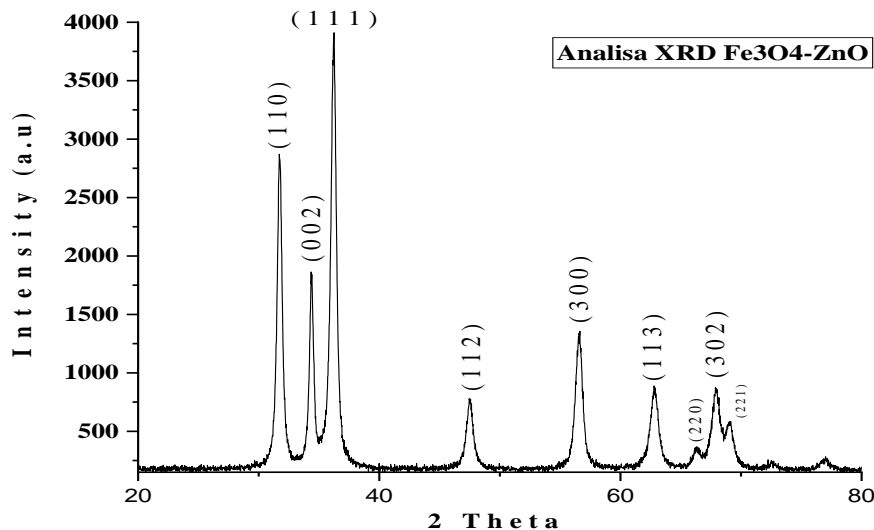
## 2. METODE

Langkah sintesis yang dilakukan adalah sebagai berikut : sejumlah 2 gram polietilena glikol (PEG) ditambah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  lalu dilarutkan ke dalam  $\text{H}_2\text{O}$ . Kemudian larutan tersebut di sonikasi dengan alat sonikator agar campuran menjadi lebih homogen dan menghasilkan larutan berwarna kecoklatan gelap (larutan A). Selanjutnya secara terpisah membuat larutan berasal dari campuran *zink acetate dehydrate* (ZAD) di tambah  $\text{H}_2\text{O}$  lalu di stirring menggunakan *magnetic stirrer* yang berfungsi untuk mengaduk dan menghomogenkan larutan secara magnetik dan mekanik serta menghasilkan larutan bening. Selanjutnya ke dalam larutan ZAD -  $\text{H}_2\text{O}$  yang telah di stirrer ditambahkan 0,5 gram Polyvinylpyrrolidone (PVP) menghasilkan larutan tetap bening (larutan B). Langkah berikutnya adalah menambahkan larutan B secara berangsur-angsur ke dalam larutan A sampai habis (larutan A+B). Setelah itu kemudian membuat larutan 0,6 gram urea tambah  $\text{H}_2\text{O}$  lalu di aduk sampai merata (larutan C) selanjutnya ditambahkan pada larutan A+B yang menghasilkan larutan berwarna coklat muda.

Proses selanjutnya adalah memanaskan campuran larutan A+B+C dengan metode hidrotermal. Larutan A+B+C dimasukan ke dalam *stainless steel autoclave* yang kemudian di tutup dengan rapat tujuannya agar pemanasan larutan dalam wadah tertutup tersebut yang menggunakan medium air mengalami kenaikan tekanan dan suhu secara cepat ketika dipanaskan. Proses hidrotermal dilakukan sampai mencapai suhu  $180\text{ }^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Setelah selesai proses hidrotermal kembali di cuci hasil sintesis menggunakan air dan etanol. Lalu keringkan hasil sintesis tersebut sampai mencapai suhu  $120\text{ }^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Dan terakhir dilakukan kalsinasi dengan suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Hasil yang terbentuk adalah nanomaterial  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  -  $\text{ZnO}$  yang akan dijadikan sampel untuk dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1. Analisis XRD



**Gambar 1.** Analisis XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$  menggunakan *match*

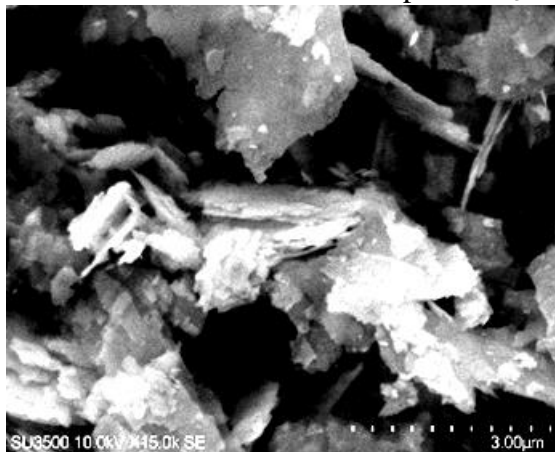
Analisis menggunakan *match* telah mengkonfirmasi bahwa sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$  telah berhasil dikarakterisasi menggunakan XRD. Hal tersebut ditunjukkan oleh grafik analisis XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$  pada Gambar 1. Grafik menunjukkan puncak-puncak khas dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$ . Juga dikonfirmasi bahwa struktur kristal yang terbentuk adalah *trigonal* (*Hexagonal axes*) dengan gugus ruang P312 (149) dan parameter kisi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$  sebesar  $a = 5.63270\text{ \AA}$ ,  $c = 5.22090\text{ \AA}$ . Analisis XRD menegaskan kembali sifat *polikristalin* dari sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{ZnO}$ .

Puncak difraksi sinar-X dapat diindeks oleh *indeks Miller* dari struktur hkl sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  ((110), (002), (111), (112), (300), (113), (220), (302) dan (221)).

Hasil Analisis Pola XRD sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  melalui metode *hidrotermal* dapat dijelaskan selanjutnya. Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  dan dapat dilihat struktur kristalnya yaitu *trigonal (hexagonal axes)* dengan  $a = 5.63270 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.22090 \text{ \AA}$ . Dari Gambar 1 dapat dilihat adanya puncak-puncak tertinggi untuk nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  yaitu pada  $2\theta$  :  $31,73^\circ$  ;  $34,33^\circ$  ;  $36,21^\circ$  ;  $47,50^\circ$  ;  $56,39^\circ$  ;  $62,84^\circ$  ;  $66,27^\circ$  ;  $68,00^\circ$  ;  $69,11^\circ$ . Jarak spasi ( $d$ ) masing-masing puncak tertinggi ini berturut-turut adalah  $2.8163 \text{ \AA}$  ;  $2.6105 \text{ \AA}$  ;  $2.4787 \text{ \AA}$  ;  $1.9145 \text{ \AA}$  ;  $1.6260 \text{ \AA}$  ;  $1.4805 \text{ \AA}$  ;  $1.4082 \text{ \AA}$  ;  $1.3802 \text{ \AA}$  ;  $1.3596 \text{ \AA}$ . Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 36,21^\circ$  dengan jarak spasi  $2,4787 \text{ \AA}$ .  $2.6105 \text{ \AA}$  ;  $2.4787 \text{ \AA}$ . Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 36,21^\circ$  dengan jarak spasi  $2,4787 \text{ \AA}$ . Ukuran nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  adalah sebesar  $49,20 \text{ nm}$ .

### 3.2. Analisis SEM

Uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) dilakukan untuk mengetahui *morfologi* sampel yang digunakan. Dalam hal ini adalah nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$ .



**Gambar 2.** Uji SEM  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  Perbesaran 15.000 X

Gambar 2 memperlihatkan *morfologi* nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$ . Bentuk *morfologi* yang terlihat ada yang bulat (*spherical*) dan ada yang berbentuk jarum. Hasil penelitian ini memperlihatkan *morfologi* dari sebuah partikel nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{ZnO}$ . Hasil SEM ini juga membuktikan bahwa sintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  dengan metode *hidrotermal* telah berhasil dilakukan. Hasil sintesis ini memperlihatkan tidak adanya perubahan bentuk awal dari nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (*kubik spinel*) dan  $\text{ZnO}$  (*heksagonal*) meskipun telah disintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$ .

### 4. KESIMPULAN

Beberapa kesimpulan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  dengan metode hidrotermal berhasil dilakukan. Proses dengan metode *hidrotermal* dilakukan sampai mencapai suhu  $180^\circ\text{C}$  selama 12 jam menggunakan *stainless steel autoclave* menghasilkan nanomaterial komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  berupa serbuk berwarna putih kecoklatan.
2. Analisis XRD nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  menunjukkan struktur kristal yang terbentuk adalah *trigonal (Hexagonal axes)* dengan gugus ruang P312 (149) dan parameter kisi  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  sebesar  $a = 5.63270 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.22090 \text{ \AA}$ . Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 36,21^\circ$  dengan jarak spasi  $2,4787 \text{ \AA}$ . Ukuran nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$  adalah sebesar  $49,20 \text{ nm}$ .

## 5. DAFTAR PUSTAKA

- Ahadpour Shal, A., & Jafari, A. (2014). Study of structural and magnetic properties of superparamagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-ZnO core-shell nanoparticles. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 27(6), 1531–1538. <https://doi.org/10.1007/s10948-013-2469-9>
- Bisht, G., & Rayamajhi, S. (2016). ZnO Nanoparticles: A Promising Anticancer Agent. *Nanobiomedicine*, 3. <https://doi.org/10.5772/63437>
- Grzybowska, B., Ruszel, M., Samson, K., Grabowski, R., & Spiridis, N. (2009). Au / Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and Au / Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalysts : Physicochemical Properties and Oxidation of CO and Propane. 2136(2), 2129–2136
- He, L., Liu, Y., Mustapha, A., & Lin, M. (2011). Antifungal activity of zinc oxide nanoparticles against Botrytis cinerea and Penicillium expansum. *Microbiological Research*, 166(3), 207–215. <https://doi.org/10.1016/j.micres.2010.03.003>
- Kim, S. H., Umar, A., Kumar, R., Algarni, H., & Kumar, G. (2015). Facile and rapid synthesis of ZnO nanoparticles for photovoltaic device application. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 15(9), 6807–6812. <https://doi.org/10.1166/jnn.2015.11597>
- Koutu, V., Shastri, L., & Malik, M. M. (2016). Effect of NaOH concentration on optical properties of zinc oxide nanoparticles. *Materials Science- Poland*, 34(4), 819–827. <https://doi.org/10.1515/msp-2016-0119>
- Long, N. V., Teranishi, T., Yang, Y., Thi, C. M., Cao, Y., & Nagomi, M. (2015). Iron Oxide Nanoparticles for Next Generation Gas Sensors Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Metal nanoparticles. *International Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, 119, 18. <https://www.graphyonline.com/archives/IJMME/2015/IJMME-119/article.pdf>
- Ma, J., Liu, Y., Zhang, H., Ai, P., Gong, N., & Zhang, Y. (2014). Synthesis and high sensing properties of a single Pd-doped SnO<sub>2</sub> nanoribbon. *Nanoscale Research Letters*, 9(1), 1–10. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-9-503>
- Özgür, Ü., Alivov, Y. I., Liu, C., Teke, A., Reshchikov, M. A., Doğan, S., Avrutin, V., Cho, S. J., & Morkoç, H. (2005). A comprehensive review of ZnO materials and devices. *Journal of Applied Physics*, 98(4), 1–103. <https://doi.org/10.1063/1.1992666>
- Premanathan, M., Karthikeyan, K., Jeyasubramanian, K., & Manivannan, G. (2011). Selective toxicity of ZnO nanoparticles toward Gram-positive bacteria and cancer cells by apoptosis through lipid peroxidation. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine*, 7(2), 184–192. <https://doi.org/10.1016/j.nano.2010.10.001>
- Putri, F. D., Ritonga, H. M., Murdiati, V., & Zainul, R. (2018). What Is Hydrothermal Liquefaction? *Hydrothermal*.
- Rasmussen, J. W., Martinez, E., Louka, P., & Wingett, D. G. (2010). Zinc oxide nanoparticles for selective destruction of tumor cells and potential for drug delivery applications. *Expert Opinion on Drug Delivery*, 7(9), 1063–1077. <https://doi.org/10.1517/17425247.2010.502560>
- Sharma, D., Rajput, J., Kaith, B. S., Kaur, M., & Sharma, S. (2010). Synthesis of ZnO nanoparticles and study of their antibacterial and antifungal properties. *Thin Solid Films*, 519(3), 1224–1229. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2010.08.073>
- Sharma, R. K., & Ghose, R. (2015). Synthesis of zinc oxide nanoparticles by homogeneous precipitation method and its application in antifungal activity against Candida albicans. *Ceramics International*, 41(1), 967–975. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.09.016>
- Zhang, Z., Liao, Q., Zhang, X., Zhang, G., Li, P., Lu, S., Liu, S., & Zhang, Y. (2015). Highly efficient piezotronic strain sensors with symmetrical Schottky contacts on the



monopolar surface of ZnO nanobelts. *Nanoscale*, 7(5), 1796–1801.  
<https://doi.org/10.1039/c4nr05597g>