

STRUKTUR KRISTAL DAN MORFOLOGI NANOKOMPOSIT Fe_3O_4 -ZnO

Juliandi Siregar¹⁾
Sutri Novika²⁾
Dina Wahyuni³⁾
Abdul Malik Rambe⁴⁾

Universitas Muslim Nusantara Al-Washliyah
Jl. Garu 2 No. 93 Medan, Sumatera Utara
E-mail: 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 hidrotermal. 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 hidrotermal. 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, Hidrotermal.

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 \AA and a grain size of 49.20 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 NH_4OH akan menjadi material yang sangat efisien digunakan.

Salah satu bahan nanomaterial lain yang menarik untuk diteliti terkait dengan sintesis sebagai komposit adalah oksida seng (ZnO) yang juga dapat diterapkan dalam berbagai bidang termasuk salah satunya adalah sebagai bahan aplikasi sensor gas etanol. Beberapa keunggulan sifat 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 ZnO dalam berbagai bidang seperti fotovoltai (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 Fe_3O_4

Magnetit (Fe_3O_4) adalah salah satu nanopartikel magnetik memiliki ukuran nanometer baik dari segi ukuran, morfologi serta sifat-sifat magnetiknya. Magnetit (Fe_3O_4) memiliki struktur kristal yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{3+} dan Fe^{2+} . 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 (Grzybowska *et al.*, 2009).

1.1.2. Nanopartikel Zink Oxide (ZnO)

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

Pada temperatur ruang, material 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 ZnO juga dapat memiliki sifat semikonduktor tipe - p dan tipe - n, bergantung pada stoikiometri dari ZnO dan akan sangat mempengaruhi jumlah dan jenis pembawa muatan yang berarti akan mempengaruhi pula sifat listrik dari ZnO itu sendiri. (Zhang *et al.*, 2015).

1.1.3. Sintesis Fe_3O_4 - ZnO Dengan Metode Hidrotermal

Saat ini sangat banyak metode yang digunakan untuk menghasilkan nanokomposit Fe_3O_4 - ZnO , seperti ko-presipitasi, hidrotermal, mikroemulsi dan bio sintesis (Putri *et al.*, 2018). Dalam penelitian ini yang digunakan adalah metode hidrotermal untuk mensintesis Fe_3O_4 - 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

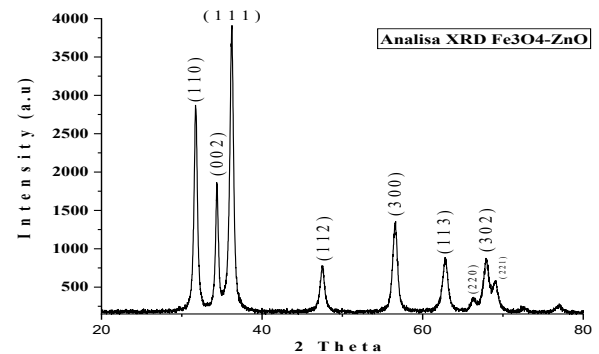
Langkah sintesis yang dilakukan adalah sebagai berikut : sejumlah 2 gram polietilena glikol (PEG) ditambah Fe_3O_4 lalu dilarutkan ke dalam H_2O . Kemudian larutan tersebut di sonikasi dengan alat sonikator agar campuran menjadi lebih homogen dan menghasilkan larutan berwarna kecoklatan gelap (larutan A). Selanjutnya secara terpisah membuat larutan berasal dari campuran *zink acetate dehydrate* (ZAD) di tambah H_2O 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 - H_2O 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 H_2O 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 Fe_3O_4 - ZnO yang akan dijadikan sampel untuk dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Analisis XRD



Gambar 1. Analisis XRD Fe_3O_4 - ZnO menggunakan *match*

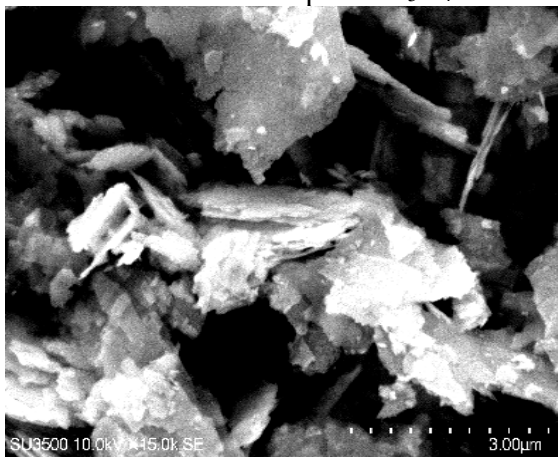
Analisis menggunakan *match* telah mengkonfirmasi bahwa sampel Fe_3O_4 - ZnO telah berhasil dikarakterisasi menggunakan XRD. Hal tersebut ditunjukkan oleh grafik analisis XRD Fe_3O_4 - ZnO pada Gambar 1. Grafik menunjukkan puncak-puncak khas dari Fe_3O_4 - ZnO . Juga dikonfirmasi bahwa struktur kristal yang terbentuk adalah *trigonal (Hexagonal axes)* dengan gugus ruang P312 (149) dan parameter kisi Fe_3O_4 - ZnO sebesar $a = 5.63270\text{ \AA}$, $c = 5.22090\text{ \AA}$. Analisis XRD menegaskan kembali sifat *polikristalin* dari sampel Fe_3O_4 - ZnO . Puncak difraksi sinar-X dapat diindeks oleh *indeks Miller* dari struktur hkl sampel Fe_3O_4 - ZnO ((110), (002), (111), (112), (300), (113), (220), (302) dan (221)).

Hasil Analisis Pola XRD sintesis Fe_3O_4 - ZnO melalui metode *hidrotermal* dapat dijelaskan selanjutnya. Nanokomposit Fe_3O_4 - 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 Fe_3O_4 - ZnO yaitu pada 2θ : $31,73^\circ$; $34,33^\circ$; $36,21^\circ$; $47,50^\circ$; $56,39^\circ$;

62,84⁰ ; 66,27⁰ ; 68,00⁰ ; 69,11⁰. Jarak spasi (d) masing-masing puncak tertinggi ini berturut-turut adalah 2.8163 Å ; 2.6105 Å ; 2.4787 Å ; 1.9145 Å ; 1.6260 Å ; 1.4805 Å ; 1.4082 Å ; 1.3802 Å ; 1.3596 Å. Puncak maksimum terdapat pada sudut $2\theta = 36,21^0$ dengan jarak spasi 2,4787 Å. 2.6105 Å ; 2.4787 Å. Puncak maksimum terdapat pada sudut $2\theta = 36,21^0$ dengan jarak spasi 2,4787 Å. Ukuran nanokomposit Fe₃O₄-ZnO adalah sebesar 49,20 nm.

3.2. Analisis SEM

Uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) dilakukan untuk mengetahui *morfologi* sampel yang digunakan. Dalam hal ini adalah nanokomposit Fe₃O₄-ZnO.



Gambar 2. Memperlihatkan *morfologi* nanokomposit Fe₃O₄-ZnO.

Bentuk *morfologi* yang terlihat ada yang bulat (*spherical*) dan ada yang berbentuk jarum. Hasil penelitian ini memperlihatkan *morfologi* dari sebuah partikel nanokomposit Fe₃O₄ dan ZnO. Hasil SEM ini juga membuktikan bahwa sintesis nanokomposit Fe₃O₄-ZnO dengan metode *hidrotermal* telah berhasil dilakukan. Hasil sintesis ini memperlihatkan tidak adanya perubahan bentuk awal dari nanopartikel Fe₃O₄ (*kubik spinel*) dan ZnO (*heksagonal*) meskipun telah disintesis nanokomposit Fe₃O₄-ZnO.

4. KESIMPULAN

Beberapa kesimpulan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sintesis nanokomposit Fe₃O₄-ZnO dengan metode hidrotermal berhasil dilakukan. Proses dengan metode *hidrotermal* dilakukan sampai mencapai suhu 180 °C selama 12 jam menggunakan *stainless steel autoclave* menghasilkan nanomaterial komposit Fe₃O₄-ZnO berupa serbuk berwarna putih kecoklatan.
2. Analisis XRD nanokomposit Fe₃O₄-ZnO menunjukkan struktur kristal yang terbentuk adalah *trigonal (Hexagonal axes)* dengan gugus ruang P312 (149) dan parameter kisi Fe₃O₄-ZnO sebesar a = 5.63270 Å, c= 5.22090 Å. Puncak maksimum terdapat pada sudut $2\theta = 36,21^0$ dengan jarak spasi 2,4787 Å. Ukuran nanokomposit Fe₃O₄-ZnO adalah sebesar 49,20 nm.

5. DAFTAR PUSTAKA

- Ahadpour Shal, A., & Jafari, A. (2014). Study of structural and magnetic properties of superparamagnetic Fe₃O₄-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 / Fe₃O₄ and Au / Fe₂O₃ 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 Fe₃O₄, α-Fe₂O₃, 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 SnO₂ 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>