

## PREPARASI DAN KARAKTERISTIK STRUKTUR NANOKOMPOSIT $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$ DENGAN MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

Syamsul Bahtiar<sup>1,\*</sup>, Ahmad Taufiq<sup>1</sup>, Sunaryono<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika Universitas Negeri Malang. Jalan Semarang 5, Malang 65145. Indonesia.

\*Email: sbahhtiar22@gmail.com

---

### Abstrak

Sintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$  berhasil dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi pada temperatur ruang. Pada penelitian ini, nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$  dikalsinasi pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam dengan perbandingan massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4:\text{ZnO}$  adalah 1:1. Analisis struktur berhasil diidentifikasi berdasarkan data hasil XRD dan menunjukkan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki struktur spinel kubik. Analisis FTIR menunjukkan gugus fungsi dari nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$ , sehingga berdasarkan analisis XRD dan FTIR nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$  berhasil terbentuk. Analisis SEM menunjukkan bahwa diameter rata-rata partikel nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$  sekitar 23.66 nanometer.

**Kata Kunci:** Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$ , Struktur Kristal, Kopresipitasi

---

### 1. Pendahuluan

Fabrikasi material dalam orde nanometer beberapa tahun terakhir mengalami kemajuan yang sangat pesat, karena kebutuhan perkembangan teknologi para peneliti banyak melakukan modifikasi suatu material untuk mendapatkan hasil yang optimal. Beberapa material menjadi trend dikalangan para peneliti saat ini seperti  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{ZnO}$ .  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  merupakan bahan yang memiliki sifat kemagnetan tinggi [1], sedangkan  $\text{ZnO}$  merupakan bahan nonmagnetik atau bahan semikonduktor dengan band gap 60 meV serta memiliki sifat fisis yang stabil, gabungan kedua sampel ini akan membentuk komposit dengan sifat magnetik semikonduktor [2].

Beberapa metode yang familiar dalam proses preparasi sampel dalam orde nanometer antara lain seperti metode *sol gel* [3], *hydro termal* [4], *solid-state* [2] dan kopresipitasi [5]. Dari sekian metode terdapat kekurangan dan kelebihan masing-masing akan tetapi metode yang menawarkan keunggulan seperti proses reaksi kimia yang sederhana, dapat dilakukan pada suhu yang rendah, serta bisa menghasilkan homogenitas yang tinggi.

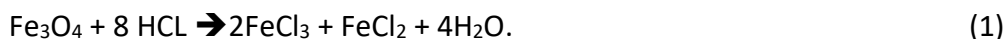
Ukuran partikel yang kecil dan homogenitas yang tinggi menjadi syarat penting dalam proses sintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZnO}$  sehingga dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang teknologi, seperti yang dilaporkan oleh penelitian terdahulu antara lain sebagai *methyl orange degradation* [6], sebagai fotokatalis untuk menghilangkan phenol dalam air [7], dll. Terlepas dari aplikasi yang luas maka penelitian lebih lanjut tentang nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZnO}$  perlu dilakukan dengan variasi yang berbeda, sehingga mendapatkan hasil yang optimal.

### 2. Metode eksperimen

Bahan utama yang digunakan dalam sintesis nanocomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZnO}$  adalah Pasir besi, Zinc chloride ( $\text{ZnCl}_2$ ), Amonia solution ( $\text{NH}_4\text{OH}$  merck 25%), Hydrochloric acid Fuming (HCL merck 37%).

### 2.1 Preparasi Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$

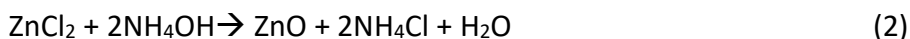
Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Pasir besi dari Pantai Sine Tulungagung diekstrak sampai mendapatkan kemurnian 99%, kemudian 20 gram pasir besi hasil ekstrak dilarutkan dengan 58 ml HCL selama 20 menit pada temperatur  $70^\circ\text{C}$  sehingga membentuk cairan  $\text{FeCl}_3$ . kemudian larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring. Persamaan reaksinya sebagai berikut [8]:



Larutan ( $2\text{FeCl}_3 + \text{FeCl}_2 + 4\text{H}_2\text{O}$ ) diambil 15 ml kemudian diaduk diatas *magnetic stirrer*. Pada waktu yang bersamaan  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 ml diteteskan secara kontinu pada larutan sampai habis, endapan hasil reaksi dicuci dengan aquades secara berulang sampai PH larutan netral. Setelah itu, endapan hasil reaksi disaring dan dikalsinasi pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam.

### 2.2 Preparasi Nanopartikel ZnO

Nanopartikel ZnO disintesis menggunakan metode kopresipitasi. bahan  $\text{ZnCl}_2$  dilarutkan dengan aquades dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang,  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 ml diteteskan kedalam larutan sehingga membentuk endapan ZnO, endapan tersebut dicuci berulang kali sampai mendapatkan PH netral kemudian disaring dan dikalsinasi pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Adapun persamaan reaksinya sebagai berikut:



### 2.3 Preparasi nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZnO}$

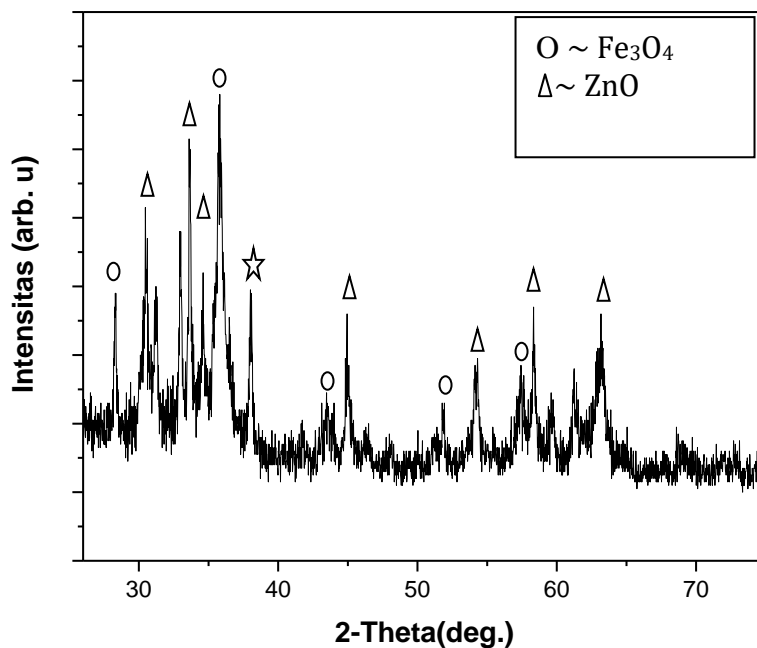
Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZnO}$  dipreparasi dengan proses kopresipitasi dimana Masing masing Endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan endapan ZnO disiapkan sesuai perbandingan kemudian dilakukan pengadukan diatas magnetic stirrer selama 10 menit pada temperature ruang. Selanjutnya sampel disaring menggunakan kertas saring dan terakhir sampel dikeringkan menggunakan oven pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam.

## 3. Data dan Pembahasan

### 3.1 Analisis data XRD

Hasil karakterisasi XRD nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZnO}$  seperti yang disajikan pada Gambar 1. Analisis kualitatif menunjukkan banyak puncak-puncak difraksi yang muncul, dimana puncak-puncak tersebut merupakan puncak dari kedua mineral yang dikompositkan yaitu nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan ZnO. Puncak masing-masing mineral  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berada pada sudut  $2\theta \sim 29.30, 35.80, 43.58, 54.21$  dan  $58.35$  sesuai dengan data AMCSD kode 0007394 sehingga dapat disimpulkan memiliki struktur spinel kubik, analisis ukuran kristal menggunakan persamaan  $\text{scherrer } D = 0.9\lambda / B \text{ Cos } \vartheta$  didapatkan ukuran kristal sebesar 15.59 nm. Sedangkan puncak milik nanopartikel ZnO pada sudut  $2\theta \sim 31.23, 34.61, 35.80, 44.96, 54.21, 59.62,$  dan  $63.19$ , sesuai dengan data AMCSD kode 0005203

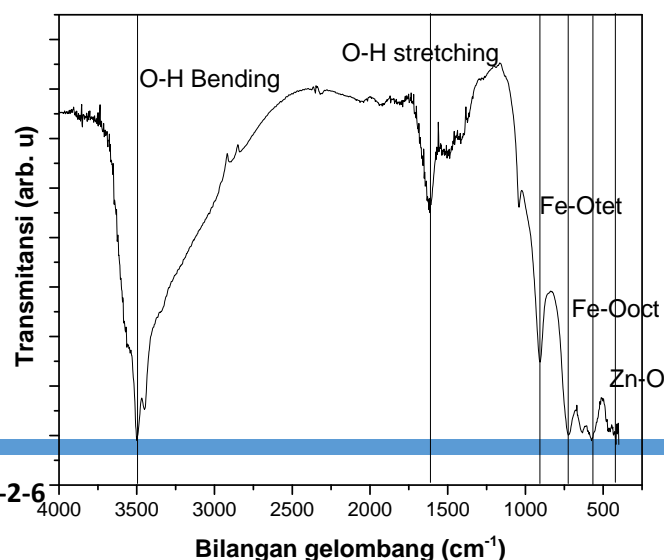
dan dapat disimpulkan juga memiliki struktur wurtzite. Laporan penelitian sebelumnya oleh Winataputra, dkk. 2016 melaporkan bahwa puncak mineral  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berada pada sudut  $2\theta \sim 30.23, 35.52, 43.03, 53.14, 57.02$  dan  $62.54$ , sedangkan puncak mineral  $\text{ZnO}$  berada pada sudut  $2\theta \sim 31.85, 34.45, 36.35, 47.60, 56.70, 62.90, 66.55$  dan  $68.05$  [6]. Berdasarkan kedua data di atas dapat disimpulkan bahwa nanokomposit berhasil terbentuk, walaupun ada puncak yang tidak dapat teridentifikasi, hal ini disebabkan oleh faktor eksternal saat proses sintesis.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$

### 3.2 Analisis Data FTIR

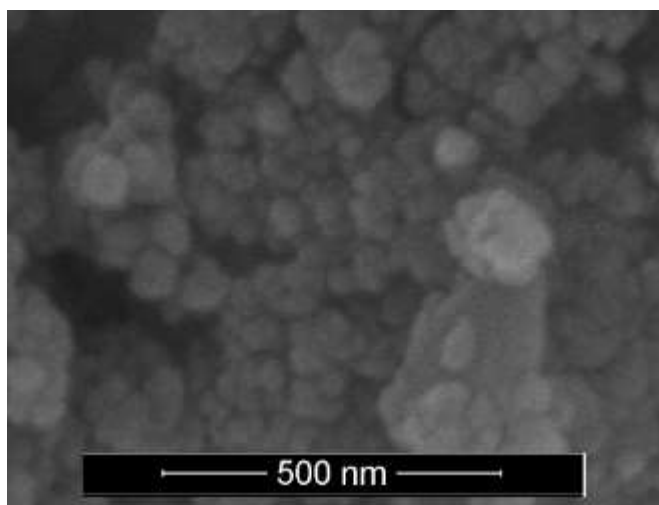
Hasil karakterisasi FTIR nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$  seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. Hasil karakterisasi menunjukkan beberapa puncak utama serapan seperti pada bilangan gelombang  $3500.8$  dan  $1606.7$  merupakan ikatan O-H *stretching* dan O-H *bending* seperti yang dilaporkan oleh Gohari, dkk. 2016 [9]. Puncak serapan pada bilangan gelombang  $455.2$  merupakan puncak dari ikatan Zn-O, sedangkan puncak serapan pada  $574.79$  dan  $632.65$  berturut-turut berasal dari ikatan Fe-O octahedral dan Fe-O Tetrahedral [10]



Gambar 2. IR Spektra nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$ 

### 3.3 Analisis Data SEM

Gambaran mengenai morfologi dan ukuran partikel nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$  seperti yang ditunjukkan oleh data SEM pada Gambar 3. Analisis kualitatif dapat kita lihat bahwa bentuk dari partikel berbentuk bulat dengan ukuran yang berbeda, hal ini disebabkan oleh bahan alam yang digunakan sehingga ukuran partikel tidak dapat terkontrol. Analisis data didapatkan diameter rata-rata nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$  23,66 nm, hasil tersebut mendekati seperti yang dilaporkan oleh Hasanpour, dkk. 2013 [3].

Gambar 3. SEM Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$ 

### 4. Kesimpulan

Metode kopresipitasi berhasil digunakan dalam proses sintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}$ , analisis data XRD menunjukkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki struktur spinel kubik sedangkan  $\text{ZnO}$  memiliki struktur hexagonal wurtzite. Analisis data FTIR menunjukkan gugus fungsi Fe-O dan Zn-O berhasil teridentifikasi, Sedangkan analisis data SEM menunjukkan diameter rata-rata partikel dalam ordenanometer yaitu sebesar 23,66 nm.

### Daftar Rujukan

- [1] A. Taufiq, S. Bahtiar, Sunaryono, N. Hidayat, A. Hidayat, N. Mufti, M. Diantoro, A. Fuad, Munasir, R. Rahmawati, W.A. Adi, S. Pratapa, Darminto, Preparation of Superparamagnetic  $\text{Zn}_{0.5}\text{Mn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  Particle by Coprecipitation-Sonochemical Method for Radar Absorbing Material, IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 202 (2017) 12024. doi:10.1088/1757-899X/202/1/012024.
- [2] L.E. Bykova, V.G. Myagkov, I.A. Tambasov, O.A. Bayukov, V.S. Zhigalov, K.P. Polyakova, G.N. Bondarenko, I.V. Nemtsev, V.V. Polyakov, G.S. Patrino, D.A. Velikanov, Solid-state synthesis of the  $\text{ZnO-Fe}_3\text{O}_4$  nanocomposite: Structural and magnetic properties, Phys. Solid State. 57 (2015) 386–390. doi:10.1134/S1063783415020079.
- [3] A. Hasanpour, M. Niyafar, M. Asan, J. Amighian, Synthesis and characterization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{ZnO}$  nanocomposites by the sol-gel method, J. Magn. Mater. 334 (2013) 41–44. doi:10.1016/j.jmmm.2013.01.016.



- [4] N. Wiriya, A. Bootchanont, S. Maensiri, E. Swatsitang, Magnetic properties of  $Zn_{1-x}Mn_xFe_2O_4$  nanoparticles prepared by hydrothermal method, *Microelectron. Eng.* 126 (2014) 1–8. doi:10.1016/j.mee.2014.03.044.
- [5] S. Bahtiar, A. Taufiq, Sunaryono, A. Hidayat, N. Hidayat, M. Diantoro, N. Mufti, Mujamilah, Synthesis, Investigation on Structural and Magnetic Behaviors of Spinel M-Ferrite [M = Fe; Zn; Mn] Nanoparticles from Iron Sand, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 202 (2017) 12052. doi:10.1088/1757-899X/202/1/012052.
- [6] D.S. Winatapura, S. Wardiyati, A. Fisli, Preparation of Magnetic-ZnO Nanocomposite by High Energy Milling Method for Methyl Orange Degradation, *J. Kim. Dan Kemasan.* 38 (2016) 85. doi:10.24817/jkk.v38i2.2702.
- [7] K. Hayat, M.A. Gondal, M.M. Khaled, S. Ahmed, A.M. Shemsi, Nano ZnO synthesis by modified sol gel method and its application in heterogeneous photocatalytic removal of phenol from water, *Appl. Catal. Gen.* 393 (2011) 122–129. doi:10.1016/j.apcata.2010.11.032.
- [8] Malik Anjelh Baqiya, Ahmad Taufiq, Sunaryono, Khuroti Ayun, Mochamad Zainuri, Suminar Pratapa, Triwikantoro, Darminto, Spinel-Structured Nanoparticles for Magnetic and Mechanical Applications, in: *Magn. Spinel Synth. Prop. Appl.*, InTechOpen, 2017: pp. 253–272. <http://dx.doi.org/10.5772/66293>.
- [9] M. Shekofteh-Gohari, A. Habibi-Yangjeh,  $Fe_3O_4/ZnO/CoWO_4$  nanocomposites: Novel magnetically separable visible-light-driven photocatalysts with enhanced activity in degradation of different dye pollutants, *Ceram. Int.* 43 (2017) 3063–3071. doi:10.1016/j.ceramint.2016.11.115.
- [10] R.Y. Hong, S.Z. Zhang, G.Q. Di, H.Z. Li, Y. Zheng, J. Ding, D.G. Wei, Preparation, characterization and application of  $Fe_3O_4/ZnO$  core/shell magnetic nanoparticles, *Mater. Res. Bull.* 43 (2008) 2457–2468. doi:10.1016/j.materresbull.2007.07.035.