

Sintesis dan Karakterisasi Sifat Optik Nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C

Devi Pebrina, Astuti*

Laboratorium Fisika Material, Departemen Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas
Kampus Unand Limau Manis, Padang, 25163, Indonesia

Info Artikel

Histori Artikel:

Diajukan: 09 November 2022
Direvisi: 05 Desember 2022
Diterima: 12 Desember 2022

Kata kunci:

Fe₃O₄@ZnO
Karbon
Kopresipitasi
Sifat Optik

Keywords:

Fe₃O₄@ZnO
carbon
coprecipitation
optical properties

Penulis Korespondensi:

Astuti
Email: astuti@sci.unand.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui dan menganalisis pengaruh massa karbon terhadap sifat optik nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C. Nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi sampel yaitu Fe₃O₄, Fe₃O₄@ZnO (1:2), Fe₃O₄@ZnO:C (0,2 g), Fe₃O₄@ZnO:C (0,1 g), dan Fe₃O₄@ZnO:C (0,05 g). Sampel kemudian dikarakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD), *fourier transform infrared* (FTIR), dan *photoluminescence* (PL). Ukuran kristal diperoleh dari hasil karakterisasi XRD berturut-turut yaitu 20,39 nm; 27,22 nm; 20,39 nm; 16,31 nm; dan 16,31 nm. Adapun struktur kristal yang terbentuk dari semua variasi sampel yaitu *cubic* (Fe₃O₄) dan *hexagonal wurzite* (ZnO). Pada pengujian FTIR terdapat ikatan Fe-O dan Zn-O yang menunjukkan terbentuknya Fe₃O₄ dan ZnO. Ikatan C-O, C-H, dan O-H menandakan terdapatnya lapisan karbon yang bersumber dari glukosa. Hasil karakterisasi PL menunjukkan bahwa penambahan karbon akan meningkatkan intensitas fotoluminisensi dari nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C, dimana puncak emisi yang dihasilkan berada pada panjang gelombang 383,33 nm dan 664,21 nm.

This study aims to determine and analyze the effect of carbon mass on the optical properties of Fe₃O₄@ZnO:C nanocomposite. The Fe₃O₄@ZnO:C nanocomposites were synthesized using the co-precipitation method with various samples, namely Fe₃O₄, Fe₃O₄@ZnO (1:2), Fe₃O₄@ZnO:C (0.2 g), Fe₃O₄@ZnO:C (0.1 g), and Fe₃O₄@ZnO:C (0.05 g). The samples were then characterized using x-ray diffraction (XRD), fourier transform infrared (FTIR), and photoluminescence (PL). The crystal size obtained from the XRD characterization results, respectively, was 20.39 nm; 27.22 nm; 20.39 nm; 16.31 nm; and 16.31 nm. The crystal structure formed from all variations of the sample are cubic (Fe₃O₄) and hexagonal wurzite (ZnO). In the FTIR test there are Fe-O and Zn-O bonds which indicate the formation of Fe₃O₄ and ZnO. C-O, C-H, and O-H bonds indicate the presence of a carbon layer derived from glucose. The results of PL characterization showed that the addition of carbon would increase the photoluminescence intensity of the Fe₃O₄@ZnO:C nanocomposite, where the emission peaks were at wavelengths of 383.33 nm and 664.21 nm.

Copyright © 2023 Author(s). All rights reserved

I. PENDAHULUAN

Pengembangan nanopartikel telah banyak dilakukan oleh para peneliti terutama pengaplikasiannya dalam bidang biomedis. Nanopartikel dalam bidang biomedis digunakan sebagai agen kontras pada *magnetic resonance imaging* (MRI), *drug delivery system* (DDS), fotokatalis, biosensor, dan lain-lain. Keunggulan nanopartikel dibandingkan material dalam ukuran *bulk* yaitu memiliki ukuran kurang dari 100 nm, hal ini memudahkan terjadinya konjugasi sehingga dapat menjadi penanda target adanya penyakit pada jaringan tubuh manusia (Fatimah, 2017). Beberapa peneliti sebelumnya telah menggunakan gadolinium oksida (Gd₂O₃) sebagai material pengontras (Maalej *et al.*, 2015). Namun penggunaan gadolinium dengan dosis tinggi dapat menyebabkan racun dan efek samping seperti penebalan kulit, penumpukan garam kalsium di jaringan lunak, dan gangguan mobilitas (Wang *et al.*, 2019). Dibandingkan dengan agen kontras berbasis gadolinium, material magnetik Fe₃O₄ lebih menjanjikan untuk dikembangkan, karena Fe₃O₄ memiliki sifat biokompatibel, mudah disintesis, dan dapat dikombinasikan dengan material lain dalam bentuk material nanokomposit (Wu *et al.*, 2015).

Aplikasi nanopartikel sebagai material pengontras tidak sebatas material magnetik saja, namun juga sebagai material luminisensi. Oleh karena itu, material magnetik Fe₃O₄ perlu dimodifikasi permukaannya dengan material yang bersifat luminisensi. Salah satu material luminisensi yang sering digunakan adalah ZnO. ZnO merupakan semikonduktor yang tidak beracun serta memiliki sifat yang sangat stabil, *inert*, dan biokompatibel (Reaz *et al.*, 2020). Penggabungan material Fe₃O₄ dengan ZnO menghasilkan material dengan sifat magnetik-luminisensi. Namun tantangannya adalah jika kedua material tersebut digabungkan secara langsung maka terjadi penurunan intensitas luminisensi oleh material magnetik. Maka dari itu, dikembangkanlah struktur *core-shell* untuk menggabungkan kedua material tersebut, dimana Fe₃O₄ sebagai *core* (inti) dan ZnO sebagai *shell* (cangkang) (Veronica *et al.*, 2022).

Penelitian terkait sifat luminisensi nanokomposit Fe₃O₄@ZnO *core shell* telah dilakukan oleh Gupta *et al* (2021) dengan menggunakan metode hidrotermal. Dimana nanokomposit Fe₃O₄@ZnO berperilaku sebagai superparamagnetik pada suhu kamar dan diperoleh fotoluminisensi yang kuat sehingga sangat menjanjikan untuk aplikasi *bioimaging*. Hasil PL menunjukkan terdapat dua buah puncak emisi, puncak emisi UV pada panjang gelombang 383 nm dan puncak emisi cahaya tampak pada panjang gelombang 400-700 nm. Puncak emisi yang lebih kuat berada di wilayah cahaya tampak. Selain itu Veronica *et al* (2022) juga telah melakukan sintesis dan karakterisasi sifat optik nanokomposit Fe₃O₄@PEG:ZnO menggunakan metode presipitasi. Hasil karakterisasi *uv-vis spektrometry* menunjukkan bahwa nanokomposit Fe₃O₄@PEG:ZnO dengan variasi 1:2 memiliki nilai absorbansi maksimum dan celah pita energi paling tinggi yaitu bernilai 3,17 eV.

Peningkatan kestabilan dan kinerja nanokomposit Fe₃O₄@ZnO dapat dilakukan dengan melapisi permukaannya dengan material yang bersifat *hidrofilik* yaitu karbon. Karbon merupakan material yang memiliki beragam morfologi, mudah dikompositkan, tidak berbahaya, dan memiliki banyak gugus fungsi (Rahman *et al.*, 2015). Menurut Husain *et al* (2019) Fe₃O₄ yang telah dilapisi karbon yang bersumber dari glukosa dapat melindungi nanopartikel Fe₃O₄ sehingga meminimalisir terjadinya *aglomerasi* dan oksidasi.

Pada penelitian ini dikembangkan nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C dengan menggunakan metode kopresipitasi. Pelapisan dengan karbon dilakukan untuk melihat sifat optik dari nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C. Penelitian ini menggunakan variasi sampel yaitu Fe₃O₄, Fe₃O₄@ZnO (1:2), Fe₃O₄@ZnO:C (0,2 g), Fe₃O₄@ZnO:C (0,1 g), dan Fe₃O₄@ZnO:C (0,05 g).

Nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C dikarakterisasi dengan tiga jenis pengujian yaitu XRD, FTIR, dan *photoluminescence* (PL). Penentuan ukuran kristal pada nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C dihitung menggunakan Persamaan Scherrer yang didasarkan pada pelebaran puncak difraksi sinar-X. Secara matematis Persamaan Scherrer ditulis pada Persamaan 1.

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

dengan: D adalah ukuran kristal (nm), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm), θ adalah sudut difraksi, B adalah lebar puncak saat intensitas setengah maksimum (rad) dan K merupakan konstanta dimensi kristal (0,9).

II. METODE

2.1 Sintesis Fe₃O₄@ZnO

Penelitian ini diawali dengan proses sintesis Fe₃O₄ dengan metode kopresipitasi. Metode ini menggunakan FeSO₄·7H₂O dan FeCl₃·6H₂O dengan perbandingan molaritas 1:2 yang dilarutkan dengan 30 ml *aquades*. Setelah larutan homogen, ditambahkan NH₄OH sebanyak 30 ml sehingga larutan berubah menjadi hitam pekat. Larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 60 °C selama 120 menit. Larutan diendapkan dengan magnet permanen kemudian dicuci menggunakan *aquades* sebanyak tiga kali.

Langkah selanjutnya *zink nitrat* dilarutkan ke dalam 100 ml *aquades* dan ditambahkan sedikit demi sedikit NH₄OH sebanyak 30 ml. Larutan *zink nitrat* dicampurkan ke dalam endapan Fe₃O₄ kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 70 °C selama 24 jam. Larutan diletakkan di bawah magnet permanen untuk memisahkan larutan dan endapan Fe₃O₄@ZnO. Endapan dicuci sebanyak tiga kali menggunakan *aquades* kemudian dikeringkan menggunakan *furnace* pada suhu 300 °C selama 2 jam. Endapan yang telah kering digerus menggunakan mortar dan alu hingga terbentuk serbuk Fe₃O₄@ZnO.

2.2 Sintesis Fe₃O₄@ZnO:C

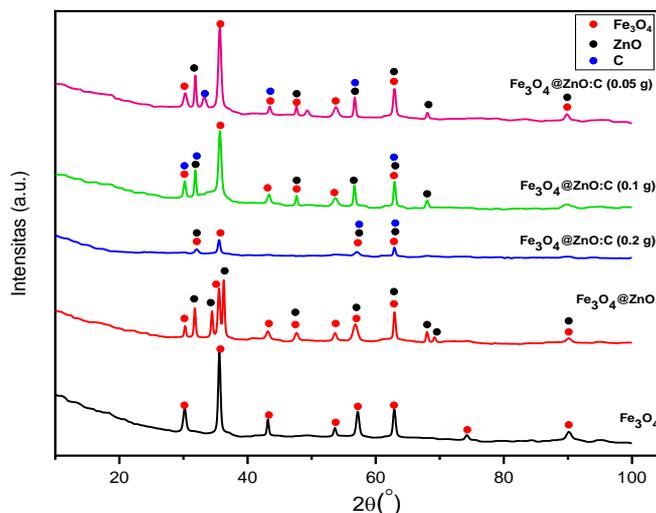
Sintesis Fe₃O₄@ZnO:C diawali dengan proses sintesis karbon. Sebanyak 0,53 g PEG dan 1,8 g Glukosa (1:2) ditimbang dengan timbangan digital dan dilarutkan ke dalam 25 ml *aquades*. Larutan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dengan kecepatan 450 rpm. Larutan dikeringkan ke dalam oven selama 3 jam pada suhu 300 °C sehingga membentuk gumpalan karbon. Gumpalan karbon kemudian digerus hingga halus menggunakan alu dan mortar.

Proses sintesis selanjutnya menggabungkan Fe₃O₄@ZnO dengan karbon. Sebanyak 0,2 g serbuk karbon dilarutkan ke dalam 10 ml *aquades*. Selanjutnya dicampurkan 0,4 g serbuk Fe₃O₄@ZnO ke dalam larutan karbon kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam dengan suhu 80-90 °C. Larutan Fe₃O₄@ZnO:C kemudian dioven pada suhu 250 °C selama 3 jam hingga kering. Sampel Fe₃O₄@ZnO:C yang telah kering digerus halus sehingga terbentuk serbuk Fe₃O₄@ZnO:C. Sintesis sampel selanjutnya dilakukan dengan cara yang sama menggunakan variasi massa karbon 0,05 g dan 0,1 g.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Analisis Struktur dan Ukuran Kristal Nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C. Panjang gelombang (λ) yang digunakan yaitu sebesar 0,154 Å dan sudut 2θ sebesar 20° - 100°. Gambar 1 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel yang diuji.



Gambar 1 Grafik hasil XRD

Berdasarkan Gambar 1, puncak difraksi yang dihasilkan dari nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C memiliki kemiripan dengan data ICDD. Semakin besar massa karbon yang ditambahkan ke dalam

nanokomposit Fe₃O₄@ZnO maka puncak difraksi yang dihasilkan semakin melebar dan terjadi penurunan derajat kristalinitas. Hal tersebut dapat dilihat pada sampel nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C dengan massa karbon 0,2 g. Struktur kristal yang terbentuk dari semua variasi sampel yaitu *cubic* untuk Fe₃O₄ dan *hexsagonal wurzite* untuk ZnO.

Ukuran kristal nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C ditentukan dengan menggunakan Persamaan Scherrer (Persamaan 1) dapat dilihat pada Tabel 1.

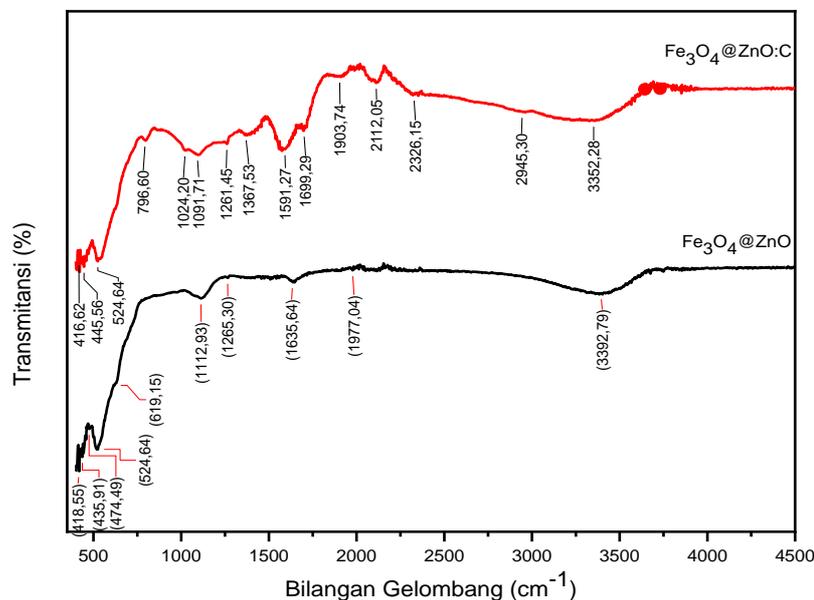
Tabel 1 Ukuran kristal

No	Variasi Sampel	K	λ (nm)	B (rad)	Cos θ	D (nm)
1	Fe ₃ O ₄	0,9	0,154	0,0071	0,952	20,39
2	Fe ₃ O ₄ @ZnO	0,9	0,154	0,0054	0,950	27,22
3	Fe ₃ O ₄ @ZnO:C (0,2 g)	0,9	0,154	0,0071	0,952	20,39
4	Fe ₃ O ₄ @ZnO:C (0,1 g)	0,9	0,154	0,0084	0,952	16,31
5	Fe ₃ O ₄ @ZnO:C (0,05 g)	0,9	0,154	0,0084	0,952	16,31

Berdasarkan Tabel 1, ukuran kristal Fe₃O₄ didapatkan sebesar 20,39 nm dan saat penggabungan dengan ZnO terjadi peningkatan ukuran kristal menjadi 27,22 nm. Ukuran kristal menurun saat nanokomposit Fe₃O₄@ZnO dilapisi karbon, semakin sedikit massa karbon yang digunakan maka ukuran kristal akan semakin kecil. Hal ini disebabkan karena karbon dapat menghalangi pergerakan nanopartikel sehingga meminimalisir terjadinya *aglomerasi* (Husain *et al.*, 2019). Ukuran kristal terkecil terdapat pada sampel Fe₃O₄@ZnO:C (0,1 g) dan Fe₃O₄@ZnO:C (0,05 g). Hal ini mengindikasikan sampel tersebut memiliki sifat optik yang lebih baik dari sampel yang lain, serta respon magnetiknya akan semakin tinggi (Gupta *et al.*, 2021).

3.2 Analisis Gugus Fungsi Hasil FTIR

Pengujian FTIR dilakukan untuk melihat gugus fungsi yang dihasilkan dari nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C dengan menggunakan bilangan gelombang 400 cm⁻¹ hingga 4500 cm⁻¹. Hasil analisis gugus fungsi nanokomposit Fe₃O₄@ZnO dan Fe₃O₄@ZnO:C dapat dilihat pada Gambar 2.



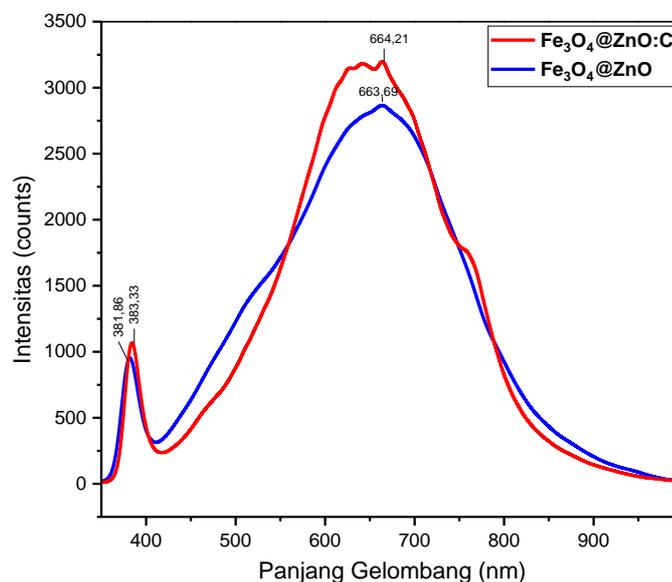
Gambar 2 Grafik hasil FTIR

Berdasarkan Gambar 2, nanokomposit Fe₃O₄@ZnO menunjukkan adanya gugus O-H pada bilangan gelombang 3392,79 cm⁻¹. Puncak serapan tersebut menandakan terdapat ikatan hidrogen serta terjadinya serapan molekul air pada permukaan nanopartikel Fe₃O₄ (Bahtiar *et al.*, 2017). Puncak serapan pada bilangan gelombang 400 cm⁻¹ – 500 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan Zn-O, sedangkan pada bilangan gelombang 524,64 cm⁻¹ dan 619,15 cm⁻¹ terdapat ikatan Fe-O oktahedral dan Fe-O tetrahedral yang menunjukkan terbentuknya Fe₃O₄. Berdasarkan gugus fungsi tersebut membuktikan bahwa sintesis Fe₃O₄@ZnO berhasil dilakukan.

Nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C memiliki gugus fungsi O-H pada panjang gelombang 3352,28 cm⁻¹ yang menandakan terdapat serapan molekul air pada nanopartikel Fe₃O₄. Ikatan gugus C=C terdapat pada puncak gelombang 1591,27 cm⁻¹ yang berasal dari kelompok aromatik inklusif dalam kerangka karbon (Wang *et al.*, 2019). Pada bilangan gelombang 2945,30 cm⁻¹ menunjukkan ikatan C-H terbentuk pada nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C (Husain *et al.*, 2019). Pada Puncak bilangan gelombang 524,64 cm⁻¹ dan 796,60 cm⁻¹ secara berturut-turut terdapat ikatan Fe-O oktahedral dan Fe-O tetrahedral. Vibrasi ikatan Zn-O terjadi pada bilangan gelombang 416,62 cm⁻¹ dan 445,56 cm⁻¹. Adanya ikatan C-O, C-H dan O-H menandakan terdapatnya lapisan karbon yang bersumber dari glukosa (Nuzully *et al.*, 2014). Hal tersebut membuktikan bahwa sintesis nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C berhasil dilakukan.

3.3 Analisis Sifat Optik menggunakan Spektrometer *Photoluminescence* (PL)

Karakterisasi PL digunakan untuk melihat sifat optik dari nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C dengan massa karbon 0,05 g. Karakterisasi PL menggunakan penembakan sinar laser sebesar 325 nm sehingga menghasilkan spektrum yang ditampilkan pada Gambar 3.



Gambar 3 Grafik hasil *photoluminescence*

Gambar 3 menunjukkan hasil PL nanokomposit Fe₃O₄@ZnO:C memiliki dua buah puncak emisi. Puncak emisi pertama berada pada panjang gelombang 383,33 nm yang merupakan pita emisi UV dan puncak emisi kedua berada pada panjang gelombang 664,21 nm yang menghasilkan pendaran berwarna oren. Hal tersebut dikaitkan dengan kekosongan oksigen (V_o) yang terionisasi ganda pada permukaan ZnO (Gupta *et al.*, 2021).

Hasil karakterisasi PL secara umum menunjukkan bahwa penambahan karbon tidak mempengaruhi puncak emisi yang dihasilkan. Hal ini dapat dilihat dari hasil PL nanokomposit Fe₃O₄@ZnO dan Fe₃O₄@ZnO:C pada Gambar 3 yang memiliki puncak emisi dengan panjang gelombang yang hampir serupa, namun intensitas emisi yang dihasilkannya semakin meningkat dengan penambahan karbon. Meningkatnya intensitas luminisensi seiring dengan menurunnya ukuran partikel.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD dengan variasi sampel Fe₃O₄, Fe₃O₄@ZnO, Fe₃O₄@ZnO:C (0,2 g), Fe₃O₄@ZnO:C (0,1 g), dan Fe₃O₄@ZnO:C (0,05 g) didapatkan ukuran kristal dari masing-masing sampel secara berurutan yaitu 20,39 nm, 27,22 nm, 20,39 nm, 16,31 nm, dan 16,31 nm. Struktur kristal yang terbentuk dari semua variasi sampel yaitu Fe₃O₄ adalah *cubic* dan ZnO adalah *hexagonal wurzite*. Pada hasil pengujian FTIR, terdapat ikatan Fe-O dan Zn-O yang menunjukkan terbentuknya Fe₃O₄ dan ZnO. Ikatan C-O, C-H, dan O-H menandakan terdapatnya lapisan karbon yang bersumber dari glukosa. Hasil PL menunjukkan sifat optik nanokomposit setelah

pemberian karbon mengalami peningkatan, dimana puncak emisi yang dihasilkan berada pada panjang gelombang 383,33 nm dan 664,21 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Bahtiar, S., Taufiq, A., and Sunaryono (2017) 'Preparasi dan Karakteristik Struktur Nanokomposit Fe₃O₄/ZnO dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi', *Seminar Nasional Fisika Dan Pembelajarannya 2017*, pp. 318–322.
- Fatimah, I. (2017) 'Synthesis of Metal and Metal Oxide Nanoparticles Using Plant Extract: a Review', *Eksakta: Journal of Sciences and Data Analysis*, 17(1), pp. 66–85. Available at: <https://doi.org/10.20885/eksakta.vol17.iss1.art7>.
- Gupta, J., Hassan, P.A., and Barick, K.C. (2021) 'Core-shell Fe₃O₄@ZnO Nanoparticles for Magnetic Hyperthermia and Bio-Imaging Applications', *AIP Advances*, 11, p. 25207.
- Husain, S., Suryajaya., Haryanti, N.H., Manik, T.N., Sudarningsih., Radiansono., Hutasoit, S.M., dan Riyanto, A. (2019) 'Potensi Nanokomposit Fe₃O₄@C dari Bijih Besi Sebagai Pendeteksi Kadar Glukosa', *Positron*, 9(2), p. 44. Available at: <https://doi.org/10.26418/positron.v9i2.32771>.
- Maalej, N.M., Qurashi, A., Assadi, A.A., Maalej, R., Shaikh, M.N., Ilyas, M., and Gondal, M.A. (2015) 'Synthesis of Gd₂O₃:Eu Nanoplatelets for MRI and Fluorescence Imaging', *Nanoscale Research Letters*, 10, p. 215. Available at: <https://doi.org/10.1186/s11671-015-0905-4>.
- Nuzully, S., Kato, T., and Suharyadi, E. (2014) 'Pengaruh Konsentrasi Polyethylene glycol (PEG) pada Sifat Kemagnetan Nanopartikel Magnetik PEG-Coated Fe₃O₄', *Jurnal Fisika Indonesia*, 17(51), pp. 35–40. Available at: <https://doi.org/10.22146/jfi.24432>.
- Rahman, T., Fadhulloh M.A., Nandiyanto, A.B.D., dan Mudzakir, A. (2015) 'Review: Sintesis Karbon Nanopartikel', *Jurnal Integrasi Proses*, 5(3), pp. 120–131.
- Reaz, M., Haque, A., Cornelison, D.M., Wanekaya, A., Delong, R., and Ghosh, K. (2020) 'Magneto-Luminescent Zinc/Iron Oxide Core-Shell Nanoparticles with Tunable Magnetic Properties', *Physica E Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, 123, p. 114090. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.physe.2020.114090>.
- Veronica, Y., Astuti and Usna, S.R.A. (2022) 'Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit Fe₃O₄@PEG:ZnO', *Jurnal Fisika Unand*, 11(1), pp. 30–36.
- Wang, M., Liang, Y., Zhang, Z., Ren, G., Liu, Y., Wu, S., and Shen, J. (2019) 'Ag@Fe₃O₄@C Nanoparticles for Multi-Modal Imaging-Guided Chemo-Photothermal Synergistic Targeting for Cancer Therapy', *Analytica Chimica Acta*, 1086, pp. 122–132. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.aca.2019.08.035>.
- Wu, M., Zhang, D., Zeng, Y., Wu, L., Liu, X., and Liu, J. (2015) 'Nanocluster of Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles Coated with Poly (Dopamine) for Magnetic Field-Targeting, Highly Sensitive MRI and Photothermal Cancer Therapy', *Nanotechnology*, 26(11), p. 115102. Available at: <https://doi.org/10.1088/0957-4484/26/11/115102>.