

Karakterisasi Struktur Kristal Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$

Rivia Maharani¹, Yus Rama Denny², Ganesha Antarnusa^{*3}

^{1,2,3}Pendidikan Fisika, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Kota Serang, 95618, Indonesia

*E-mail: ganesha.antarnusa@untirta.ac.id

Diterima 16 Januari 2025; Disetujui 2 Februari 2025

ABSTRAK

Pada penelitian ini, nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Sintesis dilakukan untuk menghasilkan material berukuran nano dengan potensi aplikasi yang luas. Sintesis dilakukan melalui tiga tahap, yaitu pembuatan Fe_3O_4 , pelapisan Fe_3O_4 dengan polietilen glikol (PEG-4000), dan doping $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}$ dengan ZnO. Karakterisasi dilakukan menggunakan uji X-Ray Diffraction (XRD) guna menganalisis sifat kristalografis dan struktur material. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa ukuran kristal pada Fe_3O_4 sebesar 7,963 nm dan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ sebesar 6,014 nm. Kombinasi sifat magnetik dari Fe_3O_4 dan sifat fotokatalitik dari ZnO menjadikan material ini memiliki potensi aplikasi yang luas dalam bidang lingkungan, seperti degradasi polutan organik dalam air. Penelitian ini berkontribusi pada pengembangan material multifungsi berbasis nanopartikel yang mendukung teknologi berkelanjutan, sehingga memberikan manfaat yang signifikan bagi aplikasi di bidang energi dan lingkungan.

Kata kunci : Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$, kopresipitasi, karakterisasi X-Ray Diffraction

ABSTRACT

In this study, $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ nanoparticles were synthesized using the coprecipitation method. Synthesis is carried out to produce nano-sized materials with wide application potential. Synthesis is carried out through three stages, namely Fe_3O_4 production, Fe_3O_4 coating with polyethylene glycol (PEG-4000), and $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}$ doping with ZnO. Characterization was carried out using X-ray diffraction (XRD) tests to analyze the crystallographic properties and structure of the material. The results of XRD analysis showed that the crystal size at Fe_3O_4 was 7,963 nm and $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ was 6.014 nm. The combination of the magnetic properties of Fe_3O_4 and the photocatalytic properties of ZnO makes this material have the potential for wide applications in environmental fields, such as the degradation of organic pollutants in water. This research contributes to the development of nanoparticle-based multifunctional materials that support sustainable technology, thereby providing significant benefits for applications in the energy and environmental fields.

Keywords : $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ nanoparticles, coprecipitation, X-ray Diffraction characterization

1. PENDAHULUAN

Nanopartikel magnetik telah menjadi fokus perhatian para peneliti karena potensi yang luas dalam berbagai aplikasi teknologi, meliputi bidang biomedis, optik, fotokatalis dan lain-lain. Keunggulan nanopartikel magnetik terletak pada ukuran partikelnya yang kecil, sifat permukaannya yang fleksibel, dan karakteristik kemagnetannya, sehingga dapat dengan mudah dimodifikasi menggunakan material lain. Besi oksida (Fe_3O_4) merupakan salah satu material magnetik yang memiliki sifat kemagnetan paling kuat jika dibandingkan dengan jenis oksida besi lainnya (Syihabuddin, 2024).

Selain itu, ZnO memiliki kemudahan dalam proses pembuatan dan sifatnya yang

serbaguna. Material ini telah didoping dengan senyawa logam maupun non logam. ZnO juga dikenal sebagai katalis yang sangat cocok untuk berbagai aplikasi. Efisiensi ZnO dapat ditingkatkan dengan doping menggunakan material lain seperti Fe_3O_4 (magnetit), yang memiliki sifat magnetik dan stabilitas kimia yang baik. Namun, kelemahan dari $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ZnO}$ adalah penurunan intensitas luminesensi. Penurunan ini disebabkan oleh ikatan yang menggantung dan cacat pada permukaan ZnO. Oleh karena itu, diperlukan modifikasi permukaan atau metode pelapisan nanopartikel magnetik menggunakan molekul polimer yang biokompatibel (Astuti et al., 2023). Salah satu polimer yang paling

populer dan sering digunakan adalah polietilen glikol (PEG), karena memiliki berbagai keunggulan seperti meningkatkan kemampuan dispersinya, bersifat biokompatibel, tidak beracun, dan biaya rendah (Antarnusa & Suharyadi, 2020).

Berdasarkan informasi tersebut, penelitian ini akan mensintesis material Fe_3O_4 yang dilapisi dengan polietilen glikol (PEG-4000) dan didoping dengan zink oksida (ZnO) menggunakan metode kopresipitasi. Material yang dihasilkan, yaitu nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$, memiliki potensi aplikasi yang luas. Selanjutnya, karakterisasi material ini akan dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD).

2. KAJIAN LITERATUR

Magnetik Fe_3O_4 terbentuk dari ion-ion oksigen, Fe^{2+} dan Fe^{3+} yang merupakan material feromagnetik dengan struktur kristal berbentuk cubic spinel (Saragi, 2018). Nanopartikel Fe_3O_4 dapat dibuat dengan metode kopresipitasi, yaitu mencampur $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, lalu menambahkan larutan NH_4OH dengan konsentrasi 10% sebagai bahan pengendap (Taib & Suharyadi, 2015).

Polietilen glikol (PEG) merupakan bahan yang berfungsi untuk mengatur bentuk dan ukuran partikel. PEG adalah polimer yang sering digunakan dalam pembuatan struktur *core-shell* untuk material bioimaging karena sifatnya yang inert, biokompatibel, dan transparan secara optik selain itu, PEG tidak menyebabkan reaksi pada permukaan inti (Zou et al. 2017).

Zink Oksida (ZnO) merupakan senyawa anorganik berbentuk serbuk putih dengan sifat transparansi tinggi, mobilitas elektron yang tinggi, dan celah pita yang lebar. ZnO juga merupakan kristal yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, seperti katalis, pendukung katalis, dan semikonduktor (Hamdan et al. 2023).

Nanopartikel *core-shell* telah menarik banyak perhatian karena memiliki potensi besar dalam memodifikasi permukaan material. Karakteristik suatu material dapat disesuaikan melalui modifikasi pada bagian *core* dan *shell* dengan menggunakan bahan serta rasio yang berbeda (Ghos Chaudhuri & Paria, 2012). Berdasarkan penelitian Astuti (2022), nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ memiliki struktur *core-shell* yang terdiri dari Fe_3O_4

sebagai *core* dan $\text{PEG}:\text{ZnO}$ sebagai *shell*. Sementara itu, menurut Zavisova et al. (2015), perubahan struktur kristal pada sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ZnO}$ (1:1) dan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{ZnO}$ (1:2) disebabkan oleh keberadaan unsur lain, seperti ZnO yang memicu reaksi dengan Fe_3O_4 . Oleh karena itu, penggunaan PEG diperlukan sebagai pemisah antara Fe_3O_4 dan ZnO untuk mencegah terjadinya reaksi pada Fe_3O_4 , seperti yang diamati pada sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ (1:3).

Metode karakterisasi material yang menggunakan sinar-X dalam mengidentifikasi jenis dan sifat kristal dari suatu material dikenal sebagai karakterisasi Difraksi Sinar-X (Oktamuliani, 2015). Difraksi sinar-X adalah metode yang digunakan untuk mengetahui struktur kristal, nilai ukuran kristal dan jarak antar bidang kristal. Ketika sinar-X dipantulkan oleh atom-atom dalam kristal, pola difraksi yang dihasilkan akan bervariasi tergantung pada konfigurasi atom-atom yang ada dalam kristal (Y. Li and Jin, 2020). Ukuran terkecil dari sebuah kristal dikenal sebagai ukuran kristalit. Ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan Scherrer (Karel et al., 2016) pada persamaan 1.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

dengan k adalah konstanta Scherrer yang memiliki nilai sekitar 0,9. Sementara itu, λ merupakan panjang gelombang sinar X ($\text{\AA}$), θ merupakan sudut difraksi ($^\circ$), dan β merupakan lebar setengah puncak difraksi, yang dikenal sebagai *Full Width at Half Maximum* (FWHM).

3. METODE PENELITIAN

Material yang digunakan meliputi $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, larutan NH_4OH , aquades, polietilen glikol (PEG-4000), $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, NaOH, dan etanol. Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *beaker glass*, *magnetic stirrer*, *furnace*, *magnetic bar*, neraca digital, pipet tetes, spatula, mortal dan alu. Adapun alat yang digunakan untuk uji karakterisasi berupa XRD.

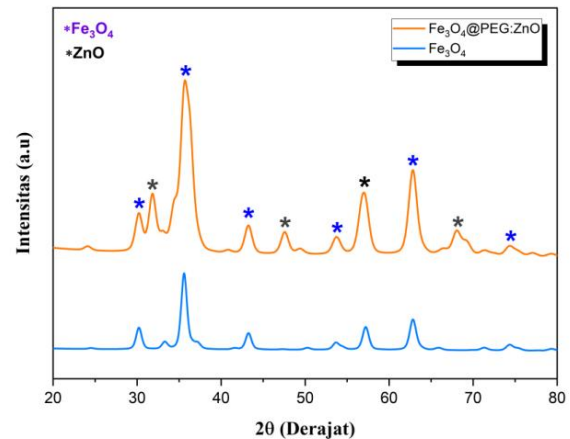
Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PEG}:\text{ZnO}$ disintesis melalui metode kopresipitasi dalam tiga langkah. Langkah awal adalah sintesis nanopartikel Fe_3O_4 . Selanjutnya, partikel

Fe_3O_4 , dilapisi oleh polimer polietilen glikol (PEG-4000) untuk meningkatkan kestabilan. Tahap akhir adalah mendoping nanopartikel Fe_3O_4 @PEG dengan ZnO. Nanopartikel Fe_3O_4 disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi dengan mencampurkan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan molaritas antara yaitu 2:1. Kedua senyawa tersebut masing-masing dilarutkan dalam 7,5 mL aquades dan kemudian proses pengendapan hasil campuran menggunakan larutan Amonium Hidroksida (NH_4OH) dengan konsentrasi 10% sebanyak 30 ml sehingga dihasilkan larutan berwarna hitam pekat. Pada proses pelarutan menggunakan bantuan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 600 rpm pada suhu 60°C selama 90 menit. Larutan yang dihasilkan selanjutnya dilakukan pencucian sebanyak 7 kali dengan 250 ml aquades dan diendapkan menggunakan bantuan meja magnet agar mempercepat proses dekantasi. Hasil endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan menggunakan *furnace* pada suhu 100°C selama 2 jam yang kemudian dihaluskan sehingga terbentuk serbuk nanopartikel Fe_3O_4 dengan ukuran nanometer. Setelah itu, sampel yang dihasilkan dipreparasi kembali untuk dilapisi dengan PEG-4000 dan didoping dengan ZnO.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 @PEG:ZnO menggunakan metode kopresipitasi yang terdiri dari tiga tahap. Tahap pertama melakukan sintesis Fe_3O_4 , diikuti dengan tahap kedua yaitu pelapisan nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan polietilen glikol (PEG-4000). Pada tahap ketiga, nanopartikel Fe_3O_4 @PEG didoping dengan Zink Oksida (ZnO).

Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk menentukan struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal material yang terbentuk. Proses ini memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan atom-atom dalam partikel. Data keluaran dari karakterisasi XRD berupa nilai 2θ dan intensitas. Variabel kontrol yang digunakan dalam karakterisasi XRD ini meliputi panjang gelombang sebesar $1,541 \text{ \AA}$ dan rentang sudut penembakan sinar antara 5° hingga 90° . Pola XRD Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 @PEG:ZnO ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Pola XRD Fe_3O_4 dan Fe_3O_4 @PEG:ZnO

Berdasarkan hasil grafik yang diperoleh seperti pada Gambar 1, menunjukkan bahwa nanopartikel telah berhasil terbentuk yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak karakteristik Fe_3O_4 dan ZnO. Pada sampel Fe_3O_4 , pola difraksi menunjukkan puncak-puncak yang mengindikasikan indeks miller (hkl) khas untuk Fe_3O_4 , sehingga menginformasikan terbentuknya fasa Fe_3O_4 dalam sampel tersebut. Hal ini terlihat dari parameter yang diestimasi pada sudut $2\theta = 35.60^\circ$, yang merupakan puncak utama dengan indeks miller (311). Selain itu, keberadaan fasa Fe_3O_4 juga didukung oleh beberapa puncak difraksi lainnya pada sudut 2θ , yaitu 30.21° , 43.25° , 53.79° , 57.21° , 62.84° , 74.42° yang masing-masing memiliki indeks miller (220), (400), (422), (511), (440), dan (533). Analisis pola difraksi ini telah divalidasi dengan data XRD dari *crystallography open database* (COD) No. 9006920. Selain fasa Fe_3O_4 , analisis juga menunjukkan keberadaan fasa Fe_2O_3 (COD No.9000139), meskipun tidak ditemukan indeks miller yang berkaitan dengan fasa tersebut.

Pada sampel Fe_3O_4 @PEG:ZnO, pola difraksi menunjukkan puncak-puncak yang mengindikasikan indeks miller (hkl) khas untuk Fe_3O_4 dan ZnO, menginformasi keberadaan kedua fasa tersebut dalam sampel. Hal ini ditunjukkan oleh nilai parameter yang diestimasi pada sudut $2\theta = 35.70^\circ$, yang merupakan puncak utama dengan indeks miller (311) dari fasa Fe_3O_4 . Selain itu, keberadaan fasa Fe_3O_4 dan ZnO diperkuat dengan beberapa puncak difraksi lainnya pada sudut 2θ , masing-masing 30.22° , 31.83° , 43.24° , 47.57° , 53.74° , 56.99° , 62.83° , 68.07° , 74.34° yang memiliki

indeks miller berturut-turut (220), (100), (400), (102), (422), (110), (440), (112), dan (533). Analisis pola difraksi pada fasa ZnO telah dicocokkan dengan data XRD dari *crystallography open database* (COD) No. 1011258.

Berdasarkan hasil perhitungan menggunakan persamaan *Scherrer*, ukuran kristal pada sampel Fe₃O₄ diperoleh sebesar 7,963 nm dan Fe₃O₄@PEG:ZnO sebesar 6,014 nm. Peningkatan ini menunjukkan adanya pengaruh pelapisan partikel Fe₃O₄ dengan PEG dan ZnO terhadap ukuran kristal yang terbentuk, yang dapat disebabkan oleh perubahan struktur atau interaksi antar material dalam nanopartikel.

5. KESIMPULAN

Nanopartikel Fe₃O₄@PEG:ZnO berhasil disintesis. Proses sintesis melibatkan pencampuran senyawa hidrat seperti FeCl₃·6H₂O dan FeSO₄·7H₂O untuk membentuk Fe₃O₄, diikuti dengan penambahan amonium hidroksida (NH₄OH 10%) sebagai pengendap nanopartikel. Polietilen glikol (PEG) digunakan sebagai penstabil selama sintesis sebelum nanopartikel didoping dengan ZnO. Hasil karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan ukuran kristal ZnO sebesar 4,493 nm dan Fe₃O₄@PEG:ZnO sebesar 6,014 nm, yang dihitung menggunakan persamaan Scherrer.

6. REFERENSI

- A. Musa Rampengan And S. Milian Tompunu Tengker, "Analisa Sifat Kemagnetan Polimer Poliethylen Glycol (Peg-4000)-Coated Nanopartikel Magnetite Fe₃O₄ Menggunakan Vibrating Sample Magnetometer (Vsm)," *Fuller. Journ. Chem*, Vol. 6, No. 2, Pp. 161–164, 2021, Doi: 10.37033/Fjc.V6i2.376.
- Antarnusa, G., & Suharyadi, E. (2020). A Synthesis Of Polyethylene Glycol (Peg)-Coated Magnetite Fe₃O₄ Nanoparticles And Their Characteristics For Enhancement Of Biosensor. *Materials Research Express*, 7(5), 56103. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/Ab8bef>.
- Karel, I. S., Sesa, E., & Darwis, D. (2016). Penentuan Ukuran Butiran Kulit Pisang Hasil Variasi Suhu Menggunakan Analisa Xrd Melalui Persamaan Scherrer. *Gravitasi*, 15(2).
- Li, Y., And Jin, R. 2020. Seeing Ligands On Nanoclusters And In Their Assemblies By X-Ray Crystallography: Atomically Precise Nanochemistry And Beyond. *Journal Of The American Chemical Society*, 142(32), 13627-13644.
- Muthukumaran, T., & Philip, J. (2024). A Review On Synthesis, Capping And Applications Of Superparamagnetic Magnetic Nanoparticles. *Advances In Colloid And Interface Science*, 334(September), 103314. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2024.103314>
- Oktamuliani, S. (2015). Identifikasi Mineral Pada Bantuan Granit Di Geopark Merangin Provinsi Jambi Menggunakan X-Ray Diffraction (Xrd) Dan Scanning Electron Microscopy Abstrak. *Jop*, 1 (November 2015), 12-17.
- Saragi, Togar. 2018. "Optical And Crystalline Characteristics Of Magnetite Nanoparticles." *Jurnal Ilmu Dan Inovasi Fisika* 2(1):53–56.
- Syihabuddin, M. (2024). *Green Synthesis Nanopartikel Fe 3 O 4 Dengan Bioreduktor Ekstrak Daun Mimba (Azadirachta Indica) : Aplikasi Sebagai Material Fotokatalis Degradasi Methylene Blue*. 13, 118–123.
- Taib, Suryani, And Edi Suharyadi. 2015. "Sintesis Nanopartikel Magnetite (Fe₃O₄) Dengan Template Silika (SiO₂) Dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya." *Indonesian Journal Of Applied Physics* 5(01):23. Doi: 10.13057/Ijap.V5i01.256.
- Veronica, Yessi, Astuti Astuti, And Sri Rahayu Alfitri Usna. 2022. "Sintesis Dan Karakterisasi Nanokomposit Fe₃O₄@Peg:Zno." *Jurnal Fisika Unand* 11(1):29–36. Doi: 10.25077/Jfu.11.1.29-36.2022.
- Zavisova, V. Et Al., 2015, 'The Cytotoxicity Of Iron Oxide Nanoparticles With Different Modifications Evaluated In Vitro', *Journal Of Magnetism And Magnetic Materials*, Pp. 85–89.
- Zou, Guifu, Kan Xiong, Changlong Jiang, Hui Li, Tanwei Li, Jin Du, And Yitai Qian. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi Nanokomposit Nanopartikel Fe₃O₄@Peg:Zno."

193492(2010):193492.