

Preparasi dan karakterisasi mikrostruktur dan sifat magnet $ZnFe_2O_4$

Preparation and characterization of $ZnFe_2O_4$ on the microstructures and magnetic properties

Tua Raja Simbolon^{1*}, Timbangan Sembiring¹, Muhammadin Hamid¹, David Arianto Hutajulu¹, Martha Rianna¹, Achmad Maulana Soehada Sebayang³, Anggito P. Tetuko², Eko Arief Setiadi², Masno Ginting², dan Perdamean Sebayang^{2,3}

Received 22 November 2020
Accepted 7 December 2020
Published April 2021

¹Departemen Fisika, Universitas Sumatera Utara, 20155 Medan, Indonesia

²Pusat Penelitian Fisika (P2F), Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Serpong, Indonesia

³Departemen Teknik Mesin, Universitas Pamulang, Serpong, Indonesia

Abstrak. Telah berhasil dilakukan sintesis $ZnFe_2O_4$ menggunakan metode sol-gel. ZnO dan serbuk Fe_3O_4 dicampur dan dipanaskan menggunakan hot plate pada suhu $60^\circ C$ selama satu jam. Efek dari doping ZnO pada mikrostruktur, morfologi dan sifat magnet dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan VSM. Hasil dari XRD dan SEM mengkonfirmasi bahwa struktur $ZnFe_2O_4$ spinel ferit menunjukkan kristal rata-rata $1 \mu m$. Kemudian sifat kemagnetan $ZnFe_2O_4$ yang dikonfirmasi bersifat paramagnetik dengan kondisi optimum dari sifat kemagnetan tersebut tercantum sebagai berikut: M_s $0,4 \text{ emu}\cdot g^{-1}$, M_r $0,2 \text{ emu}\cdot g^{-1}$, dan H_c 230 Oe .

Abstract. $ZnFe_2O_4$ have been synthesized using sol-gel method. ZnO , and Fe_3O_4 powder was mixing with hotplate for one hour in $60^\circ C$. Effect of ZnO doped on microstructure, morphology and magnetic properties were investigated using XRD, SEM and VSM. The result of XRD and SEM confirmed that the $ZnFe_2O_4$ structure of spinel ferrite has average crystal of $1 \mu m$. The magnetic properties of $ZnFe_2O_4$ confirmed paramagnetic with the optimum condition of the magnetic properties are listed in the following: M_s $0.4 \text{ emu}\cdot g^{-1}$, M_r $0.2 \text{ emu}\cdot g^{-1}$, and H_c 230 Oe .

Keywords: $ZnFe_2O_4$, Sol-gel method, Microstructures, Magnetic Properties.

Pendahuluan

Seiring dengan berkembangnya zaman dan teknologi yang sudah semakin canggih maka terdapat banyak perkembangan inovasi pembuatan material khususnya material nanomagnetik. Diantara inovasi pembuatan material magnetik yang terus dikembangkan adalah seperti bahan material magnetik berbasis spinel ferit. MFe_2O_4 ($M = Zn^{2+}, Co^{2+}, Cu^{2+}, Ni^{2+}, Mg^{2+}, Fe^{2+}$) merupakan senyawa yang memiliki struktur spinel dimana dalam sistem kristal kubik dengan dikelompokkan pada ruang $Fd3m$, dimana tersusun dari ion oksigen yang padat dengan seperdelapan dari celah tetrahedral dan satu-setengah dari celah oktahedral ditempati oleh kation (Ibrahim *et al.*, 2016; Sripriya *et al.*, 2017). Distribusi kation M struktur mempengaruhi dalam pembentukan struktur spinel selama proses sintesis dilakukan, dimana akan memiliki mikrostruktur, sifat magnet dan kelistrikan yang berbeda sesuai dengan banyak aplikasi, seperti dalam penyerapan air limbah sistem (Ivanets *et al.*, 2019), pigmen anorganik (Chavarriaga *et al.*, 2018) atau pendinginan magnetik (Franco *et al.*, 2018). Di sisi lain, Manikandan *et al.* (2014) juga mempublikasikan berbagai nanopartikel ferit untuk aplikasi fotokatalis, aktivitas antibakteri dan sebagai sensor kelembaban. Spinel ferit dapat diaplikasikan pada biomedis, perangkat elektronik

(Anandan *et al.*, 2017), *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) dengan sifat magnet spinel ferit MFe_2O_4 ($M = Fe, Co, Mn$) untuk membantu identifikasi penyakit (C.P *et al.*, 2012), dan penyerap gelombang mikro (Sembiring, *et al.*, 2019). Ferit dengan rumus $X.Fe_2O_3$ ($X = MgO, ZnO, MnO$ dan CaO) dapat dibuat dalam beberapa metode seperti *mechanical alloying*, penambahan MgO pada Fe_2O_3 metode co-presipitasi (Saputra *et al.*, 2020), metode *hydrothermal* dan sebagainya. ZnO merupakan komponen material elektrik karena memiliki sifat mesoporous, sebaran area yang besar, resistivitas yang rendah, sifat magnetik, sifat listrik dan sifat optik yang menarik (Sarkar *et al.*, 2012).

Penambahan ZnO pada Fe_2O_3 dapat menaikkan sifat kristalinitas, energi gap dan sifat magnetik (Khayatian *et al.*, 2016). Kim *et al.* (2019) melaporkan penambahan MnO pada Fe_2O_3 sebagai katalis mampu diaplikasikan dalam pemisahan air dan sebagai katalis (Dolgykh *et al.*, 2014). Aliah *et al.* (2018) juga melaporkan sintesis material keramik ferit untuk aplikasi sensor, hasil optimum sensitivitas sensor didapat sebesar 47,41%. Berdasarkan hasil literatur review diatas, dalam penelitian ini akan dibuat material magnet nanokomposit $ZnFe_2O_4$ dengan metode sol-gel untuk mempelajari mikrostruktur dan sifat magnet dari $ZnFe_2O_4$.

Metodologi

Pertama, zink nitrat heksahidrat ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) dan ferric nitrat nonahidrat ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) digunakan sebagai prekursor untuk preparasi sintesis nanokomposit magnet $ZnFe_2O_4$ dengan metode sol-gel combustion. Rasio molar antara zink nitrat dan ferric nitrat adalah 1:1 mol% yang dilarutkan ke dalam air deionisasi (*deionized water*) yang diaduk selama 1 jam pada suhu $60^\circ C$ dengan hotplate. Setelah itu, sol transparan dikeringkan pada suhu $90^\circ C$ selama 12 jam hingga air menguap (evaporasi). Serbuk yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam tanur dan dikalsinasi pada suhu $400^\circ C$ selama 2 jam untuk meningkatkan kristalinitas dan katalisisnya. Kemudian dianalisa mikrostruktur menggunakan XRD dan SEM serta sifat magnet menggunakan VSM.

Hasil Penelitian

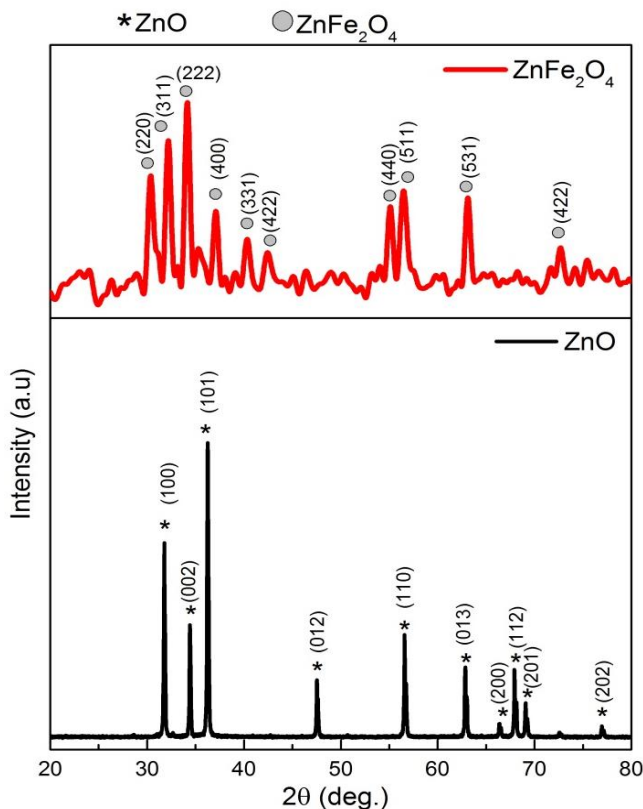
Hasil pola difraksi sinar-X pada sintesis ZnO dan $ZnFe_2O_4$ ditampilkan pada Gambar 1. Pada gambar menunjukkan bahwa hasil puncak dhkl mengandung unsur Zn dan $ZnFe_2O_4$. Hal ini telah bersesuaian dengan hasil penelitian oleh Dewi, Widanarto and Effendi, (2019). Perubahan fasa terjadi akibat pengaruh kalsinasi berdampak pada ukuran butiran kristal (Rianna, et al., 2019).

butiran kristal. Ukuran butiran kristal ini akan memperlihatkan tingkat homogenitas saat proses pencampuran prekursor (Qin et al., 2017).

Tabel 1 Parameter kisi ZnO dan $ZnFe_2O_4$

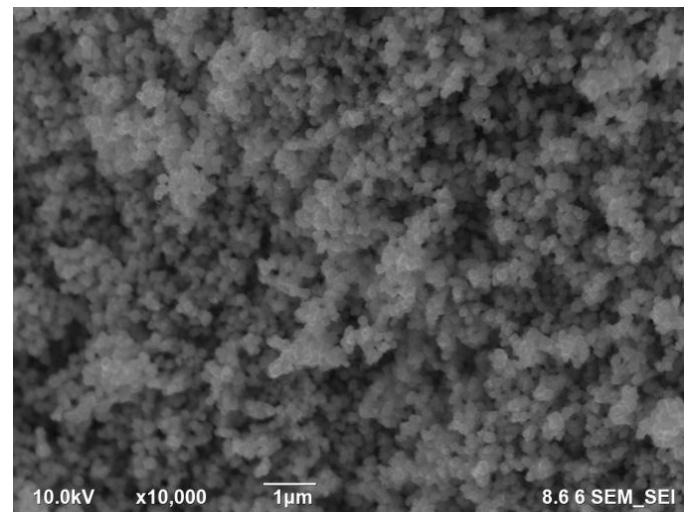
Nama Sampel	2θ (deg.)	a (Å)	D (nm)	ϵ (10^{-3})	δ (10^{15} line/m ²)
ZnO	34,40	8,42	29,75	3,44	5,07
$ZnFe_2O_4$	34,47	8,40	18,92	4,68	3,26

Gambar 2 menunjukkan hasil pengujian SEM dari $ZnFe_2O_4$. Dari hasil SEM menunjukkan bahwa sampel memiliki ukuran partikel uniform. Hal ini diakibatkan penambahan aditif Zn yang mempercepat proses densifikasi (Sun et al., 2013). Kemudian hasil EDS pada Gambar ditunjukkan pada Tabel 2. Hasil EDS menunjukkan bahwa element unsur penyusun sampel terdiri atas Zn sebesar 10,1 %, Fe sebesar 18,4%, dan O sebesar 38,5%.



Gambar 1 Hasil XRD ZnO dan $ZnFe_2O_4$

Tabel 1 menunjukkan parameter kisi yang dihitung menggunakan persamaan *Deybe Scherrer*. Penambahan Fe pada ZnO menjadi $ZnFe_2O_4$ mempengaruhi ukuran



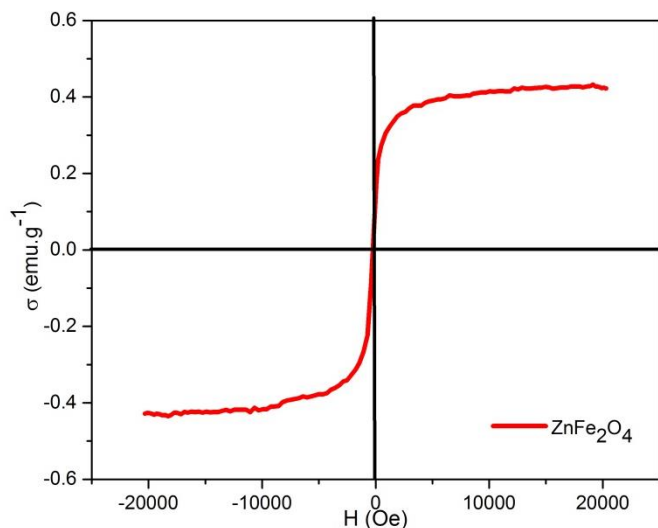
Gambar 2 Hasil SEM $ZnFe_2O_4$

Tabel 2 Hasil EDS dari SEM $ZnFe_2O_4$

Unsur	Berat %	Atomik %
Zn	19,8	10,1
Fe	29,2	18,4
O	51,0	38,5

Gambar 3 menunjukkan hasil sifat magnet dari material $ZnFe_2O_4$. Nilai koersivitas dihasilkan sebesar 230 Oe, nilai saturasi sebesar $0,4 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ dan nilai remanansi sebesar $0,2 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$. $ZnFe_2O_4$ menunjukkan sifat paramagnetik yang mungkin disebabkan oleh *impurty* atau oksigen *vacancy* setelah disintesis (Hofmann et al., 2007; Rianna, et al., 2019). Hasil ini sama yang telah dilaporkan oleh Rahmayeni et al (2020) bahwa hasil sifat parameter magnetik M_s $0,43 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ dan $0,7 \text{ emu} \cdot \text{g}^{-1}$ menunjukkan sifat paramagnetik. Hal ini sama dilaporkan dalam

penelitian sebelumnya oleh Sebayang *et al.* (2007) bahwa penambahan bahan aditif dapat merubah sifat magnet dan mikrostruktur dari suatu material magnet. Penambahan ZnO terhadap Fe₃O₄ telah mengubah sifat magnet menjadi paramagnetik (Fu and Wang, 2011).



Gambar 3. Hasil VSM ZnFe₂O₄

Kesimpulan

ZnFe₂O₄ telah berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel untuk dilihat mikrostruktur dan sifat magnetnya. Hasil pola XRD dan SEM menunjukkan bahwa ZnFe₂O₄ mengandung unsur Zn dan ZnFe₂O₄ dengan ukuran partikel uniform. Nilai koersivitas dihasilkan sebesar 230 Oe, nilai saturasi sebesar 0,4 emu·g⁻¹ dan nilai remanensi sebesar 0,2 emu·g⁻¹. Penambahan ZnO pada Fe₃O₄ menunjukkan bahwa bahan aditif dapat merubah sifat magnet dan mikrostruktur dari suatu material magnet ZnO.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Universitas Sumatera Utara dari Penelitian Talenta dan Pusat Penelitian Fisika (P2F) Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Jakarta.

Referensi

Aliah, H. *et al.* (2018) 'Semiconductor Ceramic Mn_{0.5}Fe_{1.5}O₃-Fe₂O₃ from Natural Minerals as Ethanol Gas Sensors', in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. doi: 10.1088/1757-899X/367/1/012041.

Anandan, S. *et al.* (2017) 'Magnetic and catalytic properties of inverse spinel CuFe₂O₄ nanoparticles', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 432, pp. 437–443. doi: 10.1016/j.jmmm.2017.02.026.

C, P. *et al.* (2012) 'Superparamagnetic MFe₂O₄ (M = Fe, Co, Mn) Nanoparticles: Tuning the Particle Size and Magnetic Properties through a Novel One-Step Coprecipitation Route', *Chemistry of Materials*, 24(8), pp. 1496–1504. doi: 10.1016/S0026-2714(03)00334-2.

Chavarriaga, E. A. *et al.* (2018) 'Synthesis by solution combustion and optical characterization of violet NASICON-type Mg_{0.45}Co_{0.05}Ti₂(PO₄)₃ pigment', *Dyes and Pigments*. doi: 10.1016/j.dyepig.2018.04.041.

Dewi, L. R., Widanarto, W. and Effendi, M. (2019) 'Pengaruh temperatur sintering terhadap komposisi, sifat magnetik dan absorpsi gelombang mikro komposit nano zinc-ferit', *Jurnal Teras Fisika*. doi: 10.20884/1.jtf.2019.2.1.1514.

Dolgykh, L. Y. *et al.* (2014) 'Catalytic Properties of MnO, Fe₂O₃, and MnFe₂O₄ in the Steam Reforming of Ethanol', *Theoretical and Experimental Chemistry*, 50(4), pp. 245–249. doi: 10.1007/s11237-014-9366-6.

Franco, V. *et al.* (2018) 'Magnetocaloric effect: From materials research to refrigeration devices', *Progress in Materials Science*. doi: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.005.

Fu, Y. and Wang, X. (2011) 'Magnetically separable ZnFe₂O₄-graphene catalyst and its high photocatalytic performance under visible light irradiation', *Industrial and Engineering Chemistry Research*. doi: 10.1021/ie200162a.

Hofmann, D. M. *et al.* (2007) 'Properties of the oxygen vacancy in ZnO', *Applied Physics A: Materials Science and Processing*. doi: 10.1007/s00339-007-3956-2.

Ibrahim, I. *et al.* (2016) 'Synthesis of magnetically recyclable spinel ferrite (MFe₂O₄, M=Zn, Co, Mn) nanocrystals engineered by sol gel-hydrothermal technology: High catalytic performances for nitroarenes reduction', *Applied Catalysis B: Environmental*. doi: 10.1016/j.apcatb.2015.08.005.

Ivanets, A. *et al.* (2019) 'Effect of metal ions adsorption on the efficiency of methylene blue degradation onto MgFe₂O₄ as Fenton-like catalysts', *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. doi: 10.1016/j.colsurfa.2019.03.071.

Khayatian, A. *et al.* (2016) 'The effect of fe-dopant concentration on ethanol gas sensing properties of fe doped ZnO/ZnO shell/core nanorods', *Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, 84, pp. 71–78. doi: 10.1016/j.physe.2016.05.030.

Kim, J. *et al.* (2019) 'Electrochemical synergies of heterostructured Fe₂O₃-MnO catalyst for oxygen evolution reaction in alkaline water splitting', *Nanomaterials*, 9(10). doi: 10.3390/nano9101486.

Manikandan, A. *et al.* (2014) 'A simple aloe vera plant-extracted microwave and conventional combustion synthesis: Morphological, optical, magnetic and catalytic properties of CoFe₂O₄ nanostructures', *Journal of Molecular Structure*. doi: 10.1016/j.molstruc.2014.07.054.

Qin, M. *et al.* (2017) 'Zinc ferrite composite material with controllable morphology and its applications', *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*. doi: 10.1016/j.mseb.2017.07.016.

Rahmayeni *et al.* (2020) 'Synthesis of ZnO/ZnFe₂O₄ nanocomposites in organic free media and their photocatalytic activity under natural sunlight', *Journal of Mechanical Engineering and Sciences*, 14(2), pp. 6801–6810. doi: 10.15282/JMES.14.2.2020.20.0532.

Rianna, M., Sembiring, T., *et al.* (2019) 'Effect of calcination temperature on Microstructures, magnetic properties, and microwave absorption on BaFe_{11.6}Mg_{0.2}Al_{0.2}O₁₉ synthesized from natural iron sand', *Case Studies in Thermal Engineering*, 13. doi: 10.1016/j.csite.2019.100393.

Rianna, M., Situmorang, M., *et al.* (2019) 'The effect of Mg-Al

- additive composition on microstructure, magnetic properties, and microwave absorption on $\text{BaFe}_{12-2x}\text{Mg}_x\text{Al}_x\text{O}_{19}$ ($x=0-0.5$) material synthesized from natural iron sand', *Materials Letters*. doi: 10.1016/j.matlet.2019.126612.
- Saputra, C. *et al.* (2020) 'Sintesis Magnesium Ferit Berbasis Pasir Besi dari Sarmi menggunakan Metode Kopesipitasi', *Jurnal Fisika Flux: Jurnal Ilmiah Fisika FMIPA Universitas Lambung Mangkurat*. doi: 10.20527/flux.v17i2.6932.
- Sarkar, D. *et al.* (2012) 'Enhanced electrical, optical, and magnetic properties in multifunctional $\text{ZnO}/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ semiconductor nanoheterostructures by heterojunction engineering', *Journal of Physical Chemistry C*, 116(44), pp. 23540–23546. doi: 10.1021/jp3087732.
- Sebayang, P. *et al.* (2007) 'Efek Aditif Al_2O_3 dan Suhu Sintering terhadap Karakteristik Keramik $-\text{Al}_2\text{O}_3$ ', *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. doi: 10.12962/j24604682.v3i2.977.
- Sripriya, R. C. *et al.* (2017) 'Synthesis and Characterization studies of ZnFe_2O_4 nanoparticles', *Mechanics, Materials Science and Engineering*.
- Sun, L. *et al.* (2013) 'Synthesis of $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{ZnO}$ nanocomposites immobilized on graphene with enhanced photocatalytic activity under solar light irradiation', *Journal of Alloys and Compounds*. doi: 10.1016/j.jallcom.2013.02.147.