

Pemanfaatan Ekstrak Daun Sirih Hijau (*Piper Betle* Linn.) sebagai *Capping Agent* dalam *Green Synthesis* Spinel Ferit $ZnFe_2O_4$ untuk Remediasi Fenol dalam Air dan sebagai Anti Bakteri

Rahmayeni*, Putri Yuliani, Yulia Eka Putri, Yeni Stiadi

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang, Indonesia

Corresponding Author:
Rahmayeni
rahmayenni@sci.unand.ac.id

Received: January 2024
Accepted: March 2024
Published: March 2024

©Rahmayeni et al. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited.

Abstract

The spinel ferrite material $ZnFe_2O_4$ was synthesized using a green synthesis approach by the hydrothermal method. In the synthesis, 2M NaOH was used as a mineralizer and betel leaf extract with varying volumes of 1, 3, 5, and 7 mL as a capping agent, then continued with calcination at 500, 600, and 700°C. Several devices, such as XRD, FT-IR, SEM-EDX, DRS-UV-Vis, and VSM, were used to characterize the synthesized $ZnFe_2O_4$ material. The pattern of XRD indicated that the $ZnFe_2O_4$ material has a cubic structure, where the increase in crystal size was after calcination. The Fourier Transform Infra-Red (FT-IR) spectrum shows the Fe-O interaction at wave numbers 427-417 cm^{-1} , which is located on the octahedral side, while the Zn-O interaction at wave numbers 534-510 cm^{-1} , which is located on the tetrahedral side in spinel ferrite structure. From the DRS UV-Vis spectrum pattern and band gap values, it was found that the material absorbs light in the visible region. Scanning Electron Microscope (SEM) images show that the morphology of the synthesized material is circular. The Vibrating Sample Magnetometer (VSM) hysteresis curve shows that the synthesized $ZnFe_2O_4$ has paramagnetic properties. The synthesized $ZnFe_2O_4$ material has photocatalytic activity towards phenolic compounds with a degradation percentage reaching 62.2%, and this material is active as an antibacterial with an inhibition area of 14.4 for *S. aureus* bacteria.

Keywords: $ZnFe_2O_4$, paramagnetic, betle leaf, photocatalyst, antibakteri

Pendahuluan

Pencemaran perairan yang dihasilkan oleh beberapa zat organik berbahaya seperti zat warna dan obat-obatan telah meningkatkan perhatian para ahli di bidang penanganan lingkungan.. Fenol adalah salah satu polutan organik yang sering dijumpai dalam perairan khususnya dari limbah rumah sakit. Menurut National Pollutant Release Inventory (NPRI)

Kanada, fenol tergolong polutan prioritas dalam air^[1]. Beberapa metode telah dilaporkan untuk menghilangkan polutan organik seperti filtrasi, pertukaran ion, degradasi fotokatalitik, dan adsorpsi. Di antara metode-metode ini, degradasi secara fotokatalitik adalah teknik yang efisien karena kemudahan dalam proses, efektivitas biaya, dan melibatkan pemanfaatan radikal bebas oksidatif yang sangat reaktif dan kuat untuk menguraikan polutan dari senyawa

organik. Selama beberapa dekade terakhir, fotokatalis semikonduktor menawarkan jalur yang sangat cocok untuk menghilangkan pencemaran air, karena berbagai polutan organik dapat terdegradasi di bawah sinar UV atau cahaya matahari dengan adanya fotokatalis^[2].

Dalam proses fotokatalitik spinel ferit merupakan material yang menarik perhatian karena mempunyai kemampuan sebagai fotokatalis. Spinel ferit merupakan bahan magnetik dengan rumus molekul MFe_2O_4 , di mana M adalah ion logam divalen seperti Co, Cu, Ni, Mn, dan Zn^[3]. Spinel ferit memiliki beberapa struktur spinel termasuk normal, campuran, dan spinel terbalik. Karakternya yang menarik dengan konduktivitas termal tinggi, stabilitas kimia yang baik, memiliki sifat optik dan resistif magnet, serta biaya sintesis murah menjadikan material ini banyak digunakan untuk berbagai keperluan^[4]. Spinel ferit dapat digunakan dalam berbagai aplikasi seperti penyimpanan data, biosensor, pengiriman obat dan diagnosis penyakit, sensor gas, perangkat elektronik, katalisator, dan lainnya. Untuk remediasi lingkungan, ferit telah menjadi bahan yang menjanjikan karena ukurannya celah pita yang sempit (1,1-2,3 eV), biaya rendah, tidak beracun, stabilitas termal dan kimia sehingga dapat digunakan sebagai fotokatalis^[5].

Nanopartikel zink berbasis ferit ($ZnFe_2O_4$) telah menarik perhatian karena sifat-sifatnya yang unik, lebih stabil dan mempunyai kemampuan dalam berbagai aplikasi seperti sebagai sensor gas, bidang kedokteran, adsorben, semikonduktor dan sebagai fotokatalis. Dalam aplikasinya spinel ferit sangat dipengaruhi oleh sifat magnetiknya. Spinel ferit $ZnFe_2O_4$ memiliki celah pita sempit yaitu sebesar 1.9 eV sehingga dapat dimanfaatkan untuk aplikasi fotokatalitik menggunakan sinar tampak seperti sinar matahari. $ZnFe_2O_4$ memiliki sifat magnetik sehingga apabila digunakan pada degradasi limbah, partikelnya mudah untuk dikumpulkan karena dapat ditarik kembali menggunakan magnet dan digunakan untuk proses berikutnya. Spinel ferit $ZnFe_2O_4$ menjadi

salah satu fotokatalis menjanjikan di bidang fotodegradasi industri dari bahan organik. $ZnFe_2O_4$ memiliki struktur spinel dengan simetri kubus dalam kelompok ruang O_h^7-Fd3m yang memiliki 2 daerah yaitu tetrahedral diisi oleh ion-ion Zn^{2+} dan oktahedral diisi oleh ion Fe^{3+} ^[6].

Penelitian tentang sintesis $ZnFe_2O_4$ telah dilakukan dengan beberapa metode seperti metode *solution combustion*^[7], metode *mechanical milling process*^[8], metode kopresipitasi^[9], metode mikroemulsi^[10], metode *sol-gel auto combustion*, metode hidrotermal ^[11], metode polimerisasi kompleks (PC) ^[12] dan metode hidrotermal dengan menggunakan etilen glikol dan natrium asetat ^[13]. Dari beberapa penelitian terkait dengan sintesis $ZnFe_2O_4$ yang telah dilakukan peneliti sebelumnya di temukan masih menggunakan bahan kimia sebagai media reaksi, pereduksi dan penstabil yang diketahui tidak ramah lingkungan. Oleh karena diperlukan suatu metode yang lebih ramah lingkungan yaitu dengan memodifikasi metode hidrotermal menggunakan ekstrak bahan alam sebagai pengganti bahan kimia. Metode hidrotermal mempunyai kelebihan dalam sintesis material karena ramah lingkungan, ukuran partikel yang dihasilkan dapat dikontrol, dan tingkat kemurnian produk yang tinggi. Metode hidrotermal dapat dimodifikasi dengan menggunakan pelarut yang berasal dari bahan alam seperti daun rambutan, daun lidah buaya, daun sirih dan daun gambir sebagai media reaksi^[14].

Dalam tulisan ini, dilaporkan tentang sintesis hijau $ZnFe_2O_4$ menggunakan metode hidrotermal dengan adanya ekstrak daun sirih hijau sebagai media reaksi dan *capping agent*. Tanaman sirih termasuk ke dalam family *Piperaceae* dikenal juga sebagai tanaman yang hijau sepanjang tahun dan memiliki daun yang berbentuk hati^[15]. Pada ekstrak daun sirih terdapat kandungan fitokimia seperti flavonoid, alkaloid, terpenoid, saponin, tanin, gula pereduksi dan glikosida^[16]. Sirih dengan berbagai kandungan metabolit sekunder dapat dimanfaatkan sebagai tanaman obat yang sangat penting karena digunakan dalam

berbagai pengobatan^[17]. Senyawa aktif yang terkandung dalam ekstrak daun sirih dapat berfungsi sebagai *capping agent* yang dapat menangkap ion logam dan mengatur struktur nano dalam spinel ferit $ZnFe_2O_4$. Keuntungan dari metode hidrotermal yang didukung ekstrak bahan alam (*green method*) adalah menggunakan bahan yang murah, tidak beracun, prekursor ramah lingkungan dan prosedur yang sederhana^[18]. Efek konsentrasi ekstrak daun sirih dan suhu kalsinasi terhadap produk yang dihasilkan dipelajari dalam riset ini. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi dengan beberapa instrumen antara lain XRD, FT-IR, SEM, DRS Uv-vis, dan VSM untuk menganalisis struktur, interaksi dalam molekul, morfologi, kristalinitas, sifat magnetik, dan sifat optik. Selanjutnya $ZnFe_2O_4$ ferit spinel diterapkan sebagai fotokatalis untuk degradasi fenol dalam air dan sebagai antibakteri. Beberapa para meter terkait dengan uji secara fotokatalitik juga dilakukan dalam penelitian ini. Aktivitas sampel ferit terhadap bakteri diuji terhadap bakteri patogen bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*.

Metodologi Penelitian

Bahan Kimia

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Daun sirih hijau (*Piper betle* Linn) dari Lubuk Alung Kabupaten Padang Pariaman Sumatera Barat, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ (Merck), $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (Merck), NaOH (Merck), fenol (Merck), aluminium foil, kertas saring, kertas pH indikator, *Nutrient Agar* (NA), kapas, bakteri *Escherichia coli*, bakteri *Staphylococcus aureus*, anti biotik *amoxicillin* dan akuades.

Peralatan

Alat instrumentasi yang digunakan yaitu X-Ray Diffraction (XRD) menggunakan Philips X'pert powder PAN analytical, Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) menggunakan PAN Analytical, Scanning Electron Microscope (SEM-EDX) menggunakan Phenom-pro X, Diffuse Reflectance Spectroscopy Visible (DRS UV-Vis) menggunakan Analitik jena Specod 210, dan Vibrating Sample Magnetometer

(VSM) menggunakan Oxford 1.2 H. Untuk pengukuran sampel setelah proses degradasi digunakan Spktrofotometer UV-vis.

Prosedur penelitian

Persiapan Ekstrak Daun Sirih

Ekstrak daun sirih dipersiapkan dengan cara sebagai berikut: Daun sirih hijau dipotong kecil-kecil, lalu dikeringkan pada suhu kamar (28 ± 2 °C), setelah kering daun sirih dihaluskan dengan gerinda hingga berbentuk serbuk. Selanjutnya ditimbang 5 g serbuk halus daun sirih, lalu ditambahkan 50 mL akuades kemudian diaduk dengan kecepatan 500 rpm pada suhu 60°C selama 2 jam. Selanjutnya campuran didinginkan, disaring dan diambil filtratnya. Ekstrak yang dihasilkan disimpan dalam kulkas dan digunakan untuk pembuatan material $ZnFe_2O_4$.

Sintesis Material $ZnFe_2O_4$

Sintesis material spinel ferit $ZnFe_2O_4$ dilakukan dengan metode hidrotermal menggunakan ekstrak daun sirih sebagai *capping agent*^[19]. Sejumlah $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dan $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ dengan perbandingan 1:2 mol dilarutkan dalam ekstrak daun sirih dengan variasi 1, 3, 5, dan 7 mL lalu ditambahkan akuades pada kecepatan 500 rpm selama 3 jam. Larutan NaOH 2 M ditambahkan ke dalam larutan sampai pH 12. Kemudian campuran dituangkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan dalam oven pada suhu 180°C selama 3 jam. Endapan yang terbentuk kemudian disaring, dibilas dengan akuades hingga pH netral, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Sampel yang dihasilkan diberi kode ZnE1N, ZnE3N, ZnE5N, ZnE7N (untuk variasi ekstrak daun sirih 1, 3, 5, dan 7 mL) lalu dikarakterisasi. Kemudian ZnE5N dikalsinasi selama 4 jam dengan 3 variasi suhu yaitu 500°C, 600°C, dan 700°C (dengan kode ZnE5NK5, ZnE5NK6, dan ZnE5NK7) untuk melihat pengaruh suhu terhadap karakter material yang disintesis, dan dilanjutkan karakterisasi dengan berbagai peralatan. Sebagai pembanding dilakukan sintesis material $ZnFe_2O_4$ dengan penambahan ekstrak daun

sirih tanpa penambahan NaOH (ZnE) dengan metode yang sama.

Uji Aktivitas Fotokatalitik ZnFe₂O₄ terhadap Degradasi Fenol

Uji aktivitas terhadap material ZnFe₂O₄ dilakukan dengan berbagai variasi antara lain jenis katalis, konsentrasi fenol, dan lama penyinaran. Selain itu juga dilakukan uji aktivitas tanpa penyinaran dan uji efisiensi. Persen fenol yang terdegradasi dihitung menggunakan persamaan^[20]: $%D = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$, dimana C₀ adalah konsentrasi awal, C_t konsentrasi pada waktu t dan D adalah persentase jumlah sampel yang terdegradasi.

Variasi Jenis Katalis

Uji aktivitas fotokatalitik material ZnFe₂O₄ untuk variasi jenis katalis dilakukan dengan cara sebagai berikut: fenol ditimbang sebanyak 0,25 g dilarutkan dalam akuades untuk mendapatkan konsentrasi larutan induk 500 mgL⁻¹. Lalu larutan induk diencerkan menjadi 20 mgL⁻¹. Larutan tersebut diambil 20 mL dan masing-masing ditambahkan 0,02 g material magnetik ZnE1N, ZnE3N, ZnE5N, ZnE7N, ZnE5NK5, ZnE5NK6, dan ZnE5NK7. Setelah itu campuran tersebut kemudian disinari di bawah sinar matahari selama 2 jam. Kemudian volume cairan dicukupkan seperti awal dengan menambahkan akuades. Lalu larutan dipisahkan dari katalis dan diukur serapannya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 270 nm. Beberapa parameter terkait uji aktivitas fotokatalitik seperti variasi konsentrasi, waktu kontak, jumlah katalis dan efisiensi pemakaian katalis juga ditentukan. Untuk uji pengaruh konsentrasi dilakukan dengan membuat larutan larutan fenol dalam berbagai variasi konsentrasi yaitu 10, 15, 20, 25 dan 30 mgL⁻¹). Untuk uji variasi lama penyinaran (waktu kontak) dilakukan dengan memvariasikan lama penyinaran (1, 2, dan 3 jam). Sedangkan untuk uji efisiensi pemakaian jumlah katalis dilakukan dengan memvariasikan jumlah penambahan katalis (10, 15, 20 dan 25 mg). Selain itu juga dilakukan uji aktifitas katalitik spinel ferit yang dihasilkan

tanpa cahaya dan uji efisiensi pemakaian katalis^[21].

Variasi Konsentrasi Fenol

Uji variasi konsentrasi fenol dilakukan dengan cara sebagai berikut: larutan induk fenol 500 mgL⁻¹ diencerkan menjadi 10, 15, 20, 25 dan 30 mgL⁻¹. Larutan tersebut diambil masing-masing 20 mL dan ditambahkan 0,02 gram katalis ZnE5N. Kemudian campuran tersebut disinari di bawah sinar matahari selama 2 jam. Setelah disinari ditambahkan akuades untuk menyamakan volume awal dan volume akhir, lalu katalis dipisahkan dan diukur serapan larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 270 nm. Sebagai kontrol dilakukan hal yang sama untuk larutan fenol tanpa katalis.

Variasi Lama Waktu Penyinaran

Uji variasi lama waktu penyinaran dilakukan dengan cara sebagai berikut: larutan induk fenol 500 mgL⁻¹ diencerkan menjadi 10 mgL⁻¹. Larutan tersebut diambil masing-masing 20 mL dan ditambahkan 0,02 gram katalis ZnE5N. Campuran tersebut disinari di bawah sinar matahari dengan lama waktu penyinaran 1, 2 dan 3 jam. Setelah disinari kemudian ditambahkan akuades untuk menyamakan volume awal dan volume akhir, lalu katalis dipisahkan dan diukur serapan larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 270 nm. Sebagai kontrol dilakukan hal yang sama untuk larutan zat warna fenol tanpa katalis.

Aktivitas Fotokatalitik Tanpa Cahaya Matahari

Larutan induk fenol 500 mgL⁻¹ diencerkan menjadi 10 mgL⁻¹. Lalu larutan tersebut diambil masing-masing 20 mL dan ditambahkan 0,02 gram katalis ZnE5N. Campuran disimpan di tempat gelap dengan lama waktu 1, 2 dan 3 jam. Kemudian ditambahkan akuades untuk menyamakan volume awal dan volume akhir, lalu katalis dipisahkan dan diukur serapan larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 270 nm. Sebagai

kontrol dilakukan hal yang sama untuk larutan fenol tanpa katalis.

Uji Efisiensi Katalis (Reuseability)

Untuk uji efisiensi katalis digunakan sampel ZnE5N yang telah dipakai sebelumnya. ZnE5N yang telah dipakai dicuci dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 1 jam. Larutan induk fenol 500 mgL⁻¹ diencerkan menjadi 10 mgL⁻¹. Larutan tersebut diambil 20 mL dan ditambahkan 0,02 gram katalis ZnE5N. Campuran tersebut kemudian disinari di bawah sinar matahari dengan lama waktu penyinaran 3 jam. Setelah disinari kemudian ditambahkan akuades untuk menyamakan volume awal dan volume akhir lalu larutan dipisahkan dari katalis dan diukur serapan larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 270 nm. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali dengan katalis yang sama.

Uji Aktivitas Antibakteri ZnFe₂O₄

Nutrient agar (NA) ditimbang sebanyak 10 g, kemudian dilarutkan dalam 500 mL akuades. Campuran dipanaskan hingga mendidih, lalu disterilkan dalam autoklaf pada suhu 121°C selama 20 menit dan didinginkan sampai suhu 45°C. Selanjutnya cawan petri yang akan digunakan sebagai wadah disterilkan dalam autoklaf pada suhu 45°C selama 2 jam. Dilain tempat disiapkan bakteri biakan *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* sebanyak 2 ose dalam 5 mL akuades steril. Kemudian ditambahkan 0,1 mL bakteri ke dalam 20 mL media agar dan dihomogenkan. Media NA yang telah berisi bakteri dituangkan ke dalam petri steril dan dibiarkan sampai padat. Sampel nanomaterial hasil sintesis dengan konsentrasi 6% dimasukkan ke dalam sumur yang telah dibuat pada media agar dengan diameter lebih kurang 8 mm menggunakan kapas steril. Amoxicillin sebagai kontrol positif dimasukkan ke dalam sumur lain dan air sebagai kontrol negatif ke dalam sumur ketiga. Lalu diinkubasi selama 24 jam pada suhu 37°C. Setelah inkubasi, diukur diameter zona inhibisi^[21].

Karakterisasi

Material ferit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan peralatan X-Ray Diffraction (XRD) menggunakan Philips X'pert powder PAN analytical untuk menganalisis struktur dan ukuran kristal, Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) menggunakan PAN Analytical untuk menganalisis interaksi dan gugus fungsi, Scanning Electron Microscope (SEM-EDX) menggunakan Phenom-pro X untuk menganalisis morfologi permukaan dan komposisi unsur dalam spinel ferit, Diffuse Reflectance Spectroscopy Visible (DRS UV-Vis) menggunakan Analitik Jena Specod 210 untuk menganalisis sifat optik, dan Vibrating Sample Magnetometer (VSM) menggunakan Oxford 1.2 H untuk menganalisis sifat magnet.

Hasil dan Diskusi

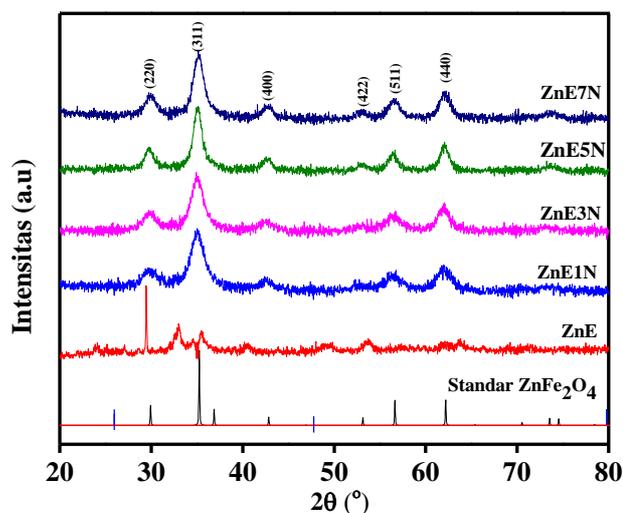
Analisis dengan XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal dari material spinel ferit yang disintesis. Ukuran kristal rata-rata dari material magnetik yang disintesis ditentukan menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

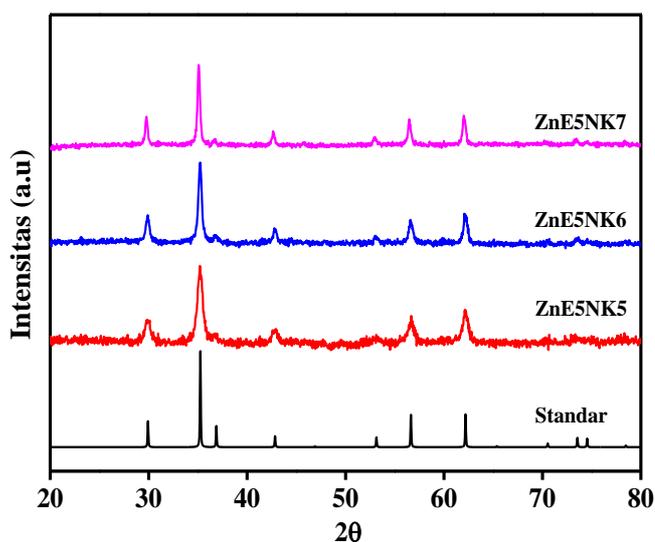
$$D = \frac{0,89\lambda}{\beta \cos \theta}$$

dimana λ adalah panjang gelombang dari radiasi sinar X, β adalah nilai FWHM dalam satuan radian dan θ adalah sudut difraksi refleksi. Struktur kristal dapat diketahui dengan membandingkan puncak dari pola XRD material yang disintesis dengan data standar^{[22][23]}.

Pola XRD pada Gambar 1. memperlihatkan puncak-puncak spesifik dari spinel ferit ZnFe₂O₄ yang tidak dikalsinasi. Pola difraktogram ZnFe₂O₄ yang disintesis tanpa penambahan NaOH (ZnE) tidak memperlihatkan puncak-puncak spesifik yang tajam yang mengindikasikan tidak terbentuknya spinel ferit.



Gambar 1. Pola XRD ZnFe_2O_4 dengan variasi penambahan ekstrak daun sirih



Gambar 2. Pola XRD dari spinel ferit ZnE5NK5 , ZnE5NK6 , dan ZnE5NK7

Pola XRD ZnFe_2O_4 yang disintesis dengan penambahan NaOH dan ekstrak daun sirih memperlihatkan puncak-puncak spesifik yang sama dan tidak begitu tajam pada $2\theta = 29,75^\circ$, $35,12^\circ$, $42,54^\circ$, $52,61^\circ$, $56,65^\circ$, dan $62,05^\circ$ dengan indeks miller (220), (311), (400), (422), (511), dan (440). Material yang disintesis merupakan ZnFe_2O_4 yang memiliki struktur ruang kubus sesuai dengan standar ICSD dengan kode 158837. Dari pola XRD untuk ZnE1N , ZnE3N , ZnE5N , dan ZnE7N tidak terdeteksi adanya pengotor dari senyawa lain. Ukuran kristal rata-rata yang didapatkan untuk ZnE1N ,

ZnE3N , ZnE5N , dan ZnE7N yaitu 4,38 nm, 4,16 nm, 6,81 nm, dan 5,69 nm berturut-turut. Jadi peningkatan jumlah ekstrak cenderung memperbesar ukuran kristal dari ZnFe_2O_4 .

Pola XRD untuk ZnFe_2O_4 setelah dikalsinasi (Gambar 2) memperlihatkan puncak-puncak spesifik yang tajam pada 2θ yang sama sesuai dengan bidang ZnFe_2O_4 dari standar ICSD dengan kode 158837. Pemanasan material spinel ferit ZnFe_2O_4 pada suhu yang tinggi menghasilkan puncak-puncak yang tinggi dan tajam yang megindikasikan terbentuk struktur

kubus dari spinel ferit $ZnFe_2O_4$ dengan kristalinitas yang lebih baik dari yang didapat oleh peneliti sebelumnya^[24]. Untuk uji pengaruh suhu terhadap karakter spinel ferit dilakukan terhadap sampel ZnE5N karena mempunyai pola XRD yang lebih baik dari yang lain. Dari hasil analisis didapatkan bahwa peningkatan suhu dari 500 ke 700 °C menyebabkan lebar puncak yang terbentuk semakin kecil sehingga berdampak terhadap peningkatan ukuran kristal spinel ferit. Pada sampel ZnE5NK5 (suhu 500°C) muncul puncak pada $2\theta = 29,86^\circ, 35,23^\circ, 36,72^\circ, 42,93^\circ, 53,12^\circ, 56,66^\circ$ dan $62,16^\circ$ dengan indeks miller (220), (311), (222), (400), (422), (511), dan (440), lalu pada sampel ZnE5NK6 (suhu 600°C) muncul puncak pada $2\theta = 29,89^\circ, 35,22^\circ, 36,75^\circ, 42,75^\circ, 52,98^\circ, 56,59^\circ, 62,12^\circ$ dengan indeks miller (220), (311), (222), (400), (422), (511), dan (440). Sedangkan pada sampel ZnE5NK7 (suhu 700°C) muncul puncak pada $2\theta = 29,80^\circ, 35,08^\circ, 36,78^\circ, 42,66^\circ, 53,02^\circ, 56,53^\circ, 62,01^\circ, 73,43^\circ$ dengan indeks miller (220), (311), (222), (400), (422), (511), (440), dan (633). Pola ini sesuai dengan bidang pada $ZnFe_2O_4$ dari standar ICSD kode 158837. Ukuran kristal rata-rata dari ZnE5NK5, ZnE5NK6 dan ZnE5NK7 yang diperoleh menggunakan perumusan Debye Sherrer berturut-turut adalah 10,59 nm, 17,69 nm, dan 23,33 nm. Dari semua pola XRD tsb tidak ditemukan adanya puncak lain yang dalam bentuk pengotor.

Semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin besar ukuran kristal dari spinel ferit karena terjadinya penyatuan kristal-kristal kecil menjadi lebih besar dengan naiknya suhu kalsinasi. Ketika diberi suhu tinggi dan waktu kalsinasi yang lebih lama menyebabkan ukuran kristal akan menjadi lebih besar. Dari penelitian sebelumnya didapatkan jika waktu kalsinasi diperpanjang proses akan berlangsung dengan sempurna. Dengan demikian, material berukuran lebih besar akan mudah terbentuk. Untuk alasan yang sama, meskipun zat perantara bisa sepenuhnya terurai dengan cepat pada suhu kalsinasi tinggi, partikel nano dengan ukuran besar mudah didapat karena adanya agregasi. Jadi, untuk mendapatkan partikel nano yang memiliki ukuran kecil dan memiliki luas permukaan tinggi, suhu kalsinasi

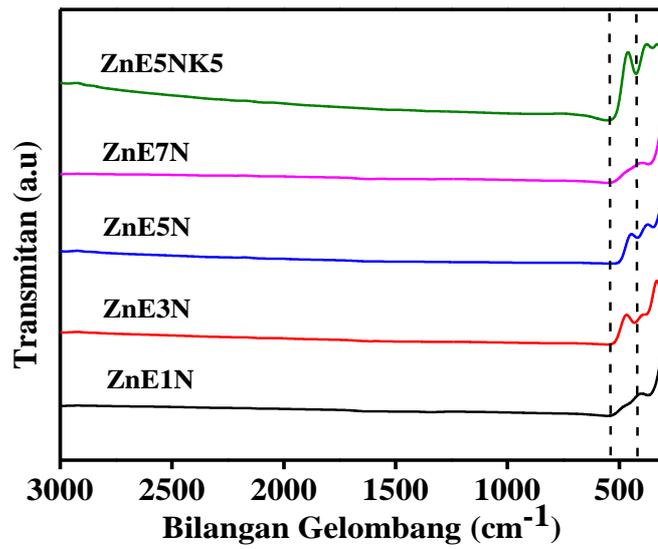
seharusnya tidak tinggi dan waktu kalsinasi tidak terlalu lama^[25].

Analisis dengan FT-IR

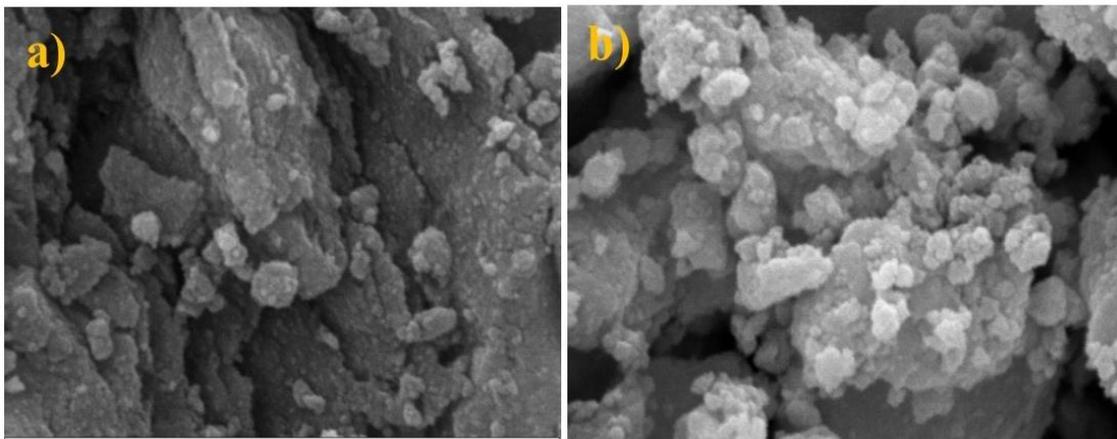
Analisis FT-IR adalah salah satu teknik penting untuk menginvestigasi pembentukan spinel selain menggunakan XRD. Informasi yang diberikan tidak hanya tentang posisi ion logam bivalen dan trivalen dalam kisi spinel, tetapi juga tentang vibrasinya. Pita serapan spektral FT-IR muncul karena adanya getaran ion oksigen dengan kation oktahedral dan tetrahedral yang menghasilkan berbagai frekuensi^[26]. Analisis dilakukan terhadap sampel ZnE1N, ZnE3N, ZnE5N, ZnE7N, dan ZnE5NK5. Untuk yang dikalsinasi hanya diukur ZnE5NK5 saja karena memperlihatkan sifat katalitik yang lebih baik dari sampel hasil kalsinasi yang lain. Dari semua sampel yang dianalisis, sampel ZnE3N, ZnE5N dan ZnE5NK5 memperlihatkan serapan yang baik untuk vibrasi pada sisi tetrahedral dan oktahedral dalam sampel spinel ferit. Hasil spektrum FT-IR pada Gambar 3 memperlihatkan adanya serapan pada bilangan gelombang 427, 427 dan 424 cm^{-1} masing-masing untuk ZnE3N, ZnE5N dan ZnE5NK5 yang dikaitkan dengan adanya vibrasi antara Fe dengan O (Fe-O) serta Zn dengan O (Zn-O) pada sisi oktahedral dari struktur spinel ferit. Sedangkan pada bilangan gelombang 526, 510, dan 534 cm^{-1} masing-masing untuk ZnE3N, ZnE5N dan ZnE5NK5 mengindikasikan adanya *stretching* vibrasi Zn-O pada sisi tetrahedral. Pita serapan yang muncul pada sisi oktahedral dan tetrahedral mengindikasikan terbentuknya spinel ferit yang lebih baik.

Analisis dengan SEM-EDX

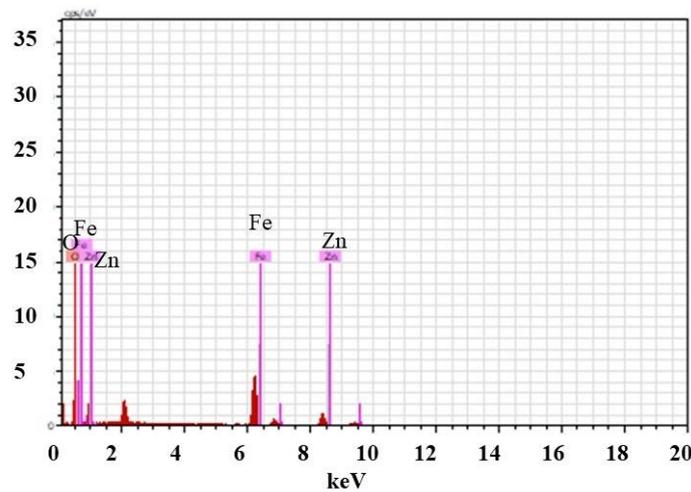
Analisis permukaan dan komposisi dari sampel spinel ferit yang disintesis dilakukan dengan peralatan SEM-EDX untuk sampel ZnE5N dan ZnE5NK karena merupakan sampel yang lebih baik aktifitas katalitik dan bentuk spektrum FT-IR nya. Gambar 4a. menunjukkan morfologi partikel ZnE5N yang disintesis memiliki bentuk butiran melingkar (*spheric*) dengan ukuran yang kecil.



Gambar 3. Spektrum FT-IR dari ZnE1N, ZnE3N, ZnE5N, ZnE7N, dan ZnE5NK5



Gambar 4. Hasil SEM Material a) ZnE5N dan b) ZnE5NK5



Gambar 5. Spektrum EDX material ZnFe₂O₄

Sedangkan untuk sampel yang dikalsinasi ZnE5NK5 (Gambar 4b) berbentuk butiran yang lebih besar dari sampel yang tidak dikalsinasi. Proses kalsinasi menyebabkan ukuran butiran menjadi lebih besar dari sebelum dikalsinasi. Pengukuran komposisi sampel ferit dilakukan dengan EDX untuk sampel ZnE5N saja karena memiliki aktivitas yang terbaik dari semua sampel hasil sintesis. Dari spektrum EDX (Gambar 5) didapatkan informasi komposisi unsur-unsur yang terdapat dalam sampel ferit yang disintesis. Sampel ferit yang diukur mengandung unsur O, Fe dan Zn dengan komposisi berturut-turut 57%, 33,25%, dan 9,76%. Tidak ditemukan adanya unsur lain sebagai pengotor dalam spektrum tersebut^[27].

Analisis dengan DRS UV-Vis

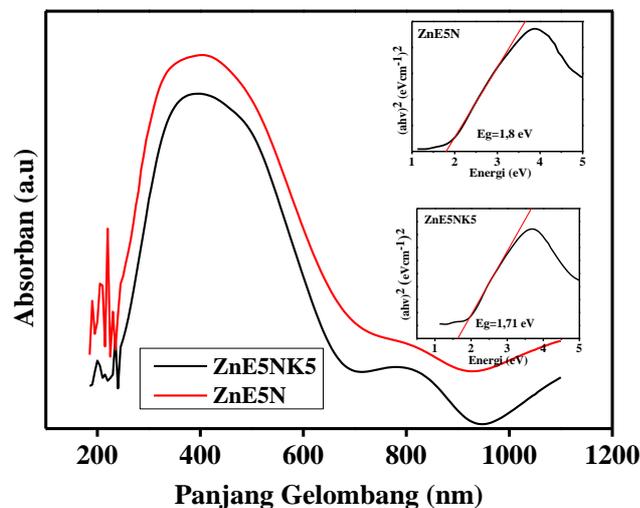
Analisis DRS UV-Vis ditunjukkan untuk menentukan sifat optik dari ZnFe_2O_4 . Dalam analisis ini sampel yang diukur adalah ZnE5N dan ZnE5NK karena mempunyai pola XRD dan FT-IR yang lebih baik. Selain itu pemilihan sampel ZnE5N dan ZnE5NK ini bertujuan untuk membandingkan sifat optik antara sampel yang dikalsinasi dengan yang tidak dikalsinasi dan juga dengan aktivitas lebih baik. Hasil yang didapatkan dari pengukuran ini berupa data penyerapan dan *band gap* dari material yang diuji.

Spektrum DRS memperlihatkan bahwa sampel ferit yang disintesis menyerap pada daerah

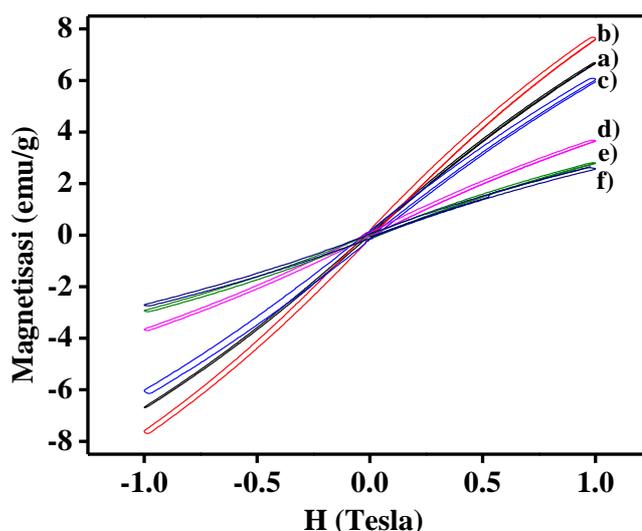
sinar tampak (Gambar 6). Plot Tauc yang ditunjukkan pada Gambar 6 (*insert*) diperoleh nilai band gap sebesar 1,8 dan 1,71 eV untuk ZnE5N dan ZnE5NK yang mengindikasikan bahwa sampel yang disintesis menyerap pada daerah sinar tampak. Besaran nilai band gap dapat berubah-ubah yang dipengaruhi oleh berbagai faktor seperti ukuran kristal, kisi, parameter struktural, cacat kristal maupun adanya pengotor dalam material, dan lain-lain^[28]. Pemanasan sampel pada suhu 500-700°C menyebabkan terjadinya penurunan nilai band gap dari sampel spinel ferit karena terjadinya perubahan struktur dari yang kurang kristalin menjadi lebih kristalin.

Analisis dengan VSM

Sifat magnetik dari sampel ferit diukur dengan peralatan VSM. Sampel yang diukur adalah spinel ferit ZnFe_2O_4 sebelum kalsinasi (a) ZnE1N, b) ZnE3N, dan c) ZnE5N dan sesudah kalsinasi (d) ZnE5NK5, e) ZnE5NK6, dan f) ZnE5NK7. Dari pengukuran VSM diperoleh nilai M_r dari ZnE3N, ZnE5n dan ZnE7N berturut-turut yaitu 0,03; 0,09 dan 0,08 emu/g. Kurva histeresis (Gambar 7) menampilkan bahwa zink ferit memiliki nilai *Magnetization remanent* (M_r) dan *Coersive Field* (H_c) sangat kecil atau dapat diabaikan sehingga mengindikasikan bahwa ZnFe_2O_4 yang terbentuk bersifat paramagnetik.



Gambar 6. Spektrum DRS UV-Vis dan nilai Band Gap ZnE5N dan ZnE5NK



Gambar 7. Kurva histeresis spinel ferit ZnFe_2O_4 sebelum kalsinasi (a) ZnE1N, b) ZnE3N, dan c) ZnE5N dan sesudah kalsinasi (d) ZnE5NK5, e) ZnE5NK6, dan f) ZnE5NK7

Tabel 1. Sifat magnetik dari sampel ferit

| Sampel | Magnetik remanen (Mr) | Magnetik saturasi (Ms) | Ukuran kristal (nm) |
|---------|-----------------------|------------------------|---------------------|
| ZnE1N | 0,03 | 6,61 | 4,38682 |
| ZnE3N | 0,03 | 6,07 | 4,16004 |
| ZnE5N | 0,09 | 7,68 | 6,80701 |
| ZnE5NK5 | 0,03 | 3,66 | 10,5916 |
| ZnE5NK6 | 0,03 | 2,84 | 17,6883 |
| ZnE5NK7 | 0,03 | 2,63 | 23,3324 |

Nilai magnetik lainnya dapat dilihat dalam Tabel 1. Dari tabel dapat dilihat ZnFe_2O_4 yang tidak dikalsinasi mempunyai nilai magnetik yang lebih besar dibandingkan dengan sudah dikalsinasi. Penurunan sifat magnet dengan naiknya suhu kalsinasi karena perubahan dipol magnetik menjadi kurang terarah karena suhu yang tinggi. Peningkatan ukuran kristal akibat perlakuan panas juga berdampak terhadap sifat magnetik dimana semakin besar ukuran kristal maka sifat magnetik semakin naik. Sifat magnetik dari spinel ferit ini sangat menguntungkan dalam aplikasinya sebagai fotokatalis karena lebih mudah dipisahkan dari cairan dan dapat digunakan untuk proses fotokatalitik berikutnya^[29].

Hasil Uji Aktivitas Fotokatalitik ZnFe_2O_4 terhadap Degradasi Fenol

Hasil Uji variasi Jenis Katalis dan Konsentrasi Fenol

Uji aktivitas fotokatalitik terhadap degradasi senyawa fenol di bawah sinar matahari dilakukan untuk sampel ZnE1N, ZnE3N, ZnE5N, ZnE7N, ZnE5NK5, ZnE5NK6, dan ZnE5NK7 dengan konsentrasi fenol 20 mgL^{-1} , lama penyinaran 2 jam. Dari kurva diagram batang pada Gambar 8a dapat dilihat untuk sampel yang tidak dikalsinasi nilai aktivitas semakin meningkat dengan bertambahnya konsentrasi ekstrak daun sirih yaitu 46,9, 54,3, 60,2 dan 41,5 % untuk ZnE1N, ZnE3N, ZnE5N, ZnE7N berturut-turut. Nilai aktivitas fotokatalitik terbaik didapatkan menggunakan

katalis ZnE5N sebesar 60,2%. Penurunan nilai aktivitas untuk ZnE7N diperkirakan karena konsentrasi ekstrak daun sirih yang cukup tinggi menyebabkan terjadinya aglomerasi (penumpukan) karena jumlah molekul dari metabolit primer maupun sekunder yang terdapat dalam daun sirih lebih banyak sehingga terjadi pengentalan yang berdampak tidak baik terhadap kehomogenan sampel senyawa spinel ferit. Untuk sampel ZnE5N yang dikalsinasi nilai aktivitas fotokatalitik terbaik didapatkan untuk sampel ZnE5NK5 dengan nilai aktivitas sebesar 55,8 %. Ini diperkirakan karena sampel ZnE5NK5 lebih homogen dibanding sampel yang dikalsinasi lainnya.

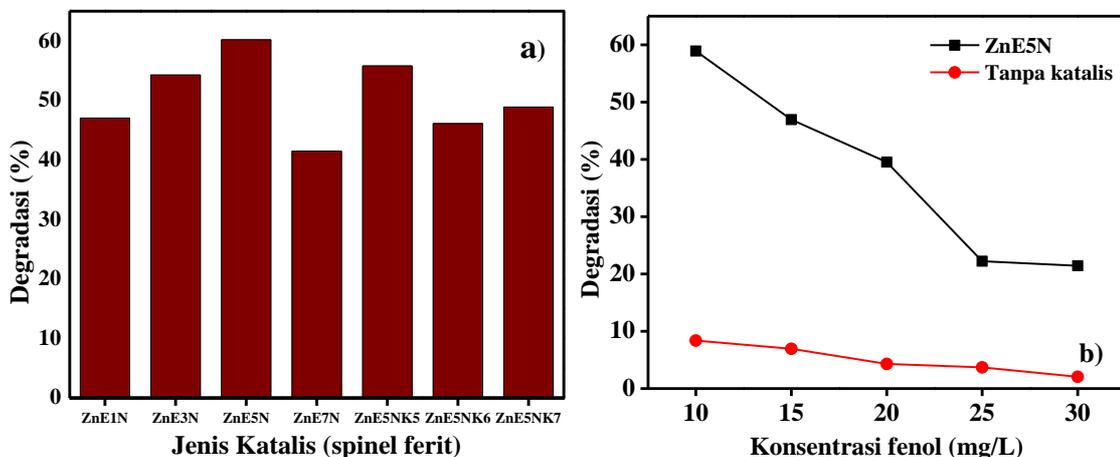
Uji aktivitas fotokatalitik dilakukan pada berbagai konsentrasi fenol menggunakan sampel ZnE5N karena aktivitasnya lebih baik dari semua sampel. Dari data (Gambar 8b) didapatkan bahwa dengan bertambahnya konsentrasi fenol maka persen degradasi semakin berkurang. Hal ini disebabkan karena dengan bertambahnya konsentrasi fenol maka jumlah molekul fenol dalam cairan semakin meningkat yang berdampak pada penurunan aktivitas fotokatalitik. Penurunan aktivitas disebabkan karena sinar yang datang ke sampel ferit untuk membentuk radikal bebas OH[·] dihalangi oleh molekul fenol. Sebagaimana diketahui bahwa radikal OH[·] berperan penting dalam proses degradasi senyawa fenol. Persen degradasi masing-masing dari konsentrasi 10, 15, 20, 25 dan 30 mgL⁻¹ adalah 38,92%, 36,95%,

33,53%, 22,22% dan 21,44%. Sedangkan untuk persen degradasi tanpa penggunaan katalis diperoleh sebesar 8,38%, 6,95%, 4,31%, 3,70%, dan 2,06% berturut-turut dengan naiknya konsentrasi fenol dari 10 ke 30 mg/L.

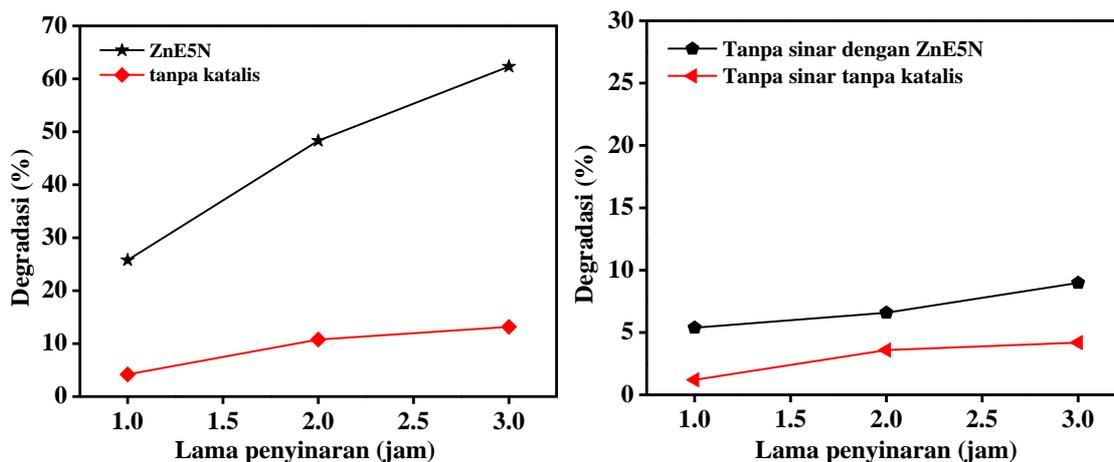
Hasil Uji Variasi Lama Waktu Kontak

Pengujian aktivitas katalitik dengan variasi waktu kontak dilakukan selama 1, 2, dan 3 jam dengan konsentrasi fenol 10 mgL⁻¹ untuk sampel ZnE5N. Nilai persen degradasi yang didapat dengan adanya sinar matahari adalah sebesar 25,7%, 48,2% dan 62,2% untuk lama penyinaran 1, 2, dan 3 jam berturut-turut. Sedangkan persen degradasi tanpa penggunaan katalis diperoleh 19%, 10,77%, dan 13,17%. Dari data diperoleh bahwa semakin lama waktu penyinaran maka persen fenol yang terdegradasi semakin tinggi (Gambar 9a).

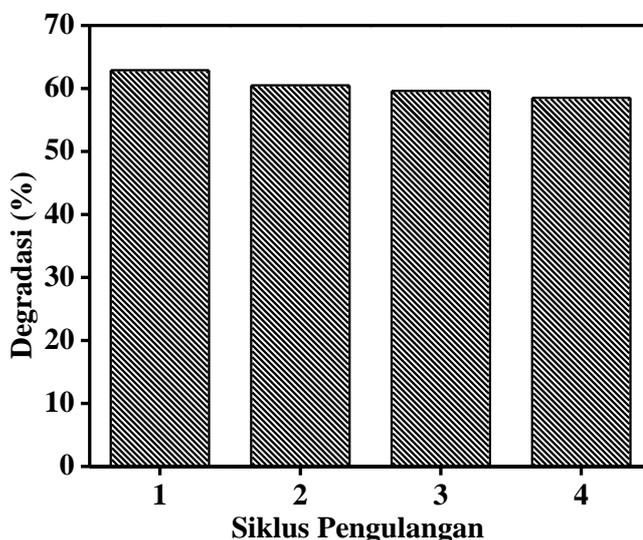
Uji aktivitas fotokatalitik tanpa sinar matahari dilakukan pada konsentrasi 10 mgL⁻¹ dengan variasi waktu yang sama yaitu 1, 2, dan 3 jam. Gambar 9.b memperlihatkan bahwa aktivitas katalitik material ZnE5N tanpa adanya cahaya sangat rendah dengan nilai persen degradasinya yaitu 5,38%, 6,58%, dan 8,98% untuk variasi waktu 1, 2, dan 3 jam berturut-turut. Persen degradasi fenol tanpa cahaya dan tanpa katalis adalah 1,1%, 3,5% dan 4,2%. Jadi tanpa cahaya maka proses degradasi fenol menggunakan katalis ini tidak dapat berlangsung dengan baik.



Gambar 8. Uji aktivitas katalitik sampel ferit dengan variasi a) jenis katalis dan b) konsentrasi fenol



Gambar 9. Uji aktivitas fotokatalitik variasi lama waktu penyinaran a) dan tanpa disinari (b)



Gambar 10. Uji kestabilan material ZnE5N terhadap degradasi senyawa fenol

Hasil Uji Efisiensi Katalis (Reusability)

Pengujian efisiensi katalis dilakukan terhadap sampel terbaik sifat katalitiknya yaitu ZnE5N pada konsentrasi fenol 10 mgL⁻¹ dengan waktu kontak selama 3 jam. Gambar 10. memperlihatkan bahwa kemampuan katalis hanya sedikit sekali menurun pada penggunaan yang ke-2 sehingga masih baik untuk digunakan untuk tahap uji berikutnya tetapi menurun lagi pada penggunaan ke-3 dan ke-4 walaupun tidak begitu besar sehingga material ferit ini dapat digunakan secara berulang-ulang. Penurunan aktivitas ketika pengulangan ini diperkirakan karena terjadinya aglomerasi dari sampel spinel ferit yang berdampak berkurangnya sisi aktif yang dapat

menghasilkan radikal bebas OH[·] yang merupakan gugus yang berperan penting dalam proses degradasi^[30].

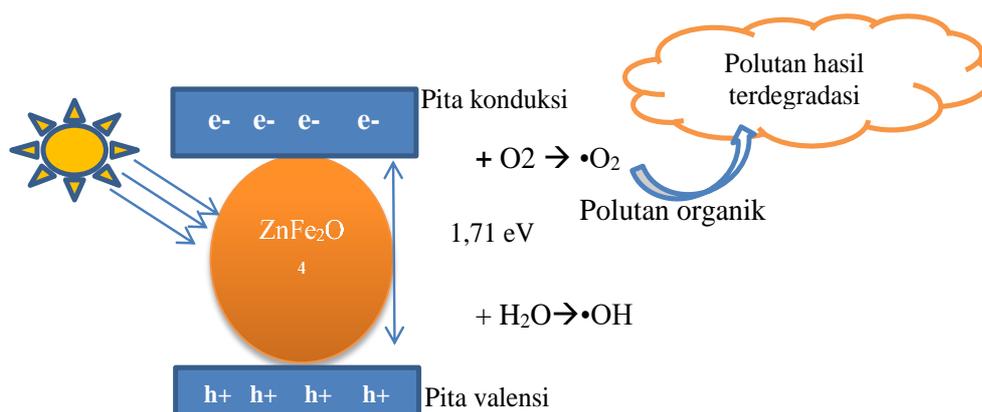
Adapun mekanisme proses fotokatalisis diperkirakan sebagai berikut; Saat katalis semikonduktor dikenai oleh sinar yang memiliki energi lebih besar maka akan terjadi eksitasi elektron (*e*⁻) dari pita valensi ke pita konduksi, eksitasi elektron akan menyebabkan terbentuknya *hole* (*h*⁺) pada pita valensi. Hole (*h*⁺) yang terbentuk akan berinteraksi dengan H₂O dan OH[·] yang berada pada permukaan katalis menghasilkan OH[·] radikal yang berperan sebagai oksidator kuat dalam proses degradasi senyawa fenol. Sedangkan elektron (*e*⁻) akan bereaksi dengan O₂ terlarut

membentuk radikal superoksida ($\cdot\text{O}_2$) yang berperan sebagai reduktor. Oksidator dan reduktor tersebut yang mendegradasi zat warna atau polutan organik sehingga menghasilkan senyawa paling sederhana yaitu CO_2 dan H_2O ^[31]. Proses degradasi dapat dijelaskan melalui Gambar 11 dan persamaan berikut:

1. $\text{ZnFe}_2\text{O}_4 + h\nu \rightarrow \text{ZnFe}_2\text{O}_4(e^-) + \text{ZnFe}_2\text{O}_4(h^+)$
2. $\text{ZnFe}_2\text{O}_4(e^-) + \text{O}_2 \rightarrow \cdot\text{O}_2$
3. $\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{H}^+ + \text{OH}^-$
4. $\text{OH}^- + h^+_{\text{VB}} \rightarrow \cdot\text{OH}$
5. $\text{ZnFe}_2\text{O}_4(e^-) + \cdot\text{O}_2 + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$
6. $\text{ZnFe}_2\text{O}_4(e^-) + \text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \cdot\text{OH} + \text{OH}^-$
7. $\text{ZnFe}_2\text{O}_4(h^+) + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \cdot\text{OH} + \text{H}^+$
8. Polutan organik + $\cdot\text{OH} \rightarrow$ Polutan hasil terdegradasi
9. Polutan organik + $\cdot\text{O}_2 \rightarrow$ Polutan hasil terdegradasi

Hasil Uji Aktivitas Antibakteri

Uji aktivitas antibakteri dilakukan untuk spinel ferit ZnE5N, ZnE5NK7, dan ZnE7N terhadap bakteri gram positif *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) dan gram negatif *Escherichia coli* (*E. Coli*). Sampel ZnE5N dipilih karena aktivitas katalitiknya terbaik sedangkan ZnE5NK7, dan ZnE7N sebagai pembanding. Gambar 12 menunjukkan bahwa ZnE5N, ZnE5NK7, dan ZnE7N memiliki aktivitas antibakteri cukup signifikan terhadap bakteri *S. aureus* dengan daerah hambat ZnE5N sekitar 14,4 mm, ZnE5NK7 14,2 mm, dan ZnE7N 11,7 mm. Aktivitas anti bakteri ZnE5N lebih besar dibanding spinel ferit yang lainnya karena ukuran partikel ZnE5N lebih kecil sehingga mudah menembus dinding sel bakteri. Di samping itu, Bakteri *S. aureus* lebih mudah dihambat dibandingkan *E. coli* karena bakteri ini mempunyai struktur dengan kandungan peptidoglikan yang tinggi sehingga dinding sel bakteri sulit ditembus dan menghambat pertumbuhannya. Pada uji aktivitas spinel ferit terhadap bakteri gram negatif tidak terbentuk zona inhibisi. Aktivitas bakteri spinel ferit tergantung pada ukuran, morfologi, luas permukaan, difusi molekul kimia kemampuan dan juga pelepasan ion logam[32].



Gambar 11. Mekanisme proses fotokatalisis oleh ZnFe_2O_4



(a)

(b)

Gambar 12. Aktivitas antibakteri nanopartikel ZnE5N, ZnE5NK7, dan ZnE7N pada bakteri (a) *S. aureus* (b) *E. coli*

Tabel 2. Zona aktivitas antibakteri dari material ZnE5N, ZnE5NK7, dan ZnE7N

| Sampel | Zona inhibisi (mm) | |
|-----------------|--------------------|----------------|
| | <i>S. aureus</i> | <i>E. coli</i> |
| ZnE5N | 14,4 | - |
| ZnE5NK7 | 14,2 | - |
| ZnE7N | 11,1 | - |
| Kontrol positif | 37,1 | 18,8 |
| Kontrol negatif | - | - |
| Luas sumur | 8,3 | 8,3 |

Kesimpulan

Material ZnFe_2O_4 berhasil disintesis menggunakan ekstrak daun sirih dengan metode hidrotermal. Hasil analisis dengan XRD memperlihatkan pola yang sesuai dengan standar ZnFe_2O_4 dengan struktur kubus. Sampel yang dikalsinasi memperlihatkan puncak yang lebih tajam dan tinggi dengan lebar puncak yang lebih sempit. Hasil spektrum FT-IR pada memperlihatkan adanya serapan pada bilangan gelombang sekitar 427 cm^{-1} yang dikaitkan dengan adanya vibrasi antara Fe dengan O (Fe-O) serta Zn dengan O (Zn-O) pada sisi oktahedral dari struktur spinel ferit. Sedangkan pada bilangan gelombang sekitar 534 cm^{-1} mengindikasikan adanya *stretching* vibrasi Zn-O pada sisi tetrahedral. Nilai Eg untuk ZnE5N dan ZnE5NK diperoleh sebesar 1,8 dan 1,71 eV yang mengindikasikan sampel ferit dapat bekerja di bawah sinar tampak. Material ZnE5N menunjukkan aktivitas fotokatalitik tertinggi sebesar 62,2% dengan waktu kontak 3

jam. Kemampuan antibakteri spinel ferit yang diuji terhadap bakteri *S. aureus* memperlihatkan aktivitas dengan daerah inhibisi 14,4 mm sedangkan pada bakteri *E. coli* tidak begitu terlihat aktivitasnya.

Daftar Pustaka

- Kadhun, S. T., Alkindi, G. Y. & Albayati, T. M., Remediation of phenolic wastewater implementing nano zerovalent iron as a granular third electrode in an electrochemical reactor. *Int. J. Environ. Sci. Technol.*, **19(3)**: 1383–1392 (2022).
- Din, M. I., Jabbar, S., Najeeb, J., Khalid, R., Ghaffar, T., Arshad, M., Khan, S. A., *et al.*, Green synthesis of zinc ferrite nanoparticles for photocatalysis of methylene blue. *Int. J. Phytoremediation*, **0(0)**: 1–8 (2020).
- Okoroh, D. O., Ozuomba, J., Aisida, S. O. & Asogwa, P. U., Thermal treated synthesis and characterization of polyethylene glycol

- (PEG) mediated zinc ferrite nanoparticles. *Surfaces and Interfaces*, **16**(May): 127–131 (2019).
4. Aisida, S. O., Akpa, P. A., Ahmad, I., Maaza, M. & Ezema, F. I., Influence of PVA, PVP and PEG doping on the optical, structural, morphological and magnetic properties of zinc ferrite nanoparticles produced by thermal method. *Phys. B Condens. Matter*, **571**(June): 130–136 (2019).
 5. Madhukara Naik, M., Bhojya Naik, H. S., Nagaraju, G., Vinuth, M., Raja Naika, H. & Vinu, K., Green synthesis of zinc ferrite nanoparticles in Limonia acidissima juice: Characterization and their application as photocatalytic and antibacterial activities. *Microchem. J.*, **146**(February): 1227–1235 (2019).
 6. Restelli, S., Albin, B., Bonomi, S., Bini, M., Mozzati, M. C. & Galinetto, P., Raman study of the laser-induced decomposition of ZnFe₂O₄ nanoparticles. *Mater. Today Commun.*, **35**(May): 106405 (2023).
 7. Nguyen, L. T. T., Vo, D. V. N., Nguyen, L. T. H., Duong, A. T. T., Nguyen, H. Q., Chu, N. M., Nguyen, D. T. C., *et al.*, Synthesis, characterization, and application of ZnFe₂O₄@ZnO nanoparticles for photocatalytic degradation of Rhodamine B under visible-light illumination. *Environ. Technol. Innov.*, **25**: (2022).
 8. Cobos, M. Á., de la Presa, P., Puente-Orench, I., Llorente, I., Morales, I., García-Escorial, A., Hernando, A., *et al.*, Coexistence of antiferro- and ferrimagnetism in the spinel ZnFe₂O₄ with an inversion degree δ lower than 0.3. *Ceram. Int.*, **48**(9): 12048–12055 (2022).
 9. El-Maghrabi, H. H., Hosny, R., Ramzi, M., Zayed, M. A. & Fathy, M., Preparation and Characterization of Novel Magnetic ZnFe₂O₄–Hydroxyapatite Core–Shell Nanocomposite and Its Use as Fixed Bed Column System for Removal of Oil Residue in Oily Wastewater Samples. *Egypt. J. Pet.*, **28**(2): 137–144 (2019).
 10. Mustaqem, M., Saleh, T. A., ur Rehman, A., Farooq Warsi, M., Mehmood, A., Sharif, A. & Akther, S., Synthesis of Zn_{0.8}Co_{0.1}Ni_{0.1}Fe₂O₄ polyvinyl alcohol nanocomposites via ultrasound-assisted emulsion liquid phase. *Arab. J. Chem.*, **13**(1): 3246–3254 (2020).
 11. Rahmayeni., Febrialita, R., Stiadi, Y., Putri, Y. E., Sofyan, N. & Zulhadjri., Simbang Darah (Iresine herbstii) extract mediated hydrothermal method in the synthesis of zinc ferrite spinel nanoparticles used for photocatalysis and antibacterial applications. *J. Environ. Chem. Eng.*, **9**(2): (2021).
 12. Jang, J. S., Borse, P. H., Lee, J. S., Jung, O. S., Cho, C. R., Jeong, E. D., Ha, M. G., *et al.*, Synthesis of nanocrystalline ZnFe₂O₄ by polymerized complex method for its visible light photocatalytic application: An efficient photo-oxidant. *Bull. Korean Chem. Soc.*, **30**(8): 1738–1742 (2009).
 13. Anupriya, J., Babulal, S. M., Chen, T. W., Chen, S. M., Kumar, J. V., Lee, J. W., Rwei, S. P., *et al.*, Facile Hydrothermal Synthesis of Cubic Zinc Ferrite Nanoparticles for Electrochemical Detection of Anti-inflammatory Drug Nimesulide in Biological and Pharmaceutical Sample. *Int. J. Electrochem. Sci.*, **16**(7): 1–19 (2021).
 14. Syukri, A., Rahmayeni. & Zulhadjri., Research Journal of Pharmaceutical , Biological and Chemical Sciences Comparison of Sol-Gel And Hydrothermal Synthesis Of Zinc Ferrite (ZnFe 2 O 4). *Res. J. Pharm. Biol. Chem. Sci. Comp.*, **8**(499): 499–503 (2017).
 15. Rekha, V. P. B., Kollipara, M., Srinivasa Gupta, B. R. S. S., Bharath, Y. & Pulicherla, K. K., A Review on Piper betle L.: Nature's Promising Medicinal Reservoir. *Am. J. Ethnomedicine*, **1**(5): 276–289 (2014).
 16. Sita kumari, O. & Babu Rao, N., Phyto Chemical Analysis of Piper Betel Leaf Extract. *Nirmala al. World J. Pharm. Pharm. Sci.*, **4**(1): 699 (2015).
 17. Dwivedi, V. & Tripathi, S., Review study on potential activity of Piper betle. *J.*

- Pharmacogn. Phytochem. JPP*, **93(34)**: 9398 (2014).
18. Melo, R. S., Banerjee, P. & Franco, A., Hydrothermal synthesis of nickel doped cobalt ferrite nanoparticles: optical and magnetic properties. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, **29(17)**: 14657–14667 (2018).
 19. Tsay, C. Y., Chiu, Y. C. & Tseng, Y. K., Investigation on structural, magnetic, and FMR properties for hydrothermally-synthesized magnesium-zinc ferrite nanoparticles. *Phys. B Condens. Matter*, **570(May)**: 29–34 (2019).
 20. Othman, I., Abu Haija, M., Ismail, I., Zain, J. H. & Banat, F., Preparation and catalytic performance of CuFe₂O₄ nanoparticles supported on reduced graphene oxide (CuFe₂O₄/rGO) for phenol degradation. *Mater. Chem. Phys.*, **238(July)**: 121931 (2019).
 21. Rahmayeni, R., Oktavia, Y., Stiadi, Y., Arief, S. & Zulhadjri, Z., Spinel ferrite of MnFe₂O₄ synthesized in Piper betle Linn extract media and its application as photocatalysts and antibacterial. *J. Dispers. Sci. Technol.*, **0(0)**: 1–10 (2020).
 22. Yadav, N. G., Chaudhary, L. S., Sakhare, P. A., Dongale, T. D., Patil, P. S. & Sheikh, A. D., Impact of collected sunlight on ZnFe₂O₄ nanoparticles for photocatalytic application. *J. Colloid Interface Sci.*, **527**: 289–297 (2018).
 23. Sai, R., Kulkarni, S. D., Vinoy, K. J., Bhat, N. & Shivashankar, S. A., ZnFe₂O₄: Rapid and sub-100 °c synthesis and anneal-tuned magnetic properties. *J. Mater. Chem.*, **22(5)**: 2149–2156 (2012).
 24. Asmin, L. O., SINTESIS NANOPARTIKEL ZINC FERRITE (ZnFe₂O₄) DENGAN METODE METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASI SIFAT KEMAGNETANNYA. **(January 2015)**: (2020).
 25. Abedini Khorrami, S., Mahmoudzadeh, G., Madani, S. S. & Gharib, F., Effect of calcination temperature on the particle sizes of zinc ferrite prepared by a combination of sol-gel auto combustion and ultrasonic irradiation techniques. *J. Ceram. Process. Res.*, **12(5)**: 504–508 (2011).
 26. Kurian, M. & Nair, D. S., Heterogeneous Fenton behavior of nano nickel zinc ferrite catalysts in the degradation of 4-chlorophenol from water under neutral conditions. *J. Water Process Eng.*, **8**: e37–e49 (2015).
 27. Jiang, Q., Zhao, Z., Zhang, W., Zeng, H., Lv, H., Liu, Z. & Chen, Z., Synthesis and sonodynamic performance of spinel ferrites. *J. Alloys Compd.*, **968(June)**: 172148 (2023).
 28. Yadav, R. S., Kuřitka, I., Vilcakova, J., Urbánek, P., Machovsky, M., Masař, M. & Holek, M., Structural, magnetic, optical, dielectric, electrical and modulus spectroscopic characteristics of ZnFe₂O₄ spinel ferrite nanoparticles synthesized via honey-mediated sol-gel combustion method. *J. Phys. Chem. Solids*, **110(May)**: 87–99 (2017).
 29. Hezam, F. A., Nur, O. & Mustafa, M. A., Synthesis, structural, optical and magnetic properties of NiFe₂O₄/MWCNTs/ZnO hybrid nanocomposite for solar radiation driven photocatalytic degradation and magnetic separation. *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, **592(February)**: 124586 (2020).
 30. Rahmayeni., Wendari, T. P., Ramadani, S., Stiadi, Y., Sofyan, N. & Zulhadjri., CuFe₂O₄/hydroxyapatite magnetic nanocomposite synthesized using pensi clam shells as a source of calcium for degradation of dye and anti-bacterial applications. *Case Stud. Chem. Environ. Eng.*, **8(August)**: (2023).
 31. Kefeni, K. K. & Mamba, B. B., Photocatalytic application of spinel ferrite nanoparticles and nanocomposites in wastewater treatment: Review. *Sustain. Mater. Technol.*, **23**: e00140 (2020).