

PENGARUH TEMPERATUR TERHADAP UKURAN PARTIKEL Fe_3O_4 DENGAN *TEMPLATE* PEG-2000 MENGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

Santi Dewi Rosanti, Dwi Puryanti

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas
Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163
e-mail : santidewirosanti@yahoo.co.id

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan bahan baku batuan besi dan PEG-2000 telah dilakukan menggunakan metode kopresipitasi. Variasi temperatur dilakukan untuk melihat pengaruh temperatur terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. *Template* PEG-2000 digunakan untuk menyeragamkan dan menghambat pertumbuhan partikel. Variasi temperatur yang digunakan yaitu 500 °C, 600 °C dan 700 °C. *X-Ray Diffractometer* (XRD) digunakan untuk melihat fasa yang terkandung dalam sampel dan ukuran kristal. Hasil perhitungan dari difraktogram XRD didapatkan ukuran kristal berturut-turut yaitu 46,60 nm, 54,39 nm, dan 65,25 nm.

Kata kunci : Fe_3O_4 , PEG-2000, nanopartikel, difraksi sinar-X, metode kopresipitasi

1. PENDAHULUAN

Batuan besi merupakan bahan alam yang ketersediannya sangat melimpah di Indonesia. Batuan besi berada pada urutan keempat terbanyak unsur yang membentuk bumi. Konsentrasi besi dalam berbagai lapisan bumi berkisar 4,71 %. Unsur yang terkandung dalam batuan besi yaitu magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), goethit, limonit atau siderit. Material pembentuk batuan besi merupakan penggabungan atom besi dan atom oksigen yang saling terikat di dalam atom. Mineral yang mendominasi batuan besi adalah magnetit (Fe_3O_4). Mineral jenis ini dapat dijadikan sebagai bahan pembuatan besi baja.

Batuan besi umumnya disintesis untuk meningkatkan nilai ekonomis dari batuan tersebut. Penelitian tentang nanopartikel magnet membuka peluang yang sangat menjanjikan untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang khususnya dalam bidang biomedis. Di bidang biomedis, nanopartikel magnet digunakan antara lain sebagai metode pengobatan hipertermia untuk menyembuhkan penyakit tumor, sebagai material pada sistem pengangkutan obat-obatan dan *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) untuk memeriksa dan mendeteksi kelainan tubuh [1].

Penelitian tentang batuan besi pernah dilakukan tanpa menggunakan PEG dengan metode kopresipitasi pada variasi temperatur 400°C, 500°C, 600°C, dan 700°C, menyatakan bahwa semakin tinggi temperatur maka ukuran butir Fe_3O_4 semakin besar [2]. Selanjutnya menggunakan PEG-4000 dengan metode kopresipitasi pada variasi temperatur 400°C, 500 C, 600 °C, dan 700 °C, menyatakan bahwa temperatur berpengaruh terhadap ukuran partikel dan ukuran kristal yang dihasilkan dimana temperatur optimum diperoleh pada 500°C dengan ukuran partikel 30-80 nm. Sedangkan dengan kenaikan temperatur secara terus menerus dapat meningkatkan ukuran partikel dan ukuran kristal. Selain temperatur, konsentrasi PEG juga berpengaruh terhadap ukuran partikel karena PEG berfungsi sebagai template yang dapat menghambat pertumbuhan partikel [3].

Penelitian ini dilakukan untuk melihat pengaruh temperatur pemanasan terhadap sifat magnetik dari partikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi.

Variasi temperatur pemanasan yang diberikan adalah 500 °C, 600 °C dan 700 °C. Selanjutnya untuk memperoleh ukuran partikel yang seragam maka akan ditambahkan polimer sebagai surfaktan. Polimer yang digunakan untuk menyeragamkan sekaligus mengontrol ukuran partikel tersebut adalah Polietilen Glikol-2000 (PEG-2000). Untuk menghitung ukuran partikel digunakan persamaan Scherrer:

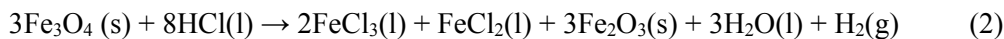
$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

2. METODE

2.1 Melarutkan Besi

Serbuk Fe₃O₄ sebanyak 10 gram dilarutkan dalam HCl (12M) sebanyak 20 ml pada suhu 90°C dan diaduk sekitar 60 menit dengan *magnetic stirrer*.

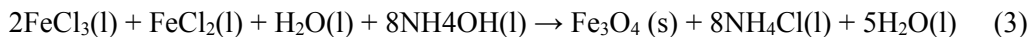
Persamaan reaksi :



2.2 Mengendapkan Filtrat

Setelah larutan terbentuk disaring dengan menggunakan kertas saring. Hasil larutan yang telah disaring tadi berupa filtrat. Maka untuk mengendapkan filtrat ditambahkan NH₄OH sebanyak 25 ml dan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan. Endapan Fe₃O₄ yang terbentuk berwarna hitam pekat dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan menggunakan aquades 3 kali agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih.

Persamaan reaksi :

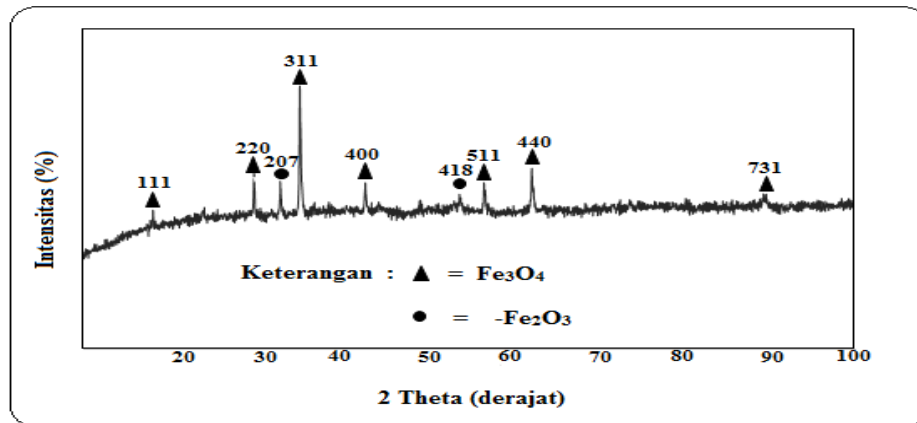


2.3 Pembuatan Nanopartikel Fe₃O₄

PEG-2000 yang berbentuk padatan dipanaskan pada suhu 100°C. PEG-2000 yang sudah mencair kemudian ditambahkan ke dalam endapan Fe₃O₄ yang telah dibersihkan dengan aquades. Kemudian dilakukan pemanasan pada temperatur pemanasan yang berbeda yaitu 500°C, 600°C, dan 700°C. Untuk mengetahui pengaruh temperatur pemanasan terhadap struktur nanopartikel Fe₃O₄ yang dihasilkan maka dilakukan karakterisasi sampel menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD).

3. HASIL DAN DISKUSI

Pada Gambar 1 dapat dilihat pola difraksi sinar-X dari pasir besi yang telah dilakukan pencocokan pada data standar ICDD 01-071-4918 untuk fasa Fe₃O₄ dan data standar ICDD 00-013-0458 untuk fasa γ-Fe₂O₃. Puncak-puncak yang muncul pada difraktogram merupakan puncak-puncak Fe₃O₄ dan γ-Fe₂O₃. Intensitas tertinggi yaitu pada posisi 2θ = 35.405° yang merupakan puncak Fe₃O₄. Intensitas yang tertinggi menunjukkan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan kristal yang baik atau banyak atom-atom yang tersusun teratur dan rapi.

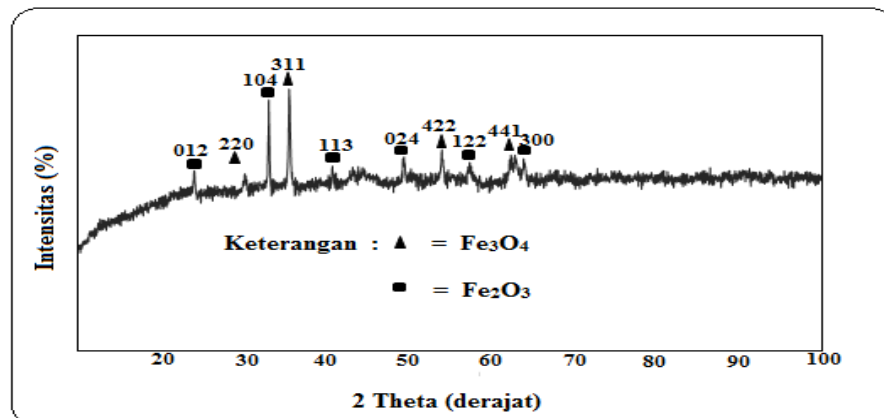


Gambar 1 Pola difraksi sinar-X pasir besi Fe_3O_4

Berdasarkan identifikasi dari pencocokan data diperoleh puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ untuk fasa Fe_3O_4 adalah sebagai berikut $18,2750^\circ$; $30,0607^\circ$; $35,4051^\circ$; $43,0527^\circ$; $54,1259^\circ$; $56,9710^\circ$; $62,5030^\circ$; dan $89,6667^\circ$ yang berturut turut sesuai dengan indeks miller (111), (220), (207), (311), (400), (422), (511), (440) dan (731). Pola difraksi yang terbentuk untuk intensitas maksimum yang mewakili Fe_3O_4 adalah pada sudut $2\theta = 35,4051^\circ$ yang sesuai dengan indeks miller (311). Dari difraktogram tersebut dapat dinyatakan bahwa pasir besi yang digunakan didominasi oleh Fe_3O_4 atau pasir besi yang digunakan merupakan magnetit.

Gambar 2 memperlihatkan pola difraksi sinar-X pada sampel Fe_3O_4 yang dipanaskan pada temperatur 500°C . Dari gambar dapat dilihat hasil pencocokan pada data standar ICDD 01-075-0449 untuk fasa Fe_3O_4 dan data standar ICDD 01-076-8394 untuk fasa Fe_2O_3 . Puncak-puncak yang muncul pada difraktogram merupakan puncak-puncak Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 .

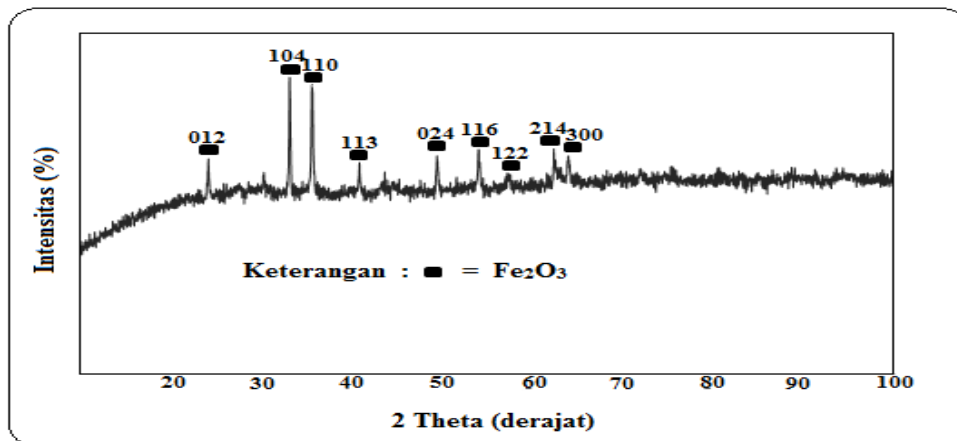
Berdasarkan identifikasi dari pencocokan data diperoleh puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ untuk fasa Fe_3O_4 adalah sebagai berikut $30,3219^\circ$, $35,645^\circ$; $54,0941^\circ$ dan $62,7352^\circ$ yang berturut turut sesuai dengan indeks miller (220), (311), (422), dan (300). Pola difraksi yang terbentuk untuk intensitas maksimum yang mewakili Fe_3O_4 adalah pada sudut $2\theta = 35,6457^\circ$ yang sesuai dengan indeks miller (311). Dapat dilihat pada gambar bahwa ada puncak Fe_3O_4 yang hilang pada sudut 2θ adalah $18,2750^\circ$; $43,0527^\circ$; dan $56,9710^\circ$. Selain itu ada puncak-puncak Fe_2O_3 yang muncul diantaranya pada sudut 2θ yaitu $24,614^\circ$; $40,9136^\circ$; $49,4853^\circ$; dan $64,0436^\circ$. Kehilangan puncak-puncak pada fasa Fe_3O_4 disebabkan pengaruh pemanasan pada temperatur 500°C sehingga sebagian fasa magnetit berubah menjadi fasa hematit.



Gambar 2 Pola difraksi sinar-X pada temperatur pemanasan 500°C

Melalui data difraktogram XRD dapat di ketahui ukuran kristal dengan cara menghitung besarnya FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak bidang difraksi yang merupakan lebar puncak difraksi sampel Fe₃O₄ yang bernilai 0,1791. FWHM digunakan untuk menentukan ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer. Dari perhitungan dengan menggunakan persamaan Scherrer diperoleh ukuran kristal untuk temperatur 500°C adalah sebesar 46,60 nm.

Gambar 3 memperlihatkan pola difraksi sinar-X pada temperatur pemanasan 600°C. Pola difraksi tersebut telah dilakukan pencocokan dengan data standar ICDD 01-085-0599 untuk fasa Fe₂O₃.

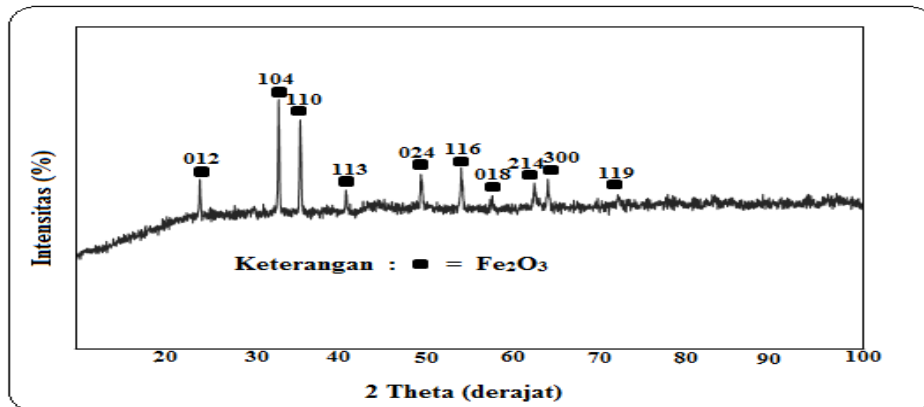


Gambar 3 Pola difraksi sinar-X pada temperatur pemanasan 600°C

Berdasarkan identifikasi dari pencocokan data diperoleh puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ untuk fasa Fe₂O₃ adalah sebagai berikut 24,1463°; 33,1496°; 35,6219°; 40,8570°; 49,4627°; 54,0774°; 57,3490°; 62,4720° dan 63,9821° yang berturut turut sesuai dengan indeks miller (012), (104), (110), (113), (024), (116), (214) dan (300). Dapat dilihat pada gambar bahwa puncak-puncak magnetit hilang dan hanya ada puncak-puncak hematit, hal ini karena pada temperatur 600°C magnetit akan teroksidasi seluruhnya menjadi hematit [4].

Gambar 3 juga memperlihatkan terjadi penyempitan setengah puncak maksimum (FWHM) dibandingkan pola difraksi sinar-X pada temperatur 500°C dengan nilai 0,1535. Dengan menggunakan persamaan Scherrer diperoleh ukuran kristal pada temperatur 600 C semakin besar yaitu sebesar 54,39 nm.

Gambar 4 memperlihatkan pola difraksi sinar-X sampel pada temperatur 700°C. Hasil yang diperoleh telah dilakukan pencocokan pada data standar ICDD 01-089-2810 untuk fasa Fe₂O₃. Pada gambar terlihat kuantitas hematit mencapai 100%. Peningkatan kuantitas hematit seiring dengan naiknya suhu oksidasi yang terlihat jelas pada hasil difraksi sinar-X. Puncak-puncak magnetit yang semula mendominasi bahan sebelum proses oksidasi mengecil pada temperatur oksidasi yang semakin tinggi. Sebaliknya, puncak-puncak hematit menjadi semakin tinggi, hasil yang sama juga diperoleh oleh Yulianto dkk [5].



Gambar 5 Pola difraksi sinar-X pada temperatur pemanasan 700°C

Berdasarkan gambar 4, pola difraksi sinar-X pada temperatur pemanasan 700°C, terjadi penyempitan setengah puncak maksimum (FWHM) dibandingkan pola difraksi sinar-X pada temperatur 600°C dengan nilai 0,1279. Hal ini mengidentifikasi ukuran kristal yang dimiliki sampel dengan temperatur pemanasan 700°C lebih besar dibandingkan dengan sampel pada temperatur pemanasan 500°C dan 600°C sehingga dengan menggunakan persamaan Scherrer diperoleh ukuran kristal yang semakin besar yaitu sebesar 65,25 nm. Peningkatan ukuran kristal ini adalah sebagai hasil pembentukan ion-ion ferrous (Fe^{2+}) yang mempunyai jari-jari yang lebih besar (0,74 Å) dibandingkan jari-jari ion ferric (Fe^{3+}) yaitu 0,64 Å [6]. Hasil perhitungan ukuran kristal dengan menggunakan metoda Scherrer untuk keseluruhan sampel dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Ukuran kristal masing-masing sampel

Temperatur (°C)	Ukuran partikel (nm)
500	46,60
600	54,39
700	65,25

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh bahwa temperatur pemanasan berpengaruh terhadap ukuran kristal Fe_3O_4 yang dihasilkan. Peningkatan temperatur pemanasan dari 500°C, 600°C dan 700°C menyebabkan peningkatan ukuran kristal berturut-turut dari 46,60 nm, 54,39 nm dan 65,25 nm. Peningkatan temperatur pemanasan dari 500°C menjadi 700°C menyebabkan perubahan fasa magnetit menjadi hematit.

DAFTAR PUSTAKA

1. Gupta, A. K., Wells, S., 2004, Surface Modified Superparamagnetic Nanoparticles for Drug Delivery, IEEE Transactions On Nanobioscience, Vol.3, No.1.
2. Kusumawati, T.A., Mufti, N., Hartattiek., 2012, Sintesis Nanopartikel Pigmen Oksida Besi Hitam (Fe_3O_4), Merah (Fe_2O_3), dan Kuning (FeOOH) Berbasis Besi Tulungagung, Jurnal Fisika, Universitas Malang.
3. Putri, S.T., 2011, Pengaruh Temperatur Sintering Terhadap Ukuran Nanopartikel Fe_3O_4 Menggunakan Template Peg-4000, Skripsi Fisika, Universitas Andalas, Padang.
4. Umberto, C., Franco, G., Giuseppe, L., Giuseppe, S., 1965, Magnetite Oxidation: A Proposed Mechanism, Journal Of Science, Vol.147, Issue 3661, pp.1033.

5. Yulianto, A., Bijaksana S., Loeksmanto, W., Kurnia, D., 2003, Produksi Hematit (α -Fe₂O₃) dari Pasir Besi : Pemanfaatan Potensi Alam Sebagai Bahan Industri Berbasis Sifat Kemagnetan, Jurnal Fisika, Universitas Negeri Malang.
6. Hemeda, O. M. dan El-Saadawy, M., 2003. Effect of gamma irradiation on the structural properties and diffusion coefficient in Co-Zn ferrite, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 256: 63-68.