



Terbit *Online* pada laman web : <http://jif.fmipa.unand.ac.id/>

Jurnal Ilmu Fisika

| ISSN (Print) 1979-4657 | ISSN (Online) 2614-7386 |



ANALISIS PENGARUH ASAM LAURAT TERHADAP STRUKTUR DAN UKURAN KRISTAL NANOPARTIKEL Fe_3O_4

**Astuti Astuti*, Rengga Adit Kurniaan, Ayu Mairoza,
Winda Rahayu Okta Yanti**

Laboratrium Fisika Material, Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas
Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163

*Korespondensi ke: tuty_phys@yahoo.com

(*Diterima:18 Agustus 2018; Direvisi:26 Agustus 2018; Diterbitkan:01 September 2018*)

ABSTRAK

Penelitian ini adalah sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dari batuan besi menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan asam laurat sebagai zat aditif. Variasi massa asam laurat yang diberikan adalah 0, 10 g, 30 g, 40 g, dan 50 g. Karakterisasi sampel yang dilakukan yaitu menentukan struktur dan ukuran kristal menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan peningkatan FWHM, yang mengindikasikan terjadinya penurunan ukuran kristal berturut-turut yaitu 54,4 nm; 46,0 nm; 31,9 nm; 29,5; dan 20,2 nm. Sedangkan sistem kristal nanokristal Fe_3O_4 secara umum adalah *cubic*.

Kata kunci: asam laurat, kopresipitasi, nanokristal Fe_3O_4 ,

ABSTRACT

Synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles from iron rocks has been conducted by using coprecipitation method with the addition of lauric acid as an additive substance. Variouse of lauric acid mass were 0, 10 g, 30 g, 40 g, and 50 g. XRD patterns show that increasing of FWHM, that indicated that decreasing of crystal size of sample respectively are 54.4 nm; 46.0 nm; 31.9 nm; 29.5; and 20,2 nm. XRD analyses show nanocrystalline cubic Fe_3O_4 .

Keywords: lauric acid, coprecipitation, Fe_3O_4 nanocrystalline

1. PENDAHULUAN

Sumatera Barat cukup dikenal sebagai wilayah yang mempunyai banyak sumber daya mineral seperti batuan besi. Beberapa daerah yang memiliki cadangan batuan besi yang cukup besar adalah Kabupaten Solok, Kabupaten Solok Selatan dan Kabupaten Dharmasraya. Batuan besi terdiri dari mineral-mineral oksida besi seperti *magnetite* (Fe_3O_4), *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Menurut Gunawan dan Budiman (2014) kandungan mineral magnetik yang paling tinggi terdapat pada lokasi tambang Kabupaten Solok sebesar 95,1 %, sedangkan untuk lokasi tambang di Kabupaten Dharmasraya 90,8 % dan di Kabupaten Solok Selatan 91,6 %.

Kebutuhan akan mineral magnetik Fe_3O_4 antara lain digunakan sebagai dasar untuk tinta kering (*toner*) pada mesin *photo-copy* dan printer laser. Material Fe_3O_4 dalam skala nanopartikel mempunyai aplikasi yang lebih luas, seperti keramik, katalis, penyimpan energi, *ferrofluida*, dan *absorbent*. Selain itu di bidang biomedis, partikel magnetik dalam ukuran nano dapat diaplikasikan sebagai *drug delivery system* dan sebagai *contrast agent* dalam diagnosa penyakit dengan menggunakan *Magnetic Resonance Imaging* (MRI).

Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 telah banyak dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya adalah metode *ultrasound irradiation* (sonikasi) (Delmifiana dan Astuti, 2013), kopresipitasi (Taufik dkk., 2010), metode sol-gel, hidrotermal dan lain-lain. Metode kopresipitasi dilakukan pada suhu kurang dari 100°C , waktu yang relatif lebih cepat dan peralatan yang sederhana. Sedangkan metode *High Energy Milling* (HEM), *ultrasound irradiation* (sonikasi) harus dilakukan pada suhu tinggi dan peralatan yang canggih. Metode kopresipitasi menggunakan pasangan asam dan basa, dimana asam berfungsi sebagai pelarut dan basa berfungsi sebagai pembawa zat terlarut kebawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Sintesis nanopartikel magnetik Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi diharapkan memiliki sifat monodispersif.

Salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran partikel magnetik agar terdistribusi seragam adalah *polyethylene glycol* (PEG). Astuti dkk. (2013) telah melakukan penelitian menggunakan PEG 4000 dengan variasi 1:3, 1:4, dan 1:5. Ukuran partikel dan ukuran kristal menurun dengan peningkatan konsentrasi PEG 4000. Selain dengan penambahan PEG bisa juga dengan cara penambahan zat aditif/surfaktan yaitu dengan asam laurat ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$). Dalam hal ini asam laurat berfungsi sebagai *capping reagent* yang melapisi permukaan nanopartikel besi oksida sehingga mencegah terjadinya agregasi antar partikel. Asam laurat mampu mengontrol ukuran dan dispersitas dari nanopartikel sehingga dihasilkan nanopartikel yang lebih seragam/merata. Menurut Mamani dkk. (2013) sintesis nanopartikel magnetik dari besi oksida yang dilapisi asam laurat mampu menghasilkan suspensi koloid yang stabil di dalam air yang bersifat *biocompatible*. Mairoza dan Astuti (2016) telah melakukan penelitian untuk mensintesis nanopartikel magnetik Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan asam laurat. Pada penelitian tersebut diperoleh penurunan ukuran partikel dengan penambahan konsentrasi asam laurat dan juga memperlihatkan distribusi partikel yang lebih seragam. Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan meningkatkan variasi massa asam laurat yaitu 10 g, 30 g, 40 g, dan 50 g, dan menganalisis pengaruh konsentrasi asam laurat terhadap struktur dan ukuran kristal nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan.

2. METODE PENELITIAN

Bahan dan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Asam Laurat 3,25 ml Ammonium Hidroksida (NH_4OH 6 M) 4, 20 ML asam klorida (HCl 12 M), Alkohol 70 % dan aquades. Sampel batuan besi digerus dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Kemudian dilakukan pemisahan antara biji besi dengan pengotor menggunakan magnet permanen. Nanopartikel Fe_3O_4 disintesis dengan metode kopresipitasi. Sebanyak 10 gram Fe_3O_4 dilarutkan dengan HCl (12 M) sebanyak 20 ml. Larutan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*) selama 60 menit dengan suhu 90°C . Setelah diaduk menggunakan magnetik stirer larutan disaring dengan kertas saring agar terpisah dengan pengotornya. Hasil dari pemisahan ini didapatkan larutan berupa filtrat. Selanjutnya NH_4OH 6 M sebanyak 25 ml ditambahkan kedalam larutan dan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan Fe_3O_4 . Endapan Fe_3O_4 yang berwarna hitam pekat dipisahkan dari larutannya, kemudian dicuci menggunakan aquades. Setelah didapatkan endapan Fe_3O_4 kemudian ditambahkan asam laurat kedalam endapan dengan bervariasi massa asam laurat yaitu 10 g, 30 g, 40 g, dan 50 g. Hasil dari campuran tersebut diaduk dengan pengaduk magnetik stirrer selama 30 menit pada suhu 60°C . Selanjutnya endapan disintering dengan suhu 300°C hingga terbentuk serbuk, dan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD, Rigaku D/max 2550 V). Ukuran kristal dihitung menggunakan persamaan Scherrer, seperti Persamaan 1.

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

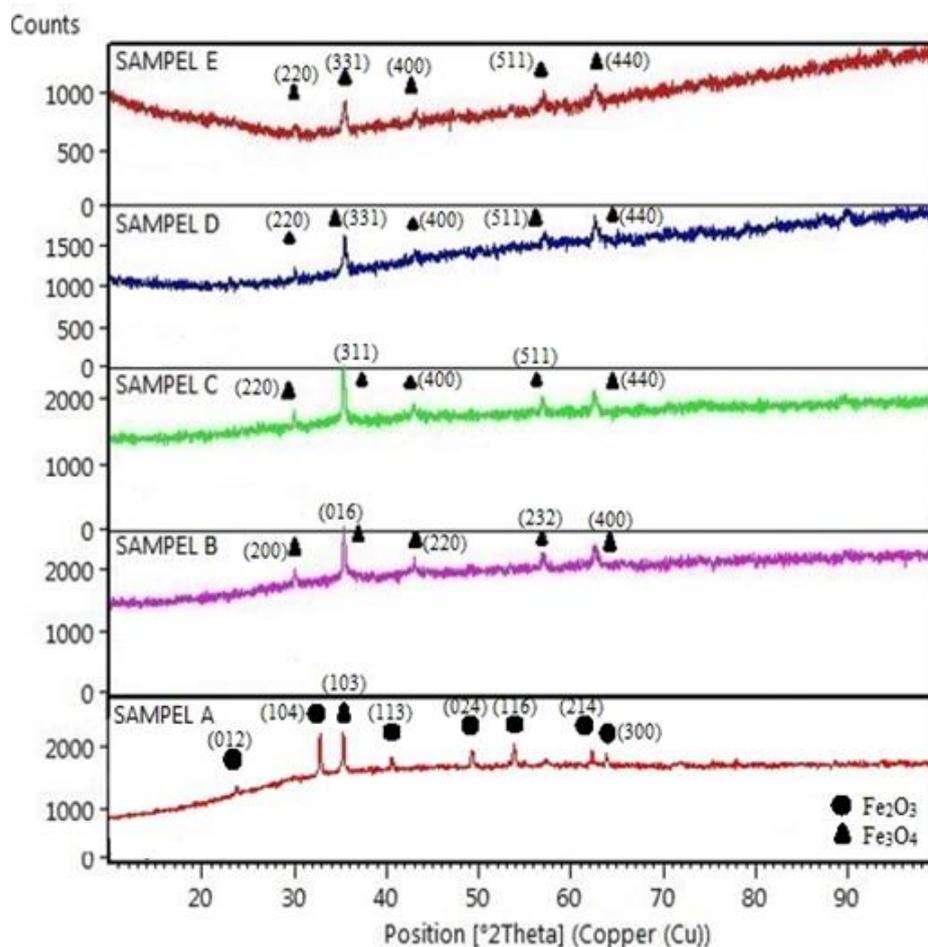
Dengan L adalah diameter kristal, λ yaitu panjang gelombang sinar X yang digunakan, θ adalah sudut bragg, dan B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*).

3. HASIL DAN DISKUSI

Pengujian sampel dengan XRD digunakan untuk mengidentifikasi ukuran dan struktur kristal. Ada empat sampel dengan variasi massa asam laurat, yaitu sampel B, C, D, dan E dengan massa asam laurat masing-masing 10 g, 30 g, 40 g, dan 50 g. Sampel A merupakan meruapaktan Fe_3O_4 tanpa penambahan asam laurat yang digunakan sebagai pembanding. Pola difraksi XRD untuk kelima sampel dapat dilihat pada Gambar 1. Berdasarkan data standar ICDD 00-001-1111 untuk fasa Fe_3O_4 dan ICDD 01-073-3825, fasa Fe_2O_3 sampel A diperoleh puncak tertinggi yang berada pada posisi $2\theta = 33,1589^\circ$ dengan indeks Miller (104). Sementara untuk puncak tertinggi dari Fe_3O_4 terdapat pada posisi $2\theta = 35,6390^\circ$ dengan intensitas 97,16 % yang indeks Millernya (103). Sistem kristal yang dihasilkan adalah *cubic* dengan parameter kisi $a = b = c = 8,3740 \text{ \AA}$ dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 1. Dengan memasukan data-data dari puncak Fe_3O_4 , didapatkan ukuran kristal untuk sampel A tanpa penambahan asam laurat sebesar 54,4 nm. Kemunculan Fe_2O_3 pada sampel ini menunjukkan bahwa pada proses sintesis yang dilakukan juga terjadi proses oksidasi Fe_3O_4 .

Selanjutnya, sampel B, C, D dan E merupakan Fe_3O_4 yang ditambahkan asam laurat. Pada keempat sampel ini tidak ditemukan adanya fasa asam laurat. Asam laurat bertindak sebagai *template* yang melapisi permukaan partikel Fe_3O_4 , sehingga mencegah terjadinya oksidasi dan degradasi. Berbeda dengan sampel A, dari keempat sampel ini tidak terdapat lagi kandungan Fe_2O_3 di dalamnya. Pada Gambar 1 terlihat bahwa puncak-

puncak yang dihasilkan untuk masing-masing sampel berada pada nilai 2θ yang hampir sama.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X sampel A, B, C, D dan E

Puncak tertinggi dari sampel B merupakan puncak Fe_3O_4 yang berada pada posisi $2\theta = 35,4832^\circ$ dengan indeks millernya (106). Struktur kristal yang dihasilkan adalah *cubic* dengan parameter kisi $a = b = c = 8,3740 \text{ \AA}$ dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Berdasarkan persamaan Scherrer didapatkan ukuran kristal untuk sampel B jauh lebih kecil dibandingkan dengan sampel A yaitu sebesar 46 nm.

Sampel C dengan penambahan 30 g asam laurat, dimana puncak tertingginya berada pada $2\theta = 35,4872^\circ$ dengan indeks Millernya (311) yang memiliki sistem kristal *monoclinic*. Parameter kisi $a = 5,9444 \text{ \AA}$, $b = 5,9247 \text{ \AA}$, $c = 16,7751 \text{ \AA}$ dengan $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 90,2360^\circ$. Ukuran kristal yaitu 31,9 nm, mengalami penurunan yang cukup signifikan dibandingkan sampel A yang belum ditambahkan asam laurat. Puncak tertinggi sampel D berada pada posisi $2\theta = 35,3926^\circ$. Sistem kristal yang dihasilkan adalah *cubic* dengan indeks Miller (331) dan parameter kisi $a = b = c = 8,3990 \text{ \AA}$ dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Ukuran kristal yang didapatkan dari hasil perhitungan yaitu 29,5 nm. Sampel E puncak tertingginya berada pada posisi $2\theta = 35,5747^\circ$. Sistem kristal yang dihasilkan pada sampel ini adalah *cubic*, dengan indeks

Miller (311). Parameter kisi $a = b = c = 8,3700\text{\AA}$ dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Ukuran kristal pada sampel ini jauh lebih kecil dibanding sampel yang lain yaitu 20,2 nm. Hal ini disebabkan oleh asam laurat dapat menghambat pertumbuhan kristal Fe_3O_4 . Secara keseluruhan perbandingan konsentrasi asam laurat, struktur dan ukuran kristal dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hubungan antara konsentrasi asam laurat dengan struktur dan ukuran kristal Fe_3O_4

Sampel	Asam laurat (g)	Sistem kristal	ukuran Kristal (nm)
A	0	<i>cubic</i>	54,4
B	10	<i>monoclinic</i>	46,0
C	30	<i>cubic</i>	31,9
D	40	<i>cubic</i>	29,5
E	50	<i>cubic</i>	20,2

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa asam laurat dapat mempengaruhi ukuran kristal, dimana peningkatan massa asam laurat (10, 30, 40, dan 50) g terlihat dapat menurunkan ukuran kristal. Secara umum struktur kristal yang diperoleh adalah *cubic*. Ukuran kristal terkecil adalah 20,2 nm yang didapatkan dari penambahan massa asam laurat sebanyak 50 g. Nanokristal Fe_3O_4 dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang, seperti biomedis, optoelektronik dan lain lain.

DAFTAR PUSTAKA

1. Astuti, Claudia, G., Noraida, dan Ramadhani, M., 2013, Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles from Ironstone Prepared by Polyethylene Glycol 4000, *Makara Journal of Science*, Vol.17, No.2
2. Delmifiana, B. dan Astuti, 2013, Pengaruh Sonikasi terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Fisika Unand*, Vol.2, No.3, hal 186-189.
3. Gunawan, H. dan Budiman, A., 2014, Penentuan Persentase dan Nilai Suseptibilitas Mineral Magnetik Bijih Besi yang Berasal dari Tiga Lokasi Tambang Bijih Besi Di Sumatera Bara, *Jurnal Fisika Unand*. Vol.3(4). hal 249-254.
4. Mairoza A, dan Astuti. 2016. Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dari Batuan Besi Menggunakan Asam Laurat Sebagai Zat Adiktif. *Jurnal Fisika Unand*.5(3):283-285.
5. Mamani, J.B., Costa-Filho, A.J., Cornejo, D.R., Vierra, E.D., Gamarra, L.F., 2013, Syntesis and Characterization Of Magnetite Nanoparticles Coated with Lauric Acid, *Materials Characterization*, hal. 28-36.
6. Taufik, A., Bahtiar, S., Sunaryono, Hidayat, N., Fuad, A., Diantoro, M., Hidayat, A., Pratapa, S., dan Darmanto, 2010, Kajian Struktur Kristal dan Dielektricitas Nanopartikel Magnetite Berbasis Pasir Besi Doping Zn^{2+} Hasil Sintesis Metode Kopresipitasi, *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol.13, No.2, Hal. 153-156, LIPI.