

PENGARUH WAKTU PEMANASAN TERHADAP SINTESIS NANOPARTIKEL Fe_3O_4

Astuti, Aso Putri Inayatul Hasanah

Jurusan Fisika. FMIPA. Universitas Andalas

Email: tuty_phys@yahoo.com

ABSTRAK

Nanopartikel magnetik Fe_3O_4 disintesis dari destruksi batuan besi. Metode yang digunakan adalah metode kopresipitasi dengan menggunakan *template* PEG 4000. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh waktu pemanasan terhadap sifat nanopartikel magnetik yang dihasilkan, yaitu 3 jam, 4 jam, dan 5 jam pada temperatur 220 °C. Karakterisasi nanopartikel magnetik dilakukan dengan *Magnetic Susceptibilitymeter*, *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *Scanning Elektron Microscope* (SEM). Berdasarkan hasil penelitian ini, waktu dan temperatur pemanasan berpengaruh terhadap kemagnetan, ukuran partikel, maupun ukuran kristal material magnetik Fe_3O_4 yang dihasilkan. Pemanasan dengan waktu yang optimum diperoleh pada 4 jam dengan ukuran kristal 20,86 nm dan ukuran partikel terkecil antara 36-46 nm dan suseptibilitas magnetnya $20427,96 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$. Sedangkan distribusi ukuran partikel sudah cukup seragam dan berbentuk bulat, sebagai pengaruh dari PEG 4000 yang berfungsi sebagai *template* dan mencegah terjadinya aglomerasi antar partikel.

Kata kunci : Nanopartikel magnetik, Fe_3O_4 , PEG-4000, waktu pemanasan.

1. PENDAHULUAN

Besi merupakan unsur logam yang berasal dari bijih besi yang banyak terdapat pada daerah pegunungan. Besi banyak dimanfaatkan oleh manusia karena pengolahannya yang relatif murah dan mudah serta besi mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi. Penggunaan besi sangat beragam, mulai dari keperluan rumah, pertanian, permesinan hingga untuk alat transportasi. Di alam, biji besi dapat ditemukan dalam bentuk mineral magnetit (Fe_3O_4) (Hunt dkk, 1995). Luasnya aplikasi dari Fe_3O_4 ternyata tidak terlepas dari perkembangan kajian nanomaterial yaitu material dengan ukuran dalam orde nanometer (nm), atau kurang dari 100 nm. Beberapa sifat nanopartikel magnetik bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, ketika ukuran suatu partikel magnetik di bawah 10 nm akan bersifat superparamagnetik pada temperatur ruang, artinya energi termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah nanopartikel tunggal. Sintesis nanopartikel seragam dengan mengatur ukurannya menjadi salah satu kajian yang sangat menarik akhir-akhir ini (Aiguo dkk, 2008).

Penelitian-penelitian tentang nanopartikel magnetik banyak dimanfaatkan dalam industri keramik, katalis, *energy storage*, *magnetic data storage*, ferrofluida, absorbent, serta biomedis. Misalnya di bidang biomedis, nanopartikel magnet digunakan untuk *treatment hyperthermia* yaitu penyembuhan penyakit tumor, *drug delivery system* sebagai *contrast agent* dalam diagnosa penyakit dengan menggunakan *magnetic resonance imaging* (MRI). Sedangkan dalam bidang industri digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpan data dalam bentuk CD atau *hard disk*, pigmen warna (Takayanagi, dkk, 2007; Perdana, dkk, 2010; Lida, dkk, 2007).

Nanopartikel Fe_3O_4 biasanya didapat dengan beberapa metode sintesis kimia, seperti kopresipitasi, *reverse micelle method*, sintesis *microwave plasma*, teknik sol-gel, *freeze drying*, *ultrasound irradiation*, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, dan lain-lain (Aiguo dkk, 2008; Sholiha, dkk, 2010). Metode kopresipitasi merupakan metode sintesis

yang paling sederhana, mudah dan tidak membutuhkan temperatur yang tinggi, namun dapat menghasilkan partikel Fe_3O_4 dalam orde nanometer.

Selain material yang digunakan, proses selama sintesis juga mempengaruhi ukuran partikel. Temperatur sintering dan waktu sintering merupakan variabel yang sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel. Oleh sebab itu dalam penelitian ini melaporkan sintesis nanopartikel magnetik dengan menggunakan optimasi waktu pemanasan pada temperature rendah. Selain itu, juga digunakan PEG 4000 sebagai *template*, yang dapat mencegah terjadinya aglomerasi sehingga dihasilkan distribusi ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan menggunakan temperatur tinggi. Serbuk magnetik yang terbentuk berwarna hitam dan dapat ditarik oleh magnet. Kemagnetan serbuk ini diuji dengan menggunakan *Magnetic Susceptibility Meter (dual frequency sensor model MS2B)*, dan morfologi partikel diamati dengan Scanning Electron Microscopy (SEM, JEOL JSM-6360LA), sedangkan kristalinitasnya dikarakterisasi dengan menggunakan X-ray diffraction (XRD, Rigaku D/max 2550 V), selain struktur kristal, data XRD juga dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal yaitu menggunakan persamaan Scherrer pada Persamaan 1.

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

dengan :

D = Ukuran kristal

λ = Panjang gelombang sinar-X yang digunakan

θ_B = Sudut Bragg, B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada $2\theta \times (\pi/180)$ satu puncak yang dipilih,

k = Konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk k adalah 0,9.

2. METODE PENELITIAN

Serbuk Fe_3O_4 sebanyak 10 gram dilarutkan dalam HCl (12 M) sebanyak 20 ml pada temperatur 90 °C dan diaduk sekitar 60 menit dengan *magnetic stirrer*.

Setelah larutan terbentuk, dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring. Hasil dari larutan yang telah disaring tadi berupa filtrat. Untuk mengendapkan filtrat ditambahkan NH_4OH sebanyak 25 ml dan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan. PEG-4000 dilelehkan pada temperatur 40°C, kemudian ditambahkan dalam endapan Fe_3O_4 diaduk. Endapan Fe_3O_4 yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutannya dan dicuci dengan menggunakan aquades 3 kali, kemudian dikeringkan dalam *oven* pada temperatur 220 °C dengan variasi waktu 3 jam, 4 jam, dan 5 jam.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Analisis Data *Magnetic Susceptibility*

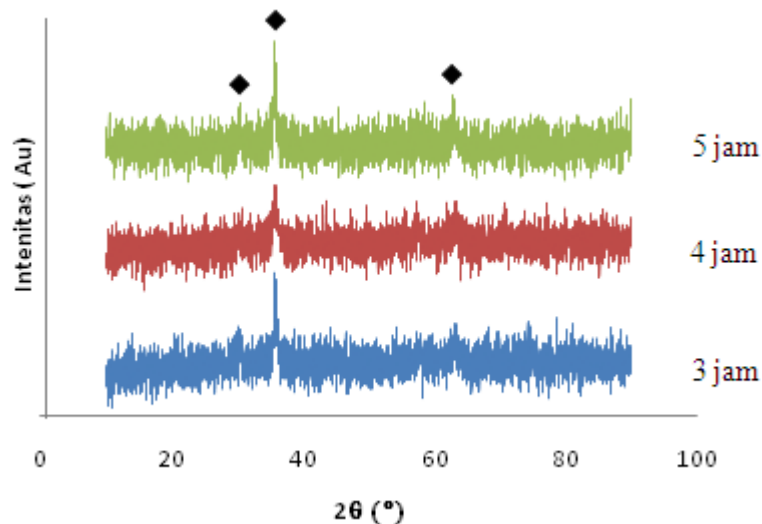
Hasil pengukuran suseptibilitas magnet dari ketiga sampel serbuk magnetik dapat dilihat pada Tabel. 1.

Tabel 1. Hasil pengukuran Suseptibilitas serbuk Fe_3O_4 dengan waktu pemanasan 3 jam, 4 jam dan 5 jam.

Sampel	Suseptibilitas Magnet ($10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$)
Fe_3O_4 dengan waktu pemanasan 3 jam	76711,08
Fe_3O_4 dengan waktu pemanasan 4 jam	20427,96
Fe_3O_4 dengan waktu pemanasan 5 jam	118942,42

Berdasarkan data pada Tabel 4.1 dapat disimpulkan bahwa mineral utama penyusun batuan besi pada waktu pemanasan 3 jam, 4 jam dan 5 jam adalah magnetit (Fe_3O_4). Hal ini dapat dilihat dari nilai suseptibilitas magnet dari ketiga sampel berada dalam rentang nilai suseptibilitas magnetit yaitu $20.000-140.000 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ yang bersifat Ferimagnetik. Ferimagnetik bersifat keras dan tahan terhadap panas dan zat kimia.

b. Analisis Data Difraksi sinar-X (XRD)



Gambar 1. Pola difraksi sinar- X dari Fe_3O_4 dengan variasi waktu pemanasan

Gambar 1. menunjukkan pola difraksi XRD dari sampel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 dengan lamanya pemanasan yang bervariasi yaitu pada waktu 3 jam, 4 jam dan 5 jam. Pada gambar terlihat puncak-puncak tertinggi dari sampel yang kemudian dicocokkan dengan Tabel Hanawalt 79-0417. berdasarkan tabel Hanawalt diketahui struktur kristal Fe_3O_4 adalah kubik dengan parameter kisi adalah $a = b = c = 8,394 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Tiga puncak tertinggi dari pola difraksi sinar-X hasil penelitian ini adalah pada nilai d sama dengan $2,5182 \text{ \AA}$, $2,5161 \text{ \AA}$ dan $2,5226 \text{ \AA}$. Berdasarkan data ICSD No. 065339 menunjukkan bahwa sampel mengandung fasa Fe_3O_4 dan tidak ditemukannya fasa lain. Ini berarti tidak ditemukan adanya fasa PEG dalam sampel, yang menandakan bahwa PEG-4000 tidak ikut bereaksi dan hanya bertindak sebagai *template* saja.

Lebarnya puncak dari masing-masing sampel menunjukkan banyaknya sinar-X yang terhambur pada bidang d_{hkl} yang sama. Lebar dari pola XRD mengidentifikasi ukuran

kristal dari suatu sampel. Ukuran kristal dapat dihitung dengan mengetahui lebar setengah puncak maksimum (FWHM). Sampel yang memiliki FWHM yang lebar memiliki ukuran kristal yang lebih kecil. Berdasarkan hasil penelitian ini diperoleh sampel dengan FWHM yang paling lebar adalah sampel dengan pemanasan 4 jam.

Secara kuantitatif, ukuran kristal tersebut dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer, sehingga didapatkan ukuran kristal masing-masing sampel pada Table. 2

Tabel 2. Ukuran kristal masing-masing sampel

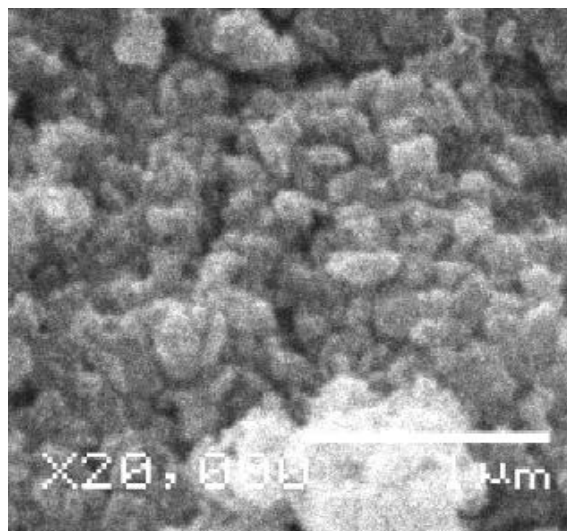
Sampel	Ukuran kristal (nm)
Fe ₃ O ₄ dengan waktu pemanasan 3 jam	41,84
Fe ₃ O ₄ dengan waktu pemanasan 4 jam	20,86
Fe ₃ O ₄ dengan waktu pemanasan 5 jam	69,67

Berdasarkan **Tabel 2**, terbukti bahwa lebar puncak difraksi sinar-X tersebut menggambarkan ukuran kristal. Partikel Fe₃O₄ dengan lama pemanasan 5 jam, memiliki ukuran kristal yang paling besar dibandingkan dengan sampel yang lain. Hal ini disebabkan oleh pemanasan yang terlalu lama, sehingga terjadi pertumbuhan kristal Fe₃O₄. Pemanasan yang dilakukan selama 4 jam sangat efektif karena menghasilkan ukuran kristal yang paling kecil yaitu 20,86 nm.

c. Analisis morfologi data *Scanning Electron Microscope* (SEM)

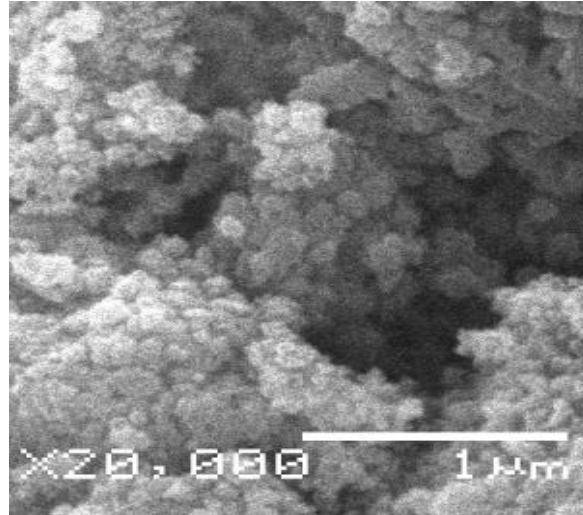
Hasil SEM menunjukkan bahwa partikel yang terbentuk mempunyai morfologi yang sama yaitu bulat (*spherical*). Hal ini sama dengan hasil penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Perdana, dkk (2010). Rantai PEG-4000 akan menyebabkan permukaan nanopartikel Fe₃O₄ terlapisi, sehingga pertumbuhannya terbatas ke segala arah.

Morfologi partikel Fe₃O₄ dengan variasi lama pemanasan 3 jam pada temperatur 220 °C ditunjukkan oleh **Gambar 2**. Hasil SEM menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikelnya tidak seragam dan banyak partikel yang menggumpal. Distribusi ukuran partikel dari sampel didominasi oleh ukuran antara 50-60 nm.



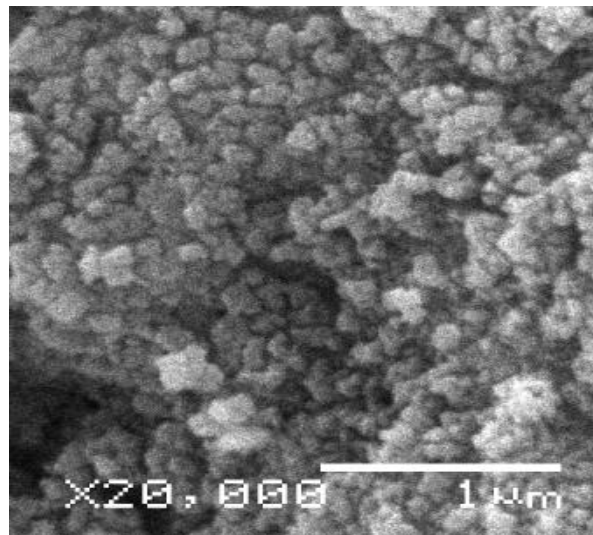
Gambar 2. Morfologi sampel Fe₃O₄ dengan lama pemanasan 3 jam

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam pada temperatur sintering 220°C ditunjukkan oleh **Gambar 3**. Nanopartikel Fe_3O_4 yang terbentuk terlihat cukup seragam dan ukurannya lebih kecil daripada ukuran nanopartikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 jam. Diameter ukuran partikel dari sampel dengan lama pemanasan 4 jam berkisar antara 25 - 68 nm, dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran antara 36 - 46 nm.



Gambar 3. Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam pada temperatur 220°C ditunjukkan oleh **Gambar 4**. Nanopartikel Fe_3O_4 yang terbentuk mempunyai ukuran cukup seragam. Diameter ukuran partikel dari 36-79 nm didominasi oleh ukuran partikel antara 58 - 68 nm.



Gambar 4. Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam

Berdasarkan hasil SEM untuk semua sampel, dapat dikatakan bahwa waktu pemanasan dan temperatur pemanasan sangat mempengaruhi distribusi ukuran partikel Fe_3O_4 . Namun penelitian dengan template PEG ini tidak terlepas dari optimasi konsentrasi PEG, sehingga optimasi terhadap temperatur sintering bisa memberikan efek yang signifikan terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 .

Hasil karakterisasi masing-masing sampel dengan suseptibilitas magnet, SEM dan XRD dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Data pengukuran kemagnetan, ukuran kristal dan ukuran partikel Fe₃O₄ hasil Suseptibilitas Magnet, XRD dan SEM

Sampel	Suseptibilitas Magnet (10^{-8} m ³ /kg)	Ukuran Kristal (nm)	Ukuran Partikel (nm)
Fe ₃ O ₄ dengan waktu pemanasan 3 jam	76711,08	41,72	50 - 60
Fe ₃ O ₄ dengan waktu pemanasan 4 jam	20427,96	20,86	36 - 46
Fe ₃ O ₄ dengan waktu pemanasan 5 jam	118942,42	69,67	58 - 68

Berdasarkan **Tabel 3**, dapat dilihat bahwa ukuran kristal sebanding dengan suseptibilitas magnet, semakin kecil ukuran kristal maka suseptibilitas akan semakin turun dan sebaliknya, semakin besar suseptibilitas maka ukuran kristal akan mengalami kenaikan. Hal ini disebabkan karena nilai suseptibilitas sebanding dengan momen magnet induksi, dimana momen magnet induksi dipengaruhi oleh ukuran kristal (Olamei. dkk, 2011).

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa waktu dan temperatur pemanasan berpengaruh terhadap kemagnetan, ukuran partikel, maupun ukuran kristal material magnetik Fe₃O₄ yang dihasilkan. Pemanasan dengan waktu yang optimum diperoleh pada 4 jam dengan ukuran kristal 20,86 nm dan ukuran partikel terkecil antara 36-46 nm dan suseptibilitas magnetnya $20427,96 \times 10^{-8}$ m³/kg. Dengan demikian nanopartikel magnetik Fe₃O₄ ini dapat dijadikan sebagai bahan baku industri material magnetik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Aiguo, Yan, 2008, *Solvothermal Synthesis And Characterization Of Size-Controlled Fe₃O₄ Nanoparticles*, Journal Alloys and Compound Volume 458, Issues 1-2, 30 June 2008, Pages 487-491
 2. Gao, Kuixiong, 1993, *Polyethylene glycol as an embedment for microscopy and histochemistry*. CRC Press. Page.1-10
 3. Hunt, C. P., B. Moskowitz, S. K. Banerjee, 1995, *Magnetic Properties of Rock and Minerals*, in T.J Ahrens, ed, Rock Physics and Phase Relation, A.
 4. Iida H, K. Takayanagi, T. Nakanishi, T. Osaka, 2007, *Journal of Colloid and Interface Science* 314:274–280
 5. Olamei. N, F. Gosselin, dkk. 2011. "Magnetic microparticle of size optimization for susceptibility contrast imaging". Proc. Intl. Soc.Mag Reson. Med 19.
 6. Perdana, Febi Angelia. 2010. "Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dengan Template PEG – 1000 dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya". Jurnal Materi dan Energi Indonesia. Vol 01, No 01 :1-6.
 7. Sholiha, lia kurnia, 2010. "Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe₃O₄ yang Berasal Dari Pasir Besi dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (Aldrich)". Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Takayanagi, dkk. 2007. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol.314, Page.274–280.