

Analisis Difraksi Nanopartikel Fe₃O₄ Metode Kopresipitasi Dengan Polietilen Glikol 6000

Nurdin Bukit^{1*}, Erna Frida², Pintor Simamora¹, Tresia Sinaga¹

¹Jurusan Fisika FMIPA Unimed

Jln Wiliem Iskandar Psr V Medan Estate

²Fakultas Teknik Universitas Quality Medan

Jln Ring Road (Ngumban Surbakti) no 18 Medan

*Email : nurdinbukit5@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh ukuran partikel nano Fe₃O₄ berbasis dasar pasir besi, mengetahui pengaruh penambahan Polietilen Glikol (PEG)-6000 dengan perbandingan 1:3;1:4;1,5 dan Tanpa PEG terhadap ukuran partikel nano Fe₃O₄. Nanopartikel Fe₃O₄ dihasilkan dari pasir besi yang di sintetis dengan menggunakan metode kopresipitasi. Sintetis dilakukan dengan mencampurkan pasir alam dengan HCl sebagai pelarut dan NH₄OH sebagai pengendap, sebagai *template* di tambahkan PEG-6000. Kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan alat *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui ukuran kristal dan kandungan fasa.

Dari hasil pengujian *X-Ray Diffractometer* (XRD) terhadap Fe₃O₄ tanpa *template* PEG-6000 menunjukkan ukuran kristal 29.08 nm, sedangkan Fe₃O₄ dengan penambahan PEG-6000 dengan perbandingan 1:3;1:4;1:5 adalah : 14.90 nm ; 22.16 nm ; 33.11 nm , fraksi volume magnetit (Fe₃O₄) tanpa PEG = 38,47%, dengan PEG 1:3 = 48,39%;1:4 44,41%;1:5 = 53,20%

Kata kunci : Nanopartikel Fe₃O₄, Polietilen Glikol (PEG)-6000, kopresipitasi.

Diffraction analysis of Fe₃O₄ Nanoparticles With the Coprecipitation Method Polyethylene Glycol 6000.

This study aimed to obtain a particle size-based nano Fe₃O₄ iron sand, determine the effect of Polyethylene Glycol (PEG) -6000 with a ratio of 1: 3.1: 4,1,5 and without PEG against Fe₃O₄. Nanopartikel Fe₃O₄ nano particle size produced from iron sand which in synthetic by using coprecipitation method. Synthetic done by mixing natural sand with HCl as solvent and NH₄OH as a precipitant, as templates are added PEG-6000. Then, characterized by using X-Ray Diffractometer (XRD) to determine the crystal size and content of the phase.

From the test results of X-Ray Diffractometer (XRD) to Fe₃O₄ without template PEG-6000 showed 29.08 nm crystal size, while Fe₃O₄ with the addition of PEG-6000 with a ratio of 1: 3; 1: 4; 1: 5 is: 14.90 nm; 22:16 nm; 33.11nm, the volume fraction of magnetite (Fe₃O₄) without PEG = 38.47%, with PEG 1: 3 = 48.39%; 1: 4 44.41%; 1: 5 = 53.20%

Keywords: Nanoparticles Fe₃O₄, Polyethylene Glycol (PEG) -6000, Coprecipitation.

1. Pendahuluan .

Nanopartikel merupakan suatu partikel dengan ukuran nanometer, yaitu sekitar 1–100 nm. Nanopartikel menjadi kajian yang sangat menarik, karena material yang berada dalam ukuran nano biasanya memiliki partikel dengan sifat kimia atau fisika yang lebih unggul dari material yang berukuran besar (*bulk*). Dalam hal ini sifat tersebut dapat diubah-ubah melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan dan pengontrolan interaksi antar partikel.

Nanopartikel magnetik yang banyak dikembangkan baru-baru ini adalah Fe₃O₄ (magnetik), merupakan salah satu fase dari oksida besi yang bersifat amfoter dan memiliki daya serap yang tinggi [1]. Senyawa Fe₃O₄ (FeO.Fe₂O₃), berwarna hitam dengan struktur berbentuk inversi spinel dan mengandung ion Fe²⁺ dan Fe³⁺ [2].

Beberapa tahun terakhir ini Fe₃O₄ telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, diantaranya sebagai penyimpanan informasi dengan densitas yang tinggi, pembentukan gambar dengan resonansi magnetik, sistem pengiriman untuk obat-obatan, kosmetik, pewarna, tinta serta berperan dalam berbagai proses pemisahan, termasuk adsorpsi

Penelitian nano partikel magnetik yang telah dilakukan [3] dengan PEG-400 dan tanpa PEG, [4], sintetis Fe₃O₄ dengan *template* PEG-1000, dengan menggunakan metode kopresipitasi. [5] *template* PEG-4000, [6] batu besi Fe₃O₄ menggunakan *template* PEG-4000, [7-8].

Nanopartikel Fe₃O₄ biasanya di dapat dengan beberapa metode sintesis kimia, seperti, *reverse micelle method*, sintesis *microwave* plasma,

teknik sol – gel, freeze drying, ultrasound irradiation, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, metode kopresipitasi, dan lain-lain [5]. Dalam penelitian ini metode yang akan digunakan adalah metode kopresipitasi. Metode ini dinilai lebih cocok karena lebih mudah untuk dilakukan, bahan-bahan dan cara kerja yang digunakan juga lebih sederhana. Kelebihan dari metode ini adalah prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif singkat.

2. Metoda Penelitian

2.1 Alat dan bahan

Bahan bahan ; Pasir besi , HCL, NH₄OH , kertas Saring . PEG - 6000
alat alat yang digunakan , ayakan 200 mesh , neraca digital magnetik Stirer ,pompa Vakum, Oven , Shimadzu XRD 6100 X-ray diffractometer

2.2. Proses Sintesis Fe₃O₄ Dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi

Pasir besi (Fe₃O₄) yang didapat dari pemisahan dengan menggunakan magnet, kemudian diayak dengan ukuran 200 mesh. kemudian ditimbang 20 gram dan dimasukkan dengan gelas beaker untuk dicampur dengan HCl 37% sebanyak 40 ml. Campuran diaduk pada suhu 70°C selama 30 menit di dalam magnetic stirrer. Setelah proses pengadukan selesai, dilakukan penyaringan dengan kertas saring (larutan yang lolos dari penyaringan yang digunakan).

PEG-6000 dilelehkan dengan pemanasan pada suhu 50°C selama 15 menit. PEG-6000 yang sudah dilelehkan ditambahkan ke dalam hasil larutan Fe₃O₄ tadi dengan variasi perbandingan volume 1:3; 1:4; 1:5 .Pencampuran larutan dan PEG-6000 dilakukan dengan cara pengadukan dengan menggunakan pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*), pada suhu 70 °C selama 40 menit. Kemudian NH₄OH 25% ditambahkan sebanyak 30 ml dalam campuran Fe₃O₄ sambil di aduk dan dipanaskan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 40 menit pada suhu 70°C. Hasil endapan Fe₃O₄ yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutan yang kemudian dicuci berulang-ulang dengan menggunakan aquades sampai bersih dari pengotornya kemudia di saring.Untuk mendapatkan serbuk partikel nano Fe₃O₄, endapan dikeringkan dalam oven pada suhu sekitar 70°C selama 2 jam.

2.3 Karakterisasi XRD

Karakterisasi *X-Ray Diffractometry* (XRD), yang digunakan dalam temperatur ruang dengan menggunakan alat Shimadzu XRD 6100 X-ray diffractometer (40 kV, 30 mA) ,dengan menggunakan nikel untuk menyaring radiasi CuK α dimana laju scanning yang digunakan adalah dari 2^o/menit pada range 2 θ = 5^o - 70^o .

3 Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi XRD dilakukan untuk menganalisis struktur kristal dari Sampel Fe₃O₄. Dari data XRD yang diperoleh, dilakukan identifikasi puncak-puncak grafik XRD dengan cara mencocokkan puncak yang ada pada grafik tersebut dengan *database* ICDD. Setelah itu, dilakukan *refinement* pada data XRD dengan menggunakan metode Analisis *Rietveld* yang terdapat pada program Rietan. Melalui *refinement* tersebut, fase beserta struktur , dan parameter kisi yang ada pada sampel yang diketahui. Melalui grafik XRD, *grain size* dari sampel juga dapat diperkirakan. Grain size dihitung dengan menggunakan *Scherrer*. dari pola difraksi sinar-x.

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

Dengan Br, K, λ dan D, berturut-turut adalah lebar setengah puncak (FWHM) dalam radian, konstanta scherrer (0,9), panjang gelombang sinar-x (1,5406 Å), dan diameter kristalit dalam ukuran nanometer (nm). untuk menentukan

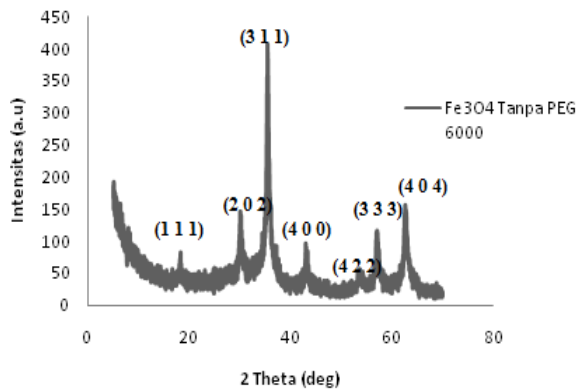
$$\% \text{ fraksi volume magnetit (Fe}_3\text{O}_4) = \frac{\text{intensitas fasa yang dicari}}{\text{jumlah intensitas fasa yang dideteksi sinar x}} \times 100\% \quad (2)$$

Dengan analisa dari gambar 1 sampai 4 diperoleh dari Sampel Magnetite (Fe₃O₄) Tanpa PEG diperoleh ukuran partikel lebih kecil dar 200 mesh % fraksi volume magnetit (Fe₃O₄)= 38,47% , memiliki struktur kristal kubik dengan a = 8.4045 Å dan massa jenis 5,181 gr/cm³.

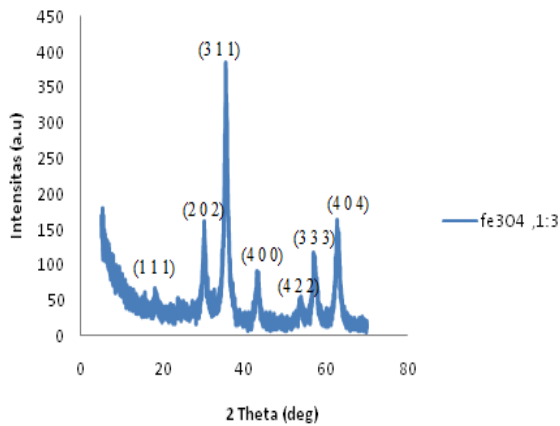
Dengan menggunakan persamaan *Scherrer* pada Sampel Magnetite (Fe₃O₄) dengan perbandingan 1:3 diperoleh ukuran partikel 14,90 nm dan % fraksi volume magnetit (Fe₃O₄) = 48,39% , memiliki struktur kristal kubik dengan a= 8.3837 Å dan massa jenis 5,219 gr/cm³.

Untuk Sampel Magnetite (Fe₃O₄) dengan perbandingan 1:4 diperoleh ukuran partikel 22,16 nm dan % fraksi volume magnetit (Fe₃O₄) = 44,41%. struktur kristal kubik dengan a= 8.3557 Å dan massa jenis 5,272 gr/cm³, Dari Sampel Magnetite (Fe₃O₄) dengan perbandingan 1:5 diperoleh ukuran partikel 33.11 nm dan % fraksi volume magnetit (Fe₃O₄) = 53,20 % .

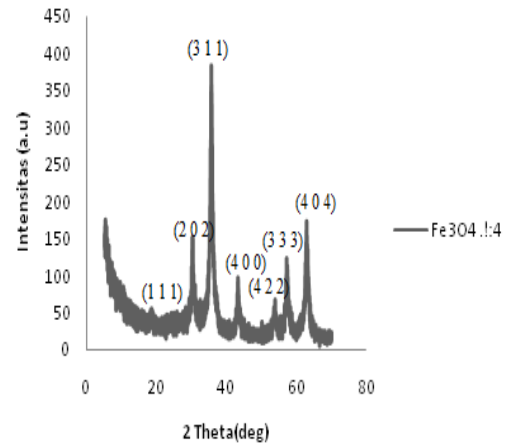
struktur kristal kubik dengan $a = 8.3557 \text{ \AA}$ dan massa jenis $5,2 \text{ gr/cm}^3$.



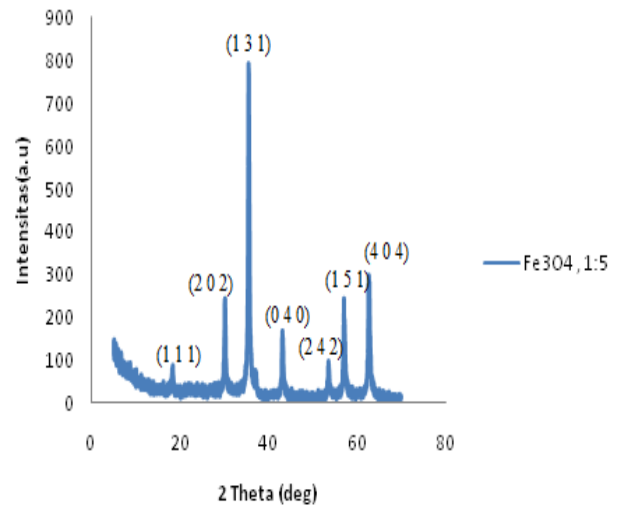
Gambar 1 . Pola Difraksi Sinar-X Sampel Magnetite (Fe_3O_4) Tanpa PEG 6000



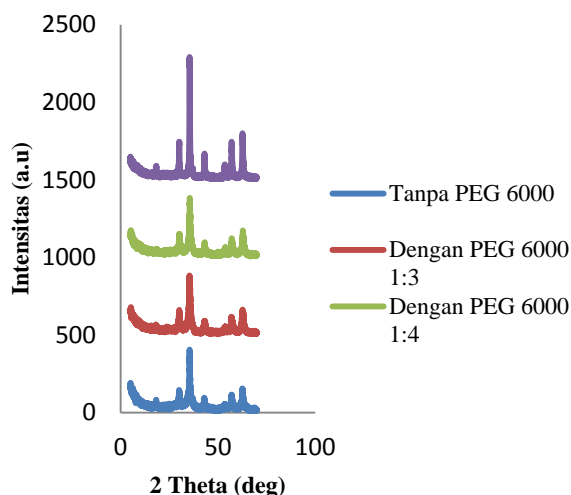
Gambar 2 Pola Difraksi Sinar-X Sampel Magnetit (Fe_3O_4) dengan PEG 6000 (1:3)



Gambar 3 . Pola Difraksi Sinar-X Sampel Magnetit (Fe_3O_4) dengan PEG 6000 (1:4)



Gambar 4 . Pola Difraksi Sinar-X Sampel Magnetit (Fe_3O_4) dengan PEG 6000 (1:5)



Gambar 5 Pola difraksi XRD untuk sampel Fe₃O₄ dengan beberapa perlakuan

Dari gambar 5 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel dengan variasi perbandingan penambahan PEG-6000 dan tanpa penambahan PEG-6000. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa terbentuk puncak yang semakin lebar dengan bertambahnya variasi perbandingan penambahan volume PEG-6000 yang mengindikasikan ukuran kristalnya semakin kecil. Berdasarkan hasil analisis menggunakan program *search match* dan analisis kualitatif menggunakan metode *Hanawalt*, bahwa sampel mengandung 100% fasa Fe₃O₄. Tidak ditemukan juga adanya fasa PEG dalam sampel. Hal ini berarti PEG-6000 tidak ikut bereaksi dan hanya bertindak sebagai *template* saja. demikian juga halnya hasil penelitian [4].

4. Kesimpulan

Dari hasil pengujian *X-Ray Diffractometer (XRD)* terhadap Fe₃O₄ tanpa *template* PEG-6000 menunjukkan ukuran kristal 29.08 nm, sedangkan Fe₃O₄ dengan penambahan PEG-6000 dengan perbandingan 1:3;1:4;1:5 adalah : 14.90 nm ; 22.16 nm ; 33.11nm , fraksi volume magnetit (Fe₃O₄) tanpa PEG = 38,47%, dengan PEG 1:3 = 48,39%;1:4 44,41%;1:5 = 53,20%

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kemeristek Dikti atas biaya Hibah peneliti Fundamental tahun anggaran 2015 dan laboratorium Fisika dan Kimia FMIPA Unimed atas fasilitas Laboratorium .

5. Daftar Acuan .

- [1] Abdillah,G, Sintetis, Karakterisasi dan Uji Stabilitas Fe₃O₄ Asam Askorbat, Skripsi, Fakultas Sain dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga, Yogyakarta. (2013),p 51-56.
- [2] Gubin, S. F., Magnetic Nanoparticles, Russian Academy of Sciences, Wiley-VCH Verlag GmbH , Co.KgaA (2007) ,p 30 - 54 .
- [3] Malik, A., Baqiya dan Darminto, Penggunaan Polietilenglikol-400 pada sintesis nanopartikel Fe₃O₄ dan Karakterisasi struktur serta kemagnetannya, Jurnal Sains Material Indonesia, (2007), p 102-105
- [4] Perdana, F.A., Malik.,A.B., Mashuri., Triwikantoro, dan Darminto, Sintetis Nanopartikel Fe₃O₄ dengan Template PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetiknya, Jurnal Material dan Energi Indonesia .1, (2013)No.01 ,p.1-6
- [5] Putri, S.T, Pengaruh Temperatur Sintering Terhadap Ukuran Nanopartikel Fe₃O₄ menggunakan template peg-4000, Skripsi.FMIPA, Universitas Andalas.(2011),p 1-4.
- [6] Astuti Geby Claudia, Noraida, and Melvira Ramadhani ,Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles from Ironstone Prepared by Polyethylene Glycol 4000 journal makara of science series 17 (2013) ,2 ,p.58-62.
- [7] Y Wei ,B Han ,X Hu,Y,X.Wang.X.Deng ,Syntesis of Fe₃O₄ Nanoparticles and their magnetic properties Procedia Engineering,27 (2011),p 632-637 .
- [8] Javier A. Lopez,, Ferney González,, Flavio A. Bonilla,, Gustavo Zambrano , Maria E. ómez ,Synthesis And Characterization Of Fe₃O₄ magnetic Nanofluid ,Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales ,30 ,1,(2010):p. 60-66