

PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe_3O_4 MENGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

Ani Santi Lestari¹, Dewi Sartika²

¹Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas PGRI Banyuwangi

²Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas PGRI Banyuwangi

Email: ¹anisanti72@gmail.com, ²dewisartika@unibabwi.ac.id

Masuk: 10 Juni 2018, Revisi masuk: 25 Juni 2018, Diterima: 1 Juli 2018

ABSTRACT

Nanoparticles is a material or particle which nanometers size. It has done research making nanoparticles Fe_3O_4 with koprecipitation methods then characterization XRD and TEM to knowing the characteristic and particles size of sample. The result of characterization XRD detected by appearing the peaks diffraction an angle of 30; 35,4; 43; 53,4; 56,9; and 62,5. The result of TEM characterization is 13,68 nm and 14,33 nm of particles size.

Keywords: Coprecipitation, Nanoparticles, TEM, XRD.

INTISARI

Nanopartikel merupakan suatu material atau partikel yang berukuran nanometer. Telah dilakukan penelitian pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 dengan menggunakan metode kopresipitasi yang selanjutnya di karakterisasi dengan XRD dan TEM untuk mengetahui karakteristik dan ukuran partikel pada sampel. Hasil karakterisasi XRD diketahui dengan munculnya puncak-puncak difraksi pada sudut 30; 35,4; 43; 53,4 ; 56,9 ; dan 62,5. Hasil karakterisasi TEM didapatkan ukuran partikel Fe_3O_4 sebesar 13,68 nm dan 14,33 nm.

Kata-kata kunci: Kopresipitasi, Nanopartikel, TEM, XRD.

PENDAHULUAN

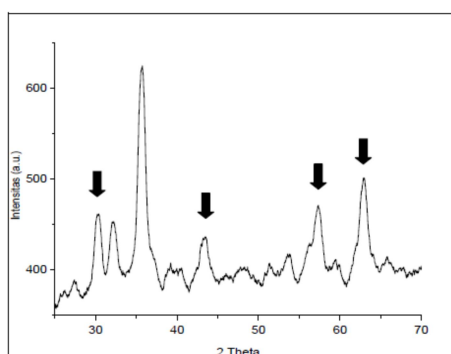
Nanopartikel magnetik telah lama dipelajari lebih dari setengah abad yang lalu baik secara eksperimen maupun teori (Sun, 2007). Salah satu nanopartikel magnetik yang sering digunakan yaitu Fe_3O_4 karena sifat magnetik nya yang kuat sehingga permukaan magnetik nya bersifat reaktif dan memiliki luas permukaan yang besar.

Preparasi sampel Fe_3O_4 dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan metode yang sering digunakan untuk mensintesis nanopartikel magnetik dari larutan garam dengan menambahkan basa dibawah atmosfer inert pada suhu kamar atau pada suhu tinggi (Faraji *et al.*, 2010). Metode kopresipitasi ini dipilih karena lebih ekonomis, efisien dan merupakan metode yang paling sederhana (Yuliani *et al.* 2013).

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur dari Fe_3O_4 yang telah disintesis. Prinsip kerja XRD yaitu sinar-X yang terdifraksi, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan munculnya berbagai sudut yang timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakterisasi dari sampel (Krisnawan, 2009).

Komponen utama pada alat XRD yaitu sumber sinar-X, material uji (sampel) dan detektor. Sumber sinar-X yang terdapat pada tabung sinar-X akan terjadi tumbukan antara tegangan tinggi yang bertujuan untuk mempercepat elektron dengan logam target sehingga menghasilkan panjang gelombang antara 0,1 sampai 100×10^{-10} m. Pada material uji harus dalam bentuk padatan halus (bubuk). Detektor berfungsi sebagai pendeteksi sudut sinar-X yang telah direfleksikan pada material uji (Krisnawan, 2009).

Sampel tersebut bisa dinyatakan terbentuk fasa Fe_3O_4 berdasarkan hasil penelitian sebelumnya. Indikasi terbentuknya fasa Fe_3O_4 diperkuat dengan munculnya puncak difraksi pada indeks miller (220), (400), (511), dan (440). Puncak difraksi dengan indeks miller tersebut merupakan salah satu indeks khas dari Fe_3O_4 , seperti tampak pada Gambar 1 (Hui, 2008).



Gambar 1. Hasil XRD Fe_3O_4 (Hui, 2008)

Karakterisasi TEM digunakan untuk menentukan ukuran partikel. Partikel yang berukuran nanometer dapat diamati dengan jelas menggunakan alat ini. Bahkan dapat mengamati posisi atom-atom dalam partikel karena resolusinya yang tinggi (Abdullah dan Khairurrijal, 2008). Prinsip kerja dari alat ini yaitu dengan menembakkan elektron ke lapisan tipis sampel, selanjutnya komposisi struktur dalam sampel terdeteksi dari analisis sifat tumbukan, pantulan, maupun fase sinar elektron yang menembus lapisan tipis tersebut (Krisnawan, 2009).

PEMBAHASAN

Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 pada sampel 1 dibuat dengan cara melarutkan 4,170 gram $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan 8,109 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 30 ml aquades. Larutan tersebut ditambahkan dengan larutan NH_4OH 10% sebanyak 60 ml dan dilakukan pengadukan diatas magnetic stirrer pada suhu 90°C selama 90 menit. Selanjutnya dilakukan proses pencucian dengan menggunakan aquades hingga bau NH_4OH hilang dan diendapkan dengan menggunakan magnet permanen untuk mempercepat proses dekantasi.

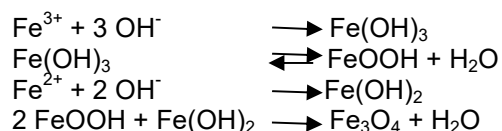
Hasil endapan tersebut kemudian disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 80°C selama 2 jam.

Proses sintesis nanopartikel Fe_3O_4 pada sampel 2 dilakukan dengan cara yang sama yaitu dengan cara melarutkan 4,170 gram $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan 8,109 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 30 ml aquades. Larutan tersebut ditambahkan dengan larutan NH_4OH 10% sebanyak 60 ml dan dilakukan pengadukan diatas magnetic stirrer pada suhu 60°C selama 150 menit. Selanjutnya dilakukan proses pencucian dengan menggunakan aquades hingga bau NH_4OH hilang dan diendapkan dengan menggunakan magnet permanen untuk mempercepat proses dekantasi. Hasil endapan tersebut kemudian disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 80°C selama 2 jam. Hasil produk dari sintesis nanopartikel berwarna hitam pekat seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil sintesis Fe_3O_4

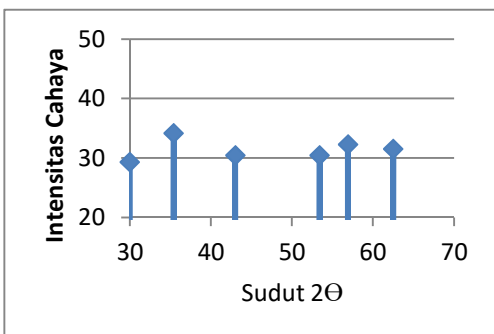
Reaksi pembentukan Fe_3O_4 secara kopresipitasi dijabarkan sebagai berikut (Sun *et al.*, 2006):



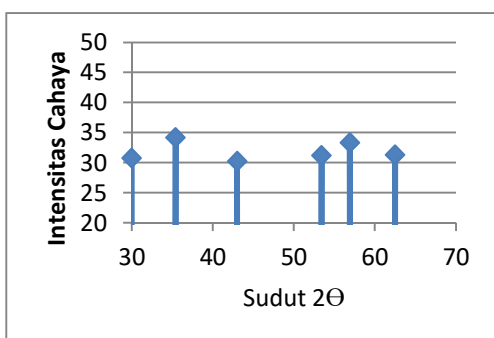
Pada proses kopresipitasi dengan melarutkan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades menghasilkan larutan yang mengandung ion-ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Sedangkan air yang terdapat pada larutan terhidrolisis menjadi H^+ dan OH^- . Ion Fe^{3+} berikatan dengan gugus

hidroksil membentuk $\text{Fe}(\text{OH})_3$. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ terhidrolisis menjadi FeOOH yang ditandai adanya warna coklat kemerahan pada larutan. Ion Fe^{2+} berikatan dengan gugus hidroksil membentuk $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Selanjutnya FeOOH dan $\text{Fe}(\text{OH})_2$ bereaksi membentuk Fe_3O_4 yang ditandai dengan berubahnya warna larutan menjadi hitam pekat.

Sampel Fe_3O_4 yang telah dibuat kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk membuktikan bahwa sampel tersebut terbentuk fasa Fe_3O_4 . Data yang diperoleh kemudian diolah dengan menggunakan microsoft excel. Gambar 3 dan 4 menunjukkan indikasi terbentuknya fasa Fe_3O_4 pada sampel 1 dan 2. Indikasi tersebut berdasarkan nilai parameter ke kisi dari sudut $2\theta = 30 ; 35,4 ; 43 ; 53,4 ; 56,9$ dan $62,5$ yang diperkuat dengan munculnya beberapa puncak difraksi dengan indeks miller (220), (311), (400), (422), (511) dan (440). Puncak difraksi dengan indeks miller tersebut merupakan indeks khas dari struktur Fe_3O_4 (Hui, 2008).

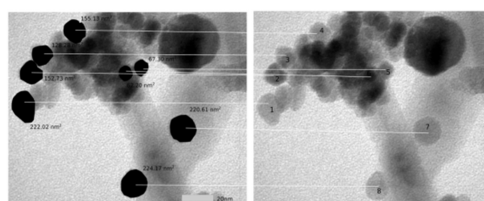


Gambar 3. Nilai puncak berdasarkan sudut 2θ pada sampel 1

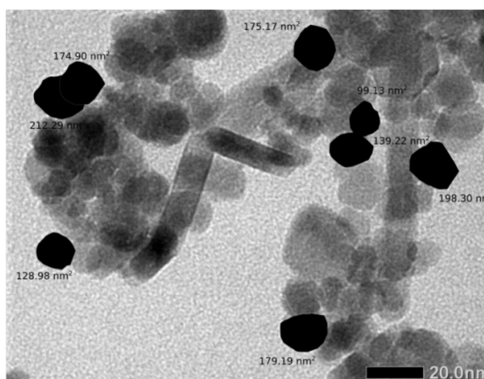


Gambar 4. Nilai puncak berdasarkan sudut 2θ pada sampel 2

Karakterisasi TEM digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dari sampel Fe_3O_4 . Ukuran partikel yang diperoleh dengan mengukur diameter masing-masing butir dapat dilihat pada gambar 5 dan 6. Hasil analisis pola TEM diolah menggunakan microsoft excel dan diperoleh ukuran partikel sebesar 13,68 nm pada sampel 1 dan 14,33 nm pada sampel 2. Gambar 5 menampilkan hasil TEM Fe_3O_4 pada sampel 1, sedangkan Gambar 6 menampilkan hasil TEM Fe_3O_4 pada sampel 1.



Gambar 5. Hasil TEM Fe_3O_4 pada sampel 1



Gambar 6. Hasil TEM Fe_3O_4 pada sampel 2

KESIMPULAN

Berdasarkan data hasil karakterisasi XRD dan TEM, dapat disimpulkan bahwa telah terbentuk fasa Fe_3O_4 pada sampel dengan ukuran partikel sebesar 13,68 nm dan 14,33 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dan Khairurrijal, 2008 Review: Karakteristik Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, Vol. 2, No. 1, hal. 1-9.
- Faraji, M., Y. Yamini, and Rezaee, M., 2010, Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Functionalization, Characterization, and Appli-

- cation, *Journal of Iran Chemical Society*, Vol. 7, No. 1, p. 1-37.
- Hui, C., Shen, C., Yang, T., Bao, L., Tian, J., Ding, H., Li, C., dan Gao, H.J., 2008, Large Scale Fe₃O₄ Nanoparticles Soluble in Water Synthesized by a Facile Method, *J. Phys. Chem.*, Vol. 112, p. 11336-11339.
- Krisnawan, A., 2009, Karakterisasi Sampel Paduan Magnesium Jenis A29 1D dengan Berbagai Variasi Waktu Milling Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF) dan Difraction (XRD), *Skripsi*, Jakarta: Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah.
- Sun, Gubin, S.P., 2007, Magnetic Nanoparticles, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA.
- Sun, J., Zhou, S., Yang, Y., Weng, J. Li, X and Li, M., 2006, Synthesis and Characterization of Biocompatible Fe₃O₄ Nanoparticles., Wiley InterScience.
- Yuliani, N.R., Arief, S. dan Septiani, U., 2013, Penggunaan Reduktor Organik dan Anorganik pada Proses Sintesis Fe₃O₄ dengan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Kimia Unand*, Vol. 2, No. 1, hal. 93-97.

BIODATA PENULIS

Ani Santi Lestari, lahir di Banyuwangi pada tanggal 17 September 1996. Saat ini tercatat sebagai Mahasiswa Program Studi Kimia Universitas PGRI Banyuwangi.

Dewi Sartika, M.Sc., lahir di Banyuwangi pada tanggal 22 Juni 1989, menyelesaikan pendidikan S1 dari Universitas Negeri Malang tahun 2011 pada bidang fisika material, pendidikan S2 dari Universitas Gadjah Mada tahun 2014 pada bidang fisika material. Saat ini tercatat sebagai Pengajar Tetap pada Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas PGRI Banyuwangi.