

PENGARUH SUHU PADA PROSES SONIKASI TERHADAP MORFOLOGI PARTIKEL DAN KRISTALINITAS NANOPARTIKEL Fe_3O_4

Hari Gusti Firnando, Astuti

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas, Padang

Kampus Unand Limau Manis, Pauh Padang 25163

e-mail: hgustifirnando@yahoo.co.id

ABSTRAK

Penelitian mengenai pengaruh suhu pada proses sonikasi terhadap morfologi partikel dan kristalinitas nanopartikel Fe_3O_4 disintesis dengan metode kopresipitasi-sonikasi telah dilakukan. Nanopartikel magnetik disintesis dari batuan besi dengan metode kopresipitasi yang ditambahkan polietilen glikol (PEG-6000) dengan perbandingan massa 1 : 5. Sampel selanjutnya disonikasi dengan variasi suhu sonikasi $50^{\circ}C$, $60^{\circ}C$, dan $65^{\circ}C$. Ukuran kristal, dan distribusi diameter partikel dari nanopartikel ini dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Dari hasil analisis pola difraksi sinar-x terdapat dua struktur yaitu kubik spinel dari magnetit (Fe_3O_4) dan heksagonal dari hematit (Fe_2O_3). Ukuran kristal semua sampel berkisar antara 93 nm - 110 nm dan ukuran partikel semua sampel berkisar antara 25 nm - 200 nm. Hasil SEM menunjukkan semakin tinggi suhu sonikasi, morfologi semua sampel semakin homogen dan rongga pemisah antara partikel lebih kecil.

Kata kunci: Nanopartikel magnetik, kopresipitasi, PEG-6000, sonikasi

ABSTRACT

The research is about the effect of temperature on the process of sonication on particle morphology and crystallinity of Fe_3O_4 nanoparticles synthesized by coprecipitation-sonication method. Magnetic nanoparticle was synthesized from loadstone using coprecipitation method with addition of polyethylene glycol (PEG-6000) with comparison of mass i.e 1 : 5. The sample was sonicated with various of temperature $50^{\circ}C$, $60^{\circ}C$, and $65^{\circ}C$. X-ray patterns analysis, show that two structures that are cubic spinel of magnetite (Fe_3O_4) and hexagonal of hematite (Fe_2O_3). The crystallite size of all samples are approximately from 93 nm - 110 nm. The particle size of all samples are approximately from 25 nm - 200 nm. The SEM images that higher of temperature sonication, morphology of all samples are semispherical shape and separation cavity of between particles are smaller.

Keywords: magnetic nanoparticles, coprecipitation, PEG-6000, sonication

I. PENDAHULUAN

Sumatera barat merupakan salah satu provinsi yang memiliki banyak sumber daya mineral seperti besi. Salah satu daerah yang memiliki cadangan batuan besi yang cukup besar adalah Rura Tomang Bocor, Kecamatan Ranah Batahan dan Poros, Kecamatan Sungai Beremas di Kabupaten Pasaman Barat. Mineral penyusun batuan besi di daerah tersebut terdiri dari besi, timbal, mangan dan tembaga.

Selama ini batuan besi belum diolah dan dimanfaatkan secara optimal, hanya ditambang dan dijual dalam bentuk mentah sehingga nilai jualnya cukup rendah. Besi diperoleh dalam bentuk *magnetit* (Fe_3O_4), *hematit* (Fe_2O_3), *geotit*, *limonit*, atau *siderit*. Dari mineral-mineral bijih besi, magnetit adalah mineral dengan kandungan Fe paling tinggi. Magnetit banyak dipakai dalam berbagai bidang industri seperti keramik, katalis, penyimpan energi, *ferofluida*, *absorbent*, *pasivation coating*, serta biomedis, yaitu *drug delivery system* sebagai *contrast agent* dalam diagnosa penyakit dengan menggunakan *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) (Taufiq, dkk, 2008). Oleh karena itu dibutuhkan pengolahan batuan besi sehingga diharapkan dari pengolahan tersebut dapat meningkatkan nilai jualnya. Salah satu usaha yang dapat dilakukan adalah dengan menjadikannya sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel magnetik. Aplikasi bahan magnetik yang begitu luas ternyata tidak terlepas dari perkembangan kajian material nano yang menuntut mineral tersebut berada dalam orde nanometer (nm). Para peneliti terus mengembangkan berbagai metode sintesis nanopartikel magnetik. Tujuan pengembangan tersebut adalah untuk mendapatkan nanopartikel dengan sifat-sifat yang diinginkan. Beberapa

metode preparasi yang telah dikembangkan adalah metode sol-gel, hidrotermal, kopresipitasi, *ultrasound irradiation* (sonikasi) dan lain-lain.

Metode kopresipitasi merupakan proses kimia yang membawa suatu zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Metode ini digunakan untuk mensintesis batuan besi menjadi nanopartikel magnetic, dan dilakukan pada suhu rendah (kurang dari 100°C), waktu yang relatif lebih cepat, peralatan yang sederhana, bahkan dilakukan dengan memanfaatkan bahan alam yang relatif melimpah seperti batuan besi (Taufiq, dkk, 2008). Oleh karena itu, metode kopresipitasi cocok digunakan dalam penelitian ini. Mineral magnetik yang berada dalam skala nanometer memiliki sifat yang tergantung pada ukurannya. Oleh karena itu, bagaimana mensintesis nanopartikel seragam dengan mengatur ukurannya adalah salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nanopartikel. Ukuran nanopartikel dapat dikontrol dengan penambahan polimer dan surfaktan. Salah satu polimer yang dapat digunakan untuk mengontrol ukuran dan struktur tersebut adalah Polietilen Glikol (PEG) (Perdana, dkk, 2010). Pada penelitian ini digunakan Polietilen Glikol (PEG) 6000. PEG 6000 memiliki sifat yang stabil, mudah bercampur dengan komponen lain, tidak beracun dan tidak iritatif.

Dalam penelitian ini, selain menggunakan metode kopresipitasi juga digunakan metode *ultrasound irradiation* (metode sonikasi). Metode sonikasi banyak dilakukan karena pengaruh sonikasi (ultrasonik) yang dapat menghasilkan sampel kristal partikel nanomagnetik. Metode ini menggunakan *ultrasonic bath* dengan frekuensi tinggi seperti 20 kHz atau 56 kHz untuk memecah ion-ion metal dalam molekul sehingga diharapkan proses pertumbuhan kristal dapat berlangsung dengan cepat dan dapat menghindarkan terjadinya oksidasi pada ion-ion metal yang mengakibatkan terbentuknya partikel amorf.

Pada penelitian lain Delmifiana (2013) telah berhasil mensintesis nanopartikel magnetik dari batuan besi dengan metode kopresipitasi-sonikasi, dan menambahkan Polietilen Glikol (PEG-4000) dengan perbandingan massa 1 : 5. Sampel selanjutnya disonikasi dengan variasi waktu sonikasi selama 1, 2, 3 dan 4 jam. Dari hasil analisis pola difraksi sinar-x terdapat dua struktur yaitu kubik spinel dari magnetit dan korundum heksagonal dari hematit. Ukuran kristal semua sampel berkisar antara 41,6 nm – 58,7 nm. Semakin lama waktu sonikasi yaitu sampai 3 jam, ukuran kristal semakin kecil tetapi pada waktu sonikasi selama 4 jam ukuran kristal kembali membesar. Oleh sebab itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk memperoleh waktu dan suhu sonikasi optimum.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 dengan PEG-6000 menggunakan metode kopresipitasi-sonikasi. Selanjutnya diteliti pengaruh suhu pada proses sonikasi yang dilakukan dalam waktu selama 3 jam, terhadap morfologi partikel dan kristalinitas nanopartikel Fe_3O_4 .

II. METODE

Batuan besi yang sudah dikerus sebanyak 10 gram dilarutkan dalam HCl (12 M) sebanyak ± 20 ml pada suhu 90°C dan diaduk sekitar 60 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah larutan terbentuk, dilakukan proses penyaringan menggunakan kertas saring. Setelah proses penyaringan, ke dalam larutan ditambahkan NH_4OH (6 M) sebanyak ± 25 ml dan didiamkan selama 30 menit, hingga mendapatkan endapan Fe_3O_4 . Setelah itu, endapan yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan aquades sebanyak 3 kali agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih. PEG-6000 yang berbentuk padatan, dipanaskan dan dilelehkan pada suhu 100°C. PEG-6000 yang sudah mencair ditambahkan dalam endapan dengan variasi perbandingan volume 1:5, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah endapan Fe_3O_4 tercampur dengan PEG-6000, kemudian dilakukan proses sonikasi menggunakan Ultrasonic Bath (Branson 3510) dengan variasi perbandingan suhu 50°C, 60°C dan 65°C. Untuk mendapatkan serbuk nanopartikel Fe_3O_4 , larutan yang sudah disonikasi tersebut kemudian dikeringkan dalam *furnace* pada suhu sekitar $\pm 400^\circ\text{C}$ selama 3 jam yang kemudian dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Struktur dan Ukuran Kristal

Pengujian dengan XRD digunakan untuk menentukan struktur dan ukuran kristal pada masing-masing sampel. Sampel a, b, dan c merupakan sampel yang disintesis dengan metode kopresipitasi dan sonikasi dengan variasi suhu sonikasi 50°C, 60°C, dan 65°C.

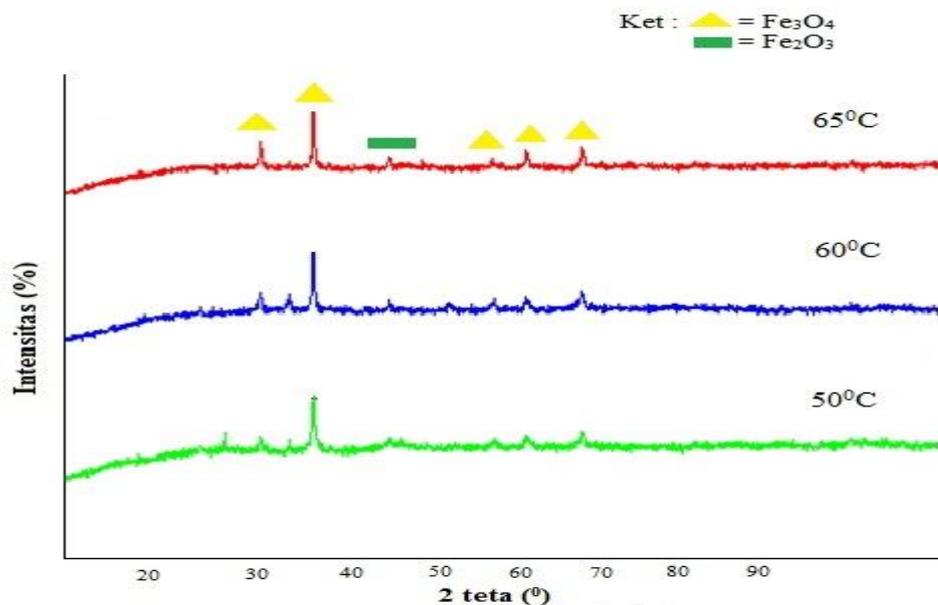
Pola hasil difraksi XRD ditunjukkan pada Gambar 1. Berdasarkan Gambar 1 terlihat bahwa puncak-puncak yang dihasilkan untuk masing-masing sampel berada pada nilai 2θ. Nilai 2θ yang berubah akan mempengaruhi ukuran kristal. Ukuran kristal dapat dicari dengan menggunakan pendekatan Persamaan Scherrer, yang ditunjukkan pada Persamaan 1.

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \tag{1}$$

dengan D adalah ukuran dari kristal, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ adalah sudut Bragg, B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada $2\theta \times (\pi/180)$ satu puncak yang dipilih dan k adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk k adalah 0,9. Berdasarkan persamaan tersebut ukuran kristal ditunjukkan pada Tabel 1.

Berdasarkan Tabel 1 terlihat bahwa sampel a (suhu sonikasi selama 50°C) memiliki ukuran kristal sebesar 110 nm. Pada sampel b (suhu sonikasi selama 50°C) terjadi kenaikan ukuran kristal, hal ini disebabkan pada metode sonikasi terdapat batasan energi yang bisa diberikan agar bisa memberikan dampak yang maksimal bagi terjadinya reaksi kimia. Ketika batasan energi ini dilewati maka efektifitas reaksi kimia menjadi berkurang.

Selain itu, berdasarkan data intensitas dan posisi puncak difraksi yang dihasilkan oleh difraktometer sinar-X kemudian dibandingkan dengan data standar JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) sehingga dapat diidentifikasi jenis materialnya dan indeks millers (hkl) pada masing-masing puncak. Data standar JCPDS yang digunakan adalah PDF 76-1821 untuk material Fe₂O₃ dan PDF 76-0958 untuk Fe₃O₄. Munculnya Fe₂O₃ mengindikasikan bahwa pada proses sintesis yang dilakukan terjadi proses oksidasi Fe₃O₄ oleh oksigen. Berdasarkan hal tersebut terdapat dua tipe kisi yaitu kubik spinel dari bahan magnetit dan heksagonal dari hematit.



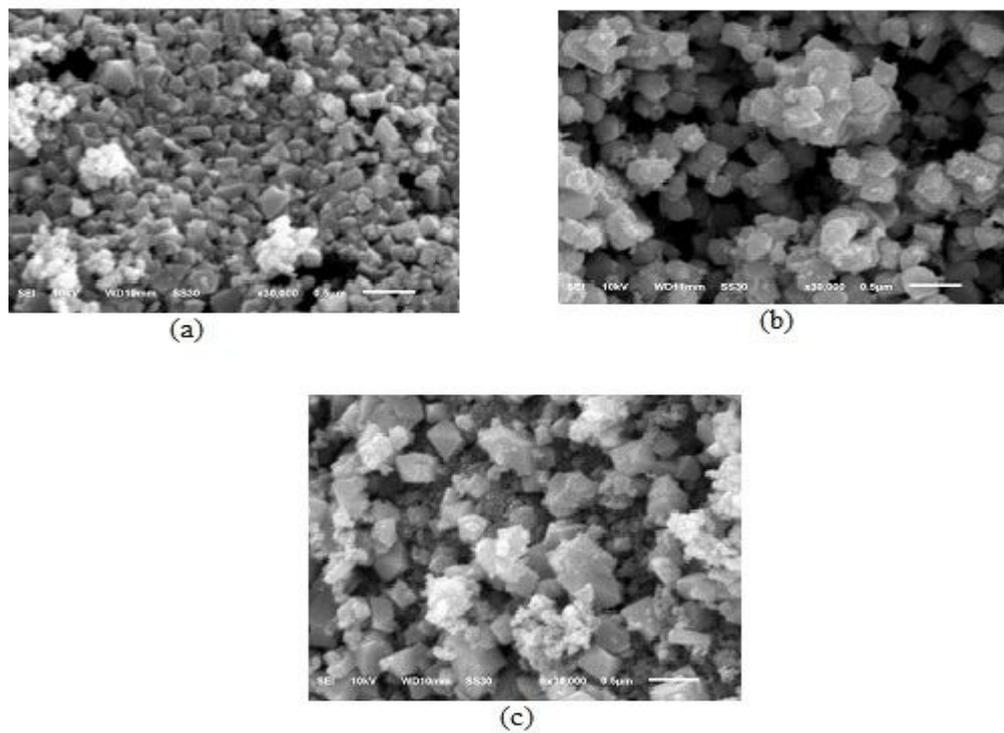
Gambar 1. Pola hasil difraksi XRD (a) Suhu sonikasi 50°C, (b) Suhu sonikasi 60°C, (c) Suhu sonikasi 65°C

Tabel 1 Ukuran kristal masing-masing sampel

No	Sampel	FWHM	Ukuran kristal (D) (nm)
1	a	0,1535	110 nm
2	b	0,1279	130 nm
3	c	0,1791	93 m

3.2 Morfologi Permukaan

Morfologi permukaan diperoleh dari hasil SEM dengan perbesaran 30.000 kali untuk ketiga perlakuan seperti pada Gambar 2, dimana terlihat bahwa partikel yang dihasilkan memiliki morfologi yang berbentuk bulat (*spherical*) dan ukurannya cukup seragam.



Gambar 2. Hasil SEM (a) Sampel dengan suhu sonikasi 50⁰C, (b) Sampel dengan suhu sonikasi 60⁰C, (c) Sampel dengan suhu sonikasi 65⁰C

Berdasarkan Gambar 2(a), 2(b), dan 2(c) dapat dikatakan bahwa suhu sonikasi sangat mempengaruhi distribusi ukuran nanopartikel Fe₃O₄, bahwa semakin tinggi suhu sonikasi morfologi partikelnya terlihat secara jelas dan penggumpalan partikel tidak terlalu banyak. Hal ini membuktikan bahwa gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan partikel (*agglomeration*).

Selain itu hasil SEM juga digunakan untuk menentukan ukuran partikel masing-masing sampel. Pada Tabel 2 terlihat bahwa semakin tinggi suhu sonikasi, maka ukuran partikel semakin mengecil.

Tabel 2 Ukuran partikel masing-masing sampel

No	Suhu Sonikasi (⁰ C)	Ukuran Partikel(nm)	Dominasi Ukuran Partikel (nm)
1	50 ⁰ C	50 – 300 nm	50 nm jumlah diameter 66
2	60 ⁰ C	25 – 200 nm	50 nm jumlah diameter 20
3	65 ⁰ C	25 – 200 nm	25 nm jumlah diameter 43

IV. KESIMPULAN

Sintesis nanopartikel Fe₃O₄ dengan menggunakan metode kopresipitasi-sonikasi menghasilkan partikel berukuran 110 nm, 130 nm, dan 93 nm. Suhu sonikasi sangat

berpengaruh terhadap ukuran partikel dan kristal yang dihasilkan dimana pada suhu yang tinggi yaitu pada suhu 65°C , diperoleh ukuran kristal nanopartikel magnetik paling kecil sebesar 93 nm. Morfologi permukaan nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan lebih homogen dengan semakin tingginya suhu sonikasi serta terdapat rongga pemisah antara partikel berukuran kecil. Berdasarkan hasil yang diperoleh, destruksi batuan besi bisa menjadi bahan alternatif lain untuk mengembangkan material nanopartikel Fe_3O_4 .

DAFTAR PUSTAKA

- Arisandi, D. Kurniawan, T. Hariyanto, Darminto, 2007, *Pengaruh jenis surfaktan pada sifat magnetik fluida magnetik berbasis pasir besi dan aplikasinya untuk pelapisan*, Prosiding Seminar Fisika dan Aplikasinya 2007, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya
- Delmifiana, B, 2013, Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Menggunakan Metode Koprinsipitasi, Jurnal Fisika Unand. Vol.2, No.3, Juli 2013
- Irmansyah, M. Akhiruddin, Z. Mahfuddin, 2010, Sintesis Partikel Nanocrystalline TiO_2 Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sonikimia, Departemen Fisika, IPB.
- Perdana, F.A., Mashuri., Triwikantoro., dan Darmanto, 2010, *Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dengan Template PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetiknya*. Jurnal Material dan Energi Indonesia Vol.1, No.01(2011)1-6
- Taufiq, Ahmad, F. Abdulloh, W. Renik, Sunaryono, 2008, Sintesis Partikel Nano $\text{Fe}_{3-x}\text{MnxO}_4$ Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya, Jurnal Nanosains & Nanoteknologi volume I