

PENGARUH PEG-2000 TERHADAP UKURAN PARTIKEL Fe_3O_4 YANG DISINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Dori Andani, Dwi Puryanti

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas, Padang

Kampus Unand Limau Manis, Pauh Padang 25163

e-mail: dorichaniago@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk melihat pengaruh PEG-2000 terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan metode kopresipitasi. Pasir besi magnetik didapat dari pengolahan batuan besi. Pasir besi selanjutnya direaksikan dengan HCl dan NH_4OH dengan menggunakan metode kopresipitasi. Perbandingan komposisi pasir besi dan PEG-2000 yang digunakan adalah 1:0, 1:1, 1:2 dan 1:4. Dari karakterisasi dengan XRD diketahui ukuran kristal Fe_3O_4 berturut-turut yaitu 217,00 nm, 108,75 nm, 81,57 nm dan 130,02 nm. Berdasarkan hasil SEM terlihat bahwa partikel Fe_3O_4 berbentuk bulat dengan ukuran partikel menurun dari 80,00-220,00 nm menjadi 60,00-127,00 nm dengan meningkatnya konsentrasi PEG-2000.

Kata kunci: Fe_3O_4 , pasir besi, nanopartikel, PEG-2000

ABSTRACT

Have conducted studies looking at the effect of PEG -2000 to measure Fe_3O_4 particles were synthesized by coprecipitation method. Magnetic iron sand obtained from the processing of iron rock. Iron sand is then treated with HCl and NH_4OH using coprecipitation method. Variation used was iron sand with no PEG -2000, iron sand PEG -2000 (1:1), iron sand with PEG -2000 (1:2) and iron sand with PEG -2000 (1:4). XRD characterization produce Fe_3O_4 crystal size in a row that is 217,00 nm, 108,75 nm, 81,57 nm and 130,02 nm . Based on the results of SEM shows that the cycle Fe_3O_4 particles with particle size decreased from 80,00 to 220.00 nm to 60.00 to 127,50 nm with increasing concentrations of PEG -2000.

Keywords: Fe_3O_4 , nanoparticles, PEG-2000

I. PENDAHULUAN

Bahan magnetik mempunyai sifat magnet yang kuat bila mempunyai daya kemagnetan yang tinggi dan stabil terhadap pengaruh eksternal seperti temperatur dan perlakuan mekanik. Inovasi untuk mendapatkan sifat magnet yang lebih bervariasi dari bahan magnet dapat dilakukan dengan mensubstitusi satu atom Fe dengan atom-atom logam transisi seperti : Ni, Zn, Mg, Cu, Co, dan Li (Cullity,1972).

Penelitian nanopartikel Fe_3O_4 dengan PEG telah dilakukan oleh Perdana dkk.(2011). PEG yang digunakan adalah PEG 1000 dengan perbandingan volume larutan dari PEG yaitu 1:1, 1:2, 1:4. Penelitian ini menyatakan ukuran kristal dari nanopartikel menurun dari 10 nm kepada 6,5 nm dengan perbandingan kadar PEG 1000 yang divariasikan tersebut. Penelitian ini juga menyatakan bahwa nilai medan koersivitas dan magnetisasi remanen nanopartikel Fe_3O_4 bervariasi tergantung pada ukuran kristalnya. Penelitian yang dilakukan oleh Sumarni (2013) dengan menggunakan PEG 1000 menyatakan bahwa sampel nanopartikel magnetite memiliki struktur kubik pusat muka (*face centered cubic*) dan penambahan PEG dapat meningkatkan persentase fraksi volume nanopartikel *magnetite* serta tidak berpengaruh terhadap struktur kristal nanopartikel *magnetite*.

Dalam beberapa tahun belakangan ini, para peneliti mensintesis partikel nano Fe_3O_4 dengan metode-metode yang berbeda. Beberapa metode yang digunakan untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 adalah metode sol gel (Xu dkk., 2007), metode hidrolisis terkontrol (Iida dkk., 2007) dan metode kopresipitasi (Hong dkk., 2007). Di antara sekian metode sintesis tersebut, metode kopresipitasi merupakan yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dilakukan dan memerlukan suhu reaksi yang rendah ($< 100^\circ C$).

Penelitian yang dilakukan ini adalah sintesis dan karakterisasi partikel Fe_3O_4 dengan PEG-2000 menggunakan metode kopresipitasi. Penambahan PEG-2000 pada sintesis nanopartikel *magnetite* bertujuan untuk melihat pengaruhnya terhadap ukuran partikel maupun

ukuran kristal *nanomagnetite* yang dihasilkan. Sintesis dilakukan dengan mencampurkan pasir alam dengan HCl sebagai pelarut dan NH₄OH sebagai pengendap, sebagai templet digunakan PEG 2000. Penambahan masing-masing pasir besi yang divariasikan dengan PEG yaitu 1:1, 1:2, dan 1:4 dan dilihat pengaruhnya pada ukuran kristal dari sampel. Sampel nanopartikel *magnetite* hasil percobaan dikarakterisasi dengan menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD) merk X'Pert Pro PANalytical untuk mengetahui fasa dan ukuran kristal yang terbentuk dan *Scanning Electron Microscopi* (SEM) *Type* JEOL-JSM-6510LV untuk melihat morfologi sampel.

II. METODE

Pasir besi diayak dengan menggunakan ayakan yang berukuran 270 mesh sehingga menghasilkan serbuk besi berukuran 53 μm . Serbuk besi sebanyak 10 gram dicuci dengan aquades, setelah serbuk besi dicuci dilarutkan dalam HCl (12 M) sebanyak 20 ml pada suhu 90 °C dan diaduk sekitar 60 menit dengan *magnetic stirrer*.

Setelah larutan diaduk dengan *magnetic stirrer*, dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring. Hasil dari larutan yang sudah disaring berupa filtrat. Untuk mengendapkan filtrat ditambahkan NH₄OH (6,5 M) sebanyak 25 ml dan didiamkan selama 30 menit. Setelah diperoleh endapan, kemudian hasil endapan dicuci dengan aquades.

Untuk pembuatan sintesis partikel nano Fe₃O₄ dengan templete PEG-2000 sama dengan proses yang dilakukan pada sintesis nanopartikel Fe₃O₄. Hasil endapan ditambahkan PEG-2000 dengan variasi Fe₃O₄ dan PEG adalah 1 :1, 1:2 dan 1:4. PEG yang berbentuk padatan dipanaskan sampai meleleh, kemudian ditambahkan pada larutan yang sudah mengendap dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit hingga tercampur merata, kemudian untuk mengendapkan serbuk partikel Fe₃O₄ sampel dipanaskan dengan *furnace* selama 2 jam dengan temperatur 400 °C. Kemudian serbuk yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

III. HASIL DAN DISKUSI

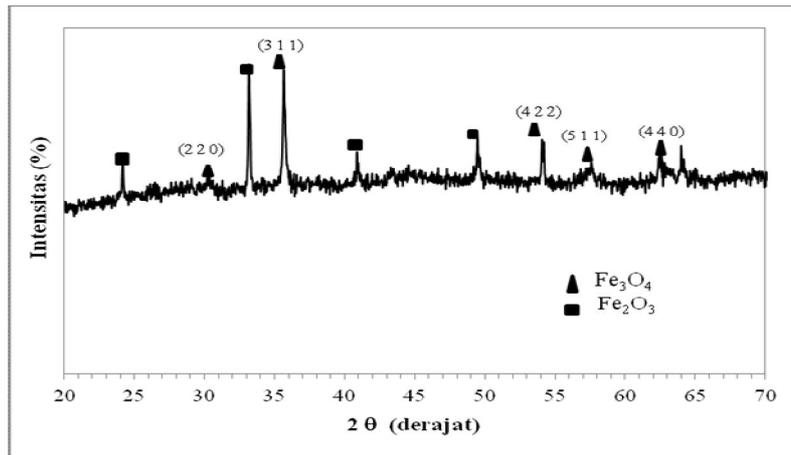
Nanopartikel magnetik yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk menentukan struktur kristal. Karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk melihat morfologi permukaan partikel yang dihasilkan.

3.1 Struktur dan Ukuran Kristal

Dari Gambar 1 terlihat pola difraksi pada sampel yang telah dilakukan pencocokan pada data standar ICDD 01-075-0449 untuk fasa Fe₃O₄ dan data standar ICDD 00-024-0072 untuk fasa Fe₂O₃. Puncak-puncak yang muncul pada difraktogram merupakan puncak-puncak Fe₃O₄ dan Fe₂O₃. Intensitas tertinggi yaitu pada posisi $2\theta = 35,5998$ yang merupakan puncak Fe₃O₄. Intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan kristal yang baik atau semakin banyak atom-atom yang tersusun teratur dan rapi. Berdasarkan identifikasi dari pencocokan data diperoleh puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ untuk fasa Fe₃O₄ adalah sebagai berikut 30,3085°; 35,5998°; 54,0989°; 57,4465° dan 62,3944° yang berturut turut sesuai dengan indeks miller (220), (311), (422), (511) dan (440). Pola difraksi yang terbentuk untuk intensitas maksimum yang mewakili Fe₃O₄ adalah pada sudut $2\theta = 35,5998^{\circ}$ yang sesuai dengan indeks miller (311). Dari perhitungan dengan menggunakan persamaan *Scherrer* (Cullity, 1967) diperoleh ukuran kristal pada sampel tanpa penambahan PEG sebesar 217,00 nm. Untuk mendapatkan ukuran kristal digunakan persamaan *Scherrer* :

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

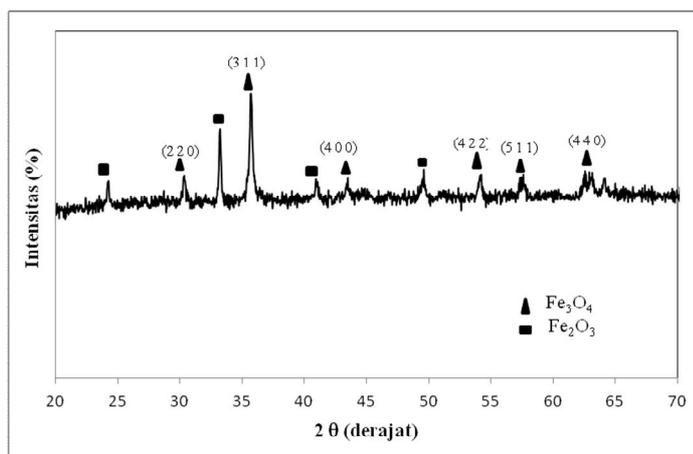
Dimana D adalah diameter (ukuran kristal), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ_B adalah sudut Bragg, B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada $2\theta \times (\pi/180)$ satu puncak yang dipilih, k adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai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



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X dari sampel tanpa penambahan PEG-2000

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi dari sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG adalah 1:1. Pola hasil difraksi yang terbentuk menunjukkan bahwa proses sintesis yang dilakukan berhasil mendapatkan bahan Fe_3O_4 . Hasil tersebut terbukti dengan adanya kemunculan puncak-puncak difraksi yang merupakan puncak-puncak difraksi Fe_3O_4 lebih dominan dibandingkan puncak-puncak difraksi Fe_2O_3 . Intensitas tertinggi yang terdapat pada difraktogram berada pada posisi $2\theta = 35,6329^\circ$ yang merupakan puncak Fe_3O_4 . Intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan kristal yang baik atau semakin banyak atom-atom yang tersusun teratur dan rapi. Pola difraksi lainnya terbentuk pada sudut 2θ untuk fasa Fe_3O_4 adalah sebagai berikut $30,2680^\circ$; $35,6329^\circ$; $43,4231^\circ$; $54,0551^\circ$; $57,4496^\circ$ dan $62,7637^\circ$ yang berturut turut sesuai dengan indeks miller (220), (311), (400), (422), (511) dan (440).

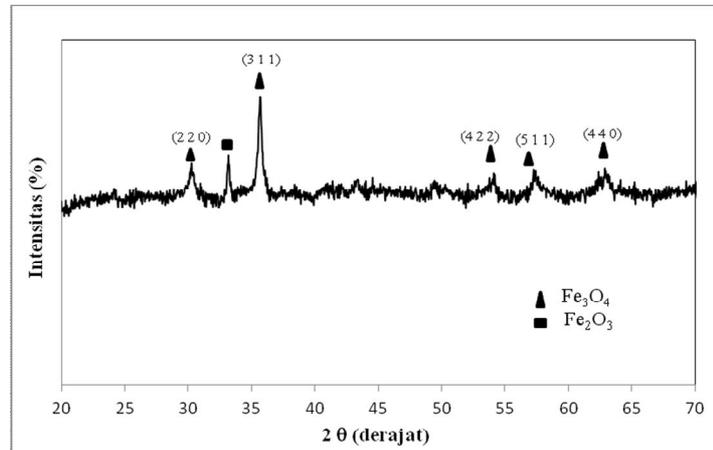
Pada difraktogram dapat dilihat bahwa puncak yang terbentuk lebih lebar dibandingkan dengan sampel tanpa penambahan PEG-2000. Dengan demikian penambahan PEG-2000 menyebabkan puncak yang terbentuk semakin lebar dan mengindikasikan bahwa ukuran kristal yang terbentuk menjadi lebih kecil (Perdana dkk, 2011). Hal ini karena penambahan PEG - 2000 pada partikel akan melapisi partikel sehingga dapat menghambat pertumbuhan dari partikel. Hasil ini dibuktikan dengan melakukan perhitungan dan diperoleh ukuran kristal sebesar 108,75 nm.



Gambar 2 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan penambahan PEG-2000 dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:1

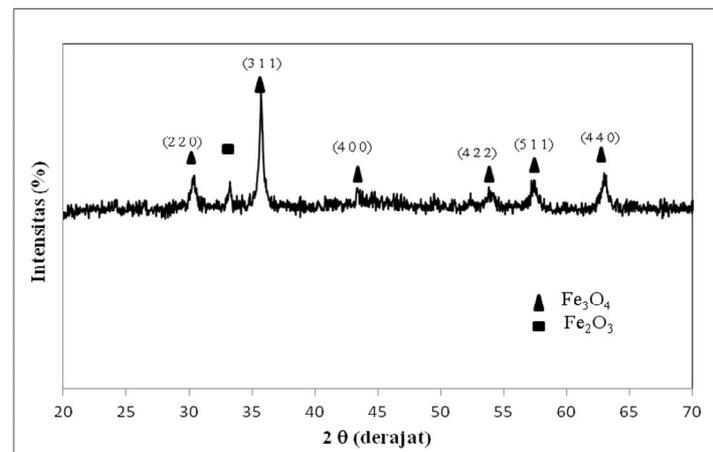
Gambar 3 menunjukkan pola difraksi dari sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:2. Pola difraksi yang terbentuk hampir seluruhnya merupakan pola difraksi dari Fe_3O_4 . Hasil ini menunjukkan bahwa proses sintesis yang dilakukan berhasil mendapatkan bahan Fe_3O_4 . Hasil yang sama juga didapatkan oleh

Perdana dkk (2011) dengan menggunakan templete PEG-1000 dan Nuzully dkk (2013) dengan menggunakan templete PEG-4000. Puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel yang sebagian besar mempunya fasa Fe_3O_4 sesuai dengan indeks miller (220), (311), (422), (511), (440). Puncak maksimum yang diperoleh pada pola difraksi sampel dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 1:2 adalah pada sudut $2\theta = 35.6676^\circ$. Hasil perhitungan pada sudut $2\theta = 35.6676^\circ$ yang sesuai dengan indeks miller (311) adalah sebesar 81,57 nm.



Gambar 3 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan penambahan PEG-2000 dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:2

Gambar 4 menunjukkan pola difraksi sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1 : 4. Pola difraksi dengan intensitas maksimum yang terbentuk untuk fasa Fe_3O_4 adalah pada sudut $2\theta = 35.6873^\circ$. Hasil perhitungan ukuran kristal pada indeks miller (311) adalah sebesar 130,02 nm.



Gambar 4 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:4

Dari Gambar 4 terlihat pola difraksi pada sampel yang cukup baik. Dengan melakukan pencocokan pada data standar ICDD 01-075-0449 untuk fasa Fe_3O_4 dan data standar ICDD 00-024-0072 untuk fasa Fe_2O_3 teridentifikasi bahwa proses sintesis yang dilakukan berhasil mendapatkan bahan Fe_3O_4 . Hal ini dinyatakan oleh difraktogram yang menunjukkan bahwa hampir semua fasa yang terbentuk adalah fasa Fe_3O_4 yang sesuai dengan puncak-puncak difraksi dengan indeks miller (220), (311), (400), (422), (511), (440).

Dari hasil karakterisasi difraksi sinar-X pada keseluruhan sampel tidak ditemukan adanya fasa PEG di dalam sampel, yang mengindikasikan bahwa surfaktan PEG yang berguna untuk mengontrol ukuran partikel tidak ikut bereaksi dan hanya berfungsi sebagai templete yang membungkus partikel. Hasil perhitungan ukuran partikel sampel tanpa penambahan PEG-

2000 dan dengan variasi penambahan PEG-2000 dengan menggunakan XRD diperlihatkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Ukuran kristal sampel Fe_3O_4 tanpa penambahan dan dengan penambahan PEG-2000.

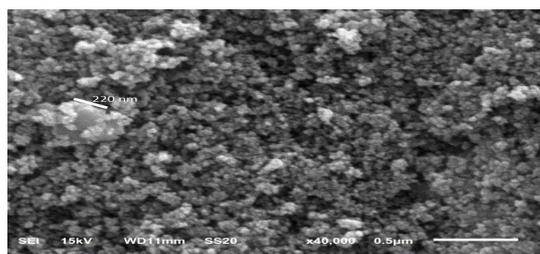
No.	Sampel	Ukuran Kristal (nm)
1.	Fe_3O_4 tanpa PEG	217,00
2.	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 1	108,75
3.	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 2	81,57
4.	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 4	130,02

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa peningkatan konsentrasi PEG yang ditambahkan pada sampel menurunkan ukuran kristal Fe_3O_4 yang dihasilkan. Hasil ini tidak jauh berbeda dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Perdana dkk (2011) dengan menggunakan PEG 1000. Ukuran kristal menurun dengan adanya penambahan PEG sampai pada perbandingan PEG-2000 (1:2), namun terjadi peningkatan ukuran kristal pada penambahan PEG-2000 (1:4). Penurunan ukuran kristal ini berhubungan dengan berat molekul dari PEG-2000. PEG-2000 yang mempunyai berat molekul sebesar 2000 g/mol dan mempunyai derajat polimerisasi sebesar 46 menyebabkan jumlah rantai PEG yang melapisi permukaan partikel juga semakin banyak (Tirosh dkk, 1998).

3.2 Morfologi Permukaan

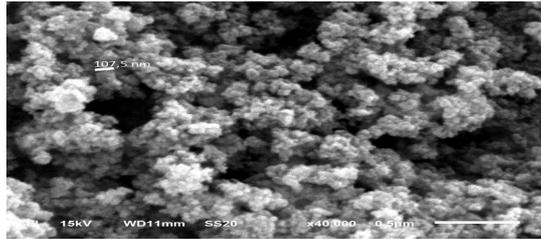
Bentuk morfologi permukaan sampel dapat diamati dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM). Pada penelitian ini dikarakterisasi 4 sampel yaitu sampel tanpa penambahan PEG, sampel penambahan PEG 1:1, sampel penambahan PEG 1:2, dan sampel penambahan PEG 1:4. Untuk mengetahui bentuk morfologi permukaan sampel digunakan karakterisasi SEM dengan pembesaran 40.000 kali karena pada pembesaran tersebut, hasil yang diperoleh lebih jelas.

Morfologi partikel Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG-2000 ditunjukkan oleh Gambar 4.6. Pada sampel Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG ukuran dari partikel belum terlihat seragam dan terlihat aglomerasi yang cukup banyak. Dari pengujian yang dilakukan dengan menggunakan SEM didapatkan ukuran partikel 80,00-220,00 nm, dari sampel tanpa penambahan PEG terlihat masih banyak partikel yang belum terbentuk partikel sehingga banyak terlihat gumpalan-gumpalan yang belum beraturan.



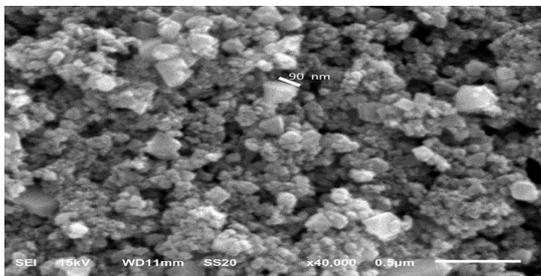
Gambar 5 Hasil SEM sampel tanpa penambahan PEG

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-2000 dengan perbandingan 1 : 1 ditunjukkan oleh Gambar 4.7. Pada Fe_3O_4 yang telah ditambahkan PEG sudah berukuran seragam. Distribusi ukuran partikel dari sampel dengan penambahan PEG 1:1 terlihat cukup seragam. Dari pengujian yang dilakukan dengan menggunakan SEM didapatkan ukuran partikel 75,50-152,50 nm. Sampel pasir besi dengan penambahan PEG (1:1) terlihat adanya pembentukan partikel yang seragam namun masih terdapat partikel yang bertumpuk-tumpuk sehingga banyak terlihat gumpalan-gumpalan yang belum beraturan, tetapi lebih baik dari pada tanpa penambahan PEG.



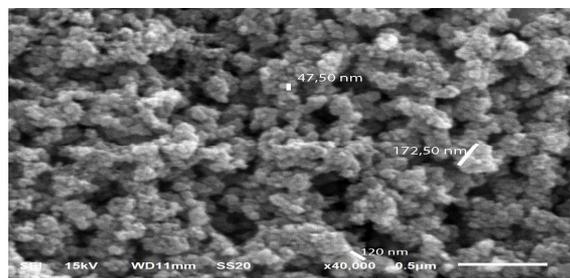
Gambar 6 Hasil SEM sampel dengan penambahan PEG 1:1

Morfologi Nanopartikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-2000 dengan perbandingan 1:2, ditunjukkan oleh Gambar 4.8. Pada Fe_3O_4 yang telah ditambahkan PEG 1:2, sudah terbentuk nanopartikel berukuran seragam. Distribusi ukuran partikel dari sampel dengan penambahan PEG 1:2 ukuran partikel cukup kecil. Dari pengujian yang dilakukan dengan menggunakan SEM didapatkan ukuran partikel 60,00-127,50 nm, dari sampel pasir besi dengan penambahan PEG 1:2 terlihat banyak partikel yang berbentuk kubus, ini menunjukkan bahwa sampel pasir besi dengan penambahan PEG 1:2 dapat dikatakan titik optimum untuk variasi pasir besi dengan PEG-2000, karena terlihat keseragaman dari partikel yang terbentuk.



Gambar 7 Hasil SEM sampel dengan penambahan PEG 1:2

Morfologi Nanopartikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-2000 1:4 ditunjukkan oleh Gambar 4.9. Dari pengujian yang dilakukan dengan menggunakan SEM didapatkan ukuran partikel 47,50-172,00 nm, dari sampel pasir besi dengan penambahan PEG 1:4 terlihat adanya pembentukan partikel namun karena variasi pasir besi dengan PEG 1:4 membuat partikel menjadi tidak beraturan sehingga partikel kembali tidak terbentuk merata dan terlihat banyak gumpalan-gumpalan yang tidak beraturan, tetapi lebih baik dari pada tanpa penambahan PEG. Hasil perhitungan ukuran partikel sampel tanpa penambahan PEG-2000 dan dengan variasi penambahan PEG-2000 dengan menggunakan SEM diperlihatkan pada Tabel 2.



Gambar 8 Hasil SEM sampel dengan penambahan PEG 1:4

Tabel 2. Ukuran partikel sampel Fe_3O_4 tanpa penambahan dan dengan penambahan PEG-2000

No.	Sampel	Ukuran Partikel (nm)
1.	Fe_3O_4 tanpa PEG	80,00-220,00
2.	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 1	75,50-147,50
3.	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 2	60,00-127,50
4.	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 4	47,50-172,50

Semakin banyak permukaan partikel yang dilapisi PEG maka semakin menghambat pertumbuhan partikel, sehingga ukuran partikel semakin mengecil karena pertumbuhan partikel dihalangi oleh banyaknya rantai PEG. Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa penurunan ukuran kristal ini disebabkan semakin banyaknya partikel Fe_3O_4 yang terjebak di dalam rantai PEG sehingga pertumbuhan kristal terhalang yang menyebabkan ukuran kristal Fe_3O_4 semakin kecil. Namun homogenitas rendah pada penambahan PEG-2000 (1:4).

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dengan melihat pengaruh penambahan PEG-2000 terhadap ukuran kristal dan partikel partikel Fe_3O_4 maka, didapat kesimpulan bahwa partikel Fe_3O_4 telah berhasil disintesis dari batu besi di daerah Surian Kabupaten Solok dengan ukuran kristal 217,00 nm sampai dengan 81,57 nm. Variasi konsentrasi PEG-2000 sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 , dimana variasi optimum pasir besi dengan penambahan PEG-2000 dihasilkan pada perbandingan 1:2. Hasil XRD menunjukkan bahwa ukuran dari kristal sampel Fe_3O_4 dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 berturut-turut 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:4 yaitu 217,00 nm, 108,75 nm, 81,57 nm, 130,02 nm. Hasil menunjukkan bahwa sampel Fe_3O_4 telah membentuk ukuran yang homogen dimana bentuk morfologi partikel berbentuk bulat dan berkurang unsur Fe_2O_3 yang tercampur dan ukuran partikel didapatkan dari perbandingan PEG berturut-turut 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:4 yaitu 80,00-220,00nm, 75,50-147,50nm, 60,00-127,50 nm, dan 47,50-172,50nm. Berdasarkan hasil yang diperoleh, maka batuan besi sangat berpotensi untuk dijadikan alternatif lain dalam mengembangkan material nanomagnetik.

DAFTAR PUSTAKA

- Cullity, B.D., 1972, *Introduction to Magnetic Material*, Canada: Addison Wesley Publishing Company.
- Cullity, B.D, 1967, *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, INC, USA.
- Hong, R., Li, J., Wang, J., Li, H. 2007, Comparison of schemes for preparing magnetic Fe_3O_4 nanoparticles. *China Particuology* 5 :186–191
- Iida, H., Takayanagi, K., Nakanishi, T., Osaka, T., 2007, Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles With Various Sizes and Magnetic Properties by Controlled Hydrolysis, *Journal of Colloid and Interface Science* 314: 274-280.
- Nuzully, S., Kato, T., Iwata, S., dan Suharyadi, E., 2013. Pengaruh Konsentrasi Polyethylene Glycol (PEG) Pada Sifat Kemagnetan Nanopartikel Magnetik PEG-Coated Fe_3O_4 . *Journal Jurusan Fisika*, Fakultas MIPA UGM.
- Perdana, F.A., 2011, Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dengan Template PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetnya, *Jurnal Material dan Energi Indonesia*, Vol. 01, No.01.
- Sumarni, S., (2013), Karakterisasi Struktur Kristal Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4) Berbasis Pasir Alam Dengan Penambahan Variasi, *Skripsi* Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga.
- Xu, C-Y, He, Kai, Zhen, L., Shao, En-Z., 2007, *Hydrothermal Synthesis and Characterization of single Crystalline Fe_3O_4 Nanowires with High Aspect Ratio and Uniformity*, *Materials Letter*, Volum 61.