

Pengaruh Penambahan Asam Laurat Terhadap Sifat Fisis dan Magnetik Nanopartikel Fe_3O_4

Rengga Adit Kurniawan*, Astuti, Muldarisnur

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas

Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163

*rengga_k@rocketmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dari batuan besi menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan asam laurat sebagai zat aditif. Variasi massa asam laurat yang diberikan adalah 0, 35,40, 45, dan 50 g. Karakterisasi sampel yang dilakukan meliputi karakterisasi morfologi permukaan sampel menggunakan SEM, ukuran kristal menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan *Bartington Magnetic Susceptibility Meter* (MS2B) untuk mengukur nilai suseptibilitas magnetik. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan ukuran kristal semua sampel berturut-turut adalah 54,4; 31,9; 29,5; 33; dan 20,2 nm. Hasil karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscope*) menunjukkan distribusi partikel yang paling merata/seragam didapatkan pada sampel dengan penambahan asam laurat sebanyak 45 g dengan ukuran partikel berkisar antara 25-64 nm. Pengukuran nilai suseptibilitas magnetik berturut-turut adalah $2757,1 \times 10^{-8}$; $1479,0 \times 10^{-8}$; $948,5 \times 10^{-8}$; $3344,2 \times 10^{-8}$; dan $1174,7 \times 10^{-8} \text{ m}^3 \text{kg}^{-1}$.

Kata kunci: nanopartikel Fe_3O_4 , kopresipitasi, asam laurat, suseptibilitas magnetik

ABSTRACT

Synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles from iron rocks has been conducted by using coprecipitation method with the addition of lauric acid as an additive substance. Variations of lauric acid mass were 0, 35, 40, 45, 50 g. The morphology of samples surface was characterized by SEM, crystal size was characterized by XRD, magnetic susceptibility was characterized by Bartington Magnetic Susceptibility Meter (MS2B). The results of XRD indicated that crystal size of sample respectively is 54,4; 31,9; 29,5; 33; dan 20,2 nm. The result of SEM indicated that the sample with provision of 45 g lauric acid had most uniform particles size with particles size were approximately from 25-64 nm. The result of magnetic susceptibility respectively is $2757,1 \times 10^{-8}$; $1479,0 \times 10^{-8}$; $948,5 \times 10^{-8}$; $3344,2 \times 10^{-8}$; and $1174,7 \times 10^{-8} \text{ m}^3 \text{kg}^{-1}$.

Keywords: Fe_3O_4 nanoparticles, coprecipitation, lauric acid, magnetic susceptibility

I. PENDAHULUAN

Sumatera Barat cukup dikenal sebagai wilayah yang mempunyai banyak sumber daya mineral seperti batuan besi. Beberapa daerah yang memiliki cadangan batuan besi yang cukup besar adalah Kabupaten Solok, Kabupaten Solok Selatan dan Kabupaten Dharmasraya. Batuan besi terdiri dari mineral-mineral oksida besi seperti *magnetite* (Fe_3O_4), *maghemite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Menurut Gunawan dan Budiman (2014) kandungan mineral magnetik yang paling tinggi terdapat pada lokasi tambang Kabupaten Solok yaitu sebesar 95,1 %, sedangkan untuk lokasi tambang di Kabupaten Dharmasraya 90,8 % dan di Kabupaten Solok Selatan 91,6 %.

Nanopartikel magnetik Fe_3O_4 adalah material magnetik yang berukuran nano (kecil dari 100 nanometer). Nanopartikel magnetik Fe_3O_4 telah banyak dikembangkan pada bidang industri sebagai keramik, katalis, penyimpanan energi, *ferrofluida*, *absorbent*, selain itu di bidang biomedis, partikel magnetik dalam ukuran nano dapat diaplikasikan sebagai *drug delivery system* dan sebagai *contrast agent* dalam diagnosa penyakit dengan menggunakan *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) (Fuad dkk., 2010).

Sintesis nanopartikel magnetik Fe_3O_4 telah banyak dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya adalah metode *ultrasound irradiation* (sonikasi) (Delmifiana dan Astuti, 2013), kopresipitasi (Taufik dkk., 2010), hidrotermal (Hakim, 2008), dan lain-lain. Metode kopresipitasi dilakukan pada suhu kurang dari 100°C , waktu yang relatif lebih cepat, peralatan yang sederhana, bahkan dapat dilakukan dengan memanfaatkan bahan alam yang relatif melimpah seperti batuan besi (Taufiq dkk., 2010). Metode kopresipitasi menggunakan pasangan asam dan basa, dimana asam berfungsi sebagai pelarut dan basa berfungsi sebagai pembawa zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki (Abdullah, 2009).

Salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran partikel magnetik agar terdistribusi seragam adalah asam laurat ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$) (Hakim, 2008). Hakim (2008) berhasil mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode dekomposisi termal menggunakan asam oleat dan asam laurat yang berfungsi sebagai *capping reagent* yang melapisi permukaan nanopartikel besi oksida sehingga mencegah terjadinya agregasi antar partikel. Asam laurat mampu mengontrol ukuran dan dispersitas dari nanopartikel sehingga dihasilkan nanopartikel yang lebih seragam/merata (Perdana dkk., 2010). Mairoza dan Astuti (2016) telah melakukan penelitian dari batuan besi untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan asam laurat yang variasinya 0, 5, 10, 20, dan 30 g. Hasil XRD menunjukkan ukuran kristal paling kecil didapat pada penambahan asam laurat 10 g yaitu sebesar 46 nm. Karakterisasi dari hasil SEM memperlihatkan distribusi partikel yang paling seragam ada pada sampel dengan penambahan 30 g asam laurat dengan ukuran partikel berkisar 58-77 nm.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel magnetik dari batuan besi yang berasal dari daerah yang sama dengan Mairoza dan Astuti (2016). Variasi massa yang diberikan adalah 35, 40, 45 dan 50 g, serta pada penelitian ini ditambah dengan pengukuran nilai susceptibilitas magnetik. Hasil Karakterisasi XRD dan SEM pada sampel tanpa penambahan asam laurat digunakan dari penelitian Mairoza dan Astuti (2016).

II. METODE

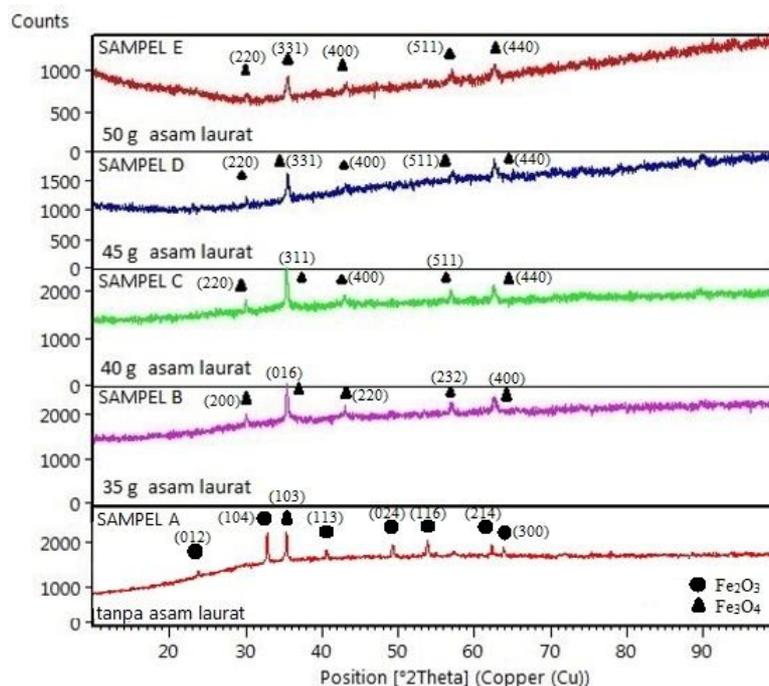
Proses pertama diawali dengan penggerusan batuan besi di Laboratorium Material dan Struktur Jurusan Teknik Sipil Universitas Andalas. Batu besi dimasukkan kedalam alat *Los Angeles* (LA) dengan jumlah putaran 400 kali. Dari hasil penggerusan ini didapatkan sampel berupa serbuk. Kemudian sampel diayak menggunakan ayakan 200 mesh dan dilakukan pemisahan antara biji besi dengan tanah menggunakan magnet permanen. Sebanyak 10 g Fe_3O_4 dilarutkan dengan HCl (12 M) sebanyak 20 ml. Larutan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*) selama 60 menit dengan suhu 90°C . Setelah diaduk menggunakan magnetik stirrer larutan disaring dengan kertas saring agar terpisah dengan pengotornya. Hasil dari pemisahan ini didapatkan larutan berupa filtrat. Selanjutnya NH_4OH 6 M sebanyak 25 ml ditambahkan kedalam larutan dan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan Fe_3O_4 . Endapan Fe_3O_4 yang berwarna hitam pekat dipisahkan dari larutannya, kemudian dicuci menggunakan aquades sebanyak 3 kali agar didapatkan hasil yang bersih. Setelah didapatkan endapan Fe_3O_4 kemudian ditambahkan asam laurat kedalam endapan, dengan menvariasikan massa asam laurat 0, 35, 40, 45, 50 g. Hasil dari campuran tersebut diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit pada suhu 60°C . Selanjutnya endapan disintering sampai suhunya 300°C hingga menjadi serbuk.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Struktur dan Ukuran Kristal

Pengujian sampel dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi ukuran dan struktur kristal. Ada lima sampel dengan variasi massa asam laurat, yaitu sampel A, B, C, D, E dengan massa asam laurat masing-masing 0 g, 35 g, 40 g, 45 g, dan 50 g.

Pola difraksi sinar-X untuk keseluruhan sampel nanopartikel Fe_3O_4 , dengan variasi massa asam laurat 0, 35, 40, 45, 50g dapat dilihat pada Gambar 1. Untuk sampel A merupakan hasil XRD penelitian Mairoza dan Astuti (2016). Pada Gambar 1 terlihat bahwa puncak-puncak yang dihasilkan untuk masing-masing sampel berada pada nilai 2θ yang hampir sama. Sampel A terdapat banyak kandungan Fe_2O_3 di dalamnya, hal ini menunjukkan bahwa pada proses sintesis yang dilakukan juga terjadi proses oksidasi Fe_3O_4 yang disebabkan oleh oksigen. Sementara setelah dilakukan penambahan asam laurat (sampel B, C, D, dan E) tidak terdapat lagi kandungan Fe_2O_3 , karena asam laurat bertindak sebagai *template* yang melapisi permukaan partikel Fe_3O_4 , sehingga mencegah terjadinya oksidasi dan degradasi.



Gambar 1 Hasil karakterisasi menggunakan XRD

Data hasil XRD dan ukuran kristal masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 1. Penambahan massa asam laurat dapat membuat ukuran kristal dari nanopartikel Fe_3O_4 menjadi mengecil. Dari hasil pengukuran diketahui bahwa kristal terkecil didapatkan pada sampel dengan penambahan 50 g asam laurat yaitu sebesar 20,2 nm.

Tabel 1 Parameter hasil XRD dan Ukuran Kristal seluruh sampel

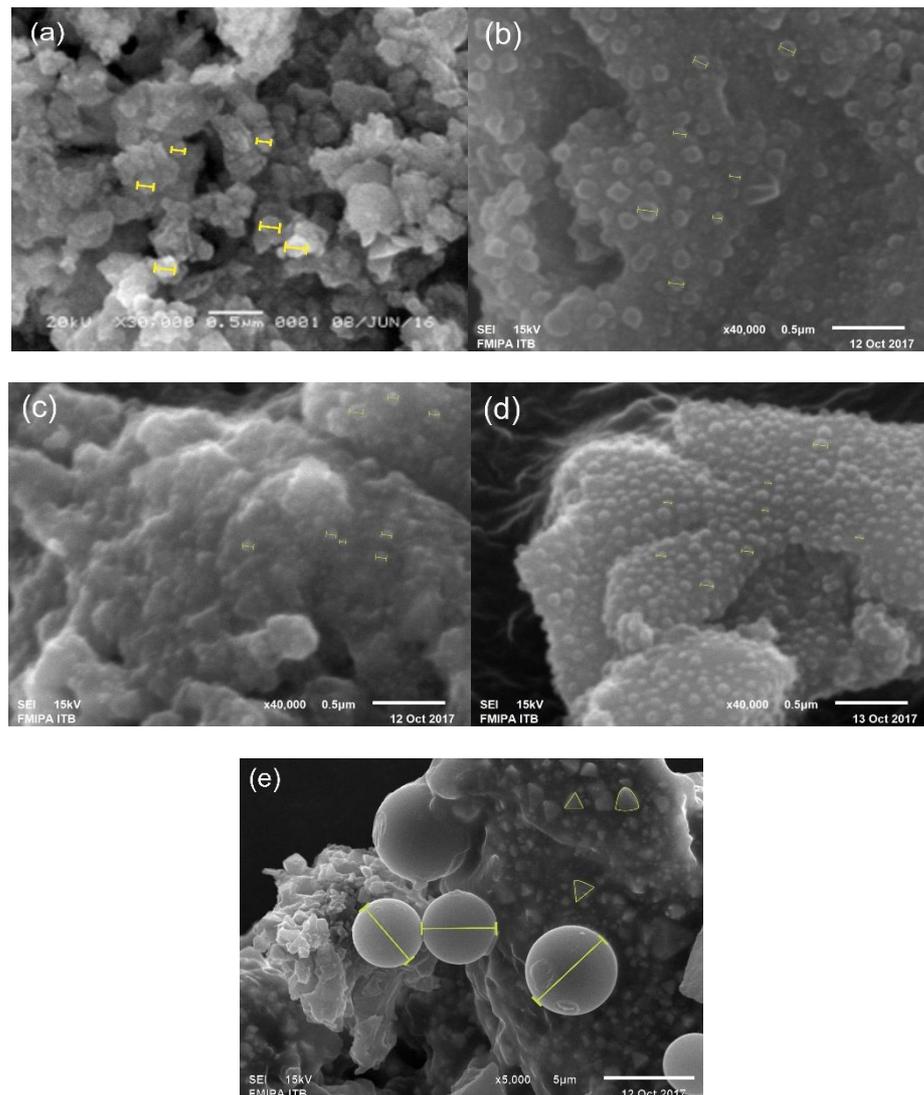
Sampel	2θ	Sistem Kristal	a (Å)	b (Å)	c (Å)	Ukuran Kristal(nm)
A	35,6390°	<i>cubic</i>	8,3740	8,3740	8,3740	54,4
B	35,4872°	<i>monoclinic</i>	5,9444	5,9247	16,7751	31,9
C	35,3926°	<i>cubic</i>	8,3999	8,3999	8,3999	29,5
D	35,5482°	<i>cubic</i>	8,3761	8,3761	8,3761	33,0
E	35,5747°	<i>cubic</i>	8,3700	8,3700	8,3700	20,2

3.2 Morfologi Permukaan

Bentuk morfologi permukaan dari masing-masing sampel diamati dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM). Kelima sampel A, B, C, D dan E dikarakterisasi untuk mengetahui pengaruh dari penambahan massa asam laurat terhadap morfologi permukaan dari nanopartikel Fe_3O_4 . Sampel A dikarakterisasi dengan perbesaran 30.000 kali, untuk sampel B, C dan D 40.000 kali, sedangkan sampel E 5000 kali.

Gambar 2 merupakan hasil karakterisasi SEM untuk semua sampel yang menunjukkan perbandingan morfologi dari nanopartikel Fe_3O_4 . Pada Gambar 2.a merupakan hasil SEM dari penelitian Mairoza dan Astuti (2016). Sampel A merupakan sampel tanpa penambahan asam laurat. Terlihat bahwa terdapat bongkahan-bongkahan yang menandakan terjadinya aglomerasi antar partikel. Hal ini disebabkan karena partikel Fe_3O_4 memiliki sifat magnet yang kuat sehingga tiap-tiap partikel Fe_3O_4 akan cenderung saling mendekat satu dengan yang lainnya. Distribusi ukuran partikel pada sampel A ini berkisar 70-120 nm.

Saat dilakukan penambahan asam laurat sebanyak 35 g (Gambar 2.b) terlihat bahwa terjadi pemisahan antar partikel yang satu dengan yang lainnya. Pada sampel ini partikel-partikel Fe_3O_4 lebih seragam/merata. Hal ini menandakan bahwa asam laurat mampu memperkecil ukuran partikel karena sifatnya sebagai *capping reagent* yang dapat menghambat pertumbuhan dari partikel Fe_3O_4 . Distribusi ukuran partikel pada sampel B ini lebih kecil dari sampel A yaitu berkisar antara 52-105 nm.



Gambar 2 Morfologi sampel hasil penambahan asam laurat, (a) 0 g, (b) 35 g, (c) 40 g, (d) 45 g, (e) 50 g

Sementara itu pada Gambar 2.c yang merupakan sampel dengan penambahan asam laurat sebanyak 40 g, morfologi permukaannya berbeda dengan sampel sebelumnya. Pada sampel ini partikel Fe_3O_4 tidak terlihat dengan jelas, hanya ada beberapa partikel yang terlihat dan memiliki ukuran partikel berkisar antara 64-76 nm.

Sampel D dengan penambahan 45 g asam laurat (Gambar 2.d) menunjukkan morfologi permukaannya yang sangat merata/seragam. Pada sampel ini memiliki ukuran partikel yang kecil dibandingkan pada sampel lainnya, yakni berkisar 25-64 nm. Namun pada sampel E ukuran partikelnya kembali besar, kemungkinan hal ini disebabkan karena penambahan asam laurat yang terlalu banyak. Sepertinya ada batasan massa asam laurat yang bisa ditambahkan dalam setiap sampel. Ukuran partikel pada sampel ini berada dalam orde micrometer yaitu sebesar 3,8; 4,16 ; dan 5,13 μm . Untuk melihat lebih jelas hasil ukuran partikel masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Ukuran partikel dan keterangan dari setiap sampel

Sampel	Ukuran Partikel (nm)	Keterangan
A	70-120	terjadi aglomerasi
B	52-105	terjadi pemisahan partikel
C	64-76	hanya beberapa partikel yang terlihat jelas
D	25-64	partikel sangat merata/seragam
E	3800-5130	terdapat partikel bulat berorde micrometer

3.3 Nilai Suseptibilitas Magnetik

Hasil rata-rata pengukuran suseptibilitas magnetik dari kelima sampel dapat dilihat pada Tabel 3. Nilai suseptibilitas mengalami pengurangan akibat adanya penambahan asam laurat.

Tabel 3 Hasil perhitungan nilai suseptibilitas magnetik

Sampel	Penambahan asam laurat (g)	Nilai suseptibilitas (m^3/kg)
A	0	$2757,1 \times 10^{-8}$
B	35	$1479,0 \times 10^{-8}$
C	40	$948,5 \times 10^{-8}$
D	45	$3344,2 \times 10^{-8}$
E	50	$1174,7 \times 10^{-8}$

Berdasarkan Tabel 3 sampel A (tanpa penambahan asam laurat) memiliki nilai suseptibilitas magnetik $2757,1 \times 10^{-8} m^3/kg$. Menurut Hunt dkk. (1995) nilai suseptibilitas magnetik dari *magnetite* memiliki rentang $20.000-140.000 \times 10^{-8} m^3/kg$. Jadi nilai suseptibilitas sampel ini cukup rendah untuk kategori Fe_3O_4 , kemungkinan hal ini karena tingginya mineral pengotor yang berikatan. Mineral pengotor adalah mineral yang bersifat non-magnetik yang terkandung pada mineral magnetik. Ansori, dkk. (2011) mengatakan bahwa mineral magnetit dapat berupa magnetit ikat yang berikatan pada mineral mafik. Mineral mafik termasuk mineral pengotor walaupun bersifat magnetik. Mineral magnetik utama memiliki nilai suseptibilitas yang besar, sedangkan mineral pengotor walaupun bersifat magnetik memiliki nilai suseptibilitas yang kecil.

Mengacu kepada Tabel 1, Tabel 2 dan Tabel 3 dapat dilihat hubungan antara nilai suseptibilitas magnetik dengan ukuran partikel. sampel D dengan penambahan 45 g asam laurat memiliki nilai suseptibilitas magnetik yang tinggi dibandingkan dengan sampel yang lainnya. hal ini dikarenakan sampel D memiliki ukuran partikel yang paling kecil yaitu sekitar 25-64 nm.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa penambahan asam laurat sebagai zat aditif dapat memperkecil ukuran partikel dan dapat menghasilkan distribusi partikel Fe_3O_4 yang seragam. Distribusi yang paling seragam didapatkan pada komposisi penambahan asam laurat sebesar 45 g dengan ukuran partikelnya 25-64 nm. Terdapat batasan dalam penambahan asam laurat sebagai zat aditif untuk memperkecil partikel, yaitu sebanyak 45 g, karena pada saat penambahan asam laurat 50 g ukuran partikel kembali besar. Nilai suseptibilitas magnetik menurun dengan penambahan asam laurat, kecuali pada penambahan 45 g asam laurat didapatkan suseptibilitas magnetik tertinggi yaitu sebesar $3344,2 \times 10^{-8} m^3/kg$.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., *Pengantar Nanosains* (Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2009), hal 75-80.
 Ansori, C., Sudarsono, Saifudin, Distribusi Mineralogi Pasir Besi pada Jalur Pantai Selatan Kebumen Kutoarjo, *Buletin Sumber Daya Geologi* 6, 2011, hal. 81-96.
 Delmifiana, B. dan Astuti, Pengaruh Sonikasi terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Fisika Unand*, Vol.2, No.3 (2013), hal 186-189.

- Fuad, A., Wulansari, R., Taufik, A., dan Sunaryono, Sintesis dan Karakterisasi Sifat Struktur Nano Partikel $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{O}_4$ dengan Metode Kopresipasi, *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIV HFI Jateng & DIY*, Semarang, 2010.
- Gunawan, H. dan Budiman, A., Penentuan Persentase dan Nilai Suseptibilitas Mineral Magnetik Bijih Besi yang Berasal dari Tiga Lokasi Tambang Bijih Besi Di Sumatera Bara, *Jurnal Fisika Unand*. Vol. 3, No.4 (2014), hal. 249-254.
- Hakim, L. "Kontrol Ukuran dan Dispersitas Nanopartikel Besi Oksida", *Skripsi S1*, FMIPA, Universitas Indonesia, 2008.
- Hunt, C. P., B. Moskowitz, S. K. Banerjee, *Magnetic Properties of Rock and Minerals*, in T.J Ahrens, ed, *Rock Physics and Phase Relation*, 1995.
- Mairoza A. dan Astuti, Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dari Batuan Besi Menggunakan Asam Laurat Sebagai Zat Adiktif, *Jurnal Fisika Unand*, Vol.5, No.3 (2016), hal. 283-285.
- Perdana, F.A., Baqiya, M.A., Mashuri, Triwikantoro, Darminto, Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe_3O_4 dengan *Template* PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetnya, *Jurnal Material dan Energi Indonesia*, Vol. 01, No. 01 (2011), hal. 1-6.
- Taufik, A., Bahtiar, S., Sunaryono, Hidayat, N., Fuad, A., Diantoro, M., Hidayat, A., Pratapa, S., dan Darmanto, Kajian Struktur Kristal dan Dielektrisitas Nanopartikel *Maagnetite* Berbasis Pasir Besi Doping Zn^{2+} Hasil Sintesis Metode Kopresipitasi, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Vol.1 (2010), hal. 153-156.