

PENGARUH SONIKASI TERHADAP STRUKTUR DAN MORFOLOGI NANOPARTIKEL MAGNETIK YANG DISINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Betti Delmifiana, Astuti

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas

e-mail: bettidelmifiana@yahoo.co.id

ABSTRAK

Penelitian mengenai pengaruh sonikasi terhadap struktur dan morfologi nanopartikel magnetik yang disintesis dari batuan besi dengan metode kopresipitasi telah dilakukan. Batuan besi diolah dengan metode kopresipitasi sehingga dihasilkan endapan, kemudian ditambahkan Polietilen Glikol (PEG-4000) dengan perbandingan 1 : 5. Hasil ini selanjutnya diberi perlakuan tanpa sonikasi dan sonikasi selama 3 dan 4 jam. Dari hasil analisis pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa sampel yang dihasilkan terdiri dari dua struktur yaitu kubik spinel dari magnetit dan heksagonal dari hematit. Ukuran kristal sampel berkisar antara 41,6 nm – 58,7 nm. Hal ini membuktikan bahwa sonikasi berpengaruh terhadap struktur dan ukuran nanopartikel magnetik. Hasil SEM menunjukkan semakin lama waktu sonikasi, ukuran nanopartikel semakin homogen dan penggumpalan semakin berkurang. Kata kunci : nanopartikel magnetik, batuan besi, kopresipitasi, PEG-4000, sonikasi

ABSTRACT

The research about the effect of sonication on structure and morphology of magnetic nanoparticles from loadstone which was synthesized by copresipitation method had been done. Loadstone was processed by copresipitation method until it formed the sediment, then it was mixed with Polyethylene Glycol (PEG-4000) with 1 : 5 ratio. Each sample was treated without and with sonication for 3 and 4 hours. Based on x-ray diffraction pattern, it showed that the samples have two structures, they are cubic spinel of magnetite and hexagonal of hematite. The crystalline size of all samples ranged from 41.6 to 58.7nm. It showed that sonication affects the structure and size of magnetic nanoparticles. The SEM images show that the longer sonication time needed, the size of nanoparticles is more homogenous and less agglomerated.

Keywords: magnetic nanoparticles, loadstone, copresipitation, PEG-4000, sonication

I. PENDAHULUAN

Pasaman Barat merupakan salah satu daerah yang memiliki cadangan batuan besi yang cukup tinggi, tepatnya di daerah Rura Tomang Bocor kecamatan Ranah Batahan dan Poros kecamatan Sungai Beremas. Mineral penyusun batuan besi di daerah tersebut terdiri dari besi, timbal, mangan dan tembaga. Besi merupakan mineral penyusun paling banyak dengan nilai suseptibilitas magnet sebesar $575,54 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ dan $888,81 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ (Noraida, 2011).

Pengolahan batuan besi dapat dilakukan dengan beberapa metode seperti metode sol-gel (Xu dkk, 2007), hidrotermal (Chen dkk, 1998), kopresipitasi (Taufiq dkk, 2008), ultrasound irradiation (sonikasi) (Hapsari, 2009) dan lain-lain. Metode kopresipitasi digunakan untuk mensintesis batuan besi menjadi nanopartikel magnetik. 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, 2008). Namun dengan metode ini sulit didapatkan nanopartikel magnetik yang homogen, sebab reaksi berlangsung spontan sehingga tidak mudah untuk mengontrol proses kristalisasi (Wang dkk, 2009). Oleh karena itu, perlu adanya penambahan polimer atau surfaktan sehingga ukuran nanopartikel dapat dikontrol. Salah satu polimer yang dapat digunakan untuk mengontrol ukuran dan struktur tersebut adalah Polietilen Glikol (PEG) (Perdana dkk, 2010). PEG yang sering digunakan adalah Polietilen Glikol (PEG) 4000. PEG-4000 memiliki sifat yang stabil, mudah bercampur dengan komponen lain, tidak beracun dan tidak iritatif (Gao, 1993).

Claudia (2011) berhasil mensintesis nanopartikel magnetik Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi dengan melakukan variasi penambahan PEG-4000. Hasil SEM menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk mempunyai morfologi yang sama dengan pertumbuhan yang

terbatas ke segala arah, tetapi masih terdapat partikel yang menggumpal. Pada penelitian yang lain, Hapsari (2009) berhasil mensintesis nanosfer berbasis *ferrofluid* dan *poly lactic acid* (PLA) dengan variasi waktu sonikasi. Pada penelitiannya, bahan dasar yang digunakan adalah *ferrofluid* (Fe dalam bentuk liquid) yang akan ditambahkan PLA sebagai polimer atau surfaktan. Hasil SEM menunjukkan bahwa semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel cenderung lebih homogen dan mengecil yang akhirnya menuju ukuran nanopartikel yang stabil serta penggumpalan pun semakin berkurang. Hal ini disebabkan karena gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan partikel (*agglomeration*) dan terjadi dispersi sempurna dengan penambahan surfaktan sebagai penstabil. Selain itu, 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. Mengacu pada penelitian ini, maka penggumpalan partikel dapat diatasi dengan metode sonikasi.

II. METODE

Sintesis nanopartikel magnetik diawali dengan penghancuran batuan besi melalui proses penggerusan dengan alat *Los Angeles* (LA) dan dilanjutkan dengan pengayakan dengan ayakan 200 mesh. Hasil ayakan tersebut dipisahkan dengan magnet permanen sehingga dihasilkan serbuk besi. Serbuk besi ditimbang dengan neraca digital sebanyak 10 g, kemudian dilarutkan dengan HCL (12 M, PA 99,9 %) sebanyak 20 ml dan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 90 °C selama 60 menit. Setelah larutan terbentuk, dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring. Hasil larutan yang diperoleh diendapkan dengan NH₄OH (6,5 M, PA 99,9%) sebanyak 25 ml dan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan. Endapan yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan menggunakan aquades sebanyak 3 kali agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih. PEG-4000 yang berbentuk padatan, dipanaskan dan dilelehkan pada suhu 35°C dengan menggunakan *magnetic stirrer*. PEG-4000 yang sudah mencair kemudian ditambahkan dalam endapan yang telah bersih dengan perbandingan massa endapan dan PEG cair sebanyak 1 : 5, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Larutan selanjutnya disonikasi dengan menggunakan ultrasonic bath (Branson 3510) untuk mengatasi pengendapan atau agglomerasi. Sampel yang akan dibuat sebanyak 3 sampel, yaitu sampel yang disonikasi selama 3 dan 4 jam serta tanpa sonikasi. Larutan hasil sonikasi dan tanpa sonikasi dikeringkan dalam *furnace* pada suhu 400°C yang kemudian dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal, *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaannya.

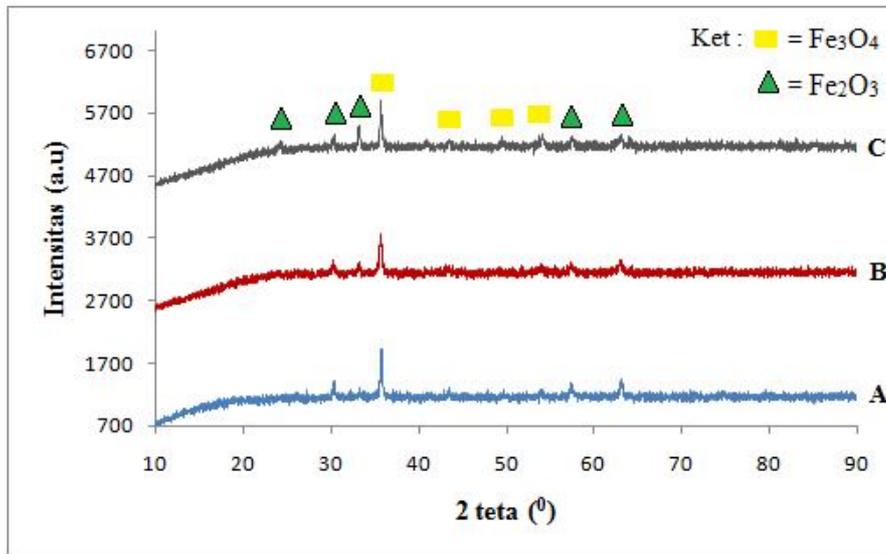
III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Struktur dan Ukuran Kristal

Pola hasil difraksi XRD ditunjukkan pada Gambar 1. Berdasarkan gambar terlihat bahwa puncak-puncak yang dihasilkan untuk masing-masing perlakuan berada pada nilai 2 θ yang mengalami perubahan sehingga akan mempengaruhi ukuran kristal. Ukuran kristal didapatkan dari fitting kurva *Lorentzian*, sehingga diperoleh ukuran kristal seperti pada Tabel 1.

Berdasarkan Tabel 1 terlihat bahwa sampel A (tanpa metode sonikasi) memiliki ukuran yang lebih besar (58,7 nm) dibandingkan sampel yang disonikasi selama 3 dan 4 jam. Hal ini membuktikan bahwa sonikasi berpengaruh terhadap ukuran kristal, dimana sampel yang disintesis dengan metode sonikasi memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan tanpa menggunakan metode sonikasi.

Selain itu, berdasarkan data intensitas dan posisi puncak difraksi yang dihasilkan, kemudian dibandingkan dengan data standar JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dapat diidentifikasi jenis material yang terkandung adalah Fe₂O₃ (PDF 76-1821) dan Fe₃O₄ (PDF 76-0958). 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.



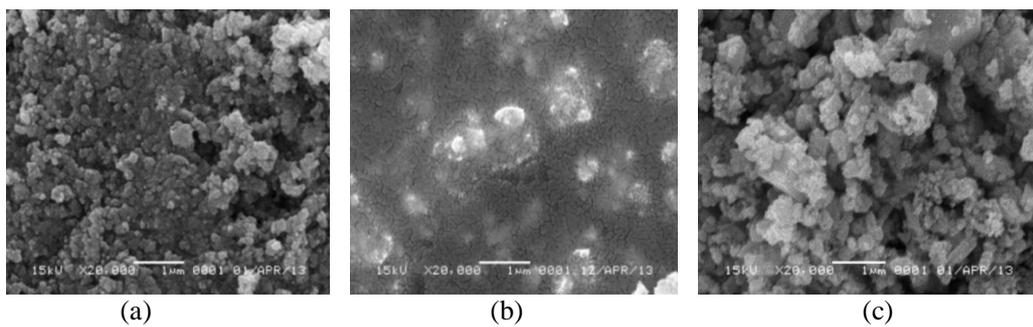
Gambar 1. Pola hasil difraksi XRD (A) tanpa metode sonikasi (B) waktu sonikasi 3 jam, (C) waktu sonikasi 4 jam

Tabel 1 Ukuran kristal pada masing-masing sampel

| No. | Sampel | <i>FWHM</i> (w) | Ukuran kristal (<i>D</i>) (nm) |
|-----|--------|-----------------|----------------------------------|
| 1 | A | 0,28424 | 58,7 |
| 2 | B | 0,40062 | 41,6 |
| 3 | C | 0,28338 | 55,9 |

3.2 Morfologi Permukaan

Morfologi permukaan diperoleh dari hasil SEM dengan perbesaran 20.000 kali untuk ketiga perlakuan seperti pada gambar 2. Pada gambar terlihat bahwa partikel yang dihasilkan memiliki morfologi yang berbentuk bulat (*spherical*) dan ukurannya cukup seragam.



Gambar 2. Hasil SEM (a) sampel A (tanpa metode sonikasi) (b) sampel B (waktu sonikasi 3 jam) (c) sampel C (waktu sonikasi 4 jam)

Pengaruh sonikasi dapat dilihat pada sampel A dan C karena pada sampel B tidak terlihat jelas meskipun ukurannya paling kecil. Berdasarkan Gambar 2 (A dan C) terlihat bahwa sonikasi dapat mengurangi terjadinya penggumpalan. Hal ini membuktikan bahwa gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan partikel (*agglomeration*) sehingga terdapat banyak rongga pemisah antara partikel.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa ukuran kristal nanopartikel magnetik yang telah dihasilkan berada dalam orde nanometer (nm). Dengan adanya penambahan metode sonikasi, diperoleh nanopartikel magnetik dengan ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan disintesis tanpa metode sonikasi. Ukuran kristal paling kecil yaitu pada sonikasi selama 3 jam sebesar 41,6 nm. Selain itu, morfologi permukaan nanopartikel magnetik yang dihasilkan lebih homogen dan terdapat rongga pemisah antara partikel. Hal ini membuktikan bahwa gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan partikel (*agglomerasi*).

DAFTAR PUSTAKA

- Chen, D dkk., 1998, *Materials Research Buletin*, 33:7, 1015 1021
- Claudia, Geby., 2011, Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4 dengan *Template* Polietilen Glikol (PEG-4000), *Skripsi*, Universitas Andalas, Padang
- Gao, K, 1993, Polyethylene Glycol as an Embedment for Microscopy and Histochemistry, CRC Press, 1-10
- Hapsari, B.W., 2009, Sintesis Nanosfer Berbasis *Ferrofluid* dan *Poly Lactic Acid* (PLA) dengan Metode Sonikasi, *Skripsi*, FMIPA IPB, Bogor
- [Noraida, 2011, Karakterisasi Sifat magnetik Batuan Besi di Kabupaten Pasaman barat Sumatera Barat, Skripsi, Universitas Andalas, Padang](#)
- Perdana, F.A dkk., 2010, Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dengan Tempalate PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetiknya, *Jurnal Material dan Energi Indonesia* Vol.1, No.01
- Taufiq, Ahmad dkk, 2008, Sintesis Partikel Nano $Fe_{3-x}Mn_xO_4$ Berbasis Pasir Besi dan karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Vol.1, Jur. Fisika ITS
- Wang, dkk., 2009, Preparation of Fe_3O_4 Spherical Nanoporous PartFacilitated by Polyethylene Glycol 4000, 4, 1439-1446
- Xu, dkk, 2007, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 309, Page.307-311