

Sifat Magneto-Elastisitas Ferogel dengan *Filler* Magnetik Fe_3O_4 yang Disintesis dari Batuan Besi

Nadya Mayestika, Astuti

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika,
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas
Kampus Unand Limau Manis, Padang, 25163, Indonesia

Info Artikel

Histori Artikel:

Diajukan: 9 Oktober 2019
Direvisi: 15 Oktober 2019
Diterima: 18 Oktober 2019

Kata kunci:

Ferogel
freezing-thawing
magneto-elastisitas
suseptibilitas magnetik

Keywords:

ferrogel
freezing-thawing
magneto-elasticity
magnetic susceptibility

Penulis Korespondensi:

Nadya Mayestika
Email:
nadyamayestika9@gmail.com

ABSTRAK

Sintesis Fe_3O_4 sebagai *filler* material magnetoelastik ferogel dari batuan besi menggunakan metode kopresipitasi telah dilakukan. Ferogel disiapkan dari campuran PVA, air, dan gliserin sebagai matriks. Variasi massa *filler* yang diberikan yaitu 20%, 25%, dan 30%. Ferogel disintesis menggunakan metode *freezing-thawing* (beku-cair). Karakterisasi fasa dan ukuran kristal Fe_3O_4 menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*). Karakterisasi morfologi dan ukuran partikel Fe_3O_4 menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Karakterisasi sifat magneto-elastisitas ferogel dilakukan dengan menguji pemuluran dan simpangannya ketika dipengaruhi medan magnet. Nilai suseptibilitas magnetik ferogel diukur menggunakan *Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter*. Hasil analisis XRD menunjukkan pola difraksi serbuk batuan besi yang sesuai dengan pola difraksi Fe_3O_4 sebesar 83% dari volume total dengan ukuran kristal sekitar 26,68 nm–78,08 nm. Hasil SEM menunjukkan distribusi partikel yang tidak merata dengan ukuran partikel Fe_3O_4 sekitar 33,47 nm–59,09 nm. Pemuluran dan simpangan meningkat seiring bertambahnya konsentrasi *filler*. Simpangan dan pemuluran terbesar berturut-turut yaitu 4,5 cm dan 1,8 cm oleh ferogel dengan *filler* 30%. Nilai suseptibilitas ketiga sampel berturut-turut yaitu (815,2; 434,1; 970,2) $\times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$. Berdasarkan hasil karakterisasi, ferogel yang dihasilkan mempunyai tingkat sensitifitas yang tinggi terhadap medan magnet.

Synthesis of Fe_3O_4 as filler of ferrogel magnetoelastic materials from iron rocks has been conducted by using coprecipitation method. Ferrogel was prepared by mixing PVA, water, and glycerin as its matrix. Variations of filler mass were 20%, 25%, and 30%. Ferrogel was synthesized by using freezing-thawing method. Phase and crystal size of Fe_3O_4 were characterized by using XRD (X-Ray Diffractometer). Morphology and particle size of Fe_3O_4 were characterized by using SEM (Scanning Electron Microscopy). Magneto-elasticity properties of ferrogel were characterized by testing its elongation and distortion under the effect of the magnetic field. The values of magnetic susceptibility were measured by Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter. The results of XRD show that diffraction patterns of iron rocks powders were matched to Fe_3O_4 patterns that was 83% of total volume and having a crystal size about 26.68 nm–78.08 nm. The results of SEM indicated that particles distribution is not uniform with Fe_3O_4 particle size is about 33.47 nm–59.09 nm. The elongation and distortion are equal with increasing concentration of filler. The highest elongation and distortion respectively are 4.5 cm and 1.8 cm by ferrogel with 30% filler. The results of magnetic susceptibility respectively are (815.2; 434.1; 970.2) $\times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$.

Copyright © 2020 Author(s). All rights reserved

1. PENDAHULUAN

Sumatera Barat merupakan salah satu wilayah penghasil pasir besi yang cukup tinggi di Indonesia. Pasir besi terbentuk dari proses penghancuran oleh cuaca, air permukaan dan gelombang terhadap batuan asal (batuan besi). Berdasarkan laporan Gunawan dan Budiman (2014) beberapa daerah di Sumatera Barat dengan kandungan mineral oksida besi tinggi yaitu Kabupaten Solok 95,1%, Kabupaten Solok Selatan 91,6% dan di Kabupaten Dharmasraya 90,8%. Nagari Lolo yang terletak di Kabupaten Solok merupakan salah satu daerah penghasil batuan besi. Mineral-mineral oksida besi yang terkandung dalam batuan besi seperti maghemit, hematit dan magnetit biasanya dipakai di bidang industri diantaranya sebagai bahan baku pembuatan baja dan bahan magnet.

Magnetit (Fe₃O₄) merupakan mineral oksida besi yang dalam ukuran *bulk*-nya memiliki sifat ferimagnetik. Namun, bersifat superparamagnetik dalam ukuran nanometer (< 20 nm) (Abdullah, 2009). Fe₃O₄ dalam ukuran nanometer memiliki aplikasi yang lebih luas dibandingkan ukuran *bulk*-nya seperti katalis, absorben, *magnetic resonance imaging* (MRI), *drug delivery system*, ferrofluida (Fuad dkk., 2010) dan ferogel (Zrinyi dan Buki, 2000). Dari beberapa aplikasi tersebut, ferogel menjadi salah satu material yang menarik untuk dikembangkan karena memiliki sifat yang unik yaitu sifat magnet sekaligus sifat elastis (sifat magneto-elastisitas). Keunikan sifat tersebut memungkinkan ferogel menjadi salah satu kandidat material cerdas yang berpotensi sebagai otot buatan dan terapi hipertermia (Ramanujan, 2004).

Ferogel dapat difabrikasi dengan cara membuat komposit yang terdiri dari polimer dan mineral oksida besi. Polimer yang biasa digunakan yaitu PVA (*polyvinyl alcohol*) karena memiliki kekuatan tarik dan fleksibilitas tinggi. Selain itu, PVA sebagai bahan perekat tidak berbau, tidak beracun, *biodegradable* dan *biocompatible* (Kroschwitz, 1998). Sehingga, secara luas diterapkan dalam aplikasi biomedis (Kenawy dkk., 2014) dan sistem penghantaran obat (James dkk., 2014).

Pembuatan ferogel berbasis Fe₃O₄ berukuran nanometer sudah pernah dilakukan oleh Sunaryono dkk. (2013) dengan matriks PVA. Pemuluran terbesar diperoleh ferogel dengan *filler* 25 wt% yaitu sebesar 3 mm dan simpangan 1,5 cm yang dihasilkan oleh kuat medan magnet 200 mT. Selanjutnya, Sunaryono dkk. (2018) membuat ferogel dengan matriks PVA dan CMC (*Carboxyl Methyl Cellulose*). Kombinasi bahan ini menghasilkan ferogel yang sensitif terhadap medan magnet. Semakin tinggi konsentrasi *filler* maka semakin meningkat kesensitifannya terhadap medan magnet. Kesensitifan ferogel tertinggi diperoleh ferogel dengan *filler* 22 wt%. Hal ini ditunjukkan oleh simpangannya sebesar 7 cm dengan kuat medan magnet yang diberikan 11,1 mT.

Aji dkk. (2017) membuat ferogel berbasis Fe₃O₄ menggunakan matriks dari silikon. Respon sampel maksimum terhadap medan magnet yaitu pada konsentrasi *filler* dan matriks dengan perbandingan (50:50)%. Respon sampel ini dipengaruhi oleh kompetisi antara sifat magnet dan sifat elastis ferogel. Selain itu, respon ferogel juga dipengaruhi oleh nilai suseptibilitas magnetik. Nilai suseptibilitas magnetik merupakan parameter yang menunjukkan tingkat respon sampel terhadap pengaruh medan magnet luar.

Pada penelitian ini, diharapkan dapat menghasilkan ferogel yang memiliki kesensitifan tinggi terhadap medan magnet. Ferogel dibuat dari *filler* Fe₃O₄ yang disintesis dari batuan besi menggunakan metode kopresipitasi dan matriks PVA dengan penambahan gliserin sebagai humektan dan *plasticizer agent*. Ferogel hasil sintesis diuji sifat magnetnya menggunakan *Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter* dan sifat magneto-elastisitasnya menggunakan uji pemuluran dan simpangan terhadap magnet. Sampel yang diuji yaitu ferogel dengan variasi massa *filler* 20%, 25%, dan 30%.

2. METODE

Sintesis Fe₃O₄ dilakukan dengan cara melarutkan 10 g Fe₃O₄ dalam HCl (12 M) sebanyak 20 ml. Larutan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 60 menit pada suhu 90°C. Setelah diaduk menggunakan *magnetic stirrer* larutan disaring dengan kertas saring untuk menghilangkan residu dan mendapatkan butiran serbuk yang lebih halus. Hasil dari pemisahan ini didapatkan larutan berupa

filtrat berwarna merah kehitaman. Selanjutnya, NH₄OH (12 M) sebanyak 25 ml ditambahkan kedalam filtrat dan didiamkan selama 2 menit dengan bantuan magnet hingga mengendap. Endapan Fe₃O₄ yang berwarna hitam pekat kemudian dicuci menggunakan akuades sebanyak 6 kali sampai bersih dari residu. PEG 4000 sebanyak 50 g dilarutkan dalam 40 ml akuades dan dipanaskan dengan *hot plate* pada suhu 90°C hingga larut. PEG 4000 yang telah larut kemudian dicampurkan dengan endapan Fe₃O₄ yang sudah dibersihkan kemudian dipanaskan sekaligus diaduk menggunakan *hot plate* pada suhu 200°C selama 4 jam untuk menghilangkan kandungan air dalam larutan. Setelah itu, adonan dibiarkan pada suhu kamar. Adonan yang sudah kering kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 400°C selama 2 jam.

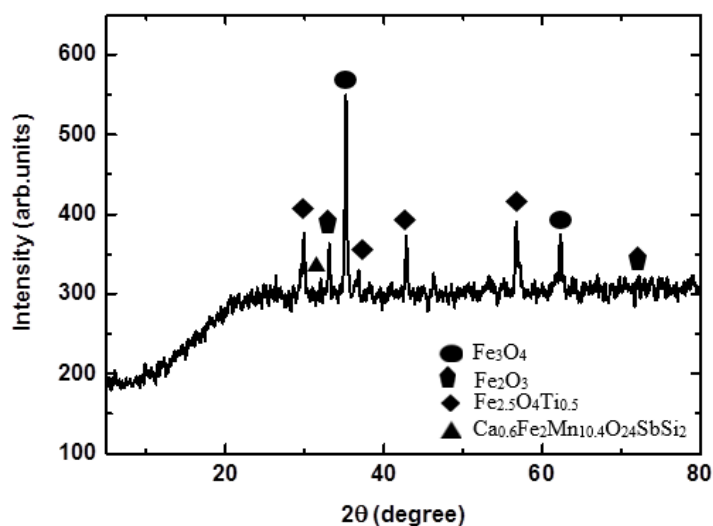
Pembuatan ferogel diawali dengan membuat hidrogel dengan cara mencampur PVA dan akuades dengan perbandingan massa 23:100. Campuran dipanaskan menggunakan *hot plate* pada suhu 90 °C sambil diaduk untuk meningkatkan kelarutan PVA dalam akuades. Lalu hidrogel PVA dibiarkan pada suhu kamar hingga mengembang (*swelling*).

Serbuk nanopartikel Fe₃O₄ dengan variasi massa 20%, 25%, dan 30% dicampur dengan hidrogel dan ditambahkan gliserin sebanyak 1 ml atau 1,26 g. Bahan-bahan ini ditimbang dan dicampur di atas plat aluminium ukuran (7×7) cm. Ferogel dibuat menggunakan metode *freezing-thawing* sebanyak 5 siklus. Adonan didinginkan menggunakan *freezer* pada suhu -8 °C selama 1 jam lalu dicairkan pada suhu kamar 27 °C selama 1 jam. Adonan kemudian dicetak berbentuk silinder.

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Analisis Fasa Kristal Fe₃O₄ Batuan Besi

Karakterisasi fasa kristal batuan besi dilakukan untuk mengetahui adanya kandungan kristal Fe₃O₄. Karakterisasi XRD serbuk batuan besi menghasilkan grafik pola difraksi sinar-X seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 1. Persentasi kandungan senyawa dalam batuan besi ditampilkan pada Tabel 1.



Gambar 1 Pola difraksi sinar-X batuan besi

Berdasarkan grafik pola difraksi pada Gambar 1, pola ini memberikan informasi tentang keberadaan fasa kristal Fe₃O₄ dalam batuan besi. Fasa kristal Fe₃O₄ memiliki intensitas tertinggi. Selain itu, diketahui ada tiga kandungan senyawa lain dalam batuan besi yaitu Fe_{2.5}O₄Ti_{0.5} (titanomagnetit), Fe₂O₃ (hematit), dan Ca_{0.6}Fe₂Mn_{10.4}O₂₄SbSi₂ (langbanit). Keberadaan fasa lain ini menunjukkan ketidakmurnian Fe₃O₄ dalam batuan besi.

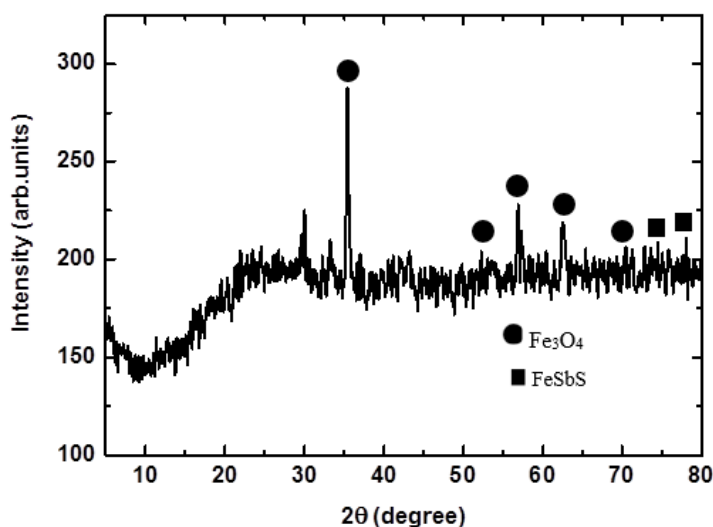
Tabel 1 Senyawa dalam batuan besi

Fasa Kristal	% Kandungan
Fe ₃ O ₄	48%
Fe _{2.5} O ₄ Ti _{0.5}	37%
Fe ₂ O ₃	12%
Ca _{0.6} Fe ₂ Mn _{10.4} O ₂₄ SbSi ₂	3%

Berdasarkan Tabel 1, batuan besi mengandung Fe₃O₄ dalam jumlah kurang dari 50%. Persentasi Fe₃O₄ dalam batuan besi ini tergolong sedikit. Pemisahan Fe₃O₄ menggunakan magnet permanen kurang efektif untuk mensintesis Fe₃O₄. Karena, selain menarik Fe₃O₄ juga menarik mineral-mineral magnetik lainnya yang terkandung dalam batuan besi tersebut.

3.2 Analisis Fasa dan Ukuran Kristal Fe₃O₄

Fe₃O₄ yang sudah disintesis menggunakan metode kopresipitasi selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD. Tujuan dari karakterisasi ini adalah untuk mengetahui fasa dan ukuran kristal Fe₃O₄ tersebut. Karakterisasi XRD serbuk batuan besi hasil sintesis menghasilkan grafik pola difraksi sinar-X seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2. Persentasi kandungan senyawa dalam serbuk batuan besi hasil sintesis menggunakan metode kopresipitasi ditampilkan pada Tabel 2.



Gambar 2 Pola difraksi sinar-X serbuk batuan besi hasil sintesis

Berdasarkan pola difraksi pada Gambar 2, fasa kristal Fe₃O₄ memiliki intensitas tertinggi. Selain itu, juga muncul puncak lain dengan intensitas rendah yaitu FeSbS (gudmundit). Ukuran kristal ditentukan dengan menggunakan metode Scherrer. Karakterisasi XRD ini menggunakan anoda Cu sebagai target dengan λ (panjang gelombang) = 1,54060 Å dan $k = 0,9$. Nilai B (*Full Width Half Maximum*) = 0,0023 rad dan $\theta = 17,679^\circ$ diambil dari puncak dengan intensitas tertinggi. Ukuran kristal dengan intensitas tertinggi adalah 63,85 nm. Ukuran kristal ketujuh puncak yang diperoleh berkisar 26,68 nm–78,08 nm.

Tabel 2 Senyawa dalam serbuk batuan besi hasil sintesis

Fasa Kristal	% Kandungan
Fe ₃ O ₄	83%
FeSbS	17%

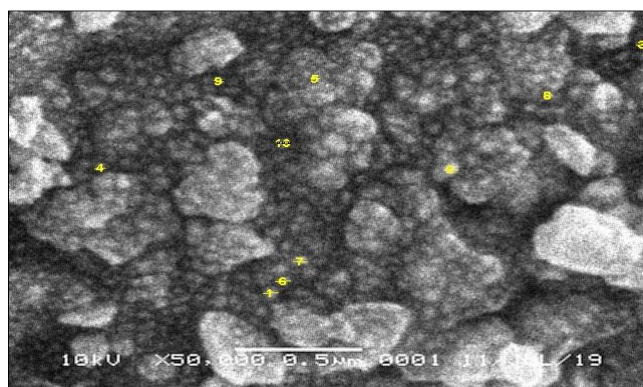
Tabel 2 menunjukkan Fe₃O₄ yang disintesis tidak murni. Kehadiran fasa FeSbS disebabkan karena kurang efektifnya ekstraksi menggunakan magnet permanen. Setelah dilakukan metode kopresipitasi, senyawa FeSbS ternyata juga tidak larut dalam media kopresipitasi yang pekat (larutan

HCl 12 M dan NH₄OH 12 M). Dengan demikian, metode kopresipitasi pada penelitian ini belum efektif untuk menghilangkan fasa FeSbS.

3.3 Analisis Morfologi dan Ukuran Partikel Fe₃O₄

Penentuan ukuran partikel Fe₃O₄ menggunakan aplikasi pengolah gambar *Image-J*. Ukuran partikel ditentukan dengan cara mengambil sepuluh partikel yang berbentuk bulat, didapatkan ukuran partikel dengan diameter berkisar 33,47 nm – 59,09 nm. Sehingga, dapat dikatakan bahwa sintesis Fe₃O₄ dengan metode kopresipitasi yang telah dilakukan menghasilkan Fe₃O₄ berukuran di bawah 100 nm (nanopartikel) (Abdullah, 2009). Analisis morfologi Fe₃O₄ dapat dilakukan dengan melihat citra yang dihasilkan oleh SEM. Citra SEM sampel serbuk batuan besi yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi ditampilkan pada Gambar 3.

Gambar 3 menunjukkan permukaan sampel dengan distribusi partikel yang tidak seragam. Butiran yang terbentuk tidak halus dan cenderung menggumpal. Metode pelapisan nanopartikel Fe₃O₄ dengan PEG 4000 pada penelitian ini belum efektif untuk mencegah terjadinya aglomerasi. Sehingga, diperlukan perlakuan panas dan perbandingan komposisi antara PEG 4000 dengan serbuk Fe₃O₄ yang tepat agar dapat mencegah terjadinya aglomerasi tersebut.

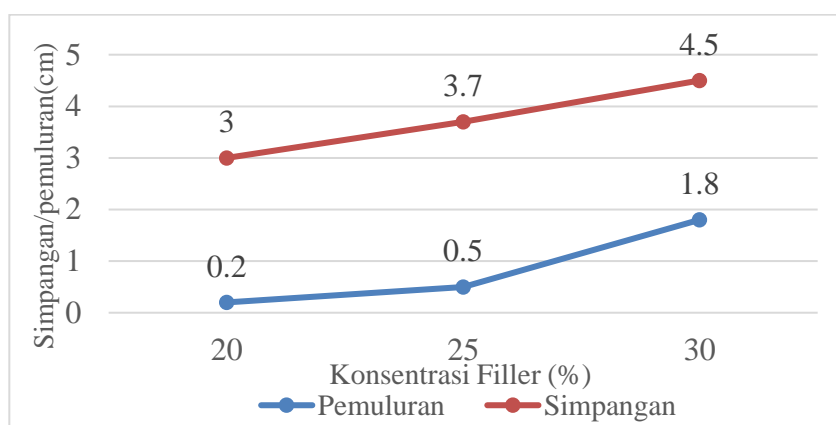


Gambar 3 Morfologi permukaan serbuk batuan besi hasil sintesis

3.4 Analisis Sifat Magneto-Elastisitas Ferogel

Sifat magneto-elastisitas ferogel diperoleh berdasarkan respon ferogel terhadap pemuluran dan simpangan ketika dipengaruhi oleh medan magnet luar. Dalam hal ini, ferogel diatur sedemikian dengan kondisi tergantung secara vertikal. Pemuluran diukur berdasarkan penambahan panjang ferogel dari ukuran semula yang disebabkan medan magnet luar. Sedangkan, simpangan diukur berdasarkan jarak terjauh antara magnet dengan ferogel yang masih bisa direspon ferogel. Dalam hal ini, magnet berada pada posisi horizontal terhadap ferogel. Sehingga, ferogel akan menyimpang secara otomatis karena adanya pengaruh medan magnet luar. Medan magnet luar dihasilkan oleh magnet permanen yang memiliki kuat medan magnet 27,5 mT. Pengaruh kenaikan konsentrasi *filler* terhadap pemuluran dan simpangan ferogel ditunjukkan oleh Gambar 4.

Gambar 4 menunjukkan semakin tinggi konsentrasi *filler* maka semakin bertambah besar simpangan dan pemulurannya. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa ferogel ini sensitif terhadap medan magnet. Simpangan dan pemuluran yang diperoleh lebih besar dari penelitian Sunaryono dkk. (2013). Tetapi, lebih kecil jika dibandingkan dengan penelitian Sunaryono dkk. (2018). Pada penelitian ini, kuat medan magnet 27,5 mT mampu menghasilkan simpangan dan pemuluran terbesar berturut-turut yaitu 4,5 cm dan 1,8 cm oleh ferogel dengan *filler* 30%.



Gambar 4 Grafik hubungan konsentrasi *filler* dengan pemuluran dan simpangan

3.5 Analisis Nilai Suseptibilitas Magnetik Ferogel

Nilai suseptibilitas magnetik masing-masing sampel ditampilkan pada Tabel 3. Uji sampel dalam 15 arah dilakukan pada LF (*Low Frequency*) dan HF (*High Frequency*). Uji suseptibilitas magnetik dengan dual frekuensi ini untuk menentukan nilai $\chi_{FD}(\%)$ (*frequency dependent susceptibility*) sehingga dapat diketahui keberadaan partikel superparamagnetik di dalam sampel.

Tabel 3 Nilai suseptibilitas magnetik

Variasi Konsentrasi <i>Filler</i>	Nilai Suseptibilitas Magnetik (χ_m) ($\times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$)	
	LF	HF
20%	815,2	799,9
25%	434,1	427,7
30%	970,2	957,5

Tabel 3 menunjukkan bahwa nilai suseptibilitas magnetik tertinggi yaitu pada ferogel dengan *filler* 30%. Nilai $\chi_{FD}(\%)$ yang diperoleh untuk masing-masing sampel berturut-turut 1,88%, 1,47%, dan 1,31%. Nilai-nilai $\chi_{FD}(\%)$ ini menunjukkan bahwa ketiga sampel mengandung partikel superparamagnetik kurang dari 10% (Dearing, 1999). Sehingga, penyebab ketidaklinieran nilai suseptibilitas magnetik ketiga sampel adalah distribusi ukuran partikel yang tidak seragam dalam ferogel yang dibuktikan oleh nilai $\chi_{FD}(\%)$.

4. KESIMPULAN

Sintesis Fe₃O₄ dari batuan besi menggunakan metode kopresipitasi telah berhasil dilakukan dengan kandungan Fe₃O₄ sebesar 83%. Ukuran kristal Fe₃O₄ hasil sintesis menggunakan metode kopresipitasi berkisar 26,68 nm – 78,08 nm dan ukuran partikel 33,47 nm – 59,09 nm. Kenaikan konsentrasi *filler* ferogel sebanding dengan pemuluran dan simpangannya. Tetapi, tidak linier terhadap nilai suseptibilitas magnetiknya. Ferogel yang dibuat sensitif terhadap medan magnet.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Pengantar Nanosains (ITB, Bandung, 2009).
 Aji, A.P., Rafitasari, Y., Silalahi, H.M., Purwita, T.D., Laksono, F.D., dan Nugroho, F., “Material Magnetoelastik sebagai Alternatif Pengganti Otot Buatan”, *Jurnal Fisika Indonesia*, 21(1), hal. 1-8, 2017.
 Dearing, J., Environmental Magnetic Susceptibility Using the Bartington MS2 System, (Chi Publishing, England, 1999).

- Fuad, A., Wulansari, R., Taufik, A., dan Sunaryono, “Sintesis dan Karakterisasi Sifat Struktur Nano Partikel Fe_{3-x}Mn_xO₄ 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 Barat”, *Jurnal Fisika Unand*, 3(4), hal. 249-254. 2014.
- James, P.H., John, R., Alex A., dan Anoop, K.R., “Smart polymers for the controlled delivery of drugs a concise overview”, *Acta Pharm. Sin. B*, 4(2), hal. 120–127. 2014.
- Kenawy, E.R., Kamoun, E. A., Mohy, E.M.S., dan El-Meligy, M. A., “Physically crosslinked poly (vinyl alcohol)-hydroxyethyl starch blend hydrogel membranes: Synthesis and characterization for biomedical applications”, *Arab. J. Chem*, 7(3), hal. 372–380. 2014.
- Kroschwitz, J.L., *Concise Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, (John Wiley and Sons, Inc, USA, 1998).
- Ramanujan, R.V., “Clinical Application of Magnetic Nanomaterials”, *Proceeding First International Bioengineering Conference*, Singapore. 2004.
- Sunaryono, Kholifah M.N., Yudyanto, Taufiq, A., Mufti, N., Wulandari, R., Munasir, Diantoro, M., “Deformation of Ferrogel Based on Carboxyl Methyl Cellulose (CMC)/Polyvinyl Alcohol (PVA) Hydrogel”, *Materials Science and Engineering*, 367, hal 1-10. 2018.
- Sunaryono, Taufiq, A., Nurdin, dan Darminto, “Kontribusi Filler Magnetik Fe₃O₄ pada Efek Histerisis Magneto-Elastisitas Komposit Ferogel”, *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, 9(1), hal. 37-41. 2013.
- Zrinyi, L.M. dan Buki, A.B., *Direct Observation of Discrete and Reversible Shape Transition in Magnetic Field Sensitive Polymer Gels*, (Departement of Physical Chemistry Technical University of Budapest, Hungary. 2003).