

Pengaruh Konsentrasi NH_4OH terhadap Ukuran Nanopartikel Nikel Ferit (NiFe_2O_4) yang disintesis dengan Metode Kopresipitasi

Tria Rizki Safitri*, Dwi Puryanti

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: 16 Januari 2020

Direvisi: 23 Januari 2020

Diterima: 29 Januari 2020

Kata kunci:

pasir besi

NiFe_2O_4

NH_4OH

Suseptibilitas

morfologi

Keywords:

iron sand

NiFe_2O_4

NH_4O

susceptibility

morphology

Penulis Korespondensi:

Tria Rizki Safitri

Email: triarizkisafitri19@gmail.com

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 berbahan dasar pasir besi telah dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi. Pasir besi yang digunakan berasal dari Nagari Surian Kabupaten Solok. Pasir besi yang telah diekstrak dilarutkan dalam HCl. Larutan yang diperoleh dicampurkan dengan NiCl_2 dan NH_4OH sehingga menghasilkan endapan nikel ferit (NiFe_2O_4). Variasi konsentrasi NH_4OH yang diberikan adalah 3 M, 5 M dan 10 M. Karakterisasi fasa dan ukuran kristal pasir besi dan NiFe_2O_4 dilakukan menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*). Karakterisasi morfologi dan ukuran partikel NiFe_2O_4 dilakukan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*), sedangkan suseptibilitas magnetiknya diukur menggunakan *Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter*. Hasil analisis XRD menunjukkan pola difraksi pasir besi yang sesuai dengan pola difraksi Fe_3O_4 sebesar 82,55%. Ukuran kristal sampel NiFe_2O_4 dengan variasi konsentrasi NH_4OH 3M, 5M dan 10M berturut – turut yaitu 27 nm; 27 nm; 20 nm. Hasil SEM menunjukkan diameter rata – rata ukuran partikel masing – masing sampel NiFe_2O_4 yaitu 60 nm; 41 nm; 35 nm. Suseptibilitas sampel NiFe_2O_4 dengan variasi konsentrasi NH_4OH 3M, 5M dan 10M berturut – turut yaitu $444,8 \times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$; $215,6 \times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$; $204,2 \times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$. Variasi konsentrasi NH_4OH memperkecil ukuran kristal serta partikel.

*Synthesis of NiFe_2O_4 nanoparticles from iron sand using coprecipitation method has been done. Iron sand was obtained from Surian, Solok Regency. The extracted iron sand was dissolved in HCl. The acquired solution was mixed NiCl_2 and NH_4OH , to produce ferrite nickel deposits (NiFe_2O_4). The NH_4OH concentration was varied 3 M, 5 M and 10 M. Characterization of phase and size of the iron sand and NiFe_2O_4 particle was performed using XRD (*X-Ray Diffractometer*). Morphology and particle size of NiFe_2O_4 were characteristic using SEM (*scanning electron microscope*). Magnetic susceptibility of NiFe_2O_4 was measured using *Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter*. XRD results indicate that the iron sand diffraction pattern corresponds to Fe_3O_4 diffraction pattern (82.55%). NiFe_2O_4 crystal size of sample prepared using NH_4OH 3M, 5M and 10M are respectively 27 nm; 27 nm; 20 nm. SEM results indicate that the average diameters of NiFe_2O_4 particle are 60 nm; 41 nm; 35 nm. Susceptibility of NiFe_2O_4 samples for variation NH_4OH 3M, 5M and 10M are $444.8 \times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$; $215.6 \times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$; $204.2 \times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$, respectively. Concentration variations triggering the size of the crystal and particles.*

Copyright © 2020 Author(s). All rights reserved

I. PENDAHULUAN

Pasir besi merupakan bahan magnetik alam yang ketersediaannya di Indonesia melimpah dan dapat digunakan sebagai bahan dasar industri. Pasir besi mengandung mineral – mineral magnetik seperti magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (Kusuma, 2015). Batuan besi yang telah digerus dapat dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 dan nanopartikel ferit. Nanopartikel ferit termasuk bahan magnetik lunak yang mempunyai sifat magnetik yang berbeda dengan bahan dalam ukuran *bulk*. Nanopartikel ferit memiliki rumus umum yaitu MFe_2O_4 dengan M adalah ion logam valensi dua, misalnya Mn, Mg, Zn, Ni, Co dan Cu (Parishani dkk., 2015).

Nanopartikel NiFe_2O_4 merupakan material magnetik lunak dengan koersivitas dan magnetisasi saturasi yang rendah tetapi memiliki resistivitas listrik yang tinggi sehingga membuat material ini sangat cocok untuk aplikasi bidang magnetik dan magneto-optik. Nanopartikel NiFe_2O_4 menampilkan kurva histeresis yang sempit dan karenanya, material ini adalah bahan inti yang baik untuk transformator daya dan aplikasi pada bidang telekomunikasi. NiFe_2O_4 juga dapat digunakan pada teknologi sensor gas dan kelembaban, serta sebagai bahan katalis (Joshi dkk., 2014).

Metode – metode yang telah dikembangkan untuk mensintesis nanopartikel NiFe_2O_4 seperti metode kopresipitasi, metode sol-gel, metode hidrotermal, metalurgi serbuk, dan reaksi padatan. Metode kopresipitasi merupakan metode yang relatif sederhana dan dapat dilakukan pada kondisi lingkungan normal (Lu dkk., 2007 dan Abdullah dkk., 2008).

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel nikel ferrit (NiFe_2O_4) dengan metode kopresipitasi untuk melihat pengaruh agen pengendap yang digunakan yaitu NH_4OH dengan variasi konsentrasi 3M, 5M dan 10 M. Sehingga terlihat pengaruh konsentrasi agen pengendap NH_4OH terhadap terhadap ukuran dan stuktur kristal, ukuran partikel dan nilai suseptibilitas magnetik dari nanopartikel nikel ferit (NiFe_2O_4). Penelitian ini juga diharapkan dapat memberikan pilihan bahan magnetik yang lebih bervariasi selain bahan magnetik yang terdapat di alam untuk digunakan dalam bidang industri listrik dan elektronik. Hasil sintesis nanopartikel nikel ferit (NiFe_2O_4) dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), uji nilai suseptibilitas magnetik menggunakan *Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter*.

II. METODE

2.1 Preparasi Bahan

Sebelum sintesis nanopartikel nikel ferit (NiFe_2O_4) pasir besi diayak menggunakan ayakan 200 *mesh*. Selanjutnya, pasir besi dipisahkan menggunakan magnet permanen untuk memisahkan antara mineral magnetik (Fe_3O_4) yang digunakan dan mineral nonmagnetik.

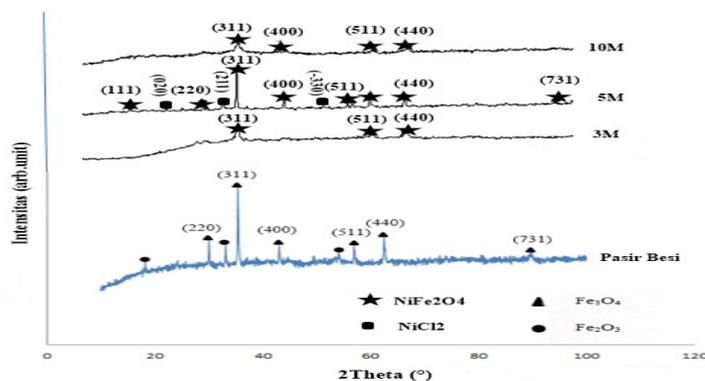
2.2 Sintesis Nanopartikel NiFe_2O_4

Nanopartikel NiFe_2O_4 disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Pasir besi 10 g dan 20 ml HCl dicampurkan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 60°C selama 60 menit sehingga terbentuk larutan FeCl_3 . Larutan FeCl_3 kemudian disaring menggunakan kertas saring. Larutan hasil saringan kemudian dilarutkan dalam 2,37 g NiCl_2 dan 50 ml larutan NH_4OH dengan variasi konsentrasi yang diberikan 3 M, 5 M dan 10 M sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 60°C selama 60 menit. Larutan yang terbentuk kemudian diletakan di atas magnet permanen untuk mempercepat terjadinya pengendapan. Endapan yang terbentuk dicuci dengan aquades untuk menghilangkan pengotor. Setelah proses pencucian selesai, endapan NiFe_2O_4 dikeringkan dalam *furnace* bersuhu 200°C selama 2 jam. Sampel NiFe_2O_4 dari berbagai variasi konsentrasi NH_4OH yang telah terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan uji suseptibilitas magnetik menggunakan *Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter*.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Hasil Karakterisasi XRD

Hasil difraktografi *X-Ray Diffractometer* (XRD) pada sampel pasir besi dan NiFe_2O_4 ditunjukkan pada Gambar 1. Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa yang terbentuk, struktur serta ukuran kristal dari sampel.



Gambar 1 Hasil Uji XRD

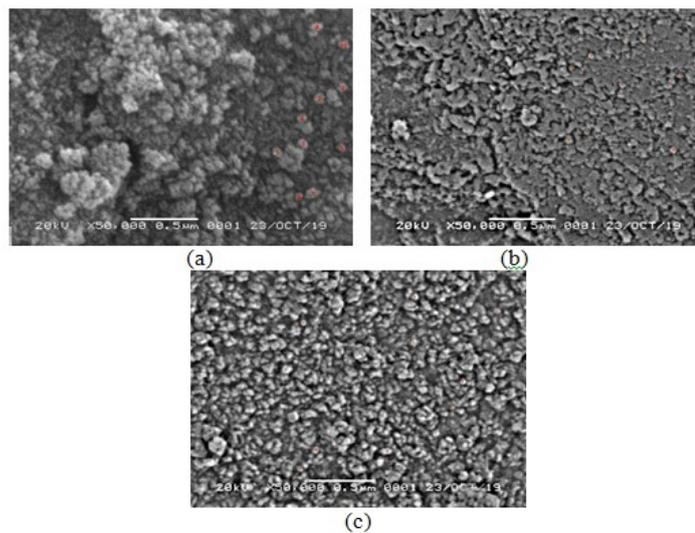
Gambar 1 pada sampel pasir besi sebelum disintesis muncul puncak-puncak fasa dari Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 . Intensitas tertinggi berada pada posisi $2\theta = 35,4051^\circ$ yang merupakan puncak dari Fe_3O_4 dengan indeks Miller (311). Struktur kristal dari pasir besi ini adalah kubik (BCC). Kandungan Fe_3O_4 yang terdapat dalam pasir besi ini sebesar 82,55% dan kandungan Fe_2O_3 sebesar 17,45%. Hasil persentase yang diperoleh ini sesuai dengan pernyataan yang disampaikan oleh Vogel (1979) yang menyatakan bahwa magnetit (Fe_3O_4) merupakan mineral yang persentasenya paling tinggi pada pasir besi.

Hasil XRD sampel NiFe_2O_4 setelah disintesis pada konsentrasi 3 M fasa yang terlihat yaitu NiFe_2O_4 dengan intensitas tertinggi berada pada posisi $2\theta = 35,7981^\circ$ dengan diameter kristal 27 nm. Pada sampel 5 M dengan diameter kristal 27 nm dengan intensitas tertinggi berada pada posisi $2\theta = 35,4615^\circ$ puncak – puncak yang terbentuk yaitu fasa NiFe_2O_4 dan fasa NiCl_2 . Pada sampel variasi konsentrasi 10 M puncak – puncak yang terbentuk merupakan fasa NiFe_2O_4 dengan intensitas tertinggi berada pada posisi $2\theta = 35,7648^\circ$ dan diameter kristal yang dihasilkan sebesar 20 nm.

3.2 Hasil Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan dari nanopartikel NiFe_2O_4 dengan perbesaran 50.000x. Ukuran partikel didapatkan dengan mengambil 10 partikel yang seragam dihitung menggunakan aplikasi Imagej. Hasil SEM pada variasi konsentrasi NH_4OH 3 M, 5 M dan 10 M dapat dilihat pada Gambar 2.

Gambar 2 (a) menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikelnya tidak seragam dan banyak gumpalan – gumpalan besar. Diameter rata-rata ukuran partikel yang diperoleh pada konsentrasi NH_4OH 3 M yaitu 60 nm. Gambar 2 (b) hasil SEM menunjukkan distribusi ukuran partikel yang sudah terlihat seragam namun masih terdapat gumpalan – gumpalan. Ukuran diameter rata-rata ukuran partikel yang diperoleh 41 nm. Gambar 2 (c) menunjukkan bentuk morfologi permukaannya sudah terdistribusi merata dibandingkan dengan variasi konsentrasi NH_4OH 3 M dan 5 M. Diameter rata-rata ukuran partikel yang diperoleh pada konsentrasi 10 M sebesar 35 nm. Dari hasil SEM dapat disimpulkan bahwa semakin besar nilai konsentrasi NH_4OH yang digunakan maka ukuran partikel NiFe_2O_4 yang dihasilkan juga semakin kecil.



Gambar 2 Hasil SEM untuk sampel NiFe_2O_4 (a) 3M (b) 5M (c) 10M

3.3 Analisis Nilai Suseptibilitas Magnetik

Pengujian nilai suseptibilitas magnetik dilakukan menggunakan 15 arah pada *Low Frequency* (LF) dengan nilai 0,465 kHz dan *High Frequency* (HF) dengan nilai 4,65 kHz. Hal ini dilakukan untuk mengetahui nilai χ_{FD} (%) (*frequency dependent susceptibility*) sehingga dapat diketahui keberadaan partikel superparamagnetik di dalam sampel. Nilai rata-rata suseptibilitas masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Nilai suseptibilitas magnetic NiFe_2O_4

Variasi konsentrasi NH_4OH	Nilai suseptibilitas magnetik ($\times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$)		χ_{FD} (%)
	LF	HF	
3M	444,8	420,3	5,50%
5M	215,6	233,7	8,3%
10M	204,2	174,5	14,5%

Tabel 1 menunjukkan nilai suseptibilitas magnetik dan nilai χ_{FD} (%) untuk mengetahui keberadaan bulir superparamagnetik yang terkandung dalam sampel NiFe_2O_4 . Nilai suseptibilitas yang diperoleh semakin rendah dengan semakin besarnya konsentrasi bahan pengendap NH_4OH . Nilai χ_{FD} (%) menyatakan bahwa sampel dengan konsentrasi 3 M dan 5 M mengandung bulir superparamagnetik antara 10% hingga 75%, sedangkan sampel ketiga 10 M mengandung bulir superparamagnetik lebih dari 75% (Dearing, 1999).

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi dan analisis yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa variasi konsentrasi agen pengendap NH_4OH yang digunakan berpengaruh terhadap ukuran kristal, ukuran partikel dan nilai suseptibilitas magnetik. Semakin besar konsentrasi NH_4OH yang digunakan maka ukuran kristal dan ukuran partikel yang didapatkan semakin kecil. Sementara pada nilai suseptibilitas magnetik, semakin tinggi konsentrasi NH_4OH yang digunakan maka semakin kecil nilai suseptibilitas yang diperoleh.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, dan Khairurrijal, "Sintesis Nanomaterial", *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, **1(2)**, 1979-0880 (2008).
- Dearing, J., *Environmental Magnetic Susceptibility Using the Bartington MS2 System*, (Chi Publishing, England, 1999).
- Joshi, S., Kumar, M., Chhoker, S., Srivastava, G., Jewariya, M., dan Singh, V. N., "Structural, Magnetic, Dielectric and Optical Properties of Nickel Ferrite Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation Method", *Journal of Molecular Structure*, 1076, 55-62 (2014).
- Kusuma, R., "Analisa Struktur Kristal Dan Sifat Magnetik pasir Besi Sungai Bengawan Solo Kecamatan Trucuk Kabupaten Bojonegoro", *Skripsi S1*, Universitas Sebelas Maret, 2015.
- Lu, A. H., Salabas E. L., dan Schuth, F., "Magnetic nanoparticles; synthesis, protection, functionalization and application", *Angewandte Chemie International Edition*, 46, 1222-1244 (2007).
- Parishani, M., Cheragi, A., dan Malekfar, R., "Spectroscopy, "Structural and Optical Investigations of NiFe_2O_4 Ferrite", *International Journal of Optics and Photonics*, **9(2)**, 273-78 (2015).
- Volgel's, *Textbook of Macro and Semmicro Qualitative Inorganic Analysis Fifth Edition*, (Longman Group, New York, 1997).