

## Pengaruh Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$ terhadap Ukuran Nanopartikel Nikel Ferit ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) 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  
 $\text{NiFe}_2\text{O}_4$   
 $\text{NH}_4\text{OH}$   
Suseptibilitas  
morfologi

#### Keywords:

iron sand  
 $\text{NiFe}_2\text{O}_4$   
 $\text{NH}_4\text{OH}$   
susceptibility  
morphology

#### Penulis Korespondensi:

Tria Rizki Safitri  
Email: [triarizkisafitri19@gmail.com](mailto:triarizkisafitri19@gmail.com)

### ABSTRAK

Sintesis nanopartikel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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  $\text{NiCl}_2$  dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sehingga menghasilkan endapan nikel ferit ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ). Variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang diberikan adalah 3 M, 5 M dan 10 M. Karakterisasi fasa dan ukuran kristal pasir besi dan  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dilakukan menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*). Karakterisasi morfologi dan ukuran partikel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 82,55%. Ukuran kristal sampel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dengan variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  3M, 5M dan 10M berturut – turut yaitu 27 nm; 27 nm; 20 nm. Hasil SEM menunjukkan diameter rata – rata ukuran partikel masing – masing sampel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  yaitu 60 nm; 41 nm; 35 nm. Suseptibilitas sampel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dengan variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  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  $\text{NH}_4\text{OH}$  memperkecil ukuran kristal serta partikel.

*Synthesis of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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  $\text{NiCl}_2$  and  $\text{NH}_4\text{OH}$ , to produce ferrite nickel deposits ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ). The  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentration was varied 3 M, 5 M and 10 M. Characterization of phase and size of the iron sand and  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  particle was performed using XRD (*X-Ray Diffractometer*). Morphology and particle size of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  were characteristic using SEM (*scanning electron microscope*). Magnetic susceptibility of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  was measured using *Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter*. XRD results indicate that the iron sand diffraction pattern corresponds to  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diffraction pattern (82.55%).  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  crystal size of sample prepared using  $\text{NH}_4\text{OH}$  3M, 5M and 10M are respectively 27 nm; 27 nm; 20 nm. SEM results indicate that the average diameters of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  particle are 60 nm; 41 nm; 35 nm. Susceptibility of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  samples for variation  $\text{NH}_4\text{OH}$  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 ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), 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  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  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  $\text{MFe}_2\text{O}_4$  dengan M adalah ion logam valensi dua, misalnya Mn, Mg, Zn, Ni, Co dan Cu (Parishani dkk., 2015).

Nanopartikel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  menampilkan kurva histeresis yang sempit dan karenanya, material ini adalah bahan inti yang baik untuk transformator daya dan aplikasi pada bidang telekomunikasi.  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  juga dapat digunakan pada teknologi sensor gas dan kelembaban, serta sebagai bahan katalis (Joshi dkk., 2014).

Metode – metode yang telah dikembangkan untuk mensintesis nanopartikel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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 ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) dengan metode kopresipitasi untuk melihat pengaruh agen pengendap yang digunakan yaitu  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan variasi konsentrasi 3M, 5M dan 10 M. Sehingga terlihat pengaruh konsentrasi agen pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap terhadap ukuran dan stuktur kristal, ukuran partikel dan nilai suseptibilitas magnetik dari nanopartikel nikel ferit ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ). 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 ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) 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 ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) pasir besi diayak menggunakan ayakan 200 *mesh*. Selanjutnya, pasir besi dipisahkan menggunakan magnet permanen untuk memisahkan antara mineral magnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang digunakan dan mineral nonmagnetik.

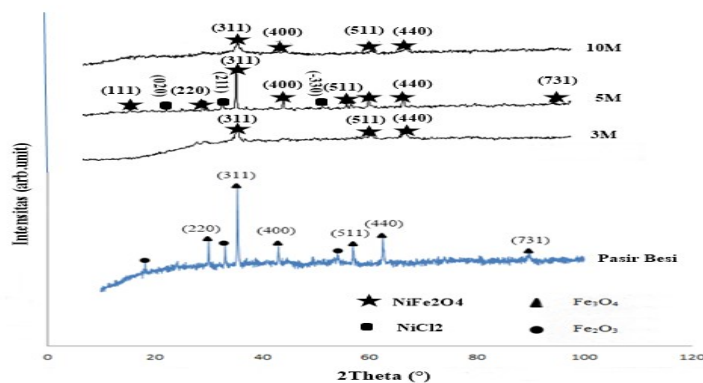
### 2.2 Sintesis Nanopartikel $\text{NiFe}_2\text{O}_4$

Nanopartikel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Pasir besi 10 g dan 20 ml HCl dicampurkan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 60 menit sehingga terbentuk larutan  $\text{FeCl}_3$ . Larutan  $\text{FeCl}_3$  kemudian disaring menggunakan kertas saring. Larutan hasil saringan kemudian dilarutkan dalam 2,37 g  $\text{NiCl}_2$  dan 50 ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan variasi konsentrasi yang diberikan 3 M, 5 M dan 10 M sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu  $60^\circ\text{C}$  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  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dikeringkan dalam *furnace* bersuhu  $200^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Sampel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dari berbagai variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  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  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  ditunjukkan pada Gambar 1. Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa yang terbentuk, struktur serta ukuran kristal dari sampel.



Gambar 1 Hasil Uji XRD

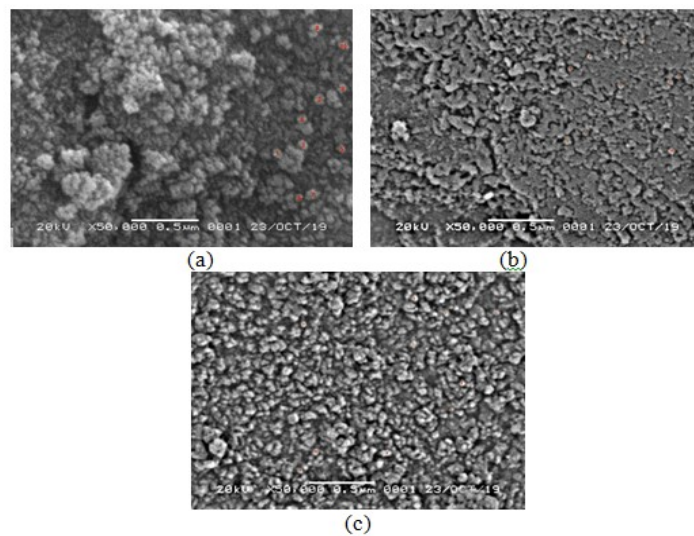
Gambar 1 pada sampel pasir besi sebelum disintesis muncul puncak-puncak fasa dari  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Intensitas tertinggi berada pada posisi  $2\theta = 35,4051^\circ$  yang merupakan puncak dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan indeks Miller (311). Struktur kristal dari pasir besi ini adalah kubik (BCC). Kandungan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terdapat dalam pasir besi ini sebesar 82,55% dan kandungan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 17,45%. Hasil persentase yang diperoleh ini sesuai dengan pernyataan yang disampaikan oleh Vogel (1979) yang menyatakan bahwa magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) merupakan mineral yang persentasenya paling tinggi pada pasir besi.

Hasil XRD sampel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  setelah disintesis pada konsentrasi 3 M fasa yang terlihat yaitu  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dan fasa  $\text{NiCl}_2$ . Pada sampel variasi konsentrasi 10 M puncak – puncak yang terbentuk merupakan fasa  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dengan perbesaran 50.000x. Ukuran partikel didapatkan dengan mengambil 10 partikel yang seragam dihitung menggunakan aplikasi Imagej. Hasil SEM pada variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  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  $\text{NH}_4\text{OH}$  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  $\text{NH}_4\text{OH}$  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  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang digunakan maka ukuran partikel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  yang dihasilkan juga semakin kecil.



**Gambar 2** Hasil SEM untuk sampel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (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  $\chi_{FD}$  (%) (*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 magnetik  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$

Variasi konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$	Nilai suseptibilitas magnetik ( $\times 10^{-8} \text{m}^3 \text{kg}^{-1}$ )		$\chi_{FD}$ (%)
	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  $\chi_{FD}$  (%) untuk mengetahui keberadaan bulir superparamagnetik yang terkandung dalam sampel  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ . Nilai suseptibilitas yang diperoleh semakin rendah dengan semakin besarnya konsentrasi bahan pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Nilai  $\chi_{FD}$  (%) 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  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang digunakan berpengaruh terhadap ukuran kristal, ukuran partikel dan nilai suseptibilitas magnetik. Semakin besar konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang digunakan maka ukuran kristal dan ukuran partikel yang didapatkan semakin kecil. Sementara pada nilai suseptibilitas magnetik, semakin tinggi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  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  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  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).