

KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL MAGNETITE BESI OKSIDA LAMPANAH ACEH BESAR MELALUI METODE KOPRESIPITASI

Sri Nengsih*

*Pendidikan Fisika, Fakultas Tarbiyah dan Keguruan, Universitas Islam Negeri Ar-Raniry, Banda Aceh, Indonesia, srinengsih@ar-raniry.ac.id

Email Correspondence : srinengsih@ar-raniry.ac.id

Diterima : 3 Maret 2019

Disetujui : 11 Juni 2019

Diterbitkan: 30 Juni 2019

Abstract: The synthesis iron sand of Aceh Besar into magnetite iron oxide nanoparticles was the main objective in this study to observe the crystal structure it possessed. The high crystalline properties when physical changes occur from the material make this study important to study. Through the separation technique using bar magnet, iron sand from nature is separated from the impurity and then filtered with a sieve measuring 200 meshes. Good quality iron sand is synthesized using the Coprecipitation method in which iron sand is dissolved in 12 M Chloride Acid 37% v / v. The solution is stirred and filtered, and then the results of the solution are mixed with 6.5 M ammonia with a mixture ratio of 1: 7. Through the process of stirring and strain, the results of the precipitate are then dried. Based on the results of the XRD, SEM and magnetic count test found the characteristics of magnetite iron oxide nanoparticles. Based on XRD data, it is found that the angle of 2θ is $30,105^\circ$; $35,45^\circ$ and $62,585^\circ$ with miller index [hkl]: [220], [311] and [440]. This [hkl] value shows that magnetite nanoparticles from Lampanah iron sand have a Cubic crystal structure with a FCC (Cubic Face Center) lattice structure. Based on the SEM test, the morphology of magnetite iron oxide nanoparticles in non-uniform shape with relatively unequal particle sizes in the range of 800 nm to 3000 nm. Whereas the count of magnetic fields in the form of iron sand was found to have a value of 0.03 mT while in the form of magnetite nanoparticles obtained 0.022 mT. The conclusion is that the crystal structure of Lampanah iron sand is increasingly seen when the size of iron oxide becomes magnetite nanoparticles. Optimization steps in the preparation of iron sand into magnetite nanoparticles are needed so that the particle size is below <100 nm so that they can be applied in the fields of electronics, health and so on..

Keywords: Magnetite, Iron Sands, Nanoparticles

Abstrak: Sintesis pasir besi lampanah Aceh Besar menjadi nanopartikel magnetite besi oksida menjadi tujuan utama dalam penelitian ini untuk mengamati struktur Kristal yang dimilikinya. Sifat Kristalin yang tinggi ketika terjadi perubahan fisis dari material menjadikan kajian ini layak untuk diteliti. Melalui teknik pemisahan menggunakan magnet batang, pasir besi dari alam dipisahkan dari pengotor lalu disaring dengan ayakan yang berukuran 200 mesh. Pasir besi berkualitas baik disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi yang mana pasir besi dilarutkan ke dalam 12 M Asam Klorida 37 % v/v. Larutan tersebut diaduk dan disaring, kemudian hasil larutan dicampurkan dengan 6,5 M ammonia dengan perbandingan ratio campuran 1:7. Melalui proses aduk dan saring, hasil endapan kemudian dikeringkan. Berdasarkan hasil uji XRD, SEM dan Cacah magnetik didapati karakteristik nanopartikel magnetite besi oksida. Berdasarkan data XRD, didapati sudut 2θ thetanya $30,105^\circ$; $35,45^\circ$ dan

62,585° dengan indek miller [hkl]: [220], [311] dan [440]. Nilai [hkl] ini menunjukkan bahwa nanopartikel magnetite dari pasir besi Lampanah memiliki struktur kristal Kubik dengan struktur kisinya FCC (*Face Center Cubic*). Berdasarkan uji SEM, morfologi nanopartikel magnetite besi oksida berbentuk tidak seragam dengan ukuran partikel yang relatif tidak sama berada dalam rentang 800 nm sampai 3000 nm. Sedangkan untuk cacah medan magnetik dalam bentuk pasir besi didapati nilai cacahannya 0,03 mT sedangkan dalam bentuk nanopartikel magnetite diperoleh 0,022 mT. Kesimpulan yang didapati bahwa struktur Kristal dari pasir besi Lampanah semakin terlihat ketika ukuran besi oksida menjadi nanopartikel magnetite. Langkah pengoptimalan dalam preparasi pasir besi menjadi nanopartikel magnetite diperlukan agar ukuran partikelnya di bawah < 100 nm sehingga dapat diaplikasinya dalam bidang elektronik, kesehatan dan sebagainya.

Kata kunci: Magnetit, pasir besi, Nanopartikel

Pendahuluan

Pemanfaatan pasir besir di Indonesia hingga saat ini umumnya digunakan sebagai bahan tambahan pada pabrik semen dan masih diekspor dalam bentuk material mentah (Jalil et al., 2014). Pemanfaatan pasir besi diaplikasikan di berbagai bidang seperti elektronika, energi, kimia, ferrofluida, katalis dan diagnosa medis (Kartika et al., 2014). Nanopartikel magnetite juga diaplikasikan pada medis (Aliramaji, et al., 2015) dan biomedical (Mendoza Zélis, et al., 2013). Kajian tentang pasir besi yang disintesis sehingga menghasilkan nanopartikel magnetit sangat banyak sekali dilakukan, yaitu sintesis Fe_3O_4 dari pasir besi dengan metode *Mechanical Milling* telah dilakukan pada pasir besi pesisir pantai Syiah Kuala provinsi Aceh (Jalil et al., 2014). Ada juga sintesis Fe_3O_4 dari pasir besi provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta dengan metode *Mechanical Vibration* (Rusianto, et al., 2015). Selain itu juga telah dilakukan kajian sintesis dan karakteristik sifat magnetik nanokomposit Fe_3O_4 Montmorilonit berdasarkan variasi suhu (Bukit, et al. 2015).

Nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) yang dikembangkan sekarang adalah sefasa dengan besi oksida yang mempunyai sifat amfoterik dan memiliki daya serap yang tinggi. Selain itu keunikan sifatnya dalam ukuran nano menjadikan nanopartikel Fe_3O_4 menarik perhatian ilmuwan berkaitan dengan energi permukaan yang dimilikinya tinggi, sifat racunnya rendah, material yang bersifat biokompatibel yang baik, dapat bertingkah laku superparamagnetik, mempunyai daya serap yang tinggi serta mampu mentransfer electron (Pang, et al., 2016).

Nanopartikel magnetik telah disintesis dalam fase dan komposisi yang berbeda seperti logam murni, Alloy/campuran logam dan logam oksida (Pang, et al., 2016). Meskipun logam murni memberikan saturasi magnetisasinya paling tinggi, namun pemakaiannya kurang diminati dikarenakan tingginya sifat racun dan sangat mudah teroksidasi (Sharifi, et al. 2012). Hal ini bila dibandingkan dengan besi oksida yang tidak mudah teroksidasi dan mampu memberikan respon magnetik yang stabil. Sifat magnetik dari nanopartikel sangat dipengaruhi oleh

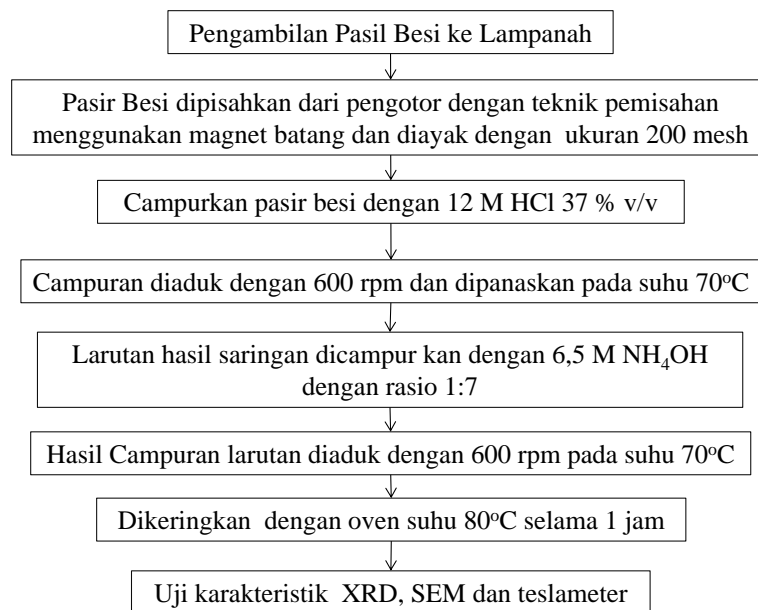
efek ukuran dan efek permukaan. Efek ukuran dihasilkan dari elektron yang terperangkapnya secara kuantum sedangkan efek permukaan dihubungkan kepada perubahan simetri dari struktur Kristal pada bidang batas setiap partikel (Pang, et al., 2016).

Sedangkan dalam proses sintesis nanopartikel magnetit telah dilakukan dengan berbagai metode seperti metode termal dekomposisi (Mythreyi, et al., 2017), metode solvotermal (Liang, et al., 2013; Arndt, et al., 2014), metode hidrotermal (Ozel, et al., 2015) dan metode kopresipitasi (Setiadi, et al., 2016; Khailil, 2015; Hariani, et al., 2013; Hayati, et al., 2015). Dalam kajian ini telah dipilih metode Kopresipitasi dalam sintesis pasir besi menjadi nanopartikel magnetite. Metode ini memiliki keunggulan dari singkatnya waktu reaksinya, dapat dilarutkan dalam pelarut air, memiliki harga ekonomis yang rendah, sederhana dalam proses sintesisnya serta berlangsung dalam suhu yang rendah (< 100°C).

Kajian tentang nanopartikel magnetite dengan metode kopresipitasi juga telah dilakukan dengan menggunakan bahan prekursor *ferrous chloride tetrahydrate* dan *ferric chloride anhydrous* dan didapati bentuk partikelnya bulat dan ukuran rata-rata berkisar 10 nm (Permana, et al., 2017). Selain itu kajian nanopartikel magnetite yang menggunakan polietilen glikol 6000 melalui metode kopresipitasi juga telah diteliti, dan didapati bahwa ukuran partikel semakin mengecil dengan adanya template tersebut (Bukit, N., et al., 2015). Dalam Kajian ini, bahan dasar untuk sintesis nanopartikel magnetite diambil dari pasir besi alami daerah Lampanah Aceh Besar yang memiliki kandungan magnetite yang tinggi. Sederhananya proses sintesis dan rendahnya biaya yang diperlukan dalam pengolahan pasir besi menjadi nanopartikel magnetite tanpa banyak perlakuan telah mampu menghasilkan partikel berskala nanometer.

Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahapan kegiatan yakni proses pemisahan pasir besi alami dari pengotornya, dengan menggunakan magnet batang sebagai media pisah dari pengotornya. Hasil pemisahan ini dilanjutkan dengan mengayak pasir besi dengan ayakan 200 mesh agar mendapatkan ukuran yang relatif sama. Tahapan selanjutnya adalah mensintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitrasi dan kajian struktur nanopartikel magnetit dari pasir besi Lampanah Aceh Besar. Adapun tahapan lengkap yang dipakai dalam sintesis nanopartikel magnetite besi oksida merujuk pada kajian sebelumnya (Nengsih, S., 2018) yang dalam bentuk diagram alirnya sebagai berikut:



Gambar 1. Diagram alir sintesis nanopartikel magnetite dari pasir besi Lampanah Aceh Besar melalui metode kopresipitasi.

Hasil dan Pembahasan

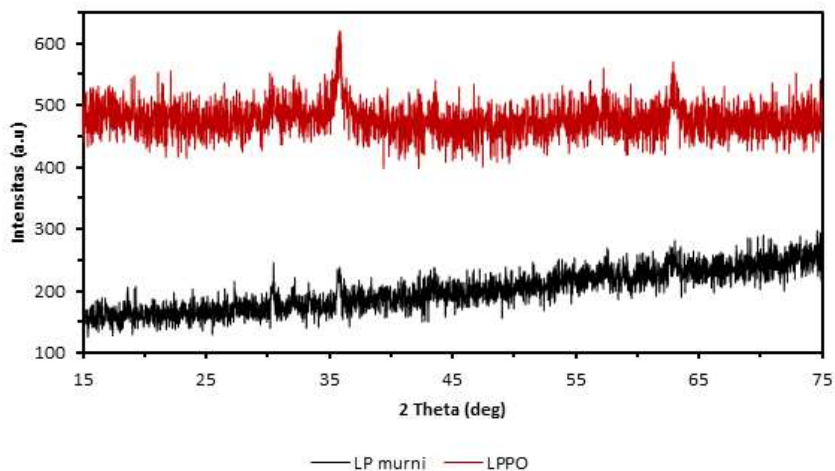
Pasir besi yang telah diambil dari lokasi Lampanah dan dipisahkan dari material pengotor dilanjutkan dengan ayakan berukuran 200 mesh ditunjukkan dalam Gambar 2.



Gambar 2. (a). Pasir besi yang telah dipisahkan dengan batang magnet dan diayak. (b). Pasir besi yang telah disintesis dengan metode kopresipitasi

Nanopartikel magnetite dari pasir besi Lampanah Aceh besar telah selesai disintesis dan didapati hasil karakteristiknya melalui beberapa uji seperti uji XRD, uji SEM dan Uji Cacah medan magnetik melalui Teslameter. Berikut adalah hasil Uji karakteristik dari nanopartikel magnetik :

a. Uji sifat kristalin Pasir besi



Gambar 3. Hasil Uji XRD nanopartikel magnetite

Berdasarkan data XRD pada Gambar 3 di atas, dapat diamati dua grafik sampel pasir besi dimana LP Murni adalah sampel pasir besi Lampanah yang telah dipisahkan dan diayak dengan ukuran 200 Mesh, sedangkan LPPO merupakan sampel nanopartikel magnetite yang telah disintesis dari pasir besi dengan metode kopresipitasi. Dari grafik tersebut dapat dilihat perbedaan antara hasil difraksi untuk LP murni dan LPPO jika ditinjau dari tingkat ketajaman puncak-puncak yang terbentuk. Semakin tinggi dan tajamnya sudut puncak data XRD menandakan sifat kristalin yang terbentuk juga tinggi. Setelah dilakukan sintesis nanopartikel magnetite diperoleh peningkatan kejelasan terbentuknya puncak-puncak dibandingkan pasir besi murni. Hasil uji ini dibandingkan dengan database XRD pada JCPDS seperti yang terdapat dalam Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan Data JCPDS No 11-0614 dan data uji XRD fasa Fe₃O₄

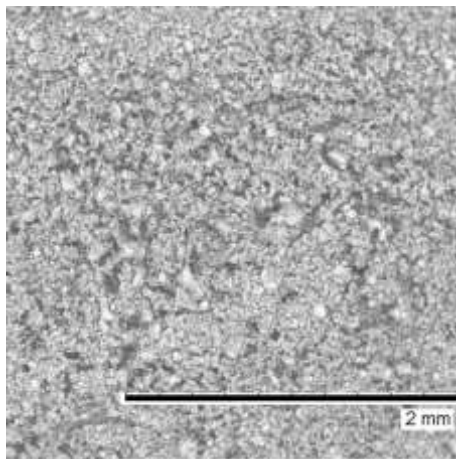
Data JCPDS		Data Uji XRD		Indek Miller [hkl]
		LP Murni	LPPO	
Sudut 2 Theta (deg)	Intensitas (a.u)	Sudut 2 Theta (deg)	Sudut 2 Theta (deg)	
18,277	40	-	-	110
30,105	70	√	√	220
35,451	100	√	√	311
43,123	70	-	-	400
53,478	60	-	-	422

57,012	85	-	-	511
62,585	85	√	√	440

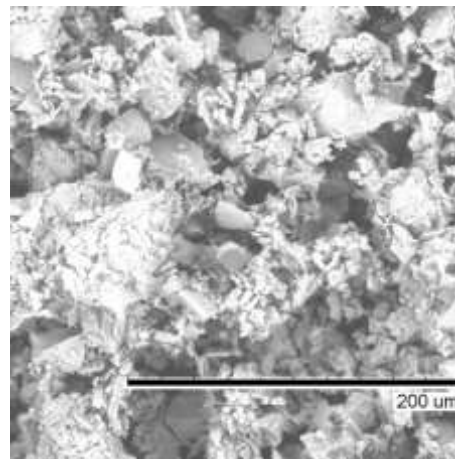
Hasil uji XRD nanopartikel magnetite yang disintesis dengan metode kopresipitasi bila dibandingkan dengan Data JCPDS, ada beberapa sudut 2 theta yang hampir mendekati nilai JCPDS tersebut yakni sudut $30,105^\circ$; $35,451^\circ$ dan $62,585^\circ$ dengan indek miller [hkl] nya: [220], [311] dan [440] baik untuk LP Murni maupun LPPO. Ketajaman puncak magnetite besi oksida semakin terlihat jelas setelah disintesis dengan metode kopresipitasi (LPPO) daripada pasir besi alami (LP Murni). Walaupun tidak semua puncak muncul dalam hasil difraksi tersebut, nilai [hkl] ini menunjukkan bahwa fasa kristal dalam pasir besi berbentuk kubik dengan struktur kisinya FCC (*Face Center Cubic*). Berdasarkan uji XRD, adanya pengaruh perubahan ukuran material dari pasir besi menjadi nanopartikel magnetite yang ditunjukkan dalam hasil puncak difraksi yang semakin jelas dan tajam. Hal ini memperlihatkan bahwa sifat Kristal dari magnetite semakin terbentuk ketika material dalam skala nanometer.

b. Uji morfologi Nanopartikel magnetite dengan beberapa pembesaran

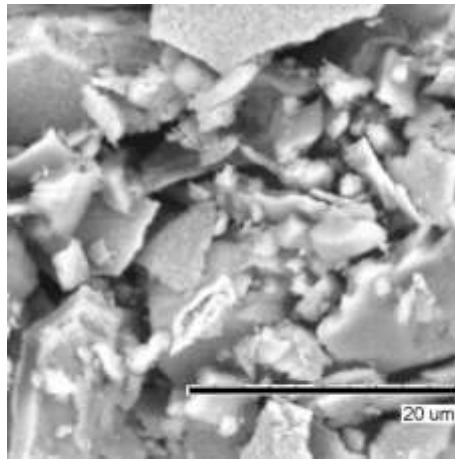
Berikut adalah Gambar 4 Hasil SEM dari nanopartikel magnetite yang dalam hal ini berbentuk serbuk. Dengan sifat kelistrikan yang dimilikinya, dalam proses uji tidak memerlukan material pelapisan yang bersifat konduksi saat mengamati morfologi partikel.



(a)



(b)



(c)

Gambar 4. Hasil Uji SEM nanopartikel magnetite untuk pembesaran (a). 2 mm, (b). 200 μm (c). 20 μm

Hasil uji SEM untuk nanopartikel magnetite yang disintesis melalui metode kopresipitasi telah selesai dilakukan dengan beberapa pembesaran. Dari Gambar 4 di atas dapat diamati semakin kecil skala pembesaran diperoleh gambaran morfologinya yang lebih jelas. Terlihat bahwa bentuk dan ukuran partikel yang tidak sama dan tidak seragam. Walaupun distribusi sebaran partikelnya rapat dan padat dari serbuk hasil sintesis diperoleh kisaran ukuran partikelnya 0,8 μm sampai 3 μm yaitu jika dikonversi dalam skala nanometer berada dalam 800 nm sampai 3000 nm. Nilai ukuran ini masih jauh dari < 100 nm seperti yang didapati oleh (Mufti, N., et al., 2018) yang mendapati ukuran < 50 nm. Hasil ini disebabkan oleh beberapa faktor yang mempengaruhi selama proses persiapan dalam sintesis.

c. Uji cacah medan magnetik dengan teslameter

Berikut adalah Tabel 2 hasil cacahan medan magnetik dari pasir besi Lampanah murni dan setelah diberi perlakuan dengan memvariasikan waktu pendeteksiannya. Teslameter digital yang digunakan dalam tombol keadaan *alternating field*. Tombol ini dipilih dikarenakan material yang diujikan dalam bentuk serbuk sehingga cacah medan magnetik yang disekitarnya dapat terbaca. Sebelumnya dengan membaca cacah *background* medan magnetik yang dibandingkan dengan cacah medan magnetik sampel.

Tabel 2. Hasil cacah medan magnetik untuk pasir besi lampanah dan nanopartikel magnetite

Rentang waktu (menit)	Sampel Pasir Besi Murni (mT)	Sampel Nanopartikel Magnetite (mT)
0	0,03	0,02
2	0,03	0,03
4	0,02	0,02
6	0,04	0,02
8	0,03	0,02
Rata-rata	0,03	0,022
Standar Deviasi	0.0071	0,0045

Dari Tabel 2 didapati bahwa ukuran sampel memberikan nilai cacah medan magnetik yang berbeda. Ketika pasir besi lampanah murni diujikan diperoleh rata-rata nilai cacahannya 0,03 mT sedangkan dalam bentuk nanopartikel magnetite diperoleh 0,022 mT. Perubahan bentuk morfologi dari pasir besi menjadi nanopartikel magnetite memberikan penurunan nilai cacah medan magnetiknya. Diperkirakan adanya luas permukaan partikel memberikan kontribusi dalam perbedaan nilai cacahan tersebut.

Kesimpulan

Nanopartikel magnetite besi oksida dari lampanah telah selesai disintesis dengan metode kopresipitasi. Pasir besi yang telah dipisahkan dengan magnet batang lalu diayak dengan ukuran 200 mesh. Hasil sintesis pasir besi dilakukan uji sifat kristalin melalui XRD, uji morfologi melalui SEM dan uji cacah medan magnetik melalui teslameter. Data XRD didapati sudut $30,105^\circ$; $35,451^\circ$ dan $62,585^\circ$ dengan indek miller [hkl] nya: [220], [311] dan [440]. Nilai [hkl] ini merujuk pada bentuk kristal Kubik dengan struktur kisinya FCC (*Face Center Cubic*). Hasil uji SEM untuk nanopartikel magnetite didapati bentuk dan ukuran partikel yang tidak sama dan tidak seragam dengan ukuran partikel berada dalam 800 nm sampai 3000 nm. Sedangkan untuk cacah medan magnetik didapati nilai cacahannya 0,03 mT sedangkan dalam bentuk nanopartikel magnetite diperoleh 0,022 mT. Berdasarkan uji karakteristik yang telah dilakukan diatasn dapat disimpulkan bahwa struktur Kristal dari pasir besi Lampanah semakin terlihat ketika ukuran besi oksida menjadi nanopartikel magnetite.

Ucapan Terima Kasih

Peneliti mengucapkan terimakasih atas bantuan dana penelitian oleh DIPA UIN AR-Raniry Banda Aceh tahun 2018.

Daftar Pustaka

- Aliramaji, S., Zamanian, A., & Sohrabijam, Z. (2015). Characterization and Synthesis of Magnetite Nanoparticles by Innovative Sonochemical Method. *Procedia Mater. Sci.*, Vol. 11. 265–269.
- Arndt, M. B. D., Zielasek, V., & Dreher, W. (2014). Ethylene diamine-assisted synthesis of iron oxide nanoparticles in high-boiling polyols. *J. Colloid Interface Sci.* Vol. 417. 188–198.
- Bukit, N., Frida, E., & Sinaga, P. S. T. (2015). Analisis Difraksi Nanopartikel Fe_3O_4 Metode Kopresipitasi Dengan Polietilen Glikol 6000. *Pros. Semin. Nas. Fis.*, Vol. 4, No. 7. 163–166.
- Hariani, P. L., Faizal, M., Ridwan, R., Marsi, M., & Setiabudidaya, D. (2013). Synthesis and Properties of Fe_3O_4 Nanoparticles by Co-precipitation Method to Removal Procion Dye. *Int. J. Environ. Sci. Dev.*, Vol. 4, No. 3, 336–340.
- Hayati, A. R., (2015). Sintesis Nanopartikel Silika Dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopresipitas,” *J. Fis. Unand*, Vol. 4, No. 3, 282–287.
- Jalil Z., Sari, E. N., AB. I., & Handoko, E.(2014). Studi Komposisi Fasa dan Sifat Kemagnetan Pasir Besi Pesisir Pantai Aceh yang Dipreparasi dengan Metode Mechanical Milling. *Indones. J. Appl. Phys.* Vol. 04, No. 1. p. 110–114.
- Kartika, S., Pratapa, D.L. (2014). Sintesis Fe_2O_3 dari Pasir Besi dengan Metode Logam terlarut asam klorida. *J. Sains dan Seni Pomits*, Vol. 3, No. 2, 2337–3520.
- Khalil, M. I., (2015). Co-precipitation in aqueous solution synthesis of magnetite nanoparticles using iron(III) salts as precursors. *Arab. J. Chem.*, Vol. 8. No. 2. 279–284.
- Liang, W.J., Ma, H., Luo, W., & Shouling. (2013). Synthesis of magnetite submicrospheres with tunable size and superparamagnetism by a facile polyol process. *Mater. Chem. Phys.* Vol. 139. 383–388.
- Mendoza Zélis, F. H. S. P., Muraca D., Gonzalez, J. S., Pasquevich, G. A., Alvarez, V. A., & Pirota, K. R. (2013). Magnetic properties study of iron-oxide nanoparticles/PVA ferrogels with potential biomedical applications. *J. Nanoparticle Res.* Vol. 15, 1613–1616.
- Mufti, N., Atma, T., Fuad, A., & Sutadji, E. (2018). Synthesis And Characterization Of Black , Red And Yellow Nanoparticles Pigments From The Iron Sand. *AIP Conf. Proceeding*, Vol. 165, No. 2014.
- Mythreyi, U., C. R., Uhl, A. M., Savliwala, S., Savitzky, B.H., Dhavalikar R., Garraud, N., Arnold, D. P., Kourkoutis, Lena, F., & Andrew, J. S., (2017). Thermal Decomposition Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles with

- Diminished Magnetic Dead Layer by Controlled Addition of Oxygen. *ACS Nano*, Vol. 11, No. 2. 2284–2303.
- Nengsih, S. (2018). Potensi Nanopartikel Magnetit Pasir Besi Lampanah Aceh Besar Melalui Studi Kajian Teknik Pengolahan ,” *J. Circuit*, Vol. 2, No. 1, 1–8.
- Rusianto, K., Wildan, T., Abraha, M.W. (2015). Various sizes of the synthesized Fe₃O₄ nanoparticles assisted by mechanical vibrations. *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, Vol. 22, No.1 April. 175–180.
- Ozel, H. K. F., (2015). Growth and characterizations of magnetic nanoparticles under hydrothermal conditions: Reaction time and temperature. *J. Magn. Mater.* Vol. 373. 213–216.
- Pang, Y. L., Lim, S., Ong, H. C., & Chong, W. T. (2016). Research progress on iron oxide-based magnetic materials: Synthesis techniques and photocatalytic applications. *Ceram. Int.*, Vol. 42, No. 1. 9–34,
- Permana, T. S. B., Saputri, R. M., Safriani, & L., Rahayu, I. (2017). Sintesis Nanopartikel Magnetik Dengan Metode Kopresipitasi. *J. Mater. dan Energi Indonesia*. Vol. 07. No. 02. 17–20.
- Setiadi, E. A. et al. (2016). The synthesization of Fe₃O₄magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co-precipitation method for the used of the adsorption of Cu and Pb ions. *J. Phys. Conf. Ser.*, Vol. 776. No. 1.
- Sharifi, S., Ibrahim, Shokrollahi, H., & Amiri. (2012). Ferrite-based magnetic nanofluids used in hyperthermia applications. *J. Magn. Mater.*, Vol. 324, No. 6. 903–915.