



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

PENGARUH TEMPERATUR SINTERING TERHADAP UKURAN NANOPARTIKEL Fe₃O₄ MENGGUNAKAN TEMPLATE PEG-4000

SKRIPSI



**SILVIA TRISA PUTRI
07135018**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2011**

**PENGARUH TEMPERATUR SINTERING TERHADAP UKURAN
NANOPARTIKEL Fe_3O_4 MENGGUNAKAN TEMPLATE PEG-4000**

Disusun oleh

SILVIA TRISA PUTRI
07 135 018

telah dipertahankan di depan Tim Penguji
pada tanggal 25 Oktober 2011
dan dinyatakan telah lulus memenuhi syarat

Susunan Tim Penguji

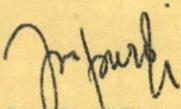
Pembimbing



Astuti, M.Si.

NIP. 198108142005012002

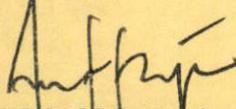
Penguji I



Dr. Dwi Purianti.

NIP.196904191997022001

Penguji II



Afdhal Muttakin, M.Si.

NIP.197704292005011002

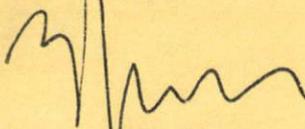
Penguji III



Rahmat Rasyid, M.Si.

NIP.196711031988021002

Padang, Oktober 2011
Ketua Jurusan Fisika
FMIPA Universitas Andalas



Arif Budiman, M.Si.

NIP. 197311141999031004

Ibarat sinar mentari begitulah kasihmu sepanjang zaman tak akan pernah terbalas, tentulah
begitu indahnyaa. Anda haturkan terima kasih atas segala kasih sayang yang telah
diberikan dengan tulus, Setiap doa yang tertantun untuk Anda menjadi pelipur hati dalam
langkah. Tanpa cinta dan kasih mu, Anda tak akan mampu menjabari ini semua
Dan begitulah bergah unur kepada Orang tua yang selalu ku sayangi
Semoga Papa dan Mama selalu dalam lindungan Allah. Amin...

Teruntuk Orang tua yang selalu Anda cintai dalam relung hatiku yang terdalam...
Keharibaan Papa tercinta (Zuffman Jaman) Mama tercinta (Jafni Amir)
Ku persembahkan untuk-Mu ya Rabbi
Untuk itu syukurku....
cerah.

merengkuh sebuah harapan sebagai bekal menempuh dan menapak masa depan yang lebih
Segala kesulitan, tantangan dan hambatan akan selalu ku hadapi demi mencapai dan
Sebagai ungkapan syukurku atas segala rahmat dan karunia-Mu
Tangis kebahagiaan tumpah dihadap-Mu ya Rabbi
Hari ini...

Doaku telah Engkau kabulkan, Allahumdullah, terima kasih ya Allah
diteguh pengundahan melandaiku. Kini air mata dapat kyganti dengan sebuah senyuman.
atas rahmat-Mu, Engkau berikan kemudahan disela kesulitanku, Engkau tegarkan aku
banyaknya ujian yang hamba lalui, Kubenamkan wajah dalam sujudku, syukur tiada tara
Tanpa izin dari-Mu, hamba yakin tak ada satupun yang bisa hamba perbuat setelah
Allahumdullahirabbil alamin, Terima kasih ya ALLAH.....

(Saidina Ali bin Abi Thab)

Harta itu kurang apabila dibelanjakan tapi ilmu bertahan bila dibelanjakan
Ilmu itu penghukum (hakim) dan harta terhukum
Ilmu menjaga engkau dan engkau menjaga harta
Ilmu itu lebih baik dari pada harta

Teruntuk abangku (Nofri Firmansyah, S.IP) perjuangan itu memang berat da. Kakaku (Putri Maya Sari, S.Pt) dan uda (Antoni Destria Putra, SE) trima kasih atas dorongan dan motivasinya, adikku (Rahmat Firmansyah) rajin-rajin kuliah,, cepat tamat.. n my Little Prince (M. Fajar Asyam Jamal) cepat besar ya sayang.... Tak terlupakan buat atukku (H. Amirullah) yang paling ku sayang, semoga atuk sehat dan slalu di beri berkah umur, terimakasih atas kasih sayang dan ketulusan yang atuk berikan selama ini. Buat keluarga besar ku yang tak bisa disebutkan satu persatu, trima kasih atas kasih sayang yang tak terhingga...

Untuk Dosen-dosen ku

Spesial buat Ibu Astuti terimakasih atas bimbingan dan nasehat-nasehatnya selama ini, tanpa ibu isil ga akan bisa menyelesaikan smua ini. Pak Arif, pak Afidhal Muttaqin, Pak wil, Pak dahyunir, Pak rahmad rasyid, Ibu sri handani, Pak Mul, Pad daz, Ibu dian Fitriani, Ibu dian Melvita, Ibu Pur, Ibu Qori, Ibu Puji, Pak Elvaswer, Pak Badrul, dan Pak Ardian terimakasih atas ilmu-ilumya.

Takkan pernah terlupakan buat teman-teman seperjuanganku Fisika 07 all of RELATIVITAS buat oos, adek, iin, yani, resti, riri, enggrid, achi (yang udah S.Si duluan) buat teman seperjuangan gebi, ayu, nela, indy (akhirnya,, kita wisuda juga... ^ _ ^) buat rizka, ijep, hamdi, adi (trus berjuang yaach isil doakan smoga lancar n sukses), buat 3D (novi, del, susi) semoga tetap kompak yaaahh.. buat henni, izam, aso, ega, arsal, rima, yona, osna, ani, dan faisal (thanks buat smuanya... smoga kalian cepat nyusul) n buat yang lain yang tak bisa ku sebutkan satu persatu, thanks very much.... kalian teman-teman terbaik ku...

Special buat seseorang yang sangat banyak memberikan kontribusi baik tenaga maupun pikiran demi terciptanya karya ini (M. Rjdh), terimakasih buat semua pengorbanan dan ketulusannya.

With Love

Silvia Trisa Putri, S.Si

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji dan syukur bagi Allah SWT atas segala rahmat, karunia dan petunjuk-Nya kepada penulis. Hanya karena pertolongan dan izin-Nyalah penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul "**Pengaruh Temperatur Sintering Terhadap Ukuran Nanopartikel Fe₃O₄ Menggunakan Template PEG-4000**". Shalawat dan salam semoga tercurah kepada Nabi Muhammad SAW sebagai tauladan untuk menuju jalan yang benar.

Penulis menyadari dengan bimbingan, bantuan dan doa dari berbagai pihak, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Untuk itu, dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Papa, Mama, Da nof, Ni Maya, Da Anton, Rahmat, dan Atuk atas segala doa, semangat, dorongan, perhatian dan curahan kasih sayangnya sehingga penulisan skripsi berjalan dengan lancar.
2. Ibu Astuti, M.Si selaku pembimbing, yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk berbagi ilmu. Semoga mendapatkan RidhoNya. Amin.
3. Bapak Arif Budiman, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika, FMIPA Universitas Andalas.
4. Ibu Dr. Dwi Puryanti, Bapak Afdhal Muttaqin, M.Si. dan Bapak Rahmat Rasyid, M.Si selaku tim penguji yang telah memberikan kritik dan saran, sehingga skripsi ini dapat penulis selesaikan.

5. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas yang telah berbagi ilmu, pemahaman dan pengalamannya, serta seluruh pegawai Jurusan Fisika.
6. Teman-teman di Jurusan Fisika Universitas Andalas, semoga menjadi teman dan sahabat yang baik, khususnya RELATIVITAS 07.
7. Spesial buat seseorang yang slalu setia (M. Ridho) trima kasih atas semua semangat, pengertian, dorongan, ketulusan, dan do'anya.
8. Dan semua pihak yang mendukung penulis untuk menyelesaikan studi di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat diperlukan untuk kelengkapan skripsi ini. Akhir kata semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu fisika, khususnya dibidang nanosains.

Padang, Oktober 2011

Penulis

Pengaruh Temperatur Sintering Terhadap Ukuran Nanopartikel Fe₃O₄ Menggunakan *Template* PEG-4000

ABSTRAK

Penelitian ini adalah tentang sintesis nanopartikel Fe₃O₄ dengan bahan baku batuan besi, dengan metode kopresipitasi menggunakan *template* PEG-4000, Variasi temperatur sintering dilakukan untuk melihat pengaruh temperatur sintering tersebut terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. *Template* PEG-4000 digunakan untuk menghambat pertumbuhan partikel. Variasi temperatur sintering yang digunakan yaitu 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C. Dari pola XRD digunakan untuk melihat kristalinitas dan ukuran kristal, dan didapatkan ukuran kristal berturut-turut yaitu 208,6 nm, 83,46 nm, 104,3 nm dan 166,8 nm. Berdasarkan SEM terlihat bahwa partikel Fe₃O₄ berbentuk hampir bulat dengan ukuran partikel masing-masing sampel berturut-turut yaitu ≥100 nm, 30-80 nm, 40-80 nm, dan ≥ 90 nm dengan peningkatan temperatur sintering.

Kata kunci : Fe₃O₄, nanopartikel, PEG-4000, sintering, *template*

Effect Of Sintering Temperature Of The Size Of Fe₃O₄ Nanoparticles Using Templates of PEG-4000

ABSTRACT

This research is about synthesise of Fe₃O₄ nanoparticles from iron stones as raw material by using coprecipitation method and PEG-4000 as the template. Variations of sintering temperature were studied to see the effects of the product. PEG-4000 templates are used to prevent the growth of Fe₃O₄ particles. The variations of sintering temperature are 400⁰C, 500⁰C, 600⁰C, dan 700⁰C. Base on XRD patterns, we obtained that the crystalline size are 208,6 nm, 83,46 nm, 104,3 nm dan 166,8 nm respectively. The SEM images show that nearly spherical shape of Fe₃O₄ particles with particles size are ≥100 nm, 30-80 nm, 40-80 nm, dan 90 nm with increasing sintering temperature.

Key words: Fe₃O₄, nanoparticles, PEG-4000, sintering, templates

DAFTAR ISI

	HALAMAN
HALAMAN JUDUL	
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	ii
ABSTRACT	iii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan	3
1.3 Manfaat	4
1.4 Batasan Masalah	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Tinjauan Pustaka	5
2.2 Landasan Teori.....	6
2.2.1 Batuan Besi.....	6
2.2.2 Sifat Kemagnetan Bahan	7

2.2.3 Kurva Histerisis	11
2.2.4 Nanopartikel Magnetite Fe ₃ O ₄	12
2.2.5 Polietilen Glikol (PEG)	14
2.2.6 Sintering	15
2.2.7 Karakterisasi Nanopartikel Fe ₃ O ₄	16
1. X-Ray Diffractometer (XRD	16
2. Scanning Electron Microscope (SEM)	18

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	20
3.2.1 Bahan	20
3.2.2 Peralatan.....	21
3.3 Prosedur Kerja.....	21
3.3.1 Proses Destruksi Batuan Besi	21
3.3.2 Sintesis Nanopartikel Fe ₃ O ₄	22
3.3.3 Karakterisasi Nanopartikel Fe ₃ O ₄	26
3.4 Tata Laksana Penelitian	27

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Data Difraksi Sinar X.....	29
4.2 Analisis Data Scanning Electron Mickroskope	36

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan 41

5.2 Saran..... 41

DAFTAR KEPUSTAKAAN 43

LAMPIRAN..... 45

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	HALAMAN
Gambar 2.1 Konfigurasi Dipole Atom Material Diamagnetik	8
Gambar 2.2 Konfigurasi Dipole Atom Material Paramagnetik	9
Gambar 2.3 Konfigurasi Dipole Atom Material Ferromagnetik	10
Gambar 2.4 Kurva Histeresis Magnetik.....	11
Gambar 2.5 Struktur Kristal Ferrit.....	13
Gambar 2.6 Struktur Polietilen Glikol (PEG).....	14
Gambar 3.1 Ayakan Batuan Besi 200 Mesh.....	22
Gambar 3.2 Skema Proses Sintering Fe_3O_4 pada suhu $400^{\circ}C$	24
Gambar 3.3 Skema Proses Sintering Fe_3O_4 pada suhu $500^{\circ}C$	24
Gambar 3.4 Skema Proses Sintering Fe_3O_4 pada suhu $600^{\circ}C$	25
Gambar 3.5 Skema Proses Sintering Fe_3O_4 pada suhu $700^{\circ}C$	26
Gambar 3.6 Alur Tahapan Penelitian.....	28
Gambar 4.1 Pola Difraksi Sinar-X Dengan Temperatur Sintering $400^{\circ}C$	30
Gambar 4.2 Pola Difraksi Sinar-X Dengan Temperatur Sintering $500^{\circ}C$	30
Gambar 4.3 Pola Difraksi Sinar-X Dengan Temperatur Sintering $600^{\circ}c$	31
Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar-X Dengan Temperatur Sintering $700^{\circ}c$	31
Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X masing-masing sampel.....	32
Gambar 4.6 Bentuk Morfologi Fe_3O_4 pada suhu $400^{\circ}C$	37

Gambar 4.7 Bentuk Morfologi Fe_3O_4 pada suhu 500°C	38
Gambar 4.8 Bentuk Morfologi Fe_3O_4 pada suhu 600°C	39
Gambar 4.9 Bentuk Morfologi Fe_3O_4 pada suhu 700°C	40

DAFTAR TABEL

TABEL	HALAMAN
Tabel 4.1 Ukuran kristal masing-masing sampel.....	35
Tabel 4.2 Ukuran partikel masing-masing sampel.....	40

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	HALAMAN
Lampiran 1 Gambar Pola Difraksi Sinar X.....	45
Lampiran 2 Perhitungan Ukuran Kristal Masing-Masing Sampel.....	48
Lampiran 3 Perbandingan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi nanopartikel Fe ₃ O ₄ dengan tabel hanawalt	52
Lampiran 4 Gambar Foto Alat dan Bahan	54

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG

Sumatera barat cukup dikenal sebagai wilayah yang mempunyai banyak sumber daya mineral termasuk besi. Salah satu daerah yang memiliki cadangan batuan besi yang cukup besar adalah Rura Tomang Bocor kecamatan Ranah Batahan dan Poros kecamatan Sungai Beremas di Kabupaten Pasaman Barat. Selama ini besi ditambang dan dijual masih dalam bentuk mentah sehingga mempunyai nilai jual yang rendah. Nilai batu besi dapat kita tingkatkan dengan menjadikannya sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 (magnetik). Magnetik (Fe_3O_4) dikenal sebagai oksida besi hitam (*black iron oxide*) atau *ferrous ferrite* merupakan oksida logam yang paling kuat sifat magnetisnya. Magnetik yang berukuran skala nanometer banyak dimanfaatkan pada proses industri seperti: keramik, katalis, *energy storage*, *magnetic data storage*, ferrofluida, absorbent. Sedangkan pada bidang medis magnetik dapat dimanfaatkan sebagai material pada sistem pengangkutan obat-obatan atau *Drug Delivery System* (DDS), *Magnetik Resonance Imaging* (MRI), dan terapi kanker (Takayanagi dkk, 2007).

Luasnya aplikasi dari Fe_3O_4 ternyata tidak terlepas dari perkembangan kajian material nano yang menuntutnya berada dalam orde nanometer (nm). Fe_3O_4 yang berada dalam skala nanometer memiliki sifat yang bergantung pada ukurannya. Karena itu, bagaimana mensintesis nanopartikel seragam dengan

mengatur ukurannya menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nanopartikel (Aiguo dkk, 2008).

Ukuran nanopartikel dapat dikontrol dengan penambahan polimer atau surfaktan. Salah satu polimer yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori tersebut adalah poliethilen glikol (PEG). Dalam hal ini PEG dapat berfungsi sebagai *template* dan juga pembungkus partikel besi sehingga tidak terbentuk agregat, hal ini dikarenakan PEG terjebak pada permukaan partikel dan menutupi ion positif besi, dan pada akhirnya akan diperoleh hasil partikel dengan bentuk bulatan yang seragam (Perdana, 2010). Untuk hasil yang lebih baik dilakukan variasi terhadap temperatur sintering yang digunakan. Variasi temperatur sintering ini diharapkan dapat menghasilkan nanopartikel Fe_3O_4 dengan ukuran beberapa nanometer saja.

Nanopartikel Fe_3O_4 biasanya didapat dengan beberapa metode sintesis kimia, seperti, *reverse micelle method*, sintesis *microwave plasma*, teknik sol – gel, *freeze drying*, *ultrasound irradiation*, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, metode kopresipitasi, dan lain-lain (Aiguo dkk, 2008). Diantara sekian banyak metode, metode kopresipitasi yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dilakukan, bahan-bahan dan cara kerja yang digunakan lebih sederhana dibandingkan dengan metoda lainnya.

Pada penelitian ini digunakan poliethilen glikol (PEG) 4000. Poliethilen glikol (PEG) 4000 memiliki sifat yang stabil, mudah bercampur dengan komponen-komponen lain, tidak beracun, dan tidak iritatif. PEG-4000 mempunyai berat molekul rata-rata 4000 g/mol dan memiliki derajat polimerisasi

68. Derajat polimerisasi menyatakan banyaknya panjang rantai yang terkandung dalam PEG. Semakin banyak jumlah rantai yang dikandung oleh polietilen glikol semakin banyak permukaan partikel Fe_3O_4 yang ditutupinya dan semakin menghambat pertumbuhan partikel sehingga ukuran kristalnya semakin kecil karena pertumbuhannya dibatasi atau dihalangi oleh banyaknya rantai PEG (Perdana, 2010). Disamping itu polietilen glikol ini mudah didapat dan harganya cukup terjangkau.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 dengan *template* PEG-4000 dengan variasi temperatur sintering. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi temperatur sintering terhadap distribusi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 .

1.2 TUJUAN

1. Mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metoda kopresipitasi menggunakan *template* PEG-4000 dan melakukan variasi terhadap temperatur sintering nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan.
2. Untuk melihat pengaruh temperatur sintering terhadap ukuran partikel yang dihasilkan dengan melakukan karakterisasi nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) dengan menggunakan XRD untuk melihat kristalinitas, SEM untuk mengetahui ukuran partikel.

1.3 MANFAAT

Mengetahui pengaruh temperatur sintering terhadap nanopartikel yang dihasilkan dari Fe_3O_4 yang disintesis dengan menggunakan PEG-4000 dengan melakukan variasi terhadap temperatur sintering.

1.4 BATASAN MASALAH

Penelitian ini dibatasi pada sintesis nanopartikel Fe_3O_4 berbasiskan batuan besi dengan menggunakan *template* PEG-4000 dengan variasi temperatur sintering 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 TINJAUAN PUSTAKA

Dalam beberapa tahun belakangan ini, para peneliti dapat mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode yang berbeda-beda. Seperti metode sol gel (Xudkk, 2007), metode hidrolisis terkontrol (Iida dkk, 2007) dan metode kopresipitasi (Hong dkk, 2007). Di antara metode tersebut, metode kopresipitasi yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dilakukan, bahan-bahan dan cara kerja yang digunakan lebih sederhana dibandingkan dengan metoda lainnya.

Sebelumnya Perdana (2010) telah melakukan penelitian dengan menggunakan zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran serta struktur pori. Zat tersebut berupa polietilen glikol (PEG). Pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi menghasilkan partikel dengan ukuran $10,91 \pm 0,3$ nm. Penambahan PEG-1000 berpengaruh terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. Penambahan PEG-1000 menyebabkan ukuran nanopartikel Fe_3O_4 menjadi lebih kecil sekitar $6,5 \pm 0,1$ nm. Medan koersivitas dan magnetisasi remanen nanopartikel Fe_3O_4 menurun dengan menurunnya ukuran kristal dengan kecenderungan yang belum diketahui.

Penelitian sejenis telah dilakukan oleh Ahmad taufiq, dkk pada tahun 2008. Penelitian tersebut dilakukan dengan metoda kopresipitasi dengan menggunakan pasir besi sebagai bahan dasar nanopartikel $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{O}_4$. Hasil penelitian tersebut adalah nanopartikel $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{O}_4$ fasa tunggal berbasis pasir besi

berhasil disintesis dengan metoda kopresipitasi pada suhu rendah ($\leq 1000^{\circ}\text{C}$). Transisi struktur partikel nano $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{O}_4$ dari spinel kubik ke tetragonal terjadi pada $x = 1,5$. Ukuran kristal terkecil dimiliki oleh $x = 1,5$ yaitu sekitar 6 nm dan terbesar oleh $x = 3$ yaitu sebesar 78 nm, sementara ukuran partikel dari uji TEM menunjukkan nilai sekitar 11 nm (Fe_3O_4) dan sekitar 78 nm (Mn_3O_4). Sifat kemagnetannya menunjukkan tidak hanya bergantung pada variasi x , tetapi juga bergantung pada ukuran kristal. Nanopartikel $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{O}_4$ hasil sintesis pada eksperimen ini terbentuk dalam domain tunggal.

Selain itu, Sholiha (2010) mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 yang berasal dari pasir besi dan Fe_3O_4 bahan komersial (Aldrich). Hasil yang diperoleh yaitu ukuran kristal Fe_3O_4 yang dihasilkan dari sintesis Fe_3O_4 adalah $5,5 \pm 1,3$ nm dan dari pasir alam sebesar $10,9 \pm 3,5$ nm. Dari hasil analisis sifat magnet diperoleh nilai medan saturasi MS untuk ferit Fe_3O_4 dari pasir besi, Fe_3O_4 yang belum disintesis dan Fe_3O_4 yang telah disintesis berturut-turut sebesar 46,3 emu/gram, 100,4 emu/gram, 54,6 emu/gram dan medan koersifitas sebesar $1,69 \times 10^{-2}$ Tesla, $2,94 \times 10^{-2}$ Tesla, $2,00 \times 10^{-2}$ Tesla.

2.2 LANDASAN TEORI

2.2.1 Batuan Besi

Besi adalah salah satu elemen kimiawi yang dapat ditemui pada hampir setiap tempat di bumi, pada setiap lapisan geologis dan merupakan logam yang paling murah diantara logam-logam yang dikenal manusia. Senyawa besi terdapat dalam kebanyakan batuan dan tanah. Bijih besi yang dapat diolah harus

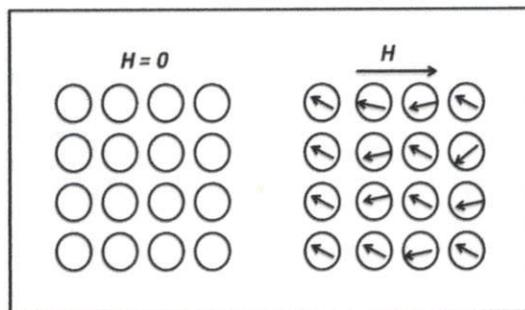
mengandung presentase senyawa besi yang besar. Bijih besi yang digunakan untuk produksi besi dan baja tergantung dari kadar fosfor yang dikandungnya.

Besi merupakan salah satu unsur paling banyak di bumi, membentuk 5% dari pada permukaan bumi dan berasal dari logam yang dikenal sebagai bijih besi (*iron ore*). Oksida besi di alam memiliki banyak bentuk, *magnetite* (Fe_3O_4), *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). *Hematite* merupakan oksida besi yang paling tua dan paling banyak ditemui, terdapat pada batu-batuan dan tanah. *Hematite* dikenal juga sebagai ferri oksida, sangat stabil, dan sering kali merupakan produk akhir dari transformasi oksida besi lainnya. *Hematite* mengandung 60%-75% besi. *Maghemite* terdapat di tanah sebagai hasil transformasi *magnetite*. *Magnetite* dikenal sebagai oksida besi hitam (*black iron oxide*) atau *ferrous ferrite*, mengandung 65% besi (Yulianto, 2003).

2.2.2 Sifat Kemagnetan Bahan

Medan magnet terjadi karena adanya gerakan muatan listrik. Secara makroskopis bahan magnetik mengandung sekumpulan dipol magnet. Sedangkan secara mikroskopis elektron dalam atom beredar mengelilingi inti dan berputar terhadap sumbunya (*spinning*). Medan magnet akibat orbit dan spin elektron ini dapat dipadu seperti perpaduan vektor, dan hasil perpaduannya disebut dengan resultan medan magnet atomis. Berdasarkan sifat medan magnet atomis, bahan dibagi menjadi tiga golongan, yaitu diamagnetik, paramagnetik dan ferromagnetik.

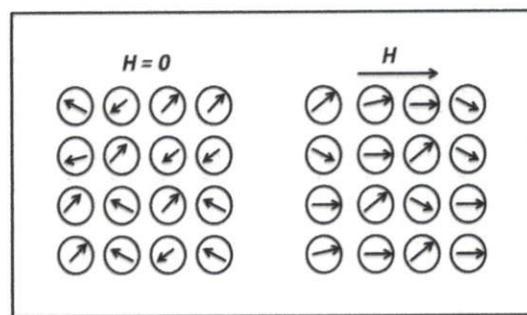
Bahan diamagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom atau molekulnya nol, tetapi orbit dan spinnya tidak nol. Bahan diamagnetik tidak mempunyai momen dipol magnet permanen. Jika bahan diamagnetik diberi medan magnet luar, maka elektron-elektron dalam atom akan berubah gerakannya sedemikian hingga menghasilkan resultan medan magnet atomis yang arahnya berlawanan. Material yang termasuk dalam kelompok diamagnetik diantaranya: *bismuth, gold, silver, water, carbon dioxide, hydrogen, copper* (Griffiths, 1989). Sifat diamagnetik bahan ditimbulkan oleh gerak orbital elektron sehingga semua bahan bersifat diamagnetik karena atomnya mempunyai elektron orbital. Bahan dapat bersifat magnet apabila susunan atom dalam bahan tersebut mempunyai spin elektron yang tidak berpasangan. Konfigurasi dipol atom material diamagnetik seperti pada **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1 Konfigurasi dipole atom material diamagnetik (Yunus, 2010)

Bahan paramagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom/molekulnya tidak nol, tetapi resultan medan magnet atomis total seluruh atom/molekul dalam bahan nol. Hal ini disebabkan karena gerakan atom/molekul acak, sehingga resultan medan magnet atomis masing-masing atom

saling meniadakan. Jika bahan ini diberi medan magnet luar, maka elektron-elektronnya akan berusaha sedemikian rupa sehingga resultan medan magnet atomisnya searah dengan medan magnet luar. Sifat paramagnetik ditimbulkan oleh momen magnetik spin yang menjadi terarah oleh medan magnet luar. Contoh bahan paramagnetik: *aluminium, magnesium, wolfram, tungsten, gadolinium, platinum, titanium* (Griffiths, 1989). Konfigurasi dipol atom material paramagnetik seperti pada **Gambar 2.2**.

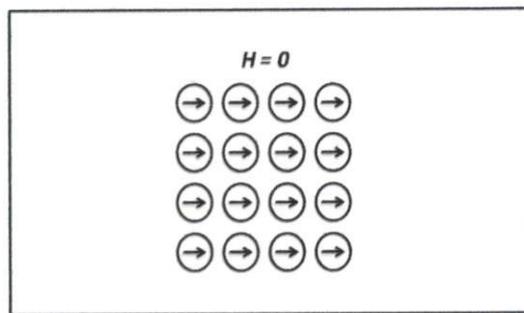


Gambar 2.2 Konfigurasi dipole atom material paramagnetik (Yunus, 2010)

Bahan ferromagnetik adalah bahan yang mempunyai resultan medan atomis besar. Hal ini terutama disebabkan oleh momen magnetik spin elektron. Pada bahan ferromagnetik banyak spin elektron yang tidak berpasangan, misalnya pada atom besi terdapat empat buah spin elektron yang tidak berpasangan. Masing-masing spin elektron yang tidak berpasangan ini akan memberikan medan magnetik, sehingga total medan magnetik yang dihasilkan oleh suatu atom lebih besar.

Medan magnet dari masing-masing atom dalam bahan ferromagnetik sangat kuat, sehingga interaksi diantara atom-atom tetangganya menyebabkan

sebagian besar atom akan mensejajarkan diri membentuk kelompok-kelompok. Kelompok atom yang mensejajarkan dirinya dalam suatu daerah dinamakan domain. Bahan ferromagnetik sebelum diberi medan magnet luar mempunyai domain yang momen magnetiknya kuat, tetapi momen magnetik ini mempunyai arah yang berbeda-beda dari satu domain ke domain yang lain sehingga medan magnet yang dihasilkan tiap domain saling meniadakan. Konfigurasi dipol atom material ferromagnetik seperti pada **Gambar 2.3**.



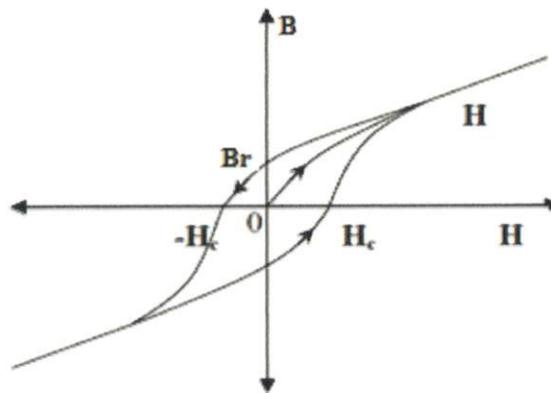
Gambar 2.3 Konfigurasi dipole atom material ferromagnetik (Yunus, 2010)

Bahan ferromagnetik ini jika diberi medan magnet dari luar, maka domain-domain akan mensejajarkan diri searah dengan medan magnet dari luar. Semakin kuat medan magnetnya semakin banyak domain-domain yang mensejajarkan dirinya. Akibatnya medan magnet dalam bahan ferromagnetik akan semakin kuat. Setelah seluruh domain terarahkan, penambahan medan magnet luar tidak memberi pengaruh apa-apa karena tidak ada lagi domain yang disearahkan. Keadaan ini dinamakan jenuh atau keadaan saturasi. Contoh bahan ferromagnetik : besi, baja, besi silicon dan lain-lain. Sifat kemagnetan bahan ferromagnetik ini

akan hilang pada temperatur yang disebut Temperatur Currie. Temperatur Curie untuk besi adalah 770°C , dan untuk baja adalah 1043°C (Kraus. J. D, 1970).

2.2.3 Kurva Histerisis

Proses magnetisasi bahan ferromagnetik salah satunya dapat menggunakan medan dari luar. Pada gambar 2.4 tampak bahwa kurva tidak berbentuk garis lurus sehingga dapat dikatakan bahwa hubungan antara B dan H tidak linier. Dengan kenaikan harga H, mula-mula B turut naik dengan lancar, tetapi mulai dari satu titik tertentu harga H hanya menghasilkan sedikit kenaikan B dan makin lama B hampir konstan. Keadaan ini disebut dengan keadaan saturasi, yaitu keadaan di mana medan magnet B tidak banyak berubah. Harga medan magnet untuk keadaan saturasi disebut medan magnet saturasi.



Gambar 2.4 Kurva histeresis magnetik (Haliday dan Resnick, 1983)

Sesudah mencapai saturasi ketika intensitas magnet H diperkecil hingga mencapai $H = 0$, ternyata kurva B tidak melewati jalur kurva semula. Pada harga

$H = 0$, medan magnet atau rapat fluks B mempunyai harga $B_r \neq 0$. Harga B_r ini disebut dengan induksi remanen atau remanensi bahan.

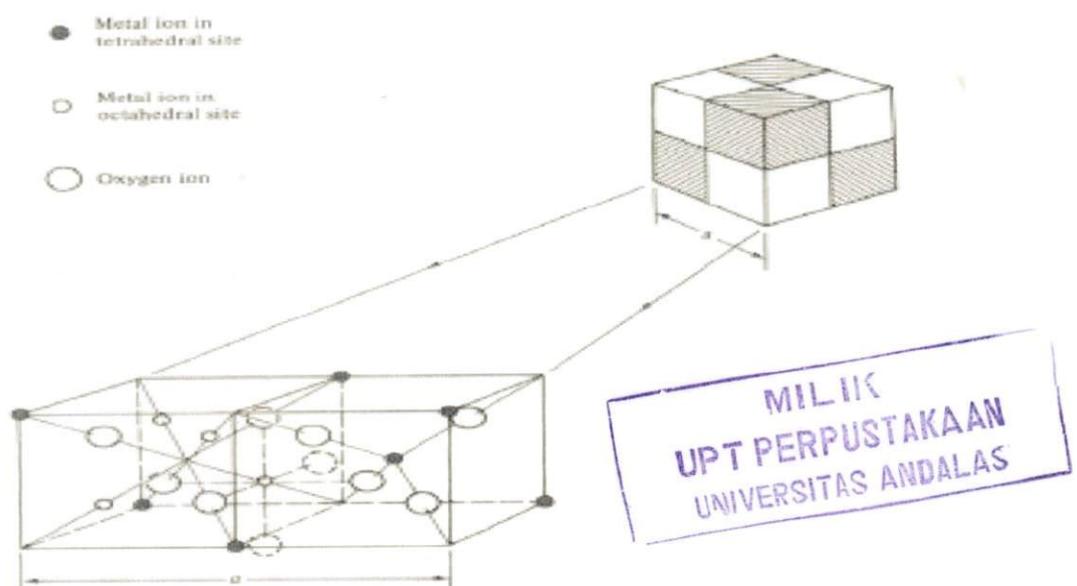
Setelah mencapai nol harga intensitas magnet H dibuat negatif, kurva $B(H)$ akan memotong sumbu pada harga H_c . Intensitas magnet H_c ini disebut koersivitas bahan. Bila selanjutnya harga diperbesar pada harga negatif sampai mencapai saturasi dan dikembalikan melalui nol, berbalik arah dan terus diperbesar pada harga H positif hingga saturasi kembali, maka kurva $B(H)$ akan membentuk satu lintasan tertutup yang disebut kurva histeresis.

2.2.4 Nanopartikel Magnetik (Fe_3O_4)

Material nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) mempunyai sifat magnet yang unik dibandingkan material dalam ukuran bulk. Dimana, material ini memiliki sifat yang mirip dengan paramagnet tetapi mengandung juga sifat material ferromagnet atau mengandung domain magnet dalam ukuran kecil yang berbentuk kelompok (*cluster*). Sifat tersebut dinamakan dengan superparamagnetik dimana sifat ini hanya timbul pada material yang berukuran kecil dari 10 nm. Dalam kondisi temperatur Curie, energi termal tidak cukup memisahkan interaksi gaya antara atom-atom tetapi hanya cukup untuk mengubah arah magnetisasi di dalam domain tersebut. Proses ini menyebabkan medan magnet menjadi nol dan material akan menyerupai material paramagnet. Material dengan sifat superparamagnetik terjadi pada partikel berukuran nano dan terbentuk apabila sifat dari bahan ferromagnetik dipanaskan. Sifat ferromagnetik suatu bahan akan hilang dan

berubah menjadi bahan paramagnetik jika suhu bahan dinaikkan melebihi suatu nilai tertentu yang disebut dengan Temperatur Curie.

Nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) mempunyai struktur kristal spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} . Delapan ion Fe^{3+} dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral, karena berlokasi di tengah sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen. Sisanya delapan ion Fe^{3+} dan delapan ion Fe^{2+} berada pada bagian oktahedral, karena ion-ion oksigen sekitarnya menempati sudut-sudut sebuah oktahedron yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen. Tiap-tiap unit sel berisi sejumlah ion, satu unit sel terbagi menjadi delapan oktan (kubus spinel), masing-masing berukuran $a/2$, empat oktan yang beraris memiliki ukuran isi yang sama, begitu pula yang tidak diarsir (Gambar 2.5). Ion-ion oksigen disusun dengan cara yang sama, tetrahedral di oktan terarsir dan oktahedral di oktan tidak terarsir.

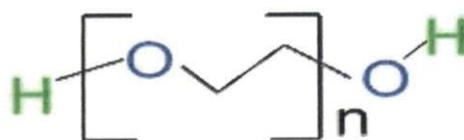
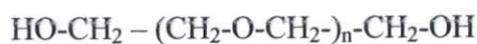


Gambar 2.5 Struktur kristal ferrit (Sholiha , 2008)

2.2.5 Poliethilen Glikol (PEG)

Poliethilen glikol (PEG) adalah salah satu polimer yang banyak digunakan dalam industri pangan, kosmetik, dan farmasi. Secara kimiawi, PEG merupakan sekelompok polimer sintetik yang larut air dan memiliki kesamaan struktur kimia berupa adanya gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung oksietilen (-CH₂-CH₂-O-). Beberapa sifat utama dari PEG adalah stabil, tersebar merata, higroskopik (mudah menguap), dapat mengikat pigmen, dll. Poliethilen glikol dapat berdekomposisi dengan bahan lain di atas temperatur 500⁰C (Lihertlinah dkk, 2008).

Dalam industri farmasi, PEG digunakan untuk melarutkan obat-obat yang tidak larut air. Penggunaan PEG sebagai pelarut juga dapat meningkatkan penyebaran obat di dalam tubuh manusia. PEG dapat digunakan untuk melapisi kaca atau metal, dan sebagai campuran cat serta tinta. Di dalam kehidupan sehari-hari, PEG juga dimanfaatkan untuk pembuatan kosmetik, perlengkapan mandi, dan alat-alat rumah tangga. PEG juga banyak dimanfaatkan dalam industri kertas, bahan karet, kulit, dan tekstil. Selain itu, dalam eksperimen nanomaterial, PEG digunakan untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori dari material tersebut. Struktur dari PEG sendiri dapat dilihat pada **Gambar 2.6**.



Gambar 2.6 Struktur polietilen glikol (PEG) (Perdana, 2010)

Angka-angka yang sering termasuk dalam nama-nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata dari PEG tersebut, misalnya, PEG dengan derajat polimerisasi 23, akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 1000 g/mol dan akan diberi label PEG 1000. Sedangkan PEG-4000 dengan derajat polimerisasi 68 memiliki berat molekul 4000 g/mol sehingga diberi label PEG-4000.

2.2.6 Sintering

Istilah sintering berasal dari bahasa Jerman, "*sinter*" dalam bahasa Inggris seasal dengan kata "*cinder*" yang berarti bara. Sintering merupakan metode pembuatan material dari serbuk dengan pemanasan sehingga terbentuk ikatan partikel. Sintering adalah pengikatan bersama antar partikel pada suhu tinggi. Dalam terminologi teknik istilah sintering digunakan untuk menyatakan fenomena yang terjadi pada produk bahan, padat dibuat dari bubuk, baik logam / non logam (Setiyanto, 2009).

Setelah dilakukan proses sintering terhadap sampel maka ikatan antar serbuk akan semakin kuat. Meningkatnya ikatan setelah proses sintering ini disebabkan timbulnya *liquid bridge (necking)* sehingga porositas berkurang dan bahan menjadi lebih kompak. Dalam hal ini ukuran serbuk juga berpengaruh terhadap kompaktibilitas bahan, semakin kecil ukuran serbuk maka porositas kecil dan luas kontak permukaan antar butir semakin luas. Temperatur sintering ini berpengaruh terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. Semakin tinggi temperatur yang digunakan semakin bertambah besar pula ukuran partikel yang dihasilkan. Bertambah besarnya ukuran partikel ini disebabkan oleh temperatur pemanasan

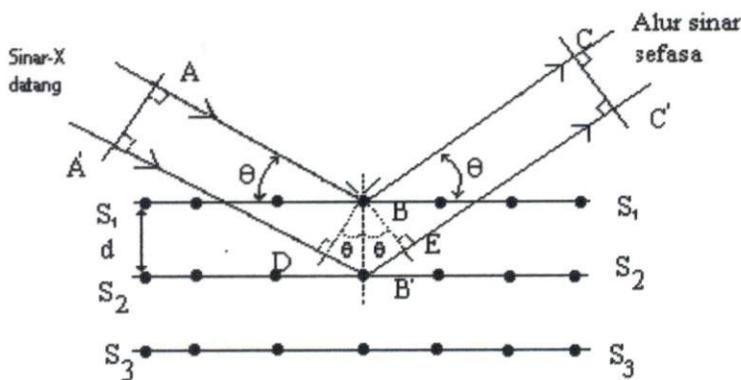
yang semakin bertambah. Temperatur pemanasan yang terus meningkat mengakibatkan semakin besar pula proses oksidasi dari sampel yang mengakibatkan ukuran butir-butir kristal semakin besar.

2.2.7 Karakterisasi Nanopartikel Fe_3O_4

1. X-Ray Diffractometer (XRD)

XRD merupakan salah satu teknik karakterisasi material yang berfungsi untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terdapat di dalam suatu material. XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan orientasi dari material polikristalin tersebut. Material yang dapat dikarakterisasi hanya material kristalin sedangkan material amorf tidak dapat dikarakterisasi. Perbedaan kedua material terletak pada susunan atomnya di mana atom-atom pada material amorf tersusun secara acak sedangkan atom-atom kristalin tersusun dengan teratur.

Spektroskopi difraksi sinar-X atau *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan suatu metoda untuk melihat bentuk kristal zat padat. XRD dapat menentukan struktur kristal dengan mengukur selisih antar bidang dalam kristalnya.



Gambar 2.7 Metoda difraksi sinar-X (k10tiumb.blogspot.com, 2011)

Dasarnya hukum Bragg yang ditulis secara matematis oleh persamaan:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad 2.1$$

dengan :

n = bilangan bulat (1,2,3,..)

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang kuantum

θ = sudut datang terhadap bidang *Bragg*

Metode yang sering digunakan sebagai alternatif dalam menentukan ukuran nanopartikel adalah metode Scherrer. Ukuran kristal ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Metode ini sebenarnya memprediksi ukuran kristal dalam material, bukan ukuran partikel. Jika satu partikel mengandung sejumlah kristal yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode Scherrer adalah ukuran kristal tersebut, bukan ukuran partikel. Untuk partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristal. Dengan demikian, ukuran kristal yang diprediksi dengan metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel.

Berdasarkan metode Scherrer, makin kecil ukuran kristal, maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi mendekati sebuah garis vertikal. Kristal yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar. Lebar puncak difraksi tersebut memberikan informasi tentang ukuran kristal. Hubungan antara

ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi dapat diaproksimasi dengan persamaan Scherrer seperti pada persamaan 2.2.

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B \cos \theta_B} \quad 2.2$$

dengan

D = Ukuran kristal

λ = Panjang gelombang sinar-X yang digunakan

θ_B = Sudut Bragg, B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada $2\theta \times (\pi/180)$ satu puncak yang dipilih,

k = Konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk K adalah 0,9.

2. Scanning Electron Microscope (SEM)

Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya. Cahaya hanya mampu mencapai 200 nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi sampai 0,1 – 0,2 nm. Disamping itu dengan menggunakan elektron kita juga bisa mendapatkan beberapa jenis pantulan yang berguna untuk keperluan karakterisasi. Pada sebuah mikroskop elektron (SEM) terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

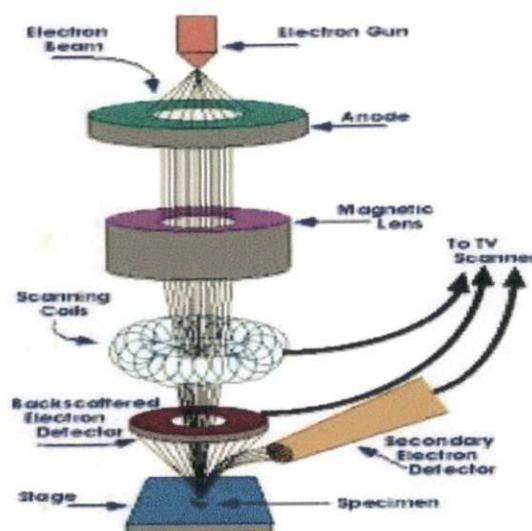
1. Pistol electron (*electron gun*), biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron misal tungsten.
2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.

3. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpecah oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron (*electron gun*) memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor.

Secara lengkap skema SEM dijelaskan oleh **Gambar 2.8**.



Gambar 2.8 Skema kerja SEM (iastate.edu, 2011)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. WAKTU DAN LOKASI PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan Februari 2011 – September 2011 di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas. Proses penggerusan batuan besi dilaksanakan di Laboratorium Material dan Struktur Jurusan Teknik Sipil Fakultas Teknik Universitas Andalas. Proses karakterisasi untuk XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Pertambangan ITB, untuk SEM dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter Bandung.

3.2. ALAT DAN BAHAN PENELITIAN

3.2.1 Bahan- bahan :

1. Batuan besi dari Poros Pasaman Barat
2. Polietilen Glikol 4000 (PEG-4000) dari PT Brataco, Indonesia
3. Ammonium hidroksida (NH_4OH 6 M)
4. Asam klorida (HCl 12,063 M)
5. Aquades
6. Magnet permanen
7. Alkohol

3.2.2 Peralatan :

1. Gelas kimia sebagai tempat larutan yang akan di aduk
2. Tabung ukur digunakan untuk mengukur larutan
3. Kertas saring Watchman 80 untuk menyaring larutan
4. Pengaduk magnetik dengan pemanas (*Stirer magnetik dengan hot plate*) C-MAG HS 7, untuk mengaduk larutan
5. *Alumina Crucible* digunakan sebagai wadah saat dipanaskan kedalam *furnace*.
6. Timbangan digital PGW 2502i, sebagai alat untuk mengukur massa dari bahan yang digunakan dalam penelitian ini.
7. Ayakan 200 mesh digunakan untuk mengayak batuan besi sehingga diperoleh sampel berukuran 200 mesh.
8. Pipet tetes digunakan untuk mengambil bahan berbentuk larutan dalam jumlah yang kecil.
9. Spatula digunakan sebagai alat pengambil bahan berbentuk padatan atau serbuk.
10. Palu digunakan untuk memecahkan bongkahan batuan besi
11. *Furnace* Advantec KL-600, untuk mengeringkan sampel

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Proses Destruksi Batuan Besi

Sampel batuan besi yang diperoleh dari Poros Kabupaten Pasaman Barat diolah secara manual di Laboratorium Material dan Struktur Jurusan Teknik Sipil

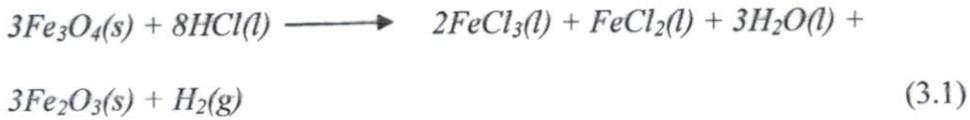
Fakultas Teknik Universitas Andalas. Pengolahan ini diawali dengan memecah bongkahan batuan besi menjadi bagian-bagian kecil agar lebih mudah dalam proses penggerusan. Penggerusan dilakukan dengan menggunakan alat *Los Angelas* (LA). Sampel dimasukkan ke dalam alat lalu alat diputar sebanyak 300 kali putaran sehingga diperoleh hasil berupa serbuk-serbuk yang sangat halus. Sampel akhir diayak dengan ayakan berukuran 200 mesh. Pemilihan ayakan 200 mesh dikarenakan ayakan 200 mesh mempunyai keluaran butiran lebih kurang 75 μm . Hasil ayakan yang diperoleh cukup kecil sehingga mudah dilarutkan dengan HCl. Hasil ayakan tersebut dipisahkan menggunakan magnet permanen. Gambar ayakan batuan besi yang sudah dihaluskan seperti pada **Gambar 3.1**.



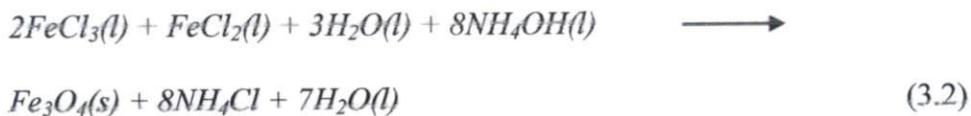
Gambar 3.1 Ayakan Batuan Besi 200 Mesh

3.3.2 Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4

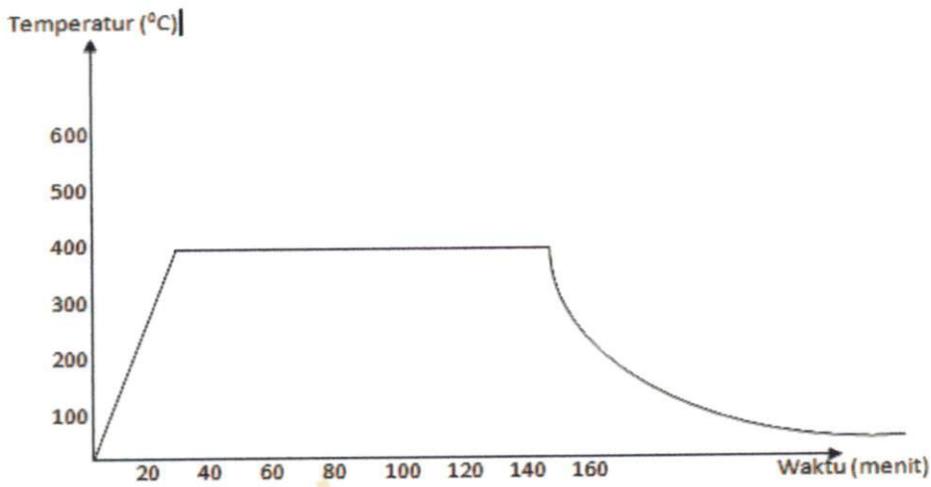
Nanopartikel Fe_3O_4 disintesis dengan metode kopresipitasi. Batuan besi sebagai bahan dasar sintesis sebanyak 10 gram dilarutkan dalam HCl (12,063 M) sebanyak ± 20 ml pada suhu sekitar 90°C dan diaduk sampai batuan besi dan HCl larut kira-kira selama 60 menit dengan menggunakan pengaduk magnetik (*magnetic stierer*). Persamaan reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Setelah proses pengadukan selesai, maka hasil pengadukan yang berupa larutan dipisahkan dengan pengotornya menggunakan kertas saring. Hasil dari larutan yang telah disaring tadi berupa filtrat. Ke dalam larutan ditambahkan NH_4OH 6 molar sebanyak ± 25 ml dan didiamkan sehingga diperoleh endapan Fe_3O_4 kira-kira selama 30 menit, Endapan Fe_3O_4 yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan aquades sebanyak 3 kali agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih. Adapun persamaan reaksinya adalah sebagai berikut :

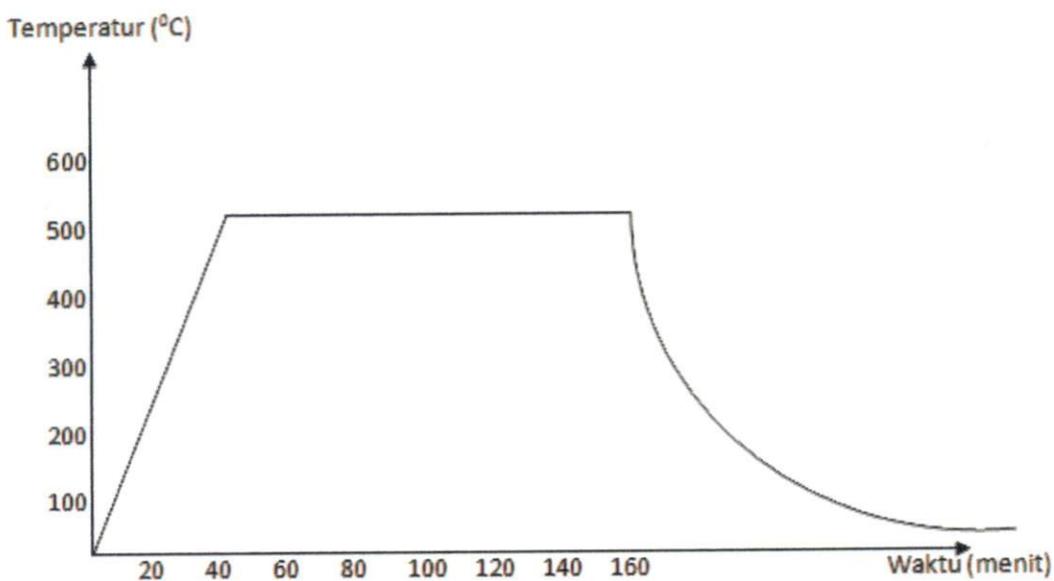


Sedangkan, PEG-4000 yang berbentuk padatan dipanaskan dan dilelehkan sebanyak ± 30 gram pada suhu ± 90 °C hingga PEG-4000 meleleh berbentuk pasta. PEG-4000 yang sudah meleleh ditambahkan kedalam filtrat, lalu diaduk dengan pengaduk magnetik selama ± 15 menit hingga filtrat dan PEG-4000 tercampur. Untuk mendapatkan serbuk nanopartikel Fe_3O_4 sampel dikeringkan dengan menggunakan *furnace*. Untuk mengetahui pengaruh temperatur sintering terhadap sifat struktur partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan maka dilakukan variasi pada temperatur sintering. Variasi temperatur yang digunakan adalah 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C. Adapun skema sintering pada temperatur 400 °C dapat dilihat pada **Gambar 3.2**.



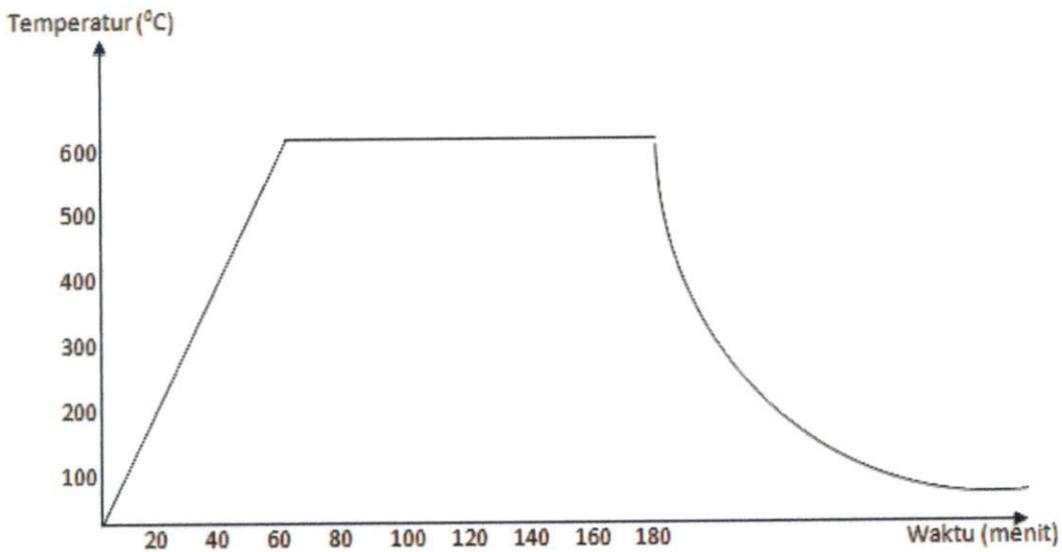
Gambar 3.2 Skema proses sintering Fe_3O_4 pada temperatur 400°C

Dari skema proses sintering terlihat bahwa kenaikan temperatur 400°C terjadi selama 30 menit dan dilakukan penahanan temperatur selama 2 jam. Setelah 2 jam temperatur diturunkan secara normal. Skema sintering pada temperatur 500°C dapat dilihat pada **Gambar 3.3**.



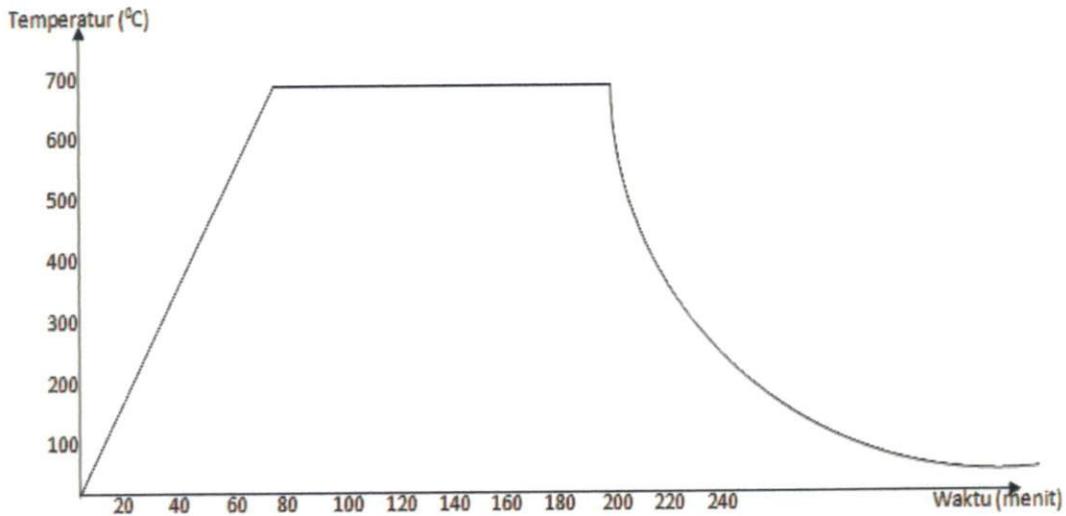
Gambar 3.3 Skema proses sintering Fe_3O_4 pada temperatur 500°C

Dari skema proses sintering terlihat bahwa kenaikan temperatur 500°C terjadi selama 40 menit dan dilakukan penahanan temperatur selama 2 jam. Setelah 2 jam temperatur diturunkan secara normal. Skema sintering pada temperatur 600°C dapat dilihat pada **Gambar 3.4**.



Gambar 3.4 Skema proses sintering Fe_3O_4 pada temperatur 600°C .

Dari skema proses sintering terlihat bahwa kenaikan temperatur 500°C terjadi selama 60 menit dan dilakukan penahanan temperatur selama 2 jam. Setelah 2 jam temperatur diturunkan secara normal. Skema sintering pada temperatur 700°C dapat dilihat pada **Gambar 3.5**.



Gambar 3.5 Skema proses sintering Fe_3O_4 pada temperatur $700\text{ }^\circ\text{C}$

Dari skema proses sintering terlihat bahwa kenaikan temperatur $700\text{ }^\circ\text{C}$ terjadi selama 80 menit dan dilakukan penahanan temperatur selama 2 jam. Setelah 2 jam temperatur diturunkan secara normal. Setelah diperoleh serbuk Fe_3O_4 , maka sampel dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM).

3.3.3 Karakterisasi Nanopartikel Fe_3O_4

1. X-Ray Diffractometer (XRD)

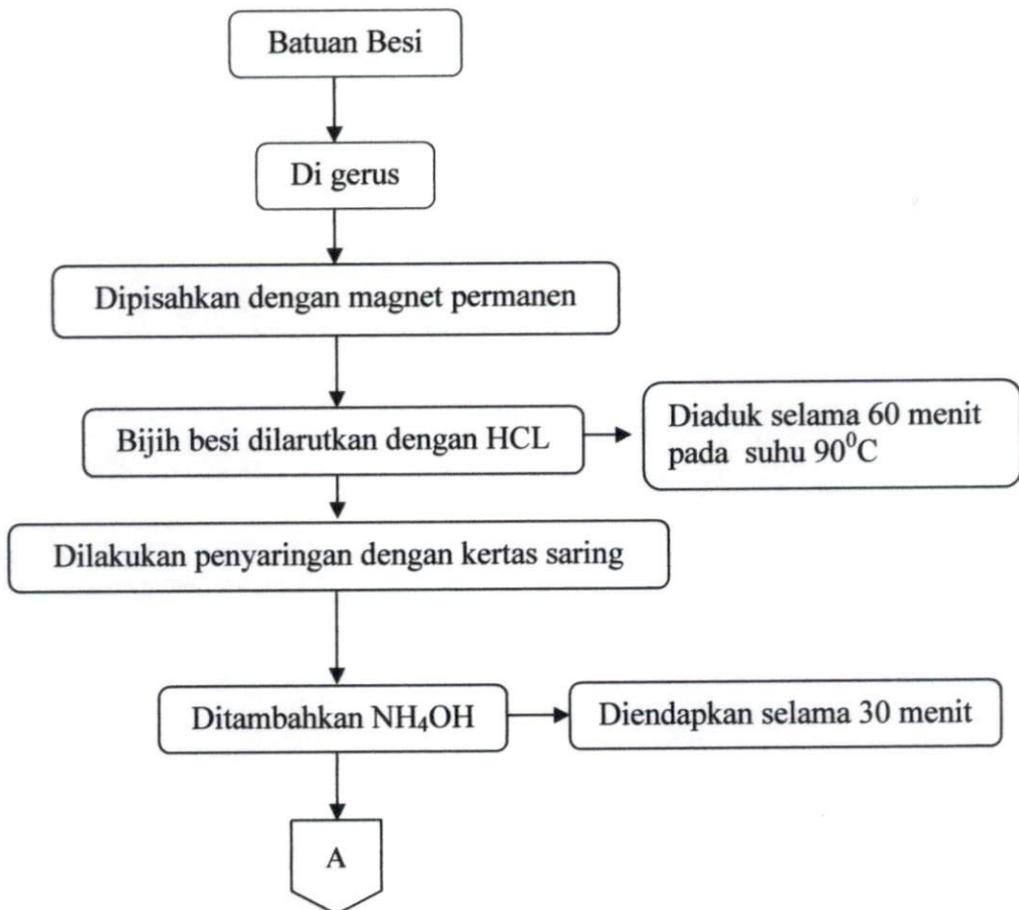
Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Pertambangan ITB. Menggunakan XRD tipe Philips P1710 *Analytical Instrument*. Sampel berupa powder yang dianalisa dengan teknik difraksi sinar-X. Dengan analisis XRD dapat diketahui derajat kristalinitas, ukuran dan refleksi kristal serta derajat orientasinya.

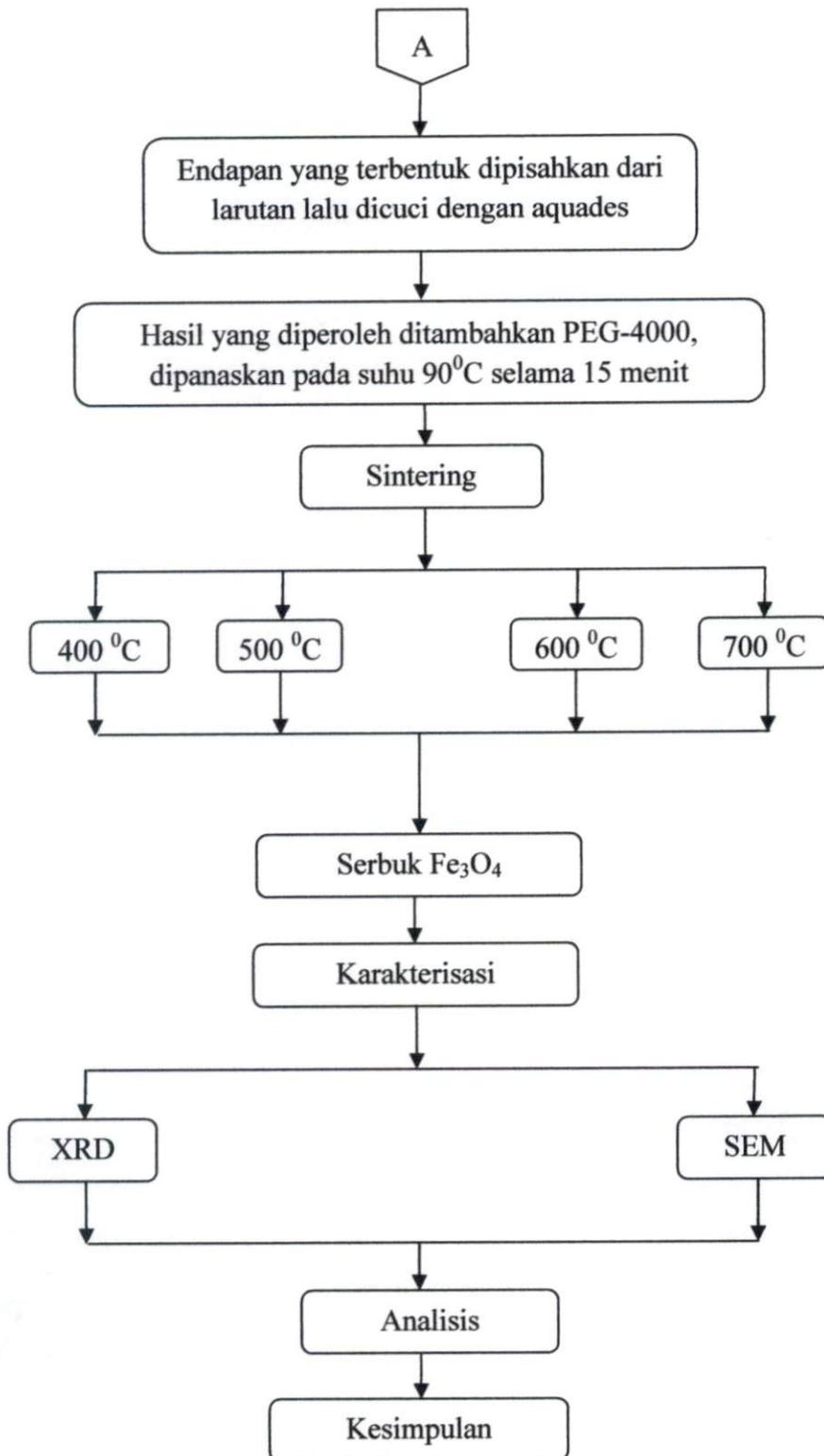
2. Scanning Elektron Microscopy (SEM)

Karakterisasi menggunakan peralatan SEM dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter Bandung. Menggunakan SEM tipe JOEL JSM-6510LA. Sampel diletakkan di atas sebuah plat tipis kemudian permukaan sampel padat dipindai dengan berkas elektron berkecepatan tinggi. Pencitraan yang didapat direkam dengan detektor. Dari analisis ini didapatkan bentuk morfologi permukaan sampel.

3.4 TATA LAKSANA PENELITIAN

Secara umum alur tahapan penelitian ini ditunjukkan pada **Gambar 3.6**.





Gambar 3.6 Alur tahapan penelitian

BAB IV

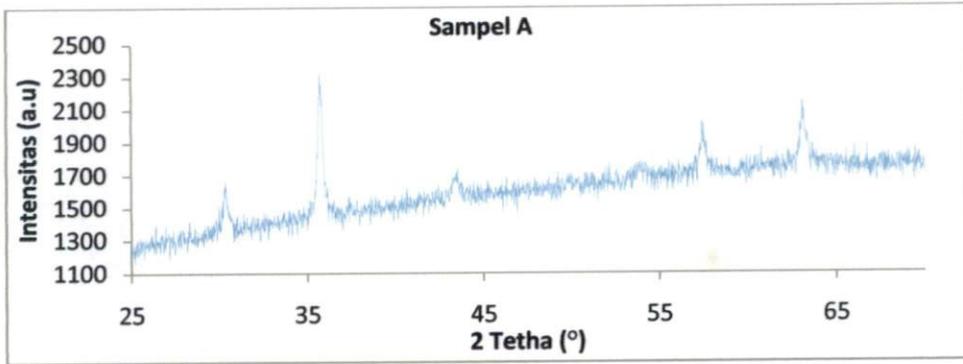
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan proses sintesis nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) menggunakan *template* PEG-4000 dengan variasi temperatur sintering untuk menentukan pengaruh temperatur sintering terhadap ukuran nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan. Metode yang dilakukan dalam penelitian ini adalah metoda kopresipitasi. Pada penelitian ini dilakukan dua karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

4.1 Analisis Data Difraksi Sinar X

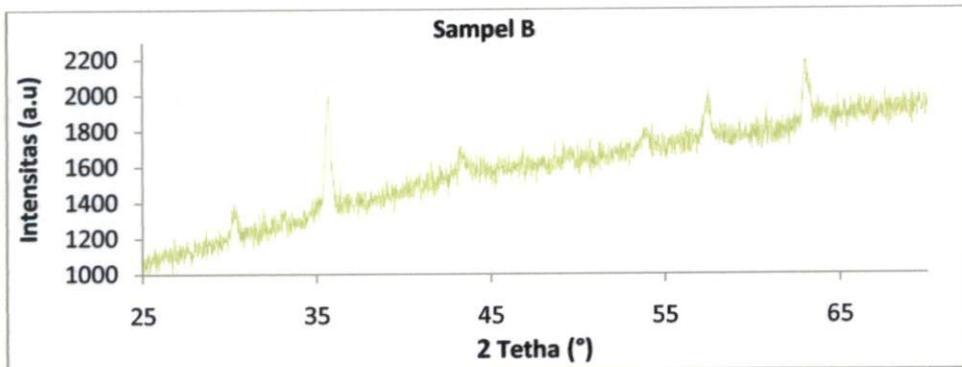
Pengujian XRD digunakan untuk mengetahui fasa apa yang terkandung dalam sampel serbuk hasil sintesis dengan metode kopresipitasi dan untuk mengetahui ukuran kristal yang dihasilkan.

Pada proses identifikasi terhadap hasil XRD, maka dilakukan analisis struktur kristal dengan menggunakan metode hanawalt. Gambar di bawah ini menunjukkan pola difraksi sinar-x menggunakan temperatur 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C.



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 400 °C.

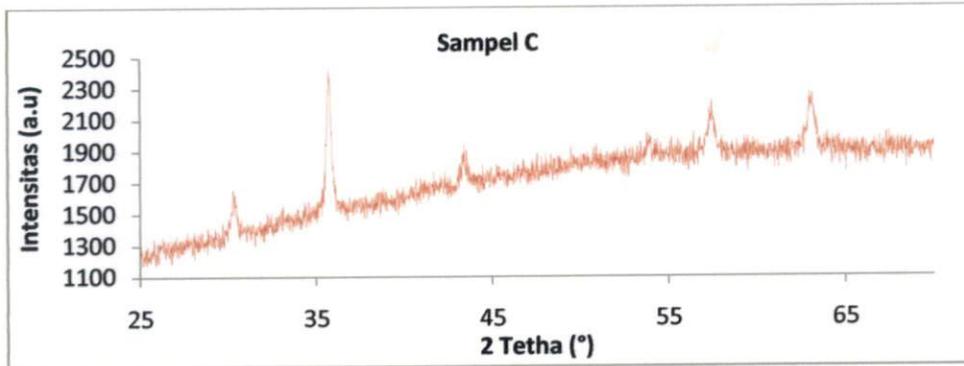
Pada gambar 4.1 menunjukkan pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 400 °C. Dari gambar tersebut terlihat bahwa pola difraksi memiliki lebar setengah puncak maksimum (FWHM) yang sempit. Hal ini mengidentifikasi sampel dengan temperatur sintering 400 °C memiliki ukuran kristal yang besar.



Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 500 °C.

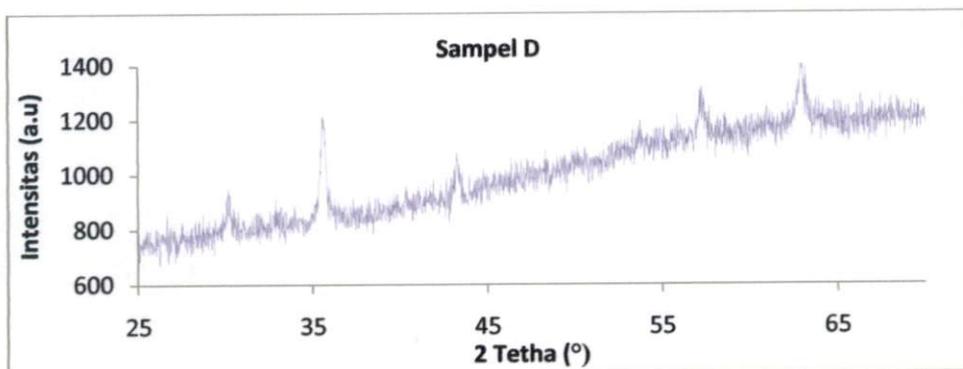
Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 500 °C. Dari gambar terlihat terjadi pelebaran setengah puncak maksimum (FWHM) dibandingkan dengan pola difraksi sinar X pada temperatur 400 °C. Hal ini mengidentifikasi ukuran kristal yang dimiliki sampel dengan temperatur

sintering 500°C lebih kecil dibandingkan dengan sampel pada temperatur sintering 400°C .



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 600°C .

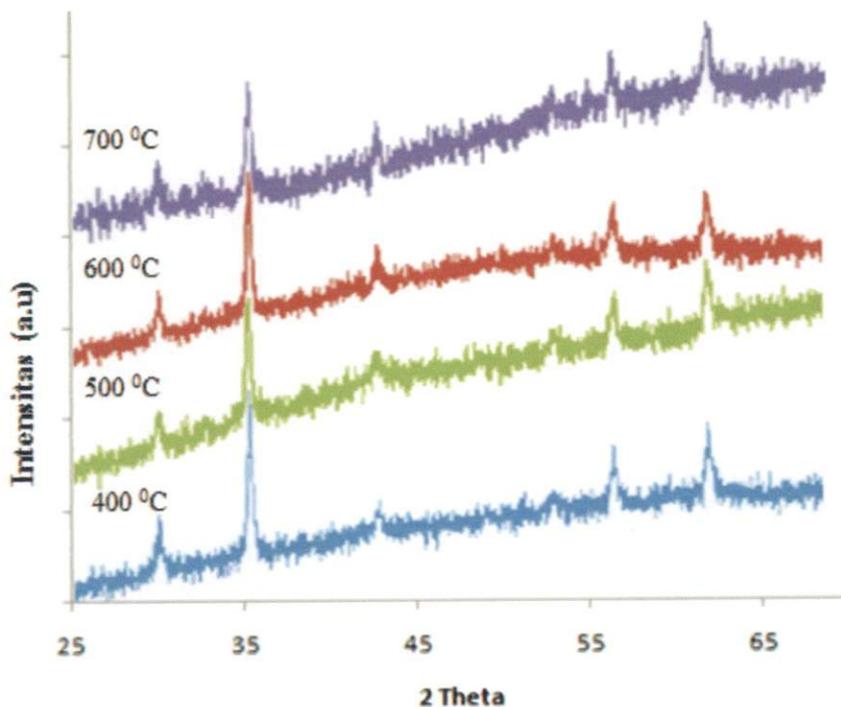
Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 600°C . Dari gambar terjadi penyempitan lebar setengah puncak maksimum (FWHM) dibandingkan dengan temperatur 500°C . Hal ini mengidentifikasi ukuran kristal yang dimiliki sampel dengan temperatur sintering 600°C lebih besar dibandingkan sampel dengan temperatur sintering 500°C .



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 700°C .

Gambar 4.4 menunjukkan pola difraksi sinar-X pada temperatur sintering 700 °C. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa terbentuk puncak yang semakin sempit dibandingkan dengan temperatur sintering 500 °C dan 600 °C. Artinya, dengan peningkatan temperatur sintering mengidentifikasi ukuran kristalnya semakin besar.

Jika keempat grafik tersebut dijadikan dalam satu grafik, maka akan terlihat seperti **Gambar 4.5**.



Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X dari masing-masing sampel

Gambar 4.5 menunjukkan pola difraksi XRD dari sampel Fe₃O₄ dengan penambahan PEG-4000 pada temperatur sintering yang bervariasi yaitu pada temperatur 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C. Pada gambar terlihat puncak-puncak tertinggi dari sampel yang kemudian dicocokkan dengan tabel Hanawalt.

Nomor tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi yang didapat dari hasil eksperimen adalah 79-0417 dengan parameter kisi dari tabel Hanawalt tersebut adalah $a = b = c = 8,394 \text{ \AA}$. Berdasarkan data ICSD No. 065339 menunjukkan bahwa sampel mengandung fasa Fe_3O_4 dan tidak ditemukannya fasa lain. Ini berarti tidak ditemukan adanya fasa PEG dalam sampel, yang menandakan bahwa PEG-4000 tidak ikut bereaksi dan hanya bertindak sebagai *template* saja.

Lebar dan tinggi dari masing-masing puncak menunjukkan banyaknya sinar-X yang terhambur pada bidang d_{hkl} yang sama. Sehingga semakin tinggi puncak difraksi, semakin banyak sinar-X yang terhambur pada bidang d_{hkl} yang sama. Lebar dan tinggi dari grafik XRD mengidentifikasi ukuran kristal dari suatu sampel.

Dari gambar 4.5 terjadi penyempitan lebar setengah puncak maksimum (FWHM) seiring dengan dinaikkannya temperatur sintering di atas $500 \text{ }^\circ\text{C}$. Dengan demikian sampel yang memiliki FWHM yang lebar memiliki ukuran kristal yang lebih kecil. Sampel yang memiliki FWHM yang paling lebar adalah sampel B dengan temperatur sintering $500 \text{ }^\circ\text{C}$.

Data hasil XRD juga digunakan untuk menentukan ukuran kristal masing-masing sampel dengan menggunakan metode Scherrer sesuai dengan persamaan 2.2, yaitu :

$$D = \frac{k \lambda}{B \cos \theta_B}$$

Sebagai contoh untuk sampel B, dengan $k = 0,9$, $\lambda = 1,540 \text{ \AA}$, $\text{FWHM} = 0,200$

$$B = \frac{1}{2} FWHM$$

$$= \frac{1}{2} 0,200$$

$$= 0,100^{\circ}$$

$$B_{rad} = \frac{B_{teta} \times \pi}{180}$$

$$= \frac{0,100 \times 3,14}{180}$$

$$= 0,0017$$

$$2\theta = 35,700$$

$$\theta = 17,85$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B_{rad} \times \cos_{teta}}$$

$$= \frac{0,9 \times 1,540^{\circ} \text{ \AA}}{0,0017 \times \cos(17,85)}$$

$$= \frac{1,38654^{\circ} \text{ \AA}}{0,00166}$$

$$= 834,60^{\circ} \text{ \AA}$$

$$= 83,460 \text{ nm}$$

Dengan menggunakan cara yang sama, maka diperoleh ukuran kristal masing-masing sampel yang ditunjukkan pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Ukuran kristal masing-masing sampel

Sampel	Ukuran kristal (nm)
Sampel A (400 °C)	208,6
Sampel B (500 °C)	83,46
Sampel C (600 °C)	104,3
Sampel D (700 °C)	166,8

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat dilihat sampel A, yaitu sampel dengan temperatur sintering 400 °C, memiliki ukuran kristal yang paling besar dibandingkan dengan sampel yang lain. Hal ini dikarenakan pada temperatur 400 °C PEG-4000 tersebut belum terdekomposisi secara sempurna, rantai yang dimilikinya belum putus sehingga tidak dapat menghambat pertumbuhan nanopartikel Fe₃O₄. Polietilen glikol dapat berdekomposisi dengan bahan lain diatas temperatur 500 °C (Liherlinah dkk, 2008).

Dari tabel 4.1 dapat dilihat temperatur sintering yang optimum dalam penelitian ini adalah 500 °C. Sedangkan peningkatan temperatur sintering yang terus menerus yaitu pada temperatur 600 °C, dan 700 °C terlihat adanya peningkatan ukuran kristal. Temperatur sintering yang semakin tinggi dapat menyebabkan semakin besar proses oksidasi sehingga ukuran kristal yang dihasilkan akan semakin besar. Dari ukuran kristal yang diperoleh terlihat bahwa PEG-4000 yang digunakan hanya berfungsi untuk menghambat pertumbuhan kristal saja. PEG-4000 tidak ikut bereaksi dengan bahan lain dan hanya berfungsi sebagai *template* saja.

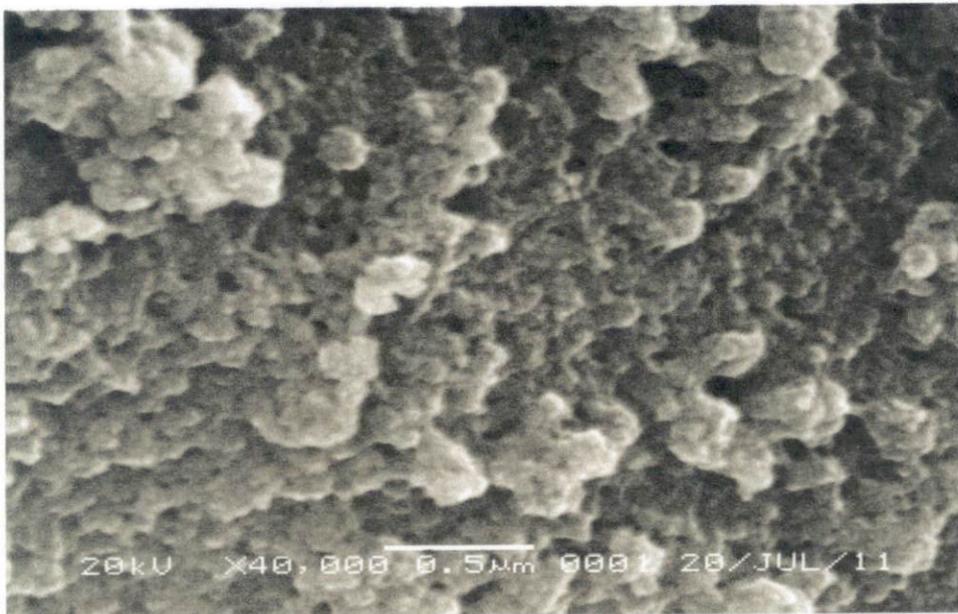
Penggunaan temperatur sintering 500°C sangat efektif karena menghasilkan ukuran yang paling kecil. Pada penelitian sebelumnya, pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 yang dilakukan oleh Perdana (2010) dengan menggunakan PEG-1000 menghasilkan ukuran kristal 6,53 nm. Ukuran kristal jauh lebih besar dengan penambahan PEG-4000 menggunakan variasi temperatur sintering. Kemungkinan hal ini disebabkan konsentrasi PEG-4000 dan bahan baku dari Fe_3O_4 yang digunakan. Pada penelitian ini menggunakan konsentrasi PEG-4000 yang sedikit sehingga sisi partikel Fe_3O_4 juga sedikit yang terlapsi oleh PEG-4000 yang menyebabkan tidak terhambatnya pertumbuhan partikel tersebut. Jadi, walaupun PEG-4000 memiliki rantai yang panjang yang diharapkan dapat menghambat pertumbuhan partikel, akan tetapi jika konsentrasi PEG-4000 yang digunakan sedikit tidak cukup efektif menghambat pertumbuhan partikel tersebut.

Berdasarkan ukuran kristal yang dihasilkan, kemungkinan nanopartikel magnetik tersebut masih bersifat ferromagnetik dan belum menunjukkan sifat superparamagnetik. Dimana sifat superparamagnetik ini muncul pada nanopartikel magnetik yang tersusun dari assembli-assembli di bawah 10 nm.

4.2 Analisis Data *Scanning Electron Microscope* (SEM)

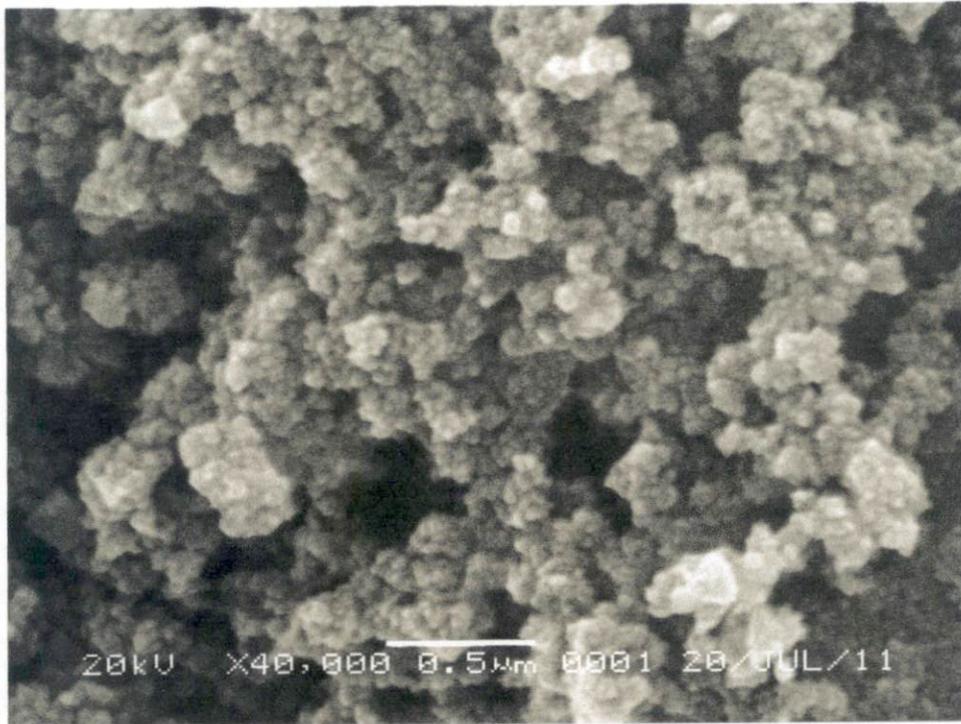
Bentuk morfologi permukaan sampel yang diteliti dapat dilihat dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan perbesaran 40.000 kali. Untuk nanopartikel Fe_3O_4 pada temperatur 400°C morfologinya ditunjukkan oleh Gambar 4.6. Hasil SEM menunjukkan bahwa distribusi ukuran

partikelnya tidak seragam dan banyak partikel yang menggumpal, dengan ukuran partikel di atas 100 nm.



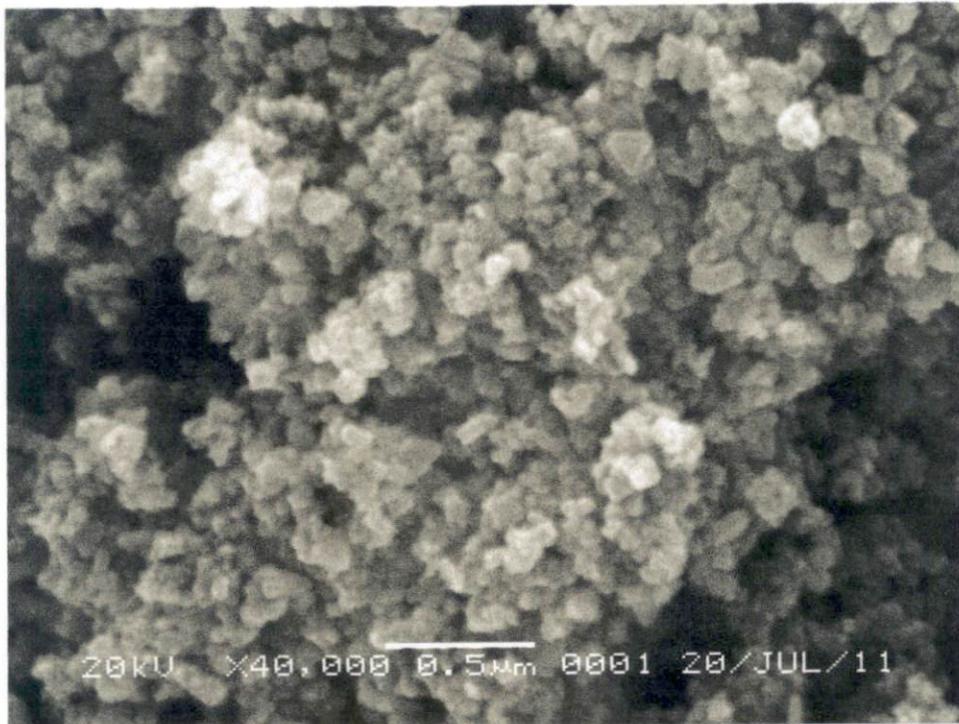
Gambar 4.6 Bentuk morfologi Fe₃O₄ hasil sintering pada temperatur 400 °C

Morfologi partikel Fe₃O₄ hasil sintering pada temperatur 500 °C ditunjukkan oleh Gambar 4.7. Hasil SEM menunjukkan bahwa Fe₃O₄ pada temperatur 500 °C bentuk morfologinya lebih jelas dibandingkan Fe₃O₄ pada temperatur 400 °C. Sudah terbentuk nanopartikel yang ukurannya cukup seragam, dengan ukuran partikel berkisar antara 30 - 80 nm.



Gambar 4.7 Bentuk morfologi Fe₃O₄ hasil sintering pada temperatur 500 °C

Bentuk Morfologi Fe₃O₄ hasil sintering pada temperatur 600 °C dengan perbesaran 40.000 kali dapat dilihat pada Gambar 4.8. Pada gambar terlihat partikel Fe₃O₄ sudah berukuran cukup seragam, namun masih terdapat partikel yang menggumpal, dengan ukuran partikel berkisar 40 - 80 nm.



Gambar 4.8 Bentuk morfologi Fe₃O₄ hasil sintering pada temperatur 600 °C

Bentuk Morfologi Fe₃O₄ hasil sintering pada temperatur 700 °C dengan perbesaran 40.000 kali dapat dilihat pada Gambar 4.8. Pada gambar terlihat partikel Fe₃O₄ berukuran tidak seragam dan banyak terdapat gumpalan. Disamping itu terlihat adanya partikel-partikel pengotor yang terkandung dalam sampel, dengan ukuran partikel di atas 90 nm.



Gambar 4.9 Bentuk morfologi Fe_3O_4 hasil sintering pada temperatur $700\text{ }^\circ\text{C}$

Dari hasil SEM dapat dikatakan bahwa temperatur sintering sangat mempengaruhi distribusi ukuran partikel Fe_3O_4 . Namun penelitian dengan template PEG ini tidak terlepas dari optimasi konsentrasi PEG, sehingga optimasi terhadap temperatur sintering bisa memberikan efek yang signifikan terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 . Ukuran partikel masing-masing sampel dapat dilihat pada

Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Ukuran partikel masing-masing sampel

Sampel	Ukuran partikel (nm)
Sampel A ($400\text{ }^\circ\text{C}$)	≥ 100
Sampel B ($500\text{ }^\circ\text{C}$)	30 – 80
Sampel C ($600\text{ }^\circ\text{C}$)	40 – 80
Sampel D ($700\text{ }^\circ\text{C}$)	≥ 90

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dengan melihat pengaruh temperatur sintering terhadap ukuran kristal Fe_3O_4 maka didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Temperatur sintering berpengaruh terhadap ukuran partikel dan ukuran kristal yang dihasilkan dimana temperatur optimum diperoleh pada $500\text{ }^\circ\text{C}$ dengan ukuran partikel 30-80 nm dan ukuran kristal terkecil 83,46 nm. Sedangkan dengan kenaikan temperatur secara terus menerus dapat meningkatkan ukuran partikel dan ukuran kristal.
2. Disamping temperatur sintering, konsentrasi PEG juga berpengaruh terhadap ukuran partikel, karena PEG berfungsi sebagai *template* yang dapat menghambat pertumbuhan partikel.
3. Berdasarkan hasil yang diperoleh, destruksi batuan besi bisa menjadi bahan alternatif lain untuk memproduksi material magnetik (Fe_3O_4) selain menggunakan bahan komersial.

5.2 SARAN

Berdasarkan hasil-hasil yang diperoleh selama ini maka untuk mendapatkan hasil yang lebih baik pada penelitian selanjutnya diperlukan saran-saran sebagai berikut :

1. Pada proses pencucian endapan Fe_3O_4 dengan menggunakan aquades, perlu dilakukan berulang-kali dan menggunakan magnet permanen agar didapatkan hasil endapan Fe_3O_4 murni.
2. Perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut, yaitu optimasi konsentrasi PEG-4000 karena sangat mempengaruhi ukuran kristal.
3. Untuk penelitian selanjutnya sebaiknya menggunakan temperatur $500\text{ }^\circ\text{C}$ karena pada temperatur $500\text{ }^\circ\text{C}$ didapatkan ukuran kristal yang paling kecil.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Abdullah, 2008, *Sintesis Nanomaterial*, Jurnal Nanosains dan Teknologi Vol.1 no 2, Himpunan Riset Material Indonesia
- Aiguo, Yan, 2008, *Solvothermal synthesis and characterisation of size-controlled Fe₃O₄ nanoparticles*, Journal Alloys and Compound 458 : 487 – 491
- Arisandi, D. Kurniawan, T. Hariyanto, Darminto, 2007, *Pengaruh jenis surfaktan pada sifat magnetik fluida magnetik berbasis pasir besi dan aplikasinya untuk pelapisan*, Prosiding Seminar Fisika dan Aplikasinya 2007, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya
- Cullity, B.D, 1972, *Introduction to Magnetic Material*, Canada: Addison-Wesley Publishing Company
- Griffiths, David J, 1989, *Introduction to Electrodynamics*, Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey
- Halliday, D dan Resnick, R, 1978, *Fisika Jilid 2*, Terjemahan Pantur Silaban dan Erwin Sucipto, 1992, Jakarta: Erlangga
- He, Kai, Cheng-Yan Xu, Laing Zhen, en-Zhu Shao, 2007, *Hydrothermal Synthesis and Characterization of singlecrystalline Fe₃O₄ Nanowires with High Aspect Ratio and Uniformity*, *Materials Letters*, volume 61
- Hironori, Lida dkk, 2007, *Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles with Various Sizes and Magnetic Properties by Controlled Hydrolysis*, *Journal of Colloid and Interface Science*, 314
- Kraus, J.D, 1970, *Listrik Magnet*, Terjemahan T. Simandjutak, Bandung: Alumni Bandung
- Lihierlinah, dkk, 2008, *Desain Prototipe Reaktor Steam Reforming Menggunakan Ultrasonik Nebulizer*, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, Vol 1 No.1. Hal 22-27
- Perdana, Febi Angelia, 2010, *Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dengan Template PEG – 1000 dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya*, *Jurnal Materi dan Energi Indonesia*. Vol 01, No 01 :1-6
- Setiyanto, Imam, 2009, *Pengaruh Variasi Temperatur Sintering Terhadap Ketahanan Aus Bahan Rem Sepatu Gesek*, Laporan Tugas Akhir. Universitas Muhammadiyah, Surakarta

Sholiha, lia kurnia, 2010, *Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe₃O₄ yang Berasal Dari Pasir Besi dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (Aldrich)*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika. Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Sutrisno and Tan Ik Gie, 1983, *Fisika dasar*, Bandung : ITB

Takayanagi, dkk, 2007, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol.314, Page.274–280

Taufiq, Ahmad dkk, 2008, *Sintesis Partikel Nano Fe_{3-x}Mn_xO₄ Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya*, Jurnal Nanosains & Nanoteknologi Volume 1

Wang, M. Jiang, C. Hu, L. Xu, 2003, *Solid State Communications*, Vol.127, p.605–608

Yulianto, dkk, 2003, *Produksi Hematit (α -Fe₂O₃) dari Pasir Besi : Pemanfaatan Potensi Alam sebagai Bahan Industri Berbasis Sifat Kemagnetannya*, Jurnal Sains Materi Indonesia, Vol. 5, No.1, hal 51-54

Yunus, Asyari D, 2010, *Struktur dan Sifat Material*, Universitas Darma Persada. Jakarta

Zhang, D. E, dkk, 2005, *Synthesis and Characterization of NiFe₂O₄ Magnetic Nanorods via a PEG-Assisted Route*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 292

<http://mse.iastate.edu/microscopy/college.html>, diakses pada tanggal 15 Februari 2011 pukul 12.00 WIB

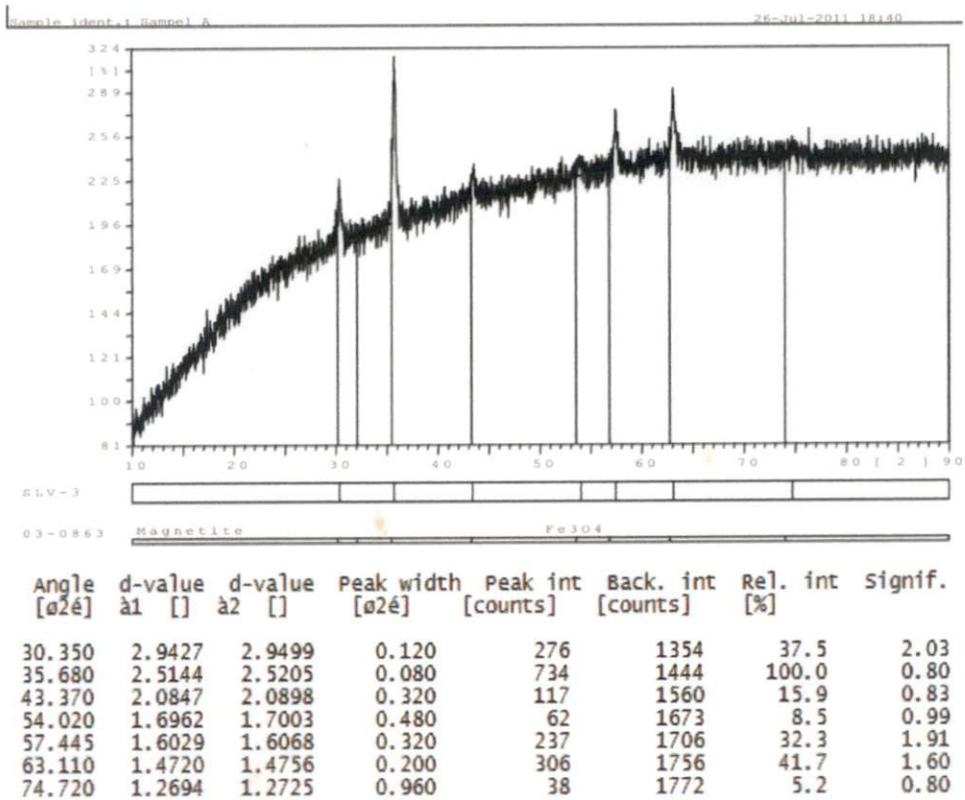
<http://k10tiumb.blogspot.com/2009/10/bab-xxv-struktur-padatan-kristalin.html>, diakses pada tanggal 15 Februari 2011 pukul 20.00 WIB

LAMPIRAN

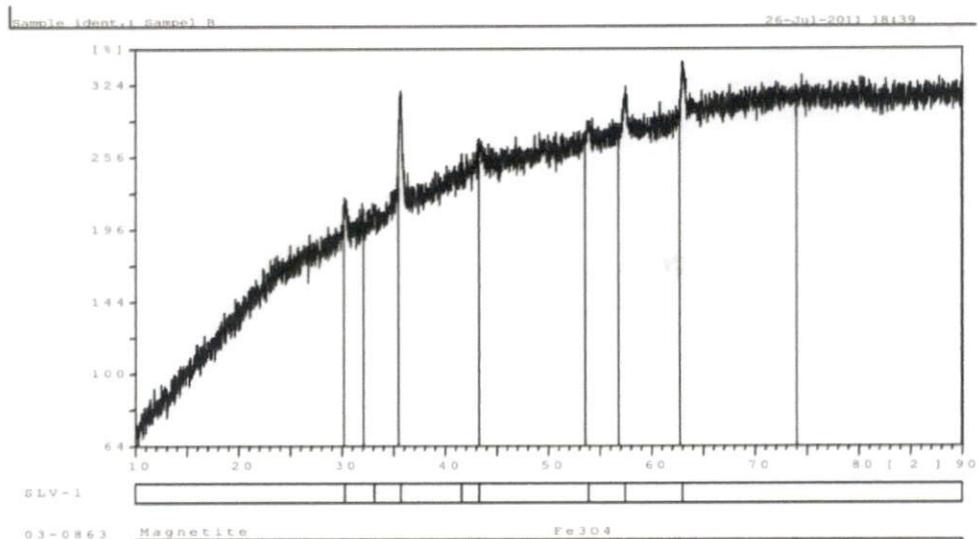
Lampiran 1

Gambar pola difraksi sinar-X sampel 1-4

a. Sampel A, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 400°C .

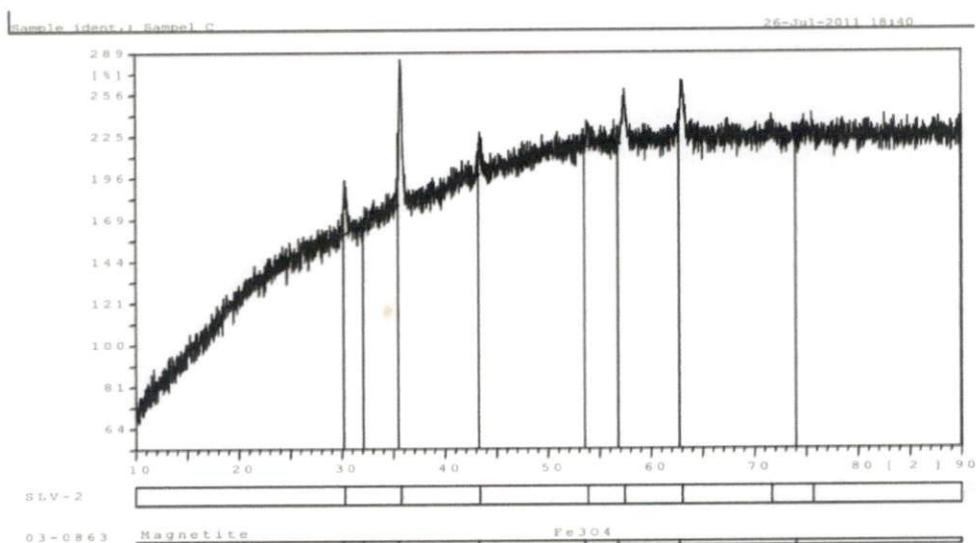


b. Sampel B, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 500°C .



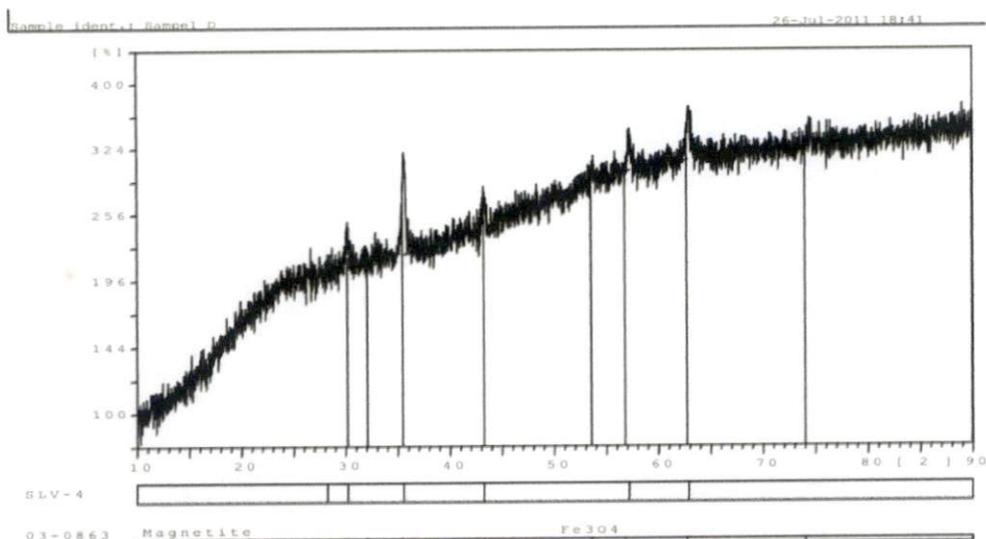
Angle [2θ]	d-value λ_1 [Å]	d-value λ_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
30.290	2.9484	2.9556	0.240	149	1197	23.6	0.78
33.130	2.7018	2.7085	0.240	72	1267	11.5	0.81
35.700	2.5130	2.5192	0.200	630	1347	100.0	3.51
41.575	2.1705	2.1758	0.060	137	1498	21.7	0.84
43.305	2.0877	2.0928	0.240	146	1537	23.2	1.12
53.900	1.6996	1.7038	0.400	94	1689	14.9	1.29
57.470	1.6023	1.6062	0.320	210	1747	33.4	1.57
63.020	1.4738	1.4775	0.140	353	1832	56.1	1.54

c. Sampel C, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 600°C .



Angle [2θ]	d-value λ_1 [Å]	d-value λ_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
30.295	2.9479	2.9552	0.200	282	1362	33.1	1.30
35.760	2.5089	2.5151	0.160	853	1521	100.0	3.78
43.395	2.0835	2.0887	0.320	174	1689	20.4	1.19
53.870	1.7005	1.7047	0.240	108	1849	12.7	1.03
57.445	1.6029	1.6068	0.200	289	1866	33.9	1.06
63.050	1.4732	1.4768	0.400	306	1910	35.9	3.68
71.690	1.3154	1.3187	0.960	52	1892	6.1	1.40
75.705	1.2553	1.2584	0.240	72	1901	8.5	0.95

d. Sampel D, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 700°C .



Angle [2θ]	d-value $\text{\AA}1$ []	d-value $\text{\AA}2$ []	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
28.260	3.1554	3.1631	0.100	45	767	11.8	0.82
30.210	2.9560	2.9633	0.240	102	784	26.8	1.79
35.560	2.5226	2.5288	0.100	380	829	100.0	0.78
43.270	2.0893	2.0944	0.160	146	918	38.5	0.88
57.190	1.6094	1.6134	0.200	132	1136	34.8	0.84
62.920	1.4759	1.4796	0.160	219	1176	57.6	0.84

Lampiran 2

Perhitungan ukuran kristal masing-masing sampel.

a. Sampel A, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 400°C

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,540 \text{ \AA}$$

$$\text{FWHM} = 0,08$$

$$B = \frac{1}{2} \text{FWHM}$$

$$= \frac{1}{2} 0,08 = 0,04^\circ$$

$$B_{\text{rad}} = \frac{B_{\text{teta}} \times \pi}{180} = \frac{0,04 \times 3,14}{180} = 0,00069$$

$$2\theta = 35,68$$

$$\theta = 17,84$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B_{\text{rad}} \times \cos_{\text{teta}}}$$

$$= \frac{0,9 \times 1,540 \text{ \AA}}{0,00069 \times \cos(17,84)}$$

$$= \frac{1,38654 \text{ \AA}}{0,0006645}$$

$$= 2086,39^\circ \text{ \AA}$$

$$= 208,639 \text{ nm}$$

b. Sampel B, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 500°C

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,540 \text{ \AA}$$

$$FWHM = 0,200$$

$$\begin{aligned} B &= \frac{1}{2} FWHM \\ &= \frac{1}{2} 0,200 \\ &= 0,100^{\circ} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} B_{rad} &= \frac{B_{\text{teta}} \times \pi}{180} \\ &= \frac{0,100 \times 3,14}{180} \\ &= 0,017 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2\theta &= 35,700 \\ \theta &= 17,85 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} D &= \frac{k \cdot \lambda}{B_{rad} \times \cos_{\text{teta}}} \\ &= \frac{0,9 \times 1,540 \text{ \AA}}{0,0017 \times \cos(17,85)} \\ &= \frac{1,38654 \text{ \AA}}{0,00166} \\ &= 834,60^{\circ} \text{ \AA} \\ &= 83,460 \text{ nm} \end{aligned}$$

c. Sampel C, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 600°C

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,540 \text{ \AA}$$

$$FWHM = 0,16$$

$$B = \frac{1}{2} FWHM$$

$$= \frac{1}{2} \times 0,16$$

$$= 0,08^{\circ}$$

$$B_{rad} = \frac{B_{teta} \times \pi}{180} = \frac{0,08 \times 3,14}{180} = 0,0014$$

$$2\theta = 35,76$$

$$\theta = 17,88$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B_{rad} \times \cos_{teta}}$$

$$= \frac{0,9 \times 1,540 \text{ \AA}}{0,0014 \times \cos(17,88)}$$

$$= \frac{1,38654 \text{ \AA}}{0,00133}$$

$$= 1043,43^{\circ} \text{ \AA}$$

$$= 104,434 \text{ nm}$$

d. Sampel D, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 700°C

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,540 \text{ \AA}$$

$$\text{FWHM} = 0,100$$

$$B = \frac{1}{2} \text{ FWHM}$$

$$= \frac{1}{2} \times 0,100$$

$$= 0,05^{\circ}$$

$$B_{rad} = \frac{B_{teta} \times \pi}{180} = \frac{0,05 \times 3,14}{180} = 0,00087$$

$$2\theta = 35,56$$

$$\theta = 17,78$$

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B_{\text{rad}} \times \cos_{\text{teta}}}$$

$$= \frac{0,9 \times 1,540 \text{ \AA}}{0,00087 \times \cos(17,78)}$$

$$= \frac{1,38654 \text{ \AA}}{0,00083}$$

$$= 1668,855 \text{ \AA}$$

$$= 166,855 \text{ nm}$$

Lampiran 3

Perbandingan jarak antar bidang eksperimen dan intensitas relatif pola difraksi nanopartikel Fe_3O_4 dengan Tabel Hanawalt (79-0419).

- a. Sampel A, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 400°C

eksperimen		hanawalt	
d	I	d	I
2,9427	276	2,9677	293
2,5144	734	2,5309	999
2,0847	117	2,0985	204
1,6962	62	1,6154	279
1,6029	237	1,6154	279
1,472	306	1,4838	363
1,2694	38	1,2654	29

- b. Sampel B, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 500°C

eksperimen		hanawalt	
d	I	d	I
2,9484	149	2,9677	293
2,7018	72	2,9677	293
2,5130	630	2,5309	999
2,1705	137	2,0985	204
2,0877	146	2,0985	204
1,6996	94	1,7140	86
1,6029	210	1,6154	279
1,4738	353	1,4838	363

- c. Sampel C, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 600°C

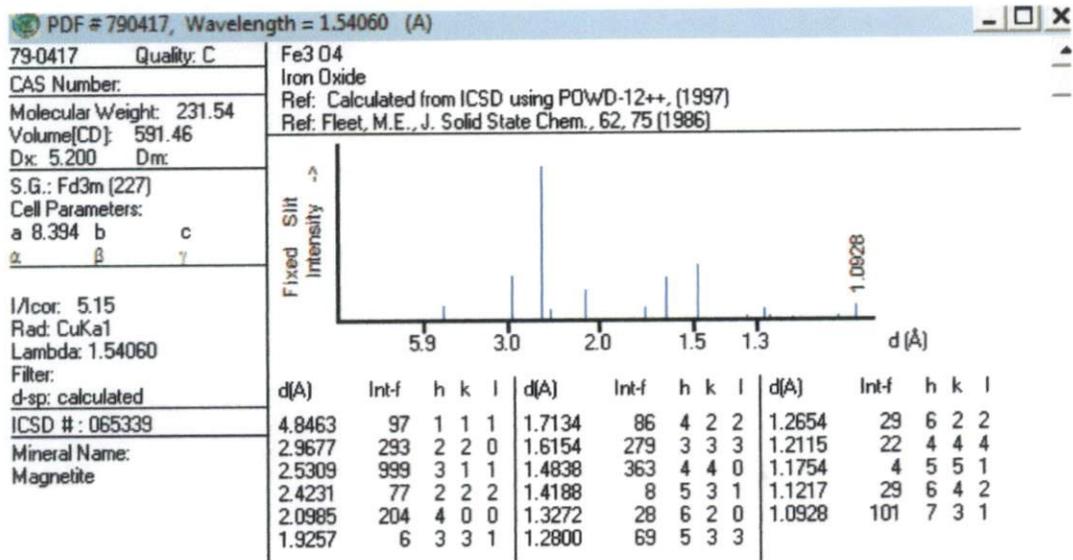
eksperimen		hanawalt	
d	I	d	I
2,9479	282	2,9677	293
2,5089	853	2,5309	999
2,0835	174	2,0985	204
1,7005	108	1,7134	86

1,6029	289	1,6154	279
1,4732	306	1,4838	363
1,3154	52	1,3272	28
1,2553	72	1,2654	29

d. Sampel D, Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 700°C

eksperimen		hanawalt	
d	I	d	I
3,1554	45	2,9677	293
2,9560	102	2,9677	293
2,5226	380	2,5309	999
2,0893	146	2,0985	204
1,6089	132	1,6154	279
1,4759	219	1,4838	363

Tabel hanawalt yang cocok dengan data yang diperoleh.



Lampiran 4

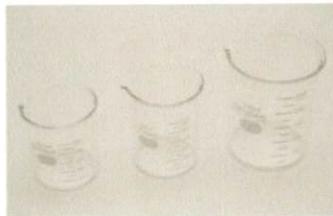
Foto alat-alat penelitian



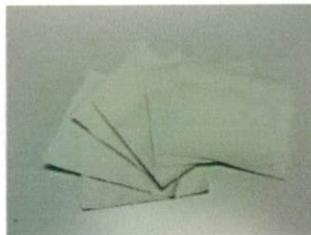
Ayakan 200 Mesh

*Hot Plate Magnetik Stirrer
C-MAG HS 7**Furnace*

Timbangan digital PGW 2502i



Gelas kimia

*Los Angeles**Alumina Crucible*Kertas saring
Watchman

Gelas Ukur



Spatula



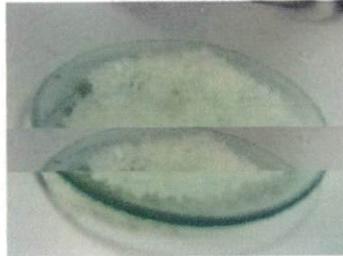
Palu



Pipet tetes

Foto-foto Bahan Penelitian

Alkohol 70%



Polietilen Glikol 4000



Batu besi



HCl

NH₄OH

Aquades

Foto-Foto Skema KerjaSerbuk Fe_3O_4 Serbuk Fe_3O_4 + HCl

Penyaringan

Filtrat + NH_4OH 

PEG-4000 lelehkan



Endapan + PEG-4000



Sintering

Nanopartikel Fe_3O_4

MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVER