



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.

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIK Fe₃O₄ DENGAN TEMPLATE POLIETILEN GLIKOL (PEG)-4000

SKRIPSI



**GEBY CLAUDIA
07 135 004**

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

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan puji dan syukur kehadirat ALLAH SWT, atas rahmat dan karunia-NYA, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi dengan judul “**Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe₃O₄ Dengan *Template* Polietilen Glikol (PEG)-4000**“. Tujuan penulisan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana program S1 Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.

Penulis menyadari bahwa tanpa bimbingan, bantuan, dan doa dari berbagai pihak, skripsi ini tidak akan dapat diselesaikan tepat pada waktunya. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam proses pengerjaan skripsi ini, terutama kepada :

1. Alm. Ayahanda Pasri dan Ibunda Evi atas segala doa, semangat, dorongan, perhatian dan curahan kasih sayangnya, kakak dan adik-adikku serta seluruh keluarga besarku terima kasih atas semangat dan doanya.
2. Ibu Astuti M.Si. selaku pembimbing utama yang telah memberikan petunjuk, saran, semangat, motivasi serta arahan selama penulisan skripsi ini;
3. Bapak Arif Budiman, M.Si. selaku ketua jurusan yang telah memberikan semangat.

4. Bapak Dr. Alimin Mahyudin, M.Si, Bapak Ardian Putra, M.Si. dan Ibu Sri Handani, M.Si. sebagai penguji yang telah memberikan kritikan, petunjuk, serta saran selama penulisan skripsi.
5. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Fisika FMIPA UNAND yang telah memberikan ilmu yang sangat berarti selama di Jurusan Fisika FMIPA UNAND.
6. Teman-teman RELATIVITAS yang sangat penting dan berarti bagi penulis, terimakasih atas kekompakan dan kerja samanya.
7. *Nusantara Corporation* (NC) ayu, iin, adek, yani, isil, resti, ijep, oos, ika, oom hamdi.
8. Specially buat seseorang yang selalu setia “Rika Hardiwan.” terima kasih atas semua semangat, pengertian, dorongan, ketulusan dan doanya.
9. Semua pihak yang telah turut serta memberikan dukungan pada penulis yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu. Semoga amalnya dapat balasan yang setimpal dari Allah SWT, Amiin.

Dalam penulisan skripsi, penulis menyadari sepenuhnya bahwa masih banyak terdapat kekurangan, untuk itu kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan skripsi ini.

Akhir kata penulis berharap, semoga apa yang terdapat dalam skripsi dapat bermanfaat bagi semua pihak. Amin.

Padang, Oktober 2011

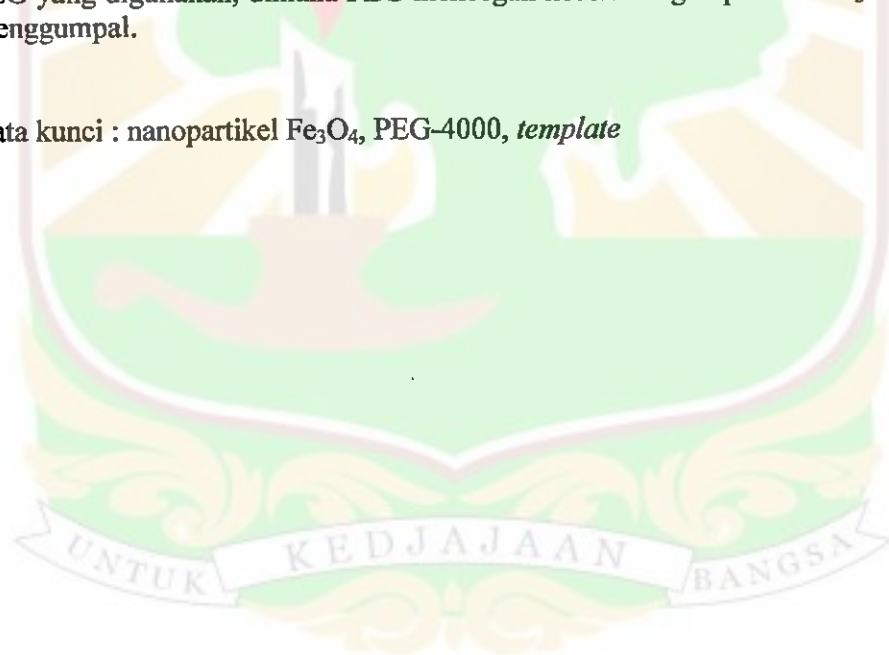
Penulis

Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe₃O₄ Dengan *Template* Polietilen Glikol (PEG)-4000

ABSTRAK

Nanopartikel Fe₃O₄ telah berhasil disintesis dari destruksi batuan besi dengan menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan Polietilen Glikol (PEG)-4000 sebagai *template*. Variasi terhadap penambahan PEG-4000 untuk melihat pengaruh penambahan PEG-4000 terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. *Template* PEG-4000 digunakan untuk menghambat pertumbuhan partikel. Ukuran kristal, dan distribusi ukuran partikel dari nanopartikel ini diteliti dengan variasi PEG, yaitu 1 : 3, 1 : 4, 1 : 5 dan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Pada variasi penambahan PEG 1 : 3 ukuran partikel yang diperoleh sebesar 213 nm dan ukuran kristal sebesar 208,6 nm. Pada variasi PEG 1 : 4 ukuran partikel yang didapat sebesar 73 nm dan ukuran kristal sebesar 69,6 nm. Pada variasi PEG 1 : 5 ukuran partikel yang didapat 63 nm dan ukuran kristalnya sebesar 60,6 nm. Dapat disimpulkan, bahwa hasil yang didapat semakin kecil dengan semakin banyaknya PEG yang digunakan, dimana PEG mencegah kecenderungan partikel Fe₃O₄ untuk menggumpal.

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

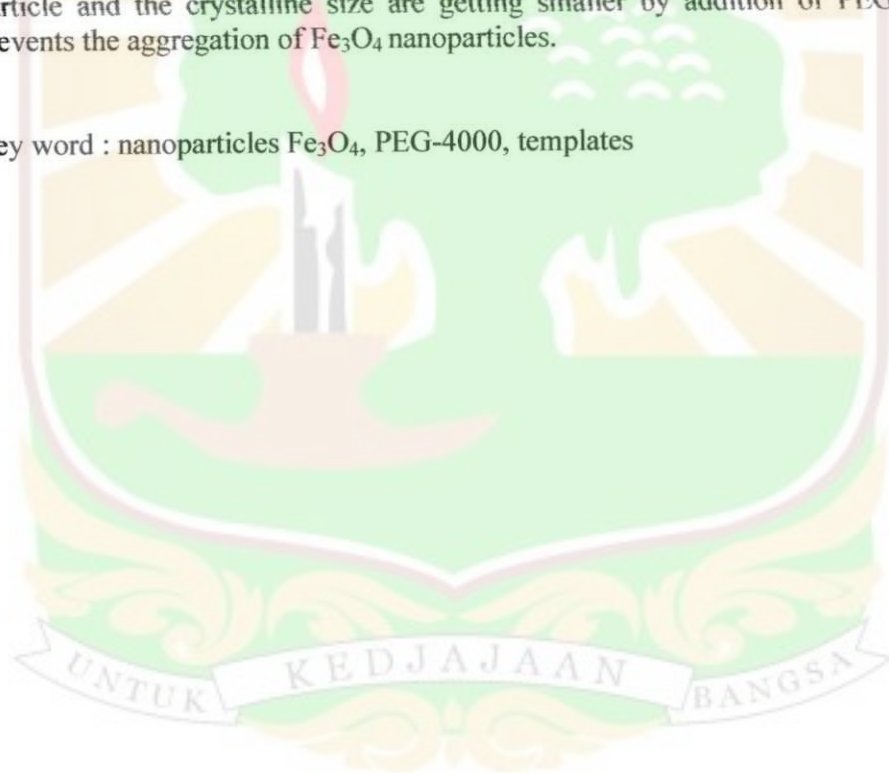


Synthesis and Characterization of Fe₃O₄ Magnetic Nanoparticles With Template Polyethylene Glycol (PEG) -4000

ABSTRACT

Fe₃O₄ nanoparticles have been successfully synthesized from iron rock destruction by using a coprecipitation method with the addition of Polyethylene Glycol (PEG)-4000 as template. The purpose of variations of the addition of PEG-4000 is see the effect of adding PEG-4000 to the product. PEG-4000 were used to inhibit the growth of particle size. Crystalline size, and particle size distribution of nanoparticles were studied by variation of PEG 1: 3, 1: 4, 1: 5 and characterized by using X-Ray Diffractometer (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM). At the variation between Fe₃O₄ powder and PEG-4000 1 : 3, 1: 4, 1 : 5, respectively, the size of particle is 213 nm, 73 nm, 63 nm, and crystalline size is 208,6 nm, 69,6 nm ,and 60,6 nm. Based on the XRD and SEM testing, the size of particle and the crystalline size are getting smaller by addition of PEG. PEG prevents the aggregation of Fe₃O₄ nanoparticles.

Key word : nanoparticles Fe₃O₄, PEG-4000, templates



DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
DAFTAR ISI.....	v
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	
2.2.1 Batuan Besi	7
2.2.2 Sifat Oksida Besi	8

2.2.3 Material Nanomagnetik Fe ₃ O ₄	8
2.2.4 Sifat Magnet	11
2.2.5 Poliethilen Glikol (PEG).....	14
2.2.6 Karakterisasi Nanopartikel Fe ₃ O ₄	
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	
3.2.1 Peralatan	20
3.2.2 Bahan.....	21
3.3 Tata Laksana Penelitian	
3.3.1 Prosedur Kerja	
1. Destruksi Batuan Besi	22
2. Sintesis Nanopartikel Fe ₃ O ₄	22
3. Karakterisasi Nanopartikel Fe ₃ O ₄	23
3.3.2 Diagram Alir Tahapan Penelitian.....	24

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa XRD.....	26
4.2 Analisa Bentuk Morfologi Permukaan Sampel	31

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....39

5.2 Saran40

DAFTAR KEPUSTAKAAN41

LAMPIRAN.....43



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Spinel Fe_3O_4	9
Gambar 2.2 Unit Sel Fe_3O_4	9
Gambar 2.3 Kurva Histeresis Bahan Ferromagnetik	10
Gambar 2.4 Konfigurasi Dipol Atom Material Diamagnetik.....	12
Gambar 2.5 Konfigurasi Dipol Atom Material Paramagnetik.....	13
Gambar 2.6 Momen Dipol Magnet Bahan Ferromagnetik	14
Gambar 2.7 Struktur Poliethilen Glikol (PEG).....	15
Gambar 2.8 Metoda Difraksi Sinar – X.....	17
Gambar 2.9 Skema Kerja SEM.....	19
Gambar 3.2 Diagram Alir Tahapan Penelitian	24
Gambar 4.1 Pola Difraksi Sinar- X dari Sampel dengan <i>Template</i> PEG-4000 dengan Perbandingan 1 : 3	26
Gambar 4.2 Pola difraksi sinar- x dari sampel dengan <i>Template</i> PEG -4000 dengan Perbandingan 1 : 4.....	27
Gambar 4.3 Pola Difraksi Sinar- X dari Sampel dengan <i>Template</i> PEG -4000 dengan Perbandingan 1 : 5.....	28
Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar- X dari Fe_3O_4 dengan <i>template</i> PEG-4000	28
Gambar 4.5 Morfologi Sampel Fe_3O_4 dengan PEG-4000 1 : 3	32
Gambar 4.6 Diameter Ukuran Partikel Fe_3O_4 dengan Penambahan PEG-4000 1 : 3.....	33
Gambar 4.7 Morfologi Sampel Fe_3O_4 dengan PEG-4000 1 : 4	34
Gambar 4.8 Diameter Ukuran Kristal Fe_3O_4 dengan Penambahan PEG-4000 1 : 4.....	35

Gambar 4.9 Morfologi Sampel Fe_3O_4 dengan PEG-4000 1 : 536

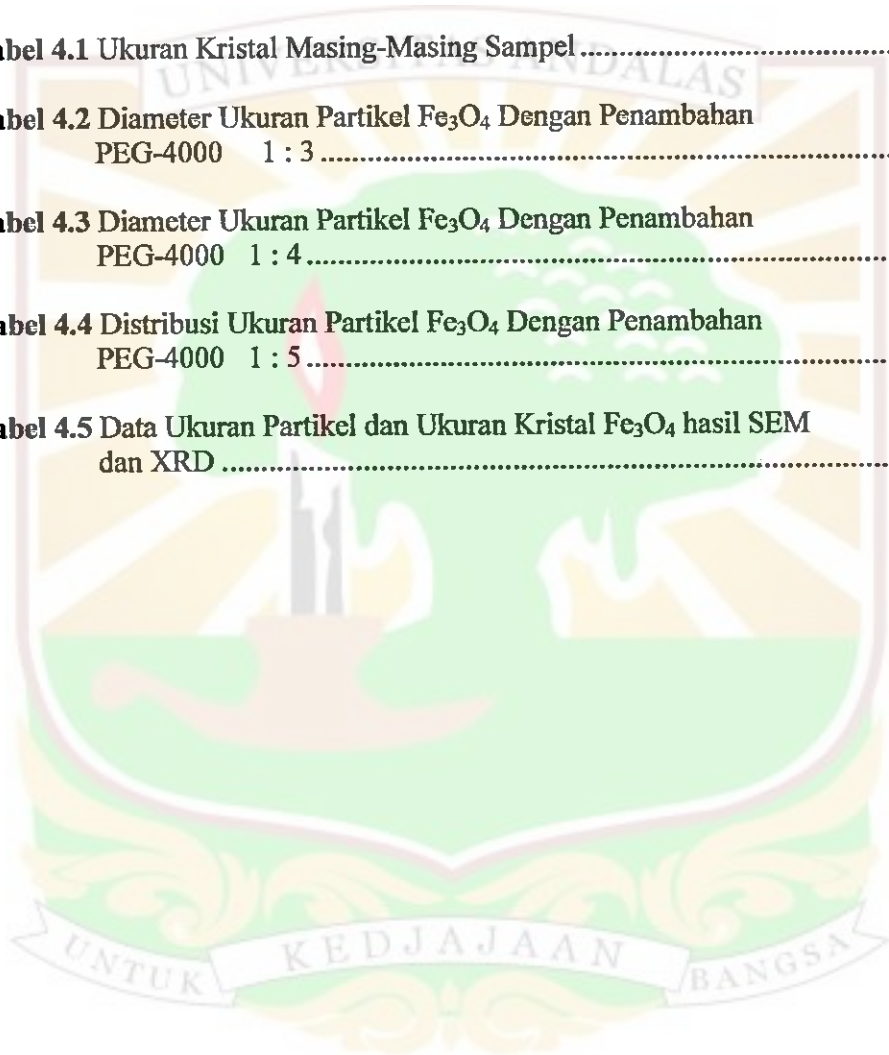
Gambar 4.10 Diameter Ukuran Kristal Fe_3O_4 dengan Penambahan PEG-4000 1 : 537

Gambar 4.11 Skema Pengaruh Konsentrasi Penambahan PEG Terhadap Bentuk Morfologi Permukaan Nanopartikel Fe_3O_4 38



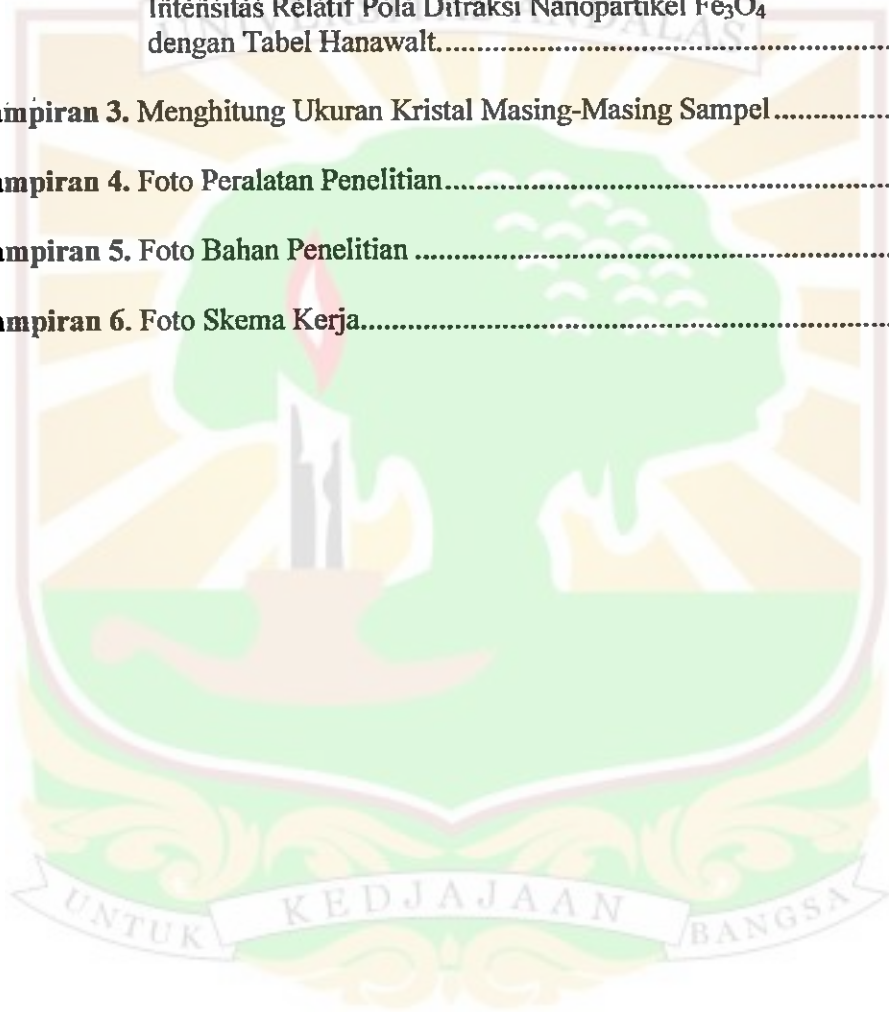
DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Ukuran Kristal Masing-Masing Sampel	30
Tabel 4.2 Diameter Ukuran Partikel Fe_3O_4 Dengan Penambahan PEG-4000 1 : 3	32
Tabel 4.3 Diameter Ukuran Partikel Fe_3O_4 Dengan Penambahan PEG-4000 1 : 4	34
Tabel 4.4 Distribusi Ukuran Partikel Fe_3O_4 Dengan Penambahan PEG-4000 1 : 5	36
Tabel 4.5 Data Ukuran Partikel dan Ukuran Kristal Fe_3O_4 hasil SEM dan XRD	37



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Gambar Pola Difraksi Sinar-X Masing-Masing Sampel.....	43
Lampiran 2. Pencocokan Jarak Antar Bidang Eksperimen dan Intensitas Relatif Pola Difraksi Nanopartikel Fe_3O_4 dengan Tabel Hanawalt.....	46
Lampiran 3. Menghitung Ukuran Kristal Masing-Masing Sampel.....	48
Lampiran 4. Foto Peralatan Penelitian.....	50
Lampiran 5. Foto Bahan Penelitian	51
Lampiran 6. Foto Skema Kerja.....	52



BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Besi merupakan jenis logam kedua yang paling melimpah di bumi dan masih menjadi tulang punggung dalam peradaban modern. Ketergantungan terhadap logam tersebut dinyatakan oleh penggunaannya dalam kehidupan manusia, mulai dari keperluan rumah, pertanian, permesinan, hingga alat transportasi. Beraneka jenis barang tambang bijih besi bernilai komersil di dunia dikenal terbentuk secara magmatik, penggantian (*replacement*), sedimentasi, residual dan ekshalasi gunung api.

Secara geologis, Indonesia mempunyai sumber daya mineral, termasuk bahan galian industri (salah satunya adalah Bijih besi). Pembentukan pegunungan, aktivitas magma pada gunung-gunung api serta proses sedimentasi yang telah berjalan dalam periode yang lama selalu disertai dengan proses evolusi geologi yang mengakibatkan terjadinya proses pembentukan bahan galian. Berbagai indikasi adanya proses tersebut banyak dijumpai di berbagai tempat di kepulauan Indonesia.

Di provinsi Sumatera Barat terdapat beberapa daerah yang memiliki cadangan besi yang cukup besar, salah satunya adalah kabupaten Pasaman Barat, tepatnya di daerah Rura Tomang Bocor Kecamatan Ranah Batahan dan di Poros Kecamatan Sungai Beremas terdapat deposit berupa batuan besi. Tapi kekayaan alam tersebut banyak yang belum diolah dan dimanfaatkan secara optimal. Selama

ini batuan besi ditambang dan dijual masih dalam bentuk mentah sehingga mempunyai nilai jual yang rendah. Untuk itu dibutuhkan pengolahan batuan besi sehingga diharapkan dari pengolahan tersebut dapat meningkatkan nilai jualnya.

Nilai batuan besi dapat kita tingkatkan dengan menjadikannya sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 . Riset yang dilakukan dalam pembuatan Fe_3O_4 nanopartikel umumnya menggunakan bahan sintesis untuk meningkatkan nilai ekonomis dari batuan besi. Penelitian tentang nanopartikel magnet membuka peluang yang sangat menjanjikan untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang khususnya dalam bidang biomedis dan teknologi perlindungan lingkungan. Di bidang biomedis, nanopartikel magnet digunakan antara lain untuk *treatment hyperthermia* untuk menyembuhkan penyakit tumor, *drug delivery system* sebagai *contrast agent* dalam diagnosa penyakit dengan menggunakan *magnetic resonance imaging* (MRI). Dalam bidang industri digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpan data dalam bentuk CD atau *hard disk*, pigmen warna (Takayanagi dkk, 2007).

Penelitian tentang nanopartikel magnetik tidak terlepas dari usaha untuk memperoleh ukuran dalam skala beberapa nanometer, untuk mendapatkan keunikan dari sifat material tersebut. Ukuran nanopartikel dapat dikontrol dengan penambahan polimer dan surfaktan. Salah satu polimer yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori tersebut adalah Polietilen Glikol (PEG).

Pada penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 dengan *template* PEG-4000. Polietilen glikol (PEG)-4000 termasuk surfaktan non

ionik. Sifatnya stabil, mudah bercampur dengan komponen-komponen lain, tidak beracun, dan tidak iritatif. PEG-4000 mempunyai berat molekul rata-rata 4000 g/mol dan derajat polimerisasi PEG-4000 adalah 68. Derajat polimerisasi menyatakan banyaknya panjang rantai yang terkandung dalam PEG.

Penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan PEG-4000 sebagai *template* terhadap distribusi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 . Selain itu, PEG juga berfungsi sebagai pembungkus partikel besi sehingga tidak terbentuk agregat, hal ini dikarenakan PEG terjebak pada permukaan partikel dan menutupi ion positif besi, dan diharapkan akan diperoleh hasil nanopartikel dengan bentuk bulatan yang seragam. Untuk hasil yang lebih baik dilakukan variasi terhadap konsentrasi penambahan PEG yang digunakan. Variasi penambahan PEG ini diharapkan dapat menghasilkan nanopartikel Fe_3O_4 dengan ukuran beberapa nanometer saja.

Metode yang akan digunakan adalah metode kopresipitasi. Metode ini dinilai lebih cocok karena sampel yang digunakan adalah bahan alam. Selain itu metoda ini lebih mudah untuk dilakukan karena bahan-bahan dan cara kerja yang digunakan lebih sederhana dibandingkan dengan metode lainnya.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dari batu besi yang berasal dari tambang bijih besi di daerah Poros, Kabupaten Pasaman Barat dengan ukuran partikel kecil sama dengan 100 nm berbahan dasar batuan besi, dan

menentukan pengaruh penambahan PEG-4000 terhadap distribusi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 tersebut.

1.3. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah mengembangkan penguasaan dalam bidang nanomaterial terutama dalam proses sintesis dan mekanisme nanopartikel magnetik. Disamping itu, penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi yang lebih lengkap tentang pengaruh penambahan PEG-4000 sebagai *template* terhadap distribusi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 , sehingga nantinya dapat dikembangkan dalam skala industri.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini ditekankan pada kajian distribusi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 akibat penambahan PEG-4000, dengan menggunakan karakterisasi *X-Ray Diffractometer (XRD)*, dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Pustaka

Nanopartikel magnetik telah menjadi material menarik yang dikembangkan karena sifatnya yang terkenal dan sangat potensial dalam aplikasinya di berbagai bidang, seperti *ferrofluid*, katalis, pigmen warna, dan diagnosa medik. Beberapa sifat nanopartikel magnetik ini bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, ketika ukuran suatu nanopartikel magnetik di bawah 10 nm, akan bersifat superparamagnetik pada temperatur ruang, artinya bahwa energi termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah nanopartikel tunggal. Karena itu, bagaimana mensintesis nanopartikel seragam dengan mengatur ukurannya menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nanopartikel (Aiguo dkk, 2008).

Bahan magnetik Fe_3O_4 telah luas dipelajari beberapa tahun terakhir dengan tujuan menyelidiki sifat magnetiknya yang menarik dan beberapa aplikasi yang potensial, khususnya untuk aplikasi biologi, dan aplikasi bidang medis. Penemuan baru menunjukkan bahwa Fe_3O_4 dapat dimanfaatkan sebagai material pada sistem pengangkutan obat-obatan atau *Drug Delivery System* (DDS), *Magnetik Resonance Imaging* (MRI), dan terapi kanker (Takayanagi dkk, 2007)

Nanopartikel Fe_3O_4 biasanya didapat dengan beberapa metode sintesis kimia, seperti kopresipitasi, *reverse micelle method*, sintesis *microwave plasma*, teknik sol –

gel, *freeze drying*, *ultrasound irradiation*, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, dan lain-lain. Karena itu, pada sebagian besar metode, ukuran dari produk sintesis berada di bawah 30 nm dan distribusi ukurannya hanya dapat dikontrol sampai beberapa nanometer (Aiguo dkk, 2008).

Di antara sekian metode sintesis tersebut, metode kopresipitasi yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dilakukan dan memerlukan suhu reaksi yang rendah (kecil dari 100 °C). Metode kopresipitasi merupakan proses kimia yang membawa suatu zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Teknik ini sering dipakai untuk memisahkan analit dari pengotornya.

Untuk sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi, perbandingan/rasio antara ion ferrous (Fe_2^+) dan ion ferric (Fe_3^+) dalam medium basa (alkali) sangat mempengaruhi hasil akhir sintesis. Efeknya meliputi rentang diameter ukuran partikel dan sifat magnetik yang dihasilkan. Telah dilaporkan bahwa valensi garam logam yang digunakan dalam sintesis memegang peranan penting dalam menentukan ukuran partikel. Dalam hal ini, ukuran nanopartikel Fe_3O_4 dengan variasi persentase molar ion ferrous terhadap jumlah total ion besinya dalam rentang 9 nm sampai 40 nm (Iida dkk, 2007).

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 Aldrich 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, Aldrich yang belum

disintesis dan Aldrich yang telah disintesis berturut-turut sebesar 46,3 emu/gram, 100,4 emu/gram, 54,6 emu/gram dan medan koersifitas (HC) sebesar $1,69 \times 10^{-2}$ Tesla, $2,94 \times 10^{-2}$ Tesla, $2,00 \times 10^{-2}$ Tesla.

Ukuran nanopartikel dapat dikontrol dengan penambahan polimer dan 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*. PEG yang ditambahkan berjumlah cukup besar agar bekerja sesuai dengan fungsinya, misalnya untuk PEG-1000 dengan variasi perbandingan volume 1 : 1, 1 : 2 dan 1 : 4. Ukuran nanopartikel optimum yang didapat adalah pada perbandingan 1 : 2 yaitu $6,53 \pm 1,282$ nm, nilai magnetisasi saturasi 38,0 emu/gr, medan koersivitas - 0,00985 tesla dan magnetisasi remanen 33,3 emu/gr (Perdana dkk, 2010).

2.2 Landasan Teori

2.2.1 Batuan Besi

Besi adalah logam yang berasal dari bijih besi (tambang) yang banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Besi juga mempunyai nilai ekonomis yang tinggi. Besi merupakan unsur paling banyak membentuk bumi. Biji besi terdiri atas oksigen dan atom besi yang berikatan bersama dalam molekul. Dalam tabel periodik, besi mempunyai simbol Fe dan nomor atom 26. Besi diperoleh dalam bentuk magnetit (Fe_3O_4), hematit (Fe_2O_3), goethit, limonit atau siderit. Bijih besi biasanya kaya akan besi oksida dan beragam dalam hal warna, dari kelabu tua, kuning muda, ungu tua, hingga merah karat.

Dari mineral-mineral bijih besi, magnetit adalah mineral dengan kandungan Fe paling tinggi, tetapi terdapat dalam jumlah kecil. Sementara hematit merupakan mineral bijih utama yang dibutuhkan dalam industri besi (Geoforworld.wordpress, 2007).

2.2.2 Sifat oksida besi

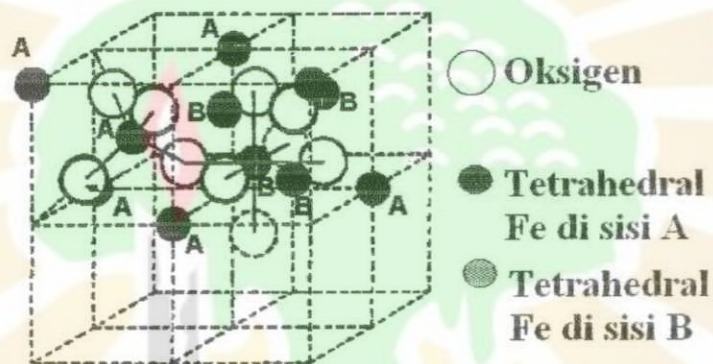
Besi memiliki beberapa sifat, yaitu:

1. Besi (II) oksida (FeO) atau oksida besi juga dikenal sebagai *wustite* dalam bentuk mineral. Bubuk oksida hitam ini dapat menyebabkan ledakan seperti mudah terbakar.
2. Besi (III) oksida (Fe_2O_3) atau oksida besi juga dikenal sebagai bijih besi (bentuk alfa) atau maghemite (bentuk gamma) dalam bentuk mineral. Sebagai bahan kimia industri ini umumnya disebut *rouge*. Setelah dimurnikan, besi oksida digunakan sebagai lapisan dalam media audio dan komputer. Dalam lingkungan yang kering atau alkali, besi oksida itu dapat menyebabkan pengpasifan dan menghambat karat, namun juga merupakan komponen utama karat.
3. Besi (II, III) oksida (Fe_3O_4) atau besi oksida besi juga dikenal sebagai magnetit atau magnet dalam bentuk mineral (RM Cornell, 2003).

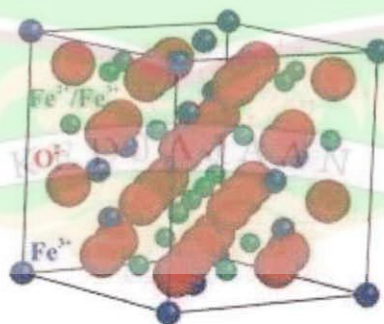
2.2.3 Material Nanomagnetik Fe_3O_4

Rumus kimia magnetit sering ditulis dalam bentuk $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ dimana satu bagian adalah wustite (FeO) dan bagian lainnya adalah hematit (Fe_2O_3).

Kristal magnetik Fe_3O_4 dengan struktur spinel dapat dilihat dari **Gambar 2.1**. Struktur tetrahedral: ion Fe dikelilingi oleh empat oksigen. Struktur oktahedral: ion Fe dikelilingi oleh enam ion Oksigen (Moskowitz,1991). Selain itu magnetik mempunyai struktur kristal spinel dengan unit sel kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe_2^+ dan ion Fe_3^+ dapat dilihat dari **Gambar 2.2**.

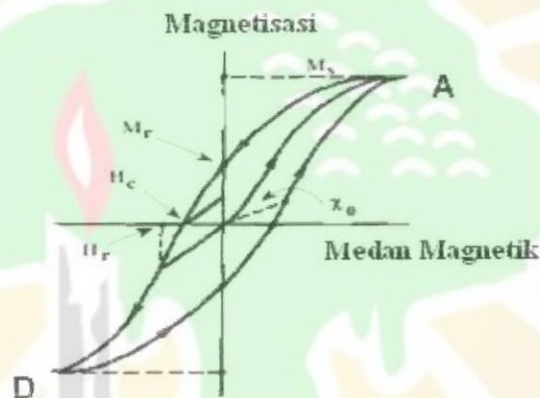


Gambar 2.1 Struktur spinel Fe_3O_4
(Sumber: Moskowitz,1991)



Gambar 2.2 Unit sel Fe_3O_4
(Sumber : Sholiha, 2010)

Proses magnetisasi bahan feromagnetik salah satunya dapat menggunakan medan dari luar (*external*). **Gambar 2.3** mengilustrasikan proses magnetisasi sebagai akibat peningkatan medan luar. Dimulai dari daerah asal, magnetisasi meningkat secara lambat pada permulaan, tetapi menjadi lebih cepat seiring dengan meningkatnya medan, dan bahkan magnetisasi menjadi jenuh (saturasi) pada titik A. Kurva Histeresis dari bahan feromagnetik dapat dilihat pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Kurva Histeresis bahan feromagnetik
(Sumber : Darminto ,2002)

Jika medan dikurangi, kurva baru tidak kembali ke kurva asal OA, tetapi melalui garis AD seperti yang ditunjukkan dalam **Gambar 2.3**. Bahkan jika medan dikurangi sampai nol, magnetisasi M diketahui sebagai “magnetisasi remanent”. Untuk menghilangkan magnetisasi ini diperlukan medan negatif $-H_c$, medan H berubah secara periodik, sehingga bentuk kurvanya menjadi penuh seperti dalam **Gambar 2.3** di atas. *Hysteresis* ini menyatakan hilangnya energi dalam sistem. Hilangnya energi ini sebanding dengan luas loop.

Pada kurva histeresis ada yang disebut remanensi (H_r). Remanensi adalah medan kebalikan, bila diterapkan dan kemudian dihapus, akan mengurangi remanensi saturasi ke nol. Nilai Histeresis suatu bahan tergantung pada ukuran butir, domain, stres, dan suhu.

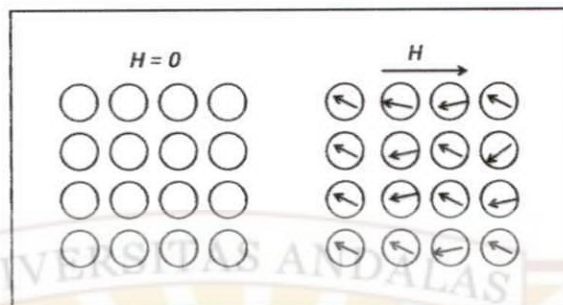
2.2.4 Sifat Magnet

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 resultan medan atomisnya bahan dapat dikelompokkan menjadi tiga golongan, yaitu bahan diamagnetik, bahan paramagnetik, dan bahan ferromagnetik.

1. Bahan Diamagnetik

Bahan diamagnetik terdiri atas atom-atom atau molekul-molekul yang tidak memiliki dipol magnet permanen. Jika bahan diamagnetik diberi medan magnet luar, maka elektron-elektron dalam atom akan berubah gerakannya sedemikian hingga menghasilkan resultan medan magnet atom yang arahnya berlawanan. Material yang termasuk dalam kelompok diamagnetik diantaranya: *bismuth, gold, silver, water, carbon dioxide, hydrogen, copper* (Griffiths, 1993).

Konfigurasi dipol atom material diamagnetik seperti pada **Gambar 2.4**.

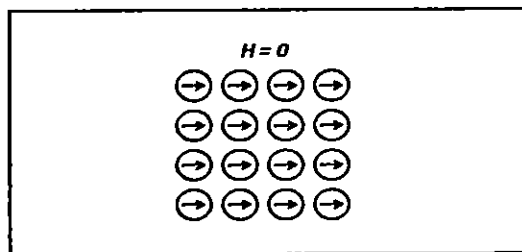


Gambar 2.4 Konfigurasi dipol atom material diamagnetik
(Sumber : Yunus, 2010)

Sifat diamagnetik bahan ditimbulkan oleh gerak orbital elektron sehingga semua bahan bersifat diamagnetik karena atomnya mempunyai elektron orbital dan hampir semua spin elektron berpasangan, akibatnya bahan ini tidak menarik garis gaya.

2. Bahan Paramagnetik

Bahan paramagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet masing-masing atom saling meniadakan disebabkan karena gerakan atom/molekulnya acak. Jika diberi medan magnet luar, maka elektron-elektron 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 material paramagnetik adalah oksigen, sodium, aluminium, tungsten, gadolinium, platinum, titanium (Griffiths, 1989).



Gambar 2.6 Momen dipol magnet bahan ferromagnetik
(Sumber : Yunus, 2010)

Material ferimagnetik atau biasa disebut ferit adalah bahan magnetik yang mempunyai sifat yang khas, yaitu keras, rapuh, dan tahan terhadap panas dan zat kimia, sehingga banyak digunakan dalam bidang elektronika. Ferit dapat termagnetisasi secara spontan dan bersifat paramagnetik untuk temperatur tertentu, yaitu temperatur transisi feromagnetik, yang biasa disebut dengan temperatur Curie. Temperatur tersebut tergantung pada bahan, temperatur Curie untuk Co, Fe, dan Ni masing-masing adalah 1388 °K, 1043 °K dan 627°K (Kittel, 1996).

2.2.5 Polietilen Glikol (PEG)

Polietilen glikol (PEG) adalah salah satu polimer dan surfaktan yang banyak digunakan dalam industri pangan, kosmetik, dan farmasi. 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.

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.

Ada dua metode pembentukan nanopartikel menggunakan surfaktan, yaitu:

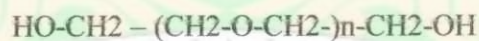
1. *Effective selective surfactant adhesion*

Penyusun partikel membentuk bidang kristal dan surfaktan mengontrol pertumbuhan partikel tersebut.

2. *Micell Template*

Surfaktan membentuk cetakan bola atau silinder dimana atom-atom tersusun dalam cetakan tersebut dan surfaktan mengontrol pertumbuhan partikel tersebut.

Pada PEG metode pembentukan nanopartikel yaitu *Micell template*, dimana PEG membentuk cetakan bola dan mengontrol pertumbuhan partikel. Angka-angka yang sering termasuk dalam nama-nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata mereka, misalnya, PEG dengan $n = 23$ akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 1000 g/mol dan akan diberi label PEG 1000. Struktur dari PEG sendiri dapat dilihat pada **Gambar 2.7**.



Gambar 2.7 Struktur Polietilen Glikol (PEG)
(Sumber: Gao,1993)

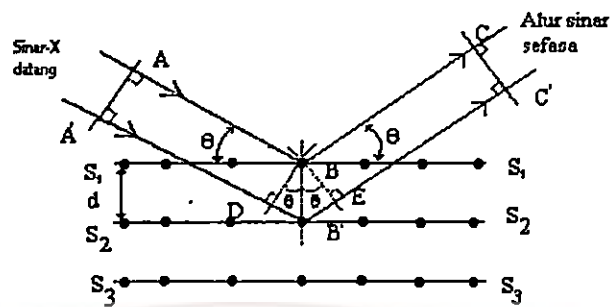
2.2.6 Karakterisasi Nanopartikel Fe₃O₄

1. X-Ray Diffractometer (XRD)

Sinar-X akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. Bila berkas elektron menjerami suatu kristal, maka sinar-X yang terbentuk akan dihamburkan. Panjang gelombang hamburan ini keluar dari seluruh atom dalam sampel dan interferensi dari radiasi hamburan yang berasal atom-atom yang berbeda menyebabkan intensitas yang berbeda.

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.

Sinar-X yang dipantulkan, dibiaskan dan diteruskan apabila melalui suatu bahan. Garis-garis $S_1 S_1$, $S_2 S_2$ dan $S_3 S_3$ seperti Gambar 2.8, mewakili bidang-bidang atom yang sejajar dengan permukaan kristal dan dipisah satu sama lain pada jarak d . Garis-garis AB dan A'B' mewakili lintasan alur sinar-X pada panjang gelombang yang menuju ke bidang-bidang kristal pada sudut θ terhadap bidang dan masing-masing dipantulkan dalam arah BC dan B' C'. Supaya gelombang dari B' dapat menguatkan gelombang yang dipantulkan dari B di C C', kedua-dua gelombang mesti sefasa. Dengan kata lain, beda lintasan antara gelombang A'B'C' terhadap gelombang ABC mestilah merupakan kelipatan bulat panjang gelombang sinar-X itu.



Gambar 2.8 Metoda Difraksi Sinar-X
(Sumber: Haliday dan Resnick, 1996)

Dasarnya hukum Bragg yang ditulis secara matematis oleh persamaan:

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

dengan :

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

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar bidang

θ = sudut datang terhadap bidang Bragg

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

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.

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

dengan:

D = adalah diameter (ukuran kristal),

λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan,

θ_B = adalah 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)

Bentuk morfologi permukaan sampel dapat dilihat dengan menggunakan 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 terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

1. Pistol elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah

melepas elektron misal tungsten.

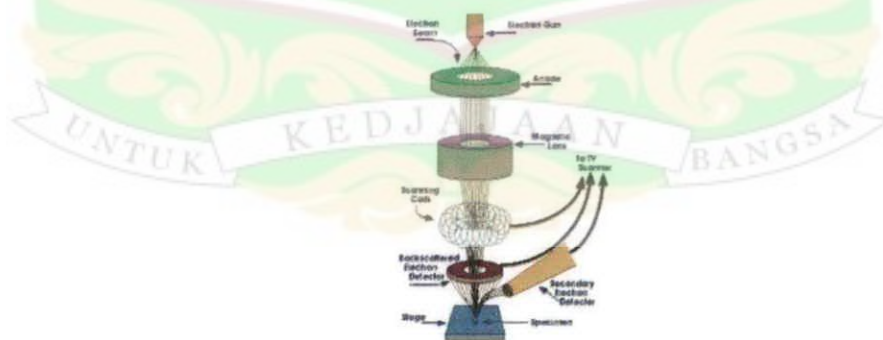
2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.

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

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron 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 (CRT).

Secara lengkap skema SEM dijelaskan oleh Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Skema kerja SEM
(sumber: iastate.edu)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. WAKTU DAN LOKASI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika FMIPA dan Laboratorium Material Jurusan Teknik Sipil Universitas Andalas mulai dari bulan Februari 2011 sampai dengan September 2011. Proses sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dilakukan di Laboratorium Fisika Material Universitas Andalas. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Pertambangan ITB dan karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter Bandung.

3.2. ALAT DAN BAHAN PENELITIAN

3.2.1 Peralatan :

1. Kertas saring wathman 40 untuk menyaring larutan.
2. Gelas kimia sebagai tempat larutan yang akan di aduk.
3. Ayakan 200 mesh untuk mendapatkan sampel ukuran lebih kurang 74 μm .
4. *Furnace* Advantec KL-600, untuk mengeringkan sampel.
5. *Magnetic Stirrer* C-MAG HS 7 untuk mengaduk larutan.
6. *Alumina Crucible* digunakan sebagai wadah saat dipanaskan kedalam *furnace*.
7. Penggerus *Los Angeles* (LA) untuk penggerusan batuan besi.
8. Gelas ukur digunakan untuk mengukur larutan.

9. Palu digunakan untuk memecah batuan menjadi bagian-bagian kecil.
10. Timbangan digital PGW 2502i, sebagai alat untuk mengukur massa dari bahan yang digunakan dalam penelitian ini.
11. Pipet tetes digunakan untuk mengambil bahan berbentuk larutan dalam jumlah yang kecil.
12. Spatula adalah alat yang berbentuk sendok kecil, pipih dan bertangkai yang digunakan sebagai alat pengambil bahan berbentuk padatan atau serbuk.
13. Magnet permanen berbentuk bulat untuk memisahkan hasil ayakan batuan besi.

3.2.2 Bahan:

1. Batuan besi dari Poros
2. Poliethilen Glikol (PEG-4000) PT. Brataco, Indonesia sebagai *template*
3. 25 ml Ammonium Hidroksida (NH_4OH) 6 M
4. 20 ml Asam Klorida (HCl) 12 M
5. Aquades
6. Alkohol 70% sebanyak 100 ml, untuk membersihkan alat-alat yang digunakan.

3.3. PROSEDUR KERJA

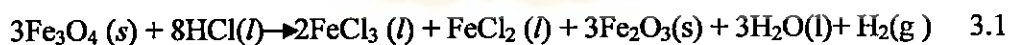
3.3.1 Destruksi Batuan Besi

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 dengan menggunakan palu agar lebih mudah dalam proses penggerusan. Penggerusan ini dilakukan dengan menggunakan alat *Los Angeles* (LA). Gambar alat penggerus *Los Angeles* (LA) dapat dilihat pada Lampiran 3. Sampel yang kecil diletakkan ke dalam alat lalu diputar sebanyak 300 kali putaran. Sampel yang sudah menjadi serbuk diayak dengan menggunakan ayakan berukuran 200 mesh. Ayakan 200 mesh dapat dilihat pada Lampiran 3. Hasil ayakan tersebut dipisahkan menggunakan magnet permanen.

3.3.2 Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄

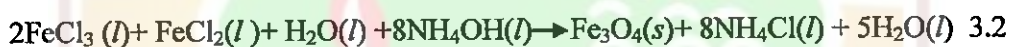
a. Melarutkan Besi

Serbuk Fe₃O₄ sebanyak 10 gram dilarutkan dalam HCl (12 M) sebanyak 20 ml pada suhu 90 °C dan diaduk sekitar 60 menit dengan *magnetic stirrer*. Adapun persamaan reaksinya dapat dilihat pada persamaan 3.1



b. Mengendapkan Filtrat

Setelah larutan terbentuk, dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring. Hasil dari larutan yang telah disaring tadi berupa filtrat. Untuk mengendapkan filtrat ditambahkan NH_4OH sebanyak 25 ml dan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan. Endapan Fe_3O_4 yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan menggunakan aquades 3 kali agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih. Persamaan reaksinya dapat dilihat pada persamaan 3.2:



c. Pembuatan Nanopartikel Fe_3O_4

PEG-4000 yang berbentuk padatan, dipanaskan dan dilelehkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$. PEG-4000 yang sudah mencair kemudian ditambahkan dalam endapan Fe_3O_4 yang telah bersih dengan variasi perbandingan massa 1 : 3, 1 : 4, dan 1 : 5, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Untuk mendapatkan serbuk nanopartikel Fe_3O_4 , endapan dikeringkan dalam *furnace* pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam yang kemudian dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *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. Sampel berupa powder yang dianalisa dengan teknik difraksi

sinar-X menggunakan monokromator grafit radiasi Cu K α . Dengan analisis XRD dapat diketahui derajat kristalinitas, ukuran dan refleksi kristal serta derajat orientasinya.

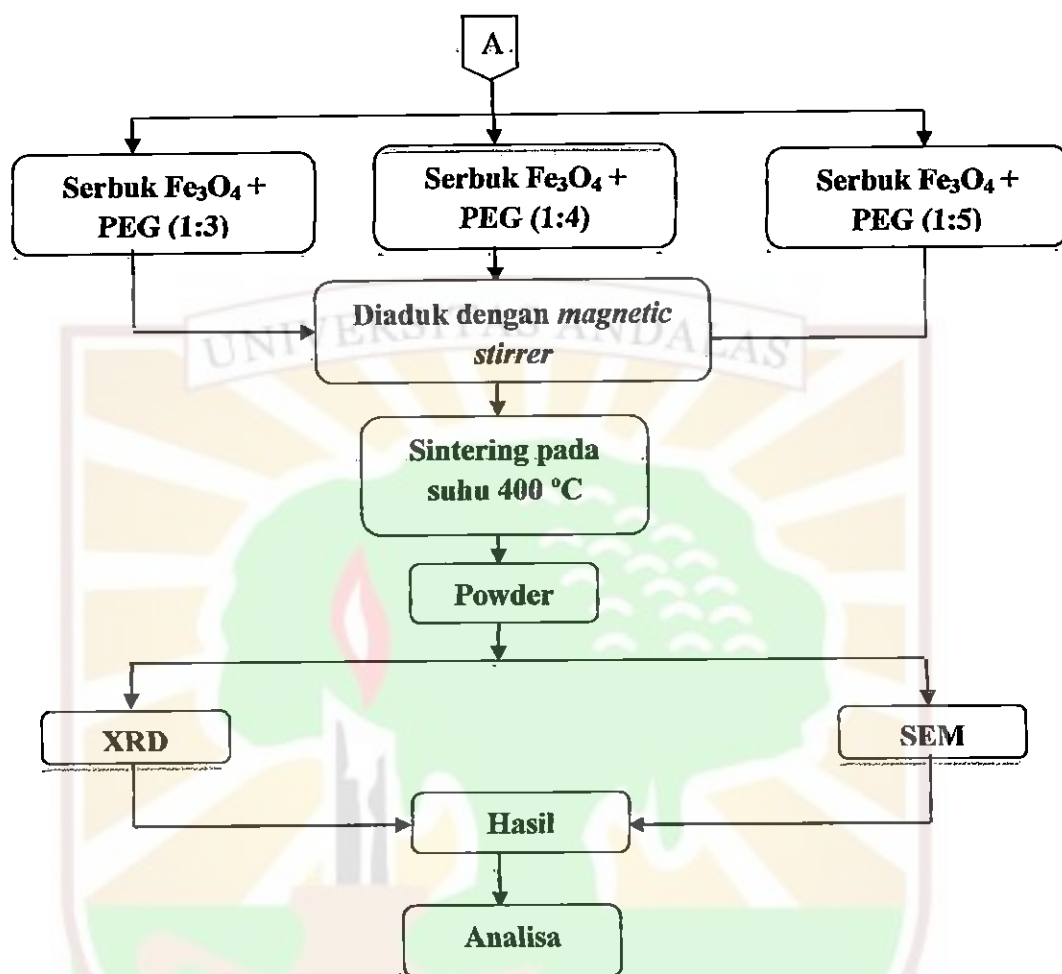
2. Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi menggunakan peralatan SEM dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter Bandung. 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

Diagram alir tahapan penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.2.





Gambar 3.2 Diagram Alir Tahapan Penelitian

BAB IV

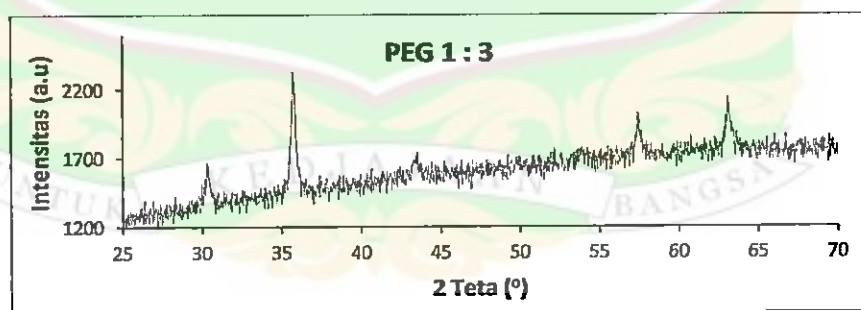
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan proses sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan variasi penambahan PEG-4000 untuk menentukan pengaruh penambahan PEG-4000 terhadap distribusi ukuran nanopartikel Fe_3O_4 tersebut. Metode yang dilakukan dalam percobaan ini adalah metoda kopresipitasi. Pada percobaan ini dilakukan beberapa karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

4.1 Analisis XRD

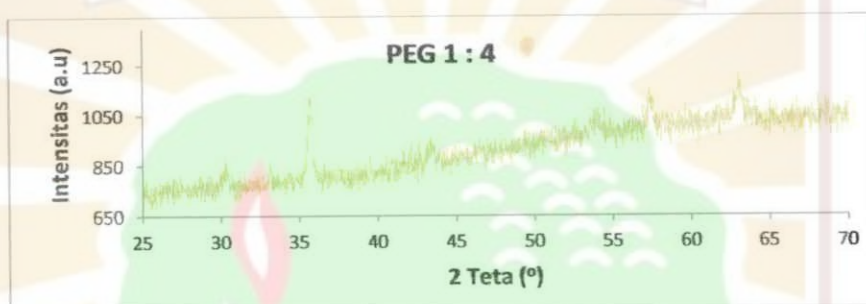
Pengujian XRD digunakan sebagai karakterisasi pertama yang dilakukan untuk mengetahui fasa apa yang terkandung dalam sampel serbuk hasil sintesis dengan metode kopresipitasi.

Gambar 4.1 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel untuk kristal Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 3 pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$.



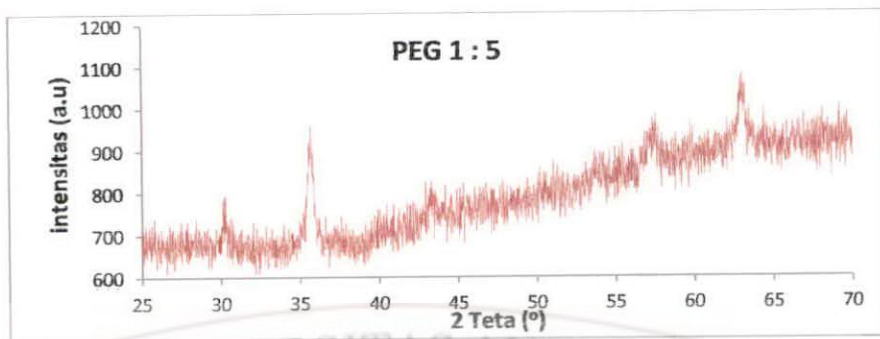
Gambar 4.1 Pola difraksi sinar- X dari sampel dengan penambahan PEG-4000 1 : 3

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel untuk kristal Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 4 pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa terbentuk puncak yang semakin lebar dibandingkan dengan penambahan PEG-4000 1 : 3. Artinya, dengan bertambahnya variasi perbandingan penambahan volume PEG-4000 mengindikasikan ukuran kristalnya semakin kecil.



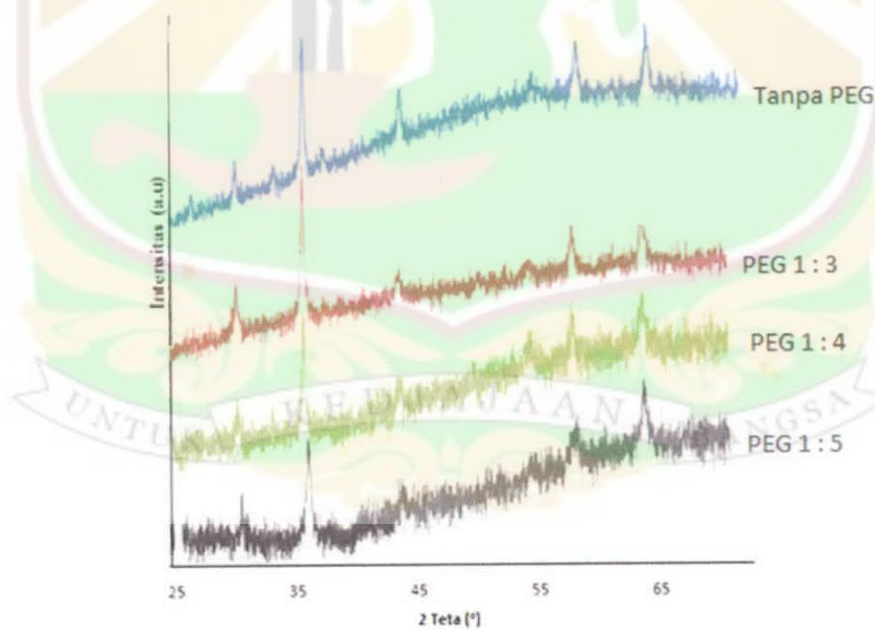
Gambar 4.2 Pola difraksi sinar- X dari sampel dengan penambahan PEG-4000 1 : 4

Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel untuk kristal Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 5 pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa terbentuk puncak yang semakin lebar dibandingkan dengan penambahan PEG-4000 1 : 4. Dengan bertambahnya variasi perbandingan penambahan konsentrasi volume PEG-4000 mengindikasikan ukuran kristalnya semakin kecil.



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan penambahan PEG-4000 1 : 5

Pada **Gambar 4.4** dapat dilihat pola difraksi sinar-X sampel Fe_3O_4 dengan *template* PEG-4000 dan Fe_3O_4 tanpa *template* PEG-4000 . Pada **Gambar 4. 4** juga terlihat perbandingan puncak-puncak antara sampel Fe_3O_4 tanpa PEG dan dengan variasi penambahan PEG.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar- X dari Fe_3O_4 dengan *template* PEG-4000

Hasil XRD pada **Gambar 4.4** memperlihatkan bahwa terdapat fasa Fe_3O_4 dan tidak ditemukan fasa lain. Nomor Tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi yang didapat dari hasil eksperimen adalah data JCPDS 79-0419 (Lampiran 1). Semua puncak pola difraksi untuk sampel tersebut teridentifikasi sebagai fasa Fe_3O_4 berstruktur kubik dengan konstanta kisi $a = b = c = 8,396 \text{ \AA}$, yang mendekati data ICSD No. 065341.

Berdasarkan pola XRD pada **Gambar 4.4** terlihat bahwa lebar puncak intensitas maksimum semakin lebar dengan bertambahnya konsentrasi PEG. Hal ini mengindikasikan bahwa ukuran kristal dari sampel tersebut semakin kecil. Pada Fe_3O_4 tanpa PEG (Noraida,2011) terlihat bahwa intensitasnya tinggi dengan lebar puncak pola difraksi yang sempit, ini mengindikasikan bahwa ukuran kristal dari sampel tersebut masih besar. Pada PEG 1 : 3 tidak terlalu terlihat pengaruh penambahan PEG pada ukuran kristal Fe_3O_4 , hal ini dikarenakan jumlah PEG yang digunakan masih sedikit. PEG yang digunakan harus banyak agar terlihat pengaruhnya pada Fe_3O_4 .

Secara kuantitatif, ukuran kristal tersebut dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer seperti pada persamaan 2.2 yaitu:

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

Dengan memasukkan data-data yang ada, seperti pada sampel dengan penambahan PEG 1 : 3 sebagai berikut:

Intensitas puncak tertinggi = 734

FWHM = 0,080

k = 0,9

$$\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$$

$$\theta_B = 35,680$$

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

$$= \frac{1}{2}(0,080) = 0,04^\circ$$

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

$$= \frac{0,04^\circ \times 3,14}{180} = 6,977 \times 10^{-4} \text{ rad}$$

Sehingga dapat ditentukan ukuran kristal (D) dengan menggunakan persamaan

2.2.

$$D = \frac{0,9 \times 1,54 \text{ \AA}}{6,977 \times 10^{-4} \text{ rad} \times \cos\left(\frac{35,680}{2}\right)}$$

$$D = \frac{1,386 \text{ \AA}}{6,977 \times 10^{-4} \text{ rad} \times (0,9519)}$$

$$D = \frac{1,386 \text{ \AA}}{6,641 \times 10^{-4}} = 2086,9 \text{ \AA} = 208,6 \text{ nm}$$

Dengan menggunakan cara yang sama untuk penambahan PEG 1 : 4 dan 1 : 5, maka diperoleh ukuran kristal untuk semua sampel seperti yang ditunjukkan oleh Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Ukuran kristal masing-masing sampel

Sampel	Ukuran kristal (nm)
Fe ₃ O ₄ dengan PEG 1: 3	208,6
Fe ₃ O ₄ dengan PEG 1: 4	69,6
Fe ₃ O ₄ dengan PEG 1: 5	60,6

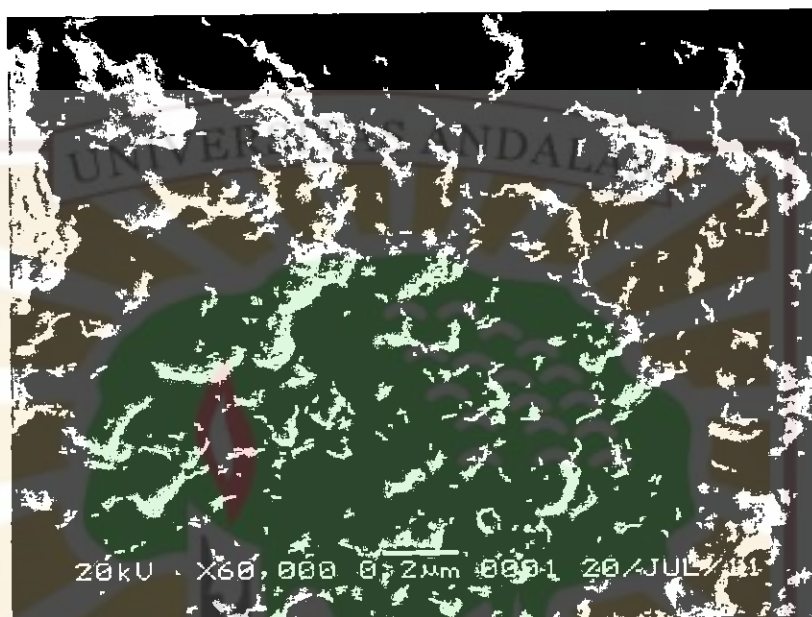
Berdasarkan Tabel 4.1, terbukti bahwa lebar puncak difraksi sinar $-X$ tersebut menggambarkan ukuran dari kristal. Semakin tinggi konsentrasi PEG yang digunakan, maka semakin kecil ukuran kristal Fe₃O₄. Hal ini disebabkan karena PEG-4000 tersebut mengelilingi permukaan partikel Fe₃O₄ sehingga dapat menghambat pertumbuhan kristalnya. Semakin banyak permukaan partikel Fe₃O₄ yang dilingkupi PEG, maka semakin kecil ukuran kristalnya.

4.2 Analisis Bentuk Morfologi Permukaan Sampel

Bentuk morfologi permukaan sampel yang diteliti dapat dilihat dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan perbesaran 60.000 kali. Hasil SEM menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk mempunyai bentuk morfologi yang sama yaitu bulat (*spherical*). Hal ini sama dengan hasil penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Perdana, dkk (2010) yang berbentuk bulat. Hal ini mungkin disebabkan seluruh permukaan nanopartikel Fe₃O₄ terlapisi sempurna oleh PEG-4000, sehingga pertumbuhannya terbatas ke segala arah, meskipun masih terdapat partikel yang menggumpal.

Morfologi partikel Fe₃O₄ dengan variasi penambahan PEG-4000 1 : 3 pada suhu 400 °C ditunjukkan oleh Gambar 4.5. Pada Fe₃O₄ yang telah ditambahkan

PEG sudah terbentuk nanopartikel yang ukurannya cukup seragam. Distribusi ukuran partikel dari sampel PEG 1 : 3 berkisar antara 208-222 nm, dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran sebesar 213 nm.

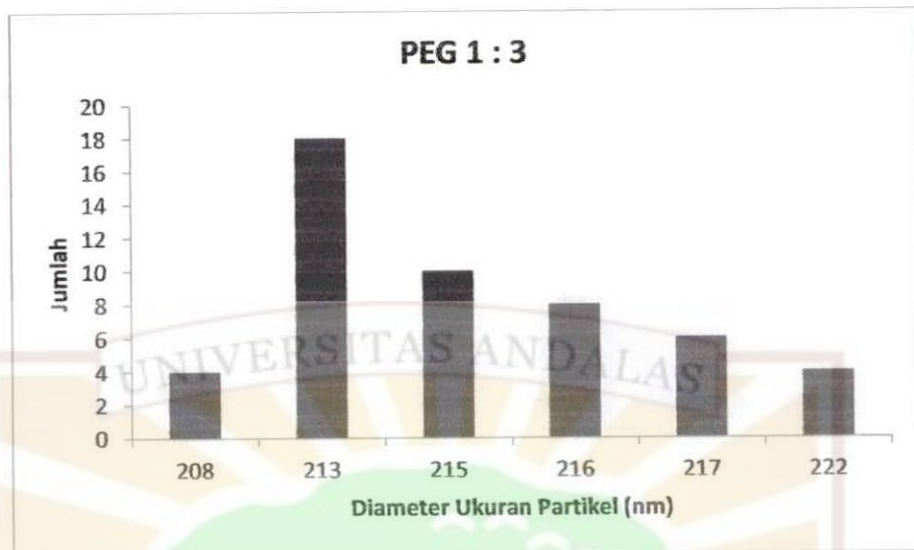


Gambar 4.5 Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan PEG-4000 1 : 3

Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan *template* PEG-4000 1 : 3 dapat dilihat pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.6.

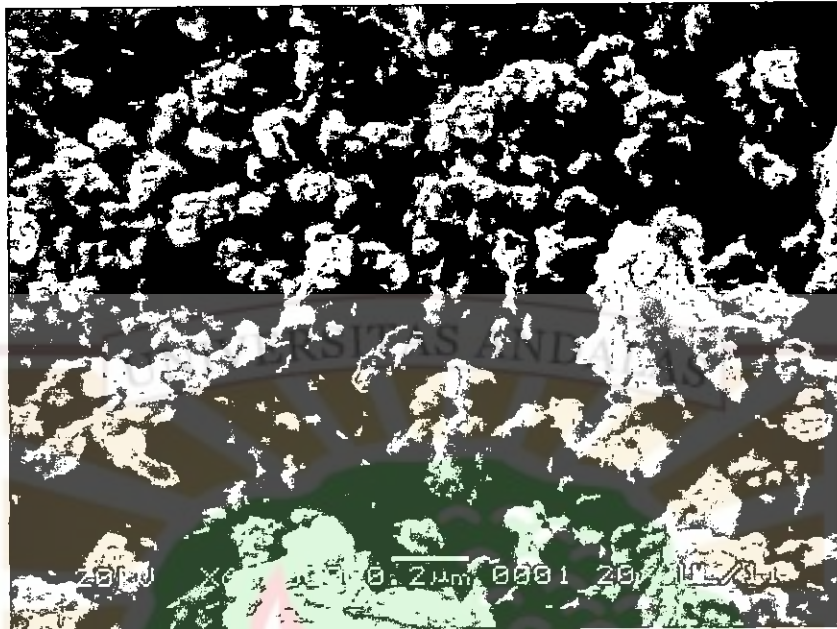
Tabel 4.2 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 3

Diameter partikel (nm)	Jumlah
208	4
213	18
215	10
216	8
217	6
222	4



Gambar 4.6 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan variasi penambahan PEG-4000 1 : 3

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 4 pada suhu sintering $400\text{ }^\circ\text{C}$ ditunjukkan oleh **Gambar 4.7**. Pada Fe_3O_4 yang telah ditambahkan PEG - 4000 1 : 4 sudah terbentuk nanopartikel yang ukurannya cukup seragam dan ukurannya lebih kecil daripada ukuran nanopartikel Fe_3O_4 pada perbandingan 1 : 3. Diameter ukuran partikel dari sampel PEG 1 : 4 berkisar antara 70-80 nm, dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran sebesar 73 nm.

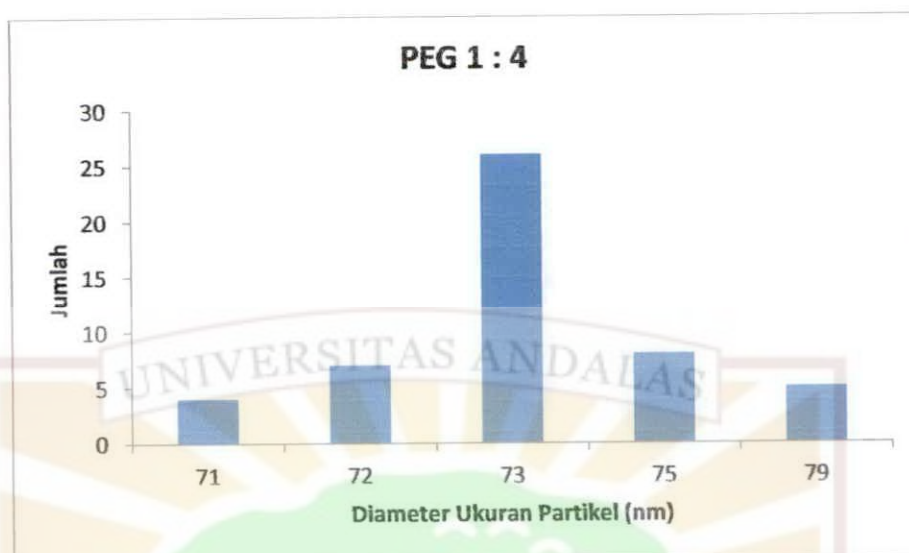


Gambar 4.7 Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 4

Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan *template* PEG-4000 1 : 4 dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.8.

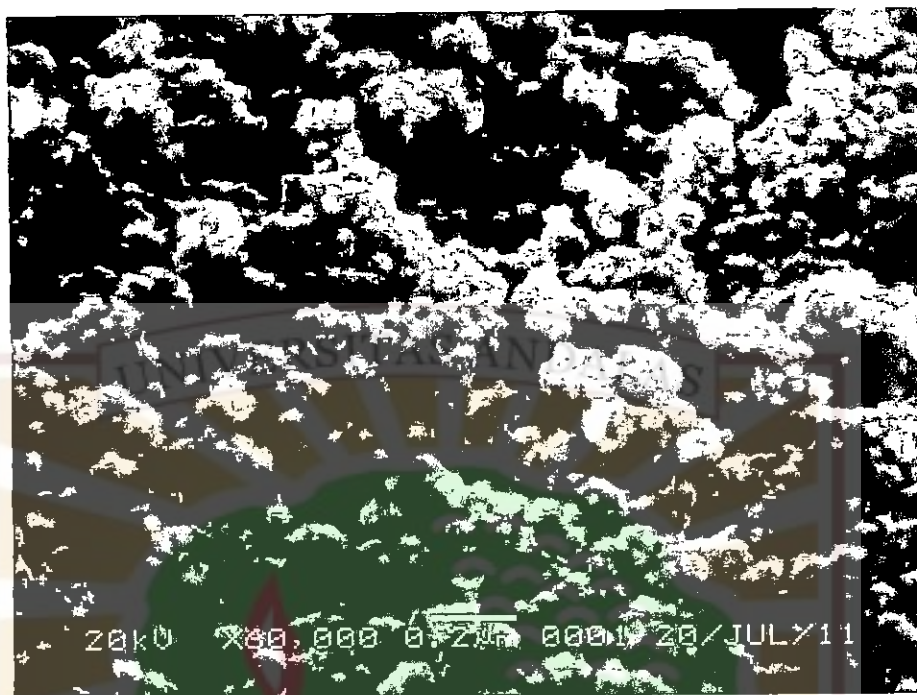
Tabel 4.3 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan variasi penambahan PEG-4000 1 : 4

Diameter partikel (nm)	Jumlah
71	4
72	7
73	26
75	8
79	5



Gambar 4.8 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 4

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 5 pada suhu sintering 400°C ditunjukkan oleh **Gambar 4.9**. Pada Fe_3O_4 yang telah ditambahkan PEG - 4000 1 : 5 sudah terbentuk nanopartikel yang ukurannya cukup seragam dan ukurannya lebih kecil daripada ukuran nanopartikel Fe_3O_4 pada perbandingan 1 : 4. Diameter ukuran partikel dari sampel PEG 1 : 5 berkisar antara 60-66 nm, dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran sebesar 63 nm.

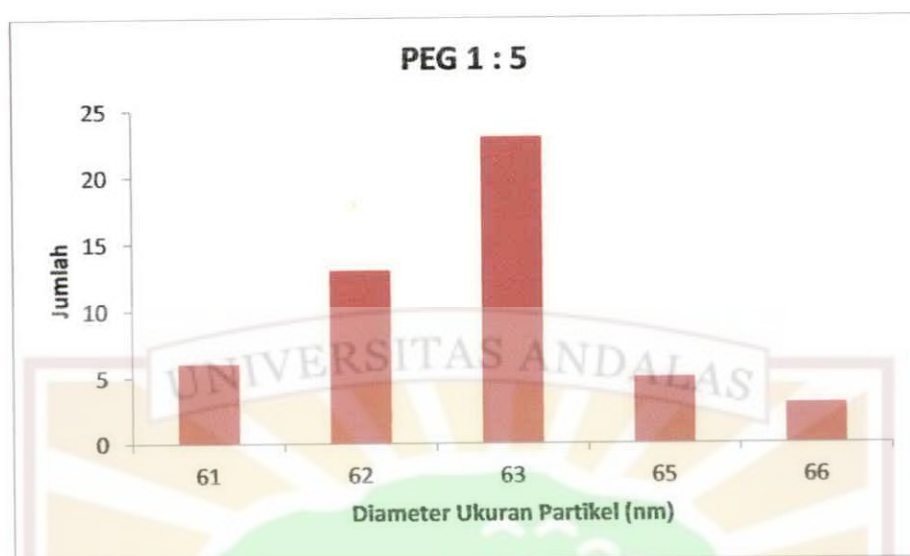


Gambar 4.9 Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 5

Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan *template* PEG-4000 1 : 5 dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.10.

Tabel 4.4 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 Dengan Variasi Penambahan PEG-4000 1 : 5

Diameter partikel (nm)	Jumlah
61	6
62	13
63	23
65	5
66	3



Gambar 4.10 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 1 : 5

Hasil dari karakterisasi SEM dan XRD secara keseluruhan dapat dilihat pada Tabel 4.5.

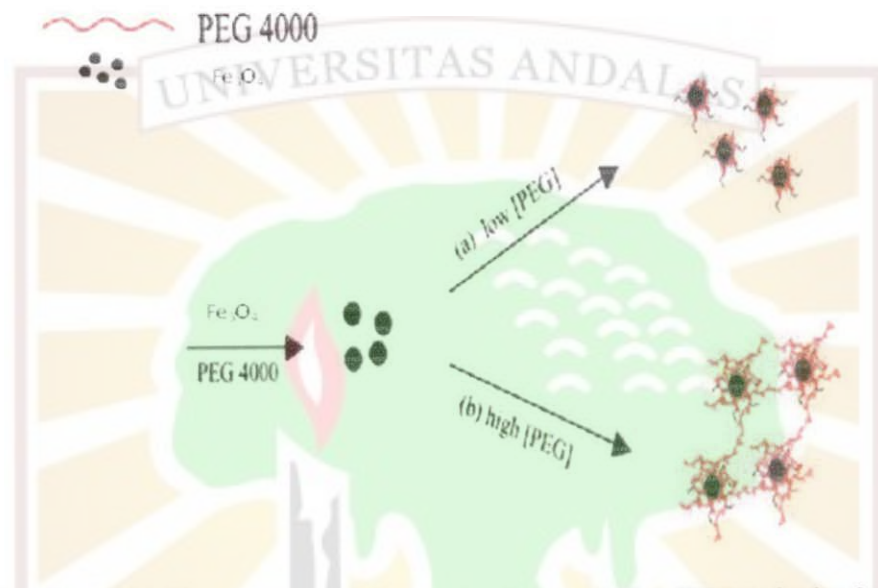
Tabel 4.5 Data ukuran partikel dan ukuran kristal Fe_3O_4 hasil SEM dan XRD

No	Sampel	Ukuran Partikel dengan SEM (nm)	Ukuran Kristal dengan XRD (nm)
1	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 3	213	208,6
2	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 4	73	69,6
3	Fe_3O_4 dengan PEG 1 : 5	63	60,6

Berdasarkan **Tabel 4.5**, dapat dilihat bahwa diameter ukuran kristal maupun ukuran partikel menurun dengan penambahan jumlah PEG-4000. Hal ini disebabkan oleh PEG-4000 berfungsi sebagai *template* sehingga dapat menghambat pertumbuhan ukuran kristal maupun pertumbuhan partikel. Semakin

banyak jumlah PEG yang digunakan, maka semakin besar kemungkinan rantai-rantai PEG melingkupi partikel Fe_3O_4 .

Pengaruh konsentrasi PEG terhadap bentuk morfologi nanopartikel Fe_3O_4 dapat dilihat pada **Gambar 4.11**.



Gambar 4.11 Skema pengaruh konsentrasi penambahan PEG terhadap bentuk morfologi permukaan nanopartikel Fe_3O_4
(Sumber: Wang, 2009)

Dari **Gambar 4.11** terlihat semakin banyak konsentrasi PEG yang kita gunakan, maka semakin banyak pula rantai-rantai PEG melingkupi permukaan nanopartikel Fe_3O_4 sehingga dapat menghambat pertumbuhan partikel dan ukuran kristalnya karena ruang gerak yang terhalang oleh PEG sehingga menyebabkan penyebaran ukuran partikel lebih seragam dan ukuran partikel yang didapat semakin kecil.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

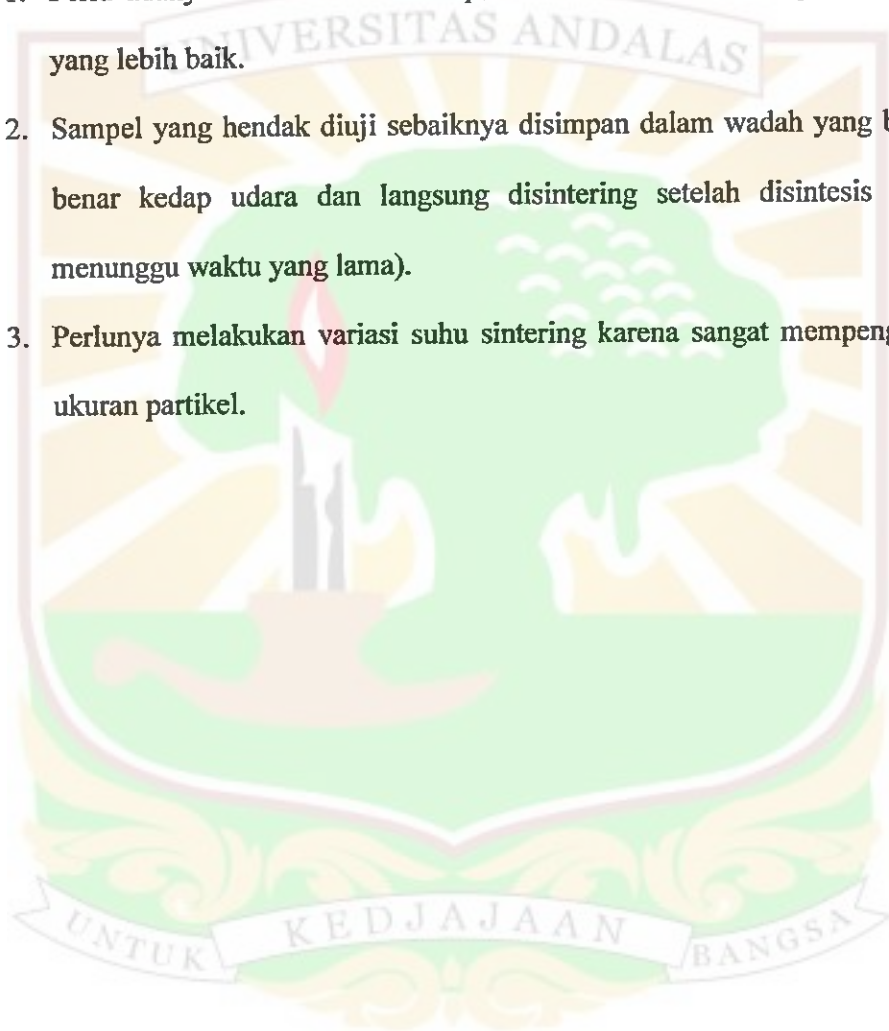
Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dengan melihat pengaruh penambahan PEG-4000 terhadap struktur kristal Fe_3O_4 maka, didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Nanopartikel Fe_3O_4 dari batu besi yang berasal dari tambang bijih besi di daerah Poros, Kabupaten Pasaman Barat berhasil disintesis dengan ukuran partikel kecil dari 100 nm.
2. Konsentrasi PEG sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 , dimana semakin tinggi konsentrasi PEG, maka semakin kecil ukuran partikel. Dari hasil penelitian ini diperoleh ukuran partikel terkecil, yaitu 63 nm dengan ukuran kristal 60,6 nm dengan konsentrasi penambahan PEG 1 : 5 pada suhu sintering 400 °C selama dua jam.
3. Hasil SEM menunjukkan bahwa sampel Fe_3O_4 telah membentuk fasa yang homogen dimana partikel berbentuk bulat, serta tidak ada unsur lain yang ikut bercampur.
4. Berdasarkan hasil yang diperoleh, maka batuan besi ini sangat berpotensi untuk dijadikan alternatif lain dalam mengembangkan material nanomagnetik.

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:

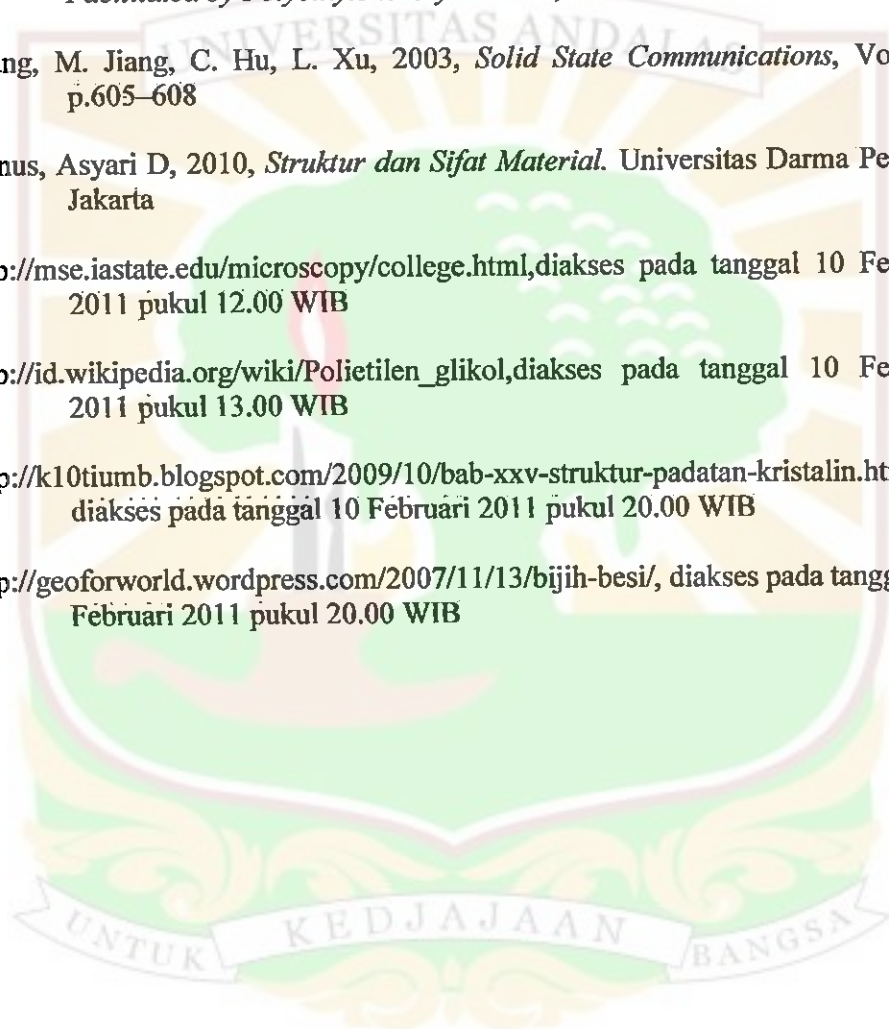
1. Perlu adanya kecermatan dalam proses sintesis untuk memperoleh hasil yang lebih baik.
2. Sampel yang hendak diuji sebaiknya disimpan dalam wadah yang benar-benar kedap udara dan langsung disintering setelah disintesis (tidak menunggu waktu yang lama).
3. Perlunya melakukan variasi suhu sintering karena sangat mempengaruhi ukuran partikel.



DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Aiguo, Yan, 2008, *Solvothermal Synthesis And Characterization Of Size-Controlled Fe₃O₄ Nanoparticles*, *Journal Alloys and Compound Volume 458, Issues 1-2, 30 June 2008, Pages 487-491*
- Cornell, RM, dkk, 2003, *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. Wiley VCH
- Darminto, dkk, 2002, *Fisika Zat Padat II*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya
- Dewi, E.L., 2009, *Pengembangan Nanokatalis dan Nanokomposit Material dalam Energi Alternatif Polymer Electrolyte Fuel Cell (online)*, <http://suhendraiskandar.blogspot.com/2010/11/nanokatalis-sebagai-pengganti-katalis.html>, diakses pada tanggal 10 Maret 2011 pukul 11.16 WIB
- Gao, Kuixiong, 1993, *Polyethylene glycol as an embedment for microscopy and histochemistry*. CRC Press. Page.1-10
- Griffiths, David J., 1989, *Introduction to Electrodynamics*, Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey
- Iida H, K. Takayanagi, T. Nakanishi, T. Osaka, 2007, *Journal of Colloid and Interface Science* 314:274–280
- Kittle, C, 1996, *Introduction to Solid State Physics, 7th*, John Wiley and Sons, New York, USA
- Moskowitz, Bruce M, 1991, *Classes of Magnetic Materials*. http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2_m_b/hg2m_b.html
- Noraida, 2011, *Karakterisasi Sifat magnetic Batuan Besi di Kabupaten Pasaman barat Sumatera Barat*. Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika. Universitas Andalas. Padang
- Perdana, F.A., Baqiya, M.A., Mashuri., Triwikantoro., dan Darminto, 2010, *Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dengan Tempalate PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetiknya*. *Jurnal Material dan Energi Indonesia* Vol.1, No.01 (2011) 1-6
- 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

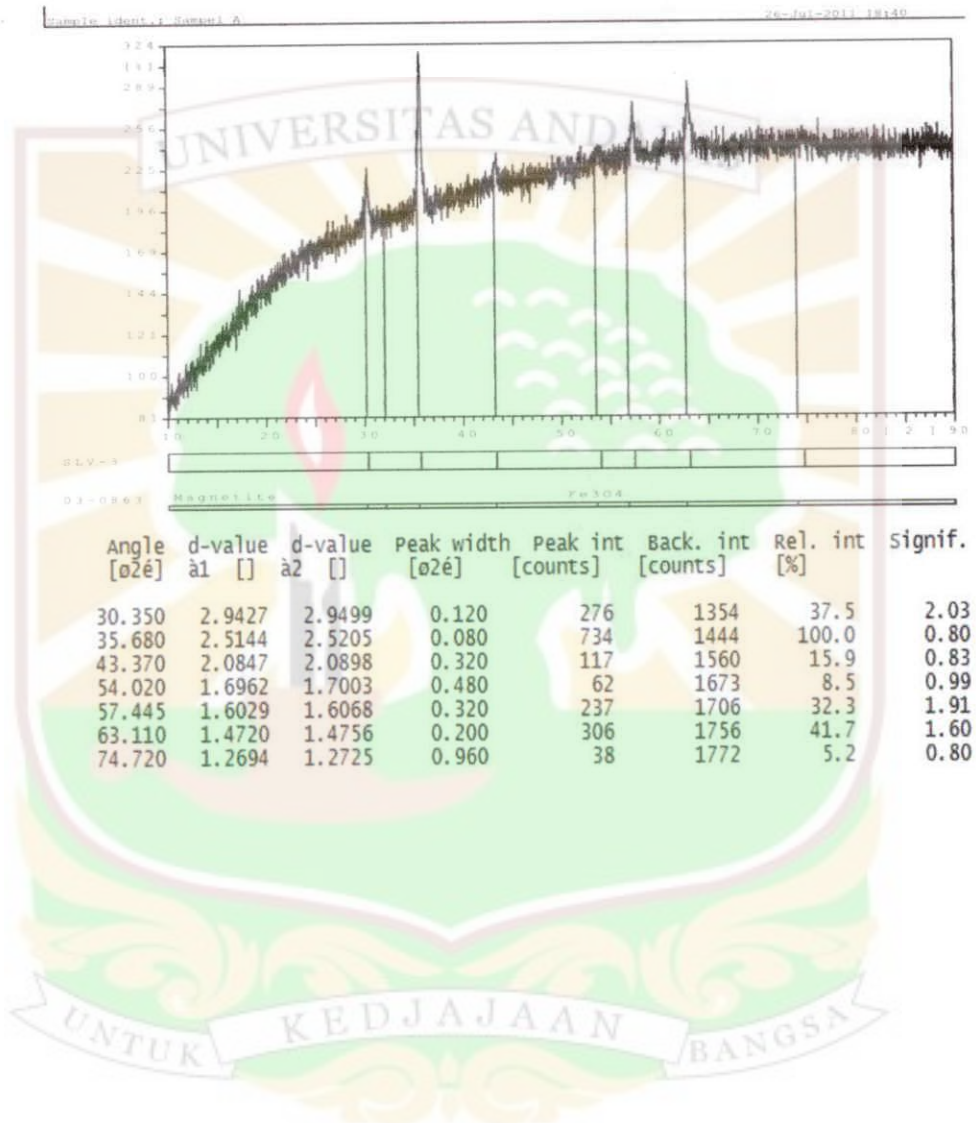
- Takayanagi, dkk. 2007. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol.314, Page.274–280.
- Taufiq, Ahmad dkk, 2008, *Sintesis Partikel Nano $Fe_{3-x} Mn_x O_4$ Berbasis Pasir Besi dan karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya*, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi volume 1*
- Wang, Li-Li, 2009, *Preparation of Fe_3O_4 Spherical Nanoporous Particles Facilitated by Polyethylene Glycol 4000*, Vol.4: 1439-1446
- Wang, M. Jiang, C. Hu, L. Xu, 2003, *Solid State Communications*, Vol.127, p.605–608
- Yunus, Asyari D, 2010, *Struktur dan Sifat Material*. Universitas Darma Persada. Jakarta
- <http://mse.iastate.edu/microscopy/college.html>, diakses pada tanggal 10 Februari 2011 pukul 12.00 WIB
- http://id.wikipedia.org/wiki/Polietilen_glikol, diakses pada tanggal 10 Februari 2011 pukul 13.00 WIB
- <http://k10tiumb.blogspot.com/2009/10/bab-xxv-struktur-padatan-kristalin.html>, diakses pada tanggal 10 Februari 2011 pukul 20.00 WIB
- <http://geoforworld.wordpress.com/2007/11/13/bijih-besi/>, diakses pada tanggal 10 Februari 2011 pukul 20.00 WIB



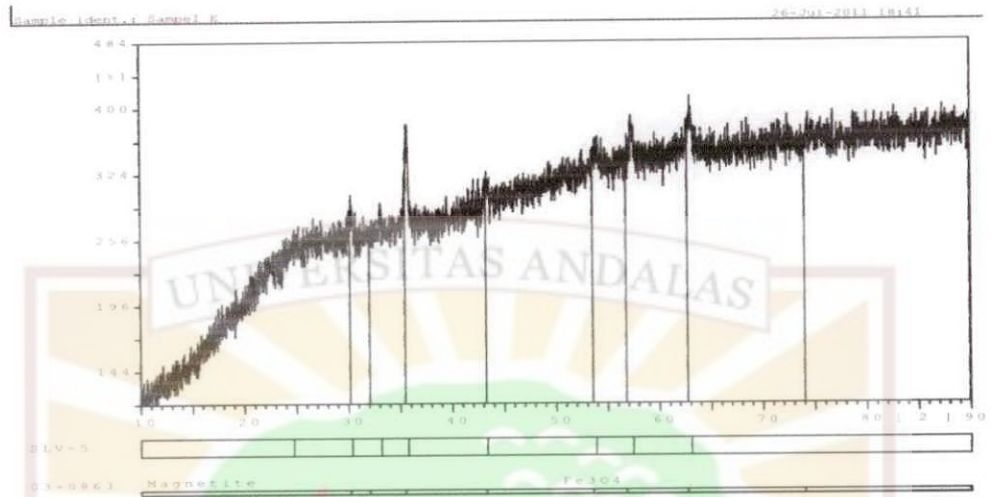
Lampiran 1

Gambar pola difraksi sinar-X masing-masing sampel

1. Fe_3O_4 dengan *template* PEG 1 : 3

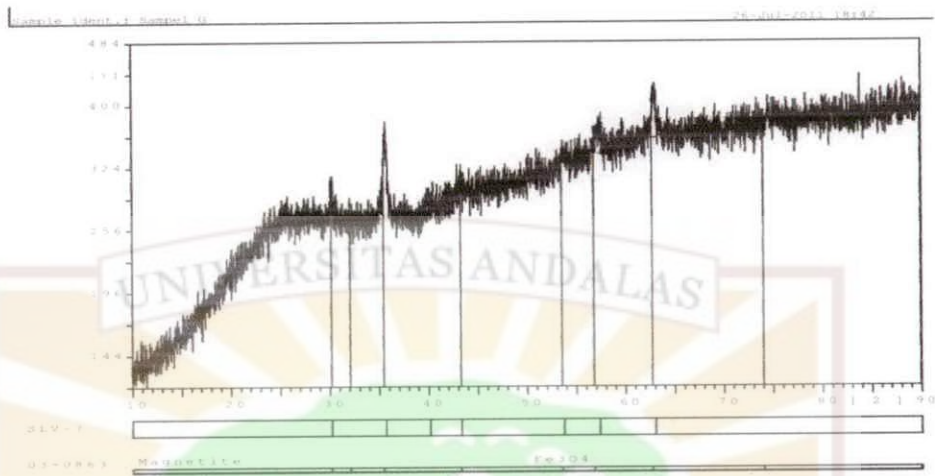


2. Fe₃O₄ dengan *template* PEG 1 : 4



Angle [°2θ]	d-value à1 [Å]	d-value à2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
24.705	3.6008	3.6096	0.960	25	713	8.5	1.00
30.325	2.9451	2.9523	0.240	79	762	26.8	1.04
33.130	2.7018	2.7085	0.120	86	773	29.2	0.91
35.710	2.5123	2.5185	0.240	296	790	100.0	3.87
43.325	2.0868	2.0919	0.480	53	858	18.0	1.95

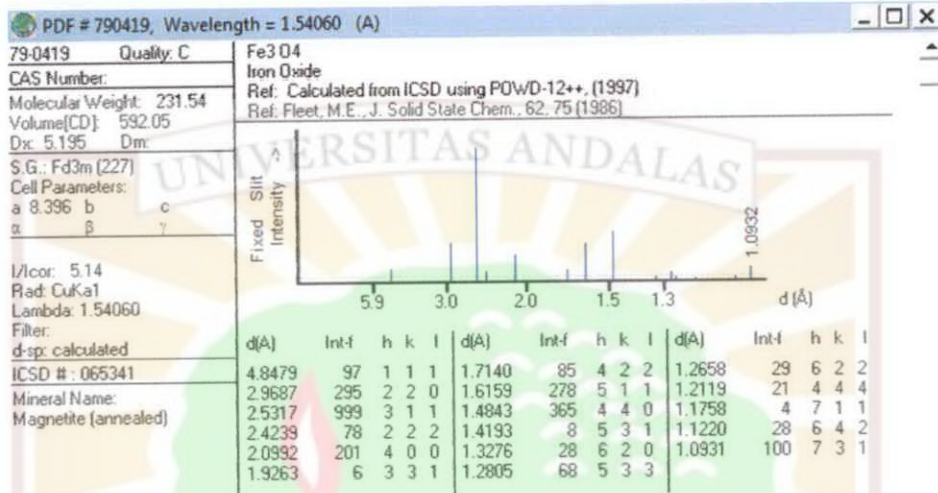
3. Fe₃O₄ dengan *template* PEG 1 : 5



Angle [°]	d-value à1 [Å]	d-value à2 [Å]	Peak width [°]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
30.195	2.9574	2.9647	0.240	67	671	26.6	1.43
35.675	2.5147	2.5209	0.280	253	676	100.0	2.91
40.125	2.2455	2.2510	0.960	20	692	8.0	0.77
43.315	2.0872	2.0923	0.480	56	729	22.2	0.91
53.740	1.7043	1.7085	0.960	30	818	12.0	0.94

Lampiran 2

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



Gambar Tabel Hanawalt dari Fe_3O_4

Pencocokan jarak antar bidang eksperimen dengan Tabel Hanawalt (79-0419).

1. Fe_3O_4 dengan *template* PEG 1 : 3

Eksperimen		Hanawalt	
d	I	d	I
2,9427	276	2,9687	295
2,5144	734	2,5317	999
2,0847	117	2,0992	201
1,6962	62	1,7140	85
1,6029	237	1,6159	278
1,4720	306	1,4843	365
1,2694	38	1,2658	29

2. Fe_3O_4 dengan *template* PEG 1 : 4

Eksperimen		Hanawalt	
d	I	d	I
3,6008	25	4,8479	97
2,9451	79	2,9687	295
2,7018	86	2,9687	295
2,5123	296	2,5317	999
2,0868	53	2,0992	201
1,7012	50	1,7140	85
1,6035	108	1,6159	278
1,4728	132	1,4843	365

3. Fe_3O_4 dengan *template* PEG 1 : 5

Eksperimen		Hanawalt	
d	I	d	I
2,9574	67	2,9687	295
2,5147	253	2,5317	999
2,2455	20	2,4239	78
2,0872	56	2,0992	201
1,7043	30	1,7140	85
1,6048	76	1,6159	278
1,4733	128	1,4843	365

Lampiran 3

Ukuran kristal masing-masing sampel dapat ditentukan dengan menggunakan metode Scherrer, seperti persamaan berikut:

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots 1$$

1. Fe₃O₄ dengan *template* PEG 1 : 4

Intensitas puncak tertinggi = 296

FWHM = 0,240

k = 0,9

$\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$

$B = \frac{1}{2} FWHM$
 $= \frac{1}{2}(0,240) = 0,12^\circ$

$B_{rad} = \frac{B_{\text{teta}} \times \pi}{180}$
 $= \frac{0,12^\circ \times 3,14}{180} = 62,093 \times 10^{-3} \text{ rad}$

Sehingga dapat ditentukan ukuran kristal (D) dengan menggunakan persamaan 1.

$$D = \frac{0,9 \times 1,54 \text{ \AA}}{2,0933 \times 10^{-3} \text{ rad} \times \cos\left(\frac{35,710}{2}\right)}$$

$$D = \frac{1,386 \text{ \AA}}{2,0933 \times 10^{-3} \text{ rad} \times (0,9518)}$$

$$D = \frac{1,386 \text{ \AA}}{61,9925 \times 10^{-3}} = 695,6 \text{ \AA} = 69,5 \text{ nm}$$

2. Fe_3O_4 dengan *template* PEG 1 : 5

Intensitas puncak tertinggi = 253

$$\text{FWHM} = 0,280$$

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$$

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

$$= \frac{1}{2}(0,280) = 0,14^\circ$$

$$B_{\text{rad}} = \frac{B_{\text{eta}} \times \pi}{180}$$

$$= \frac{0,14^\circ \times 3,14}{180} = 2,4 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

Sehingga dapat ditentukan ukuran kristal (D) dengan menggunakan persamaan 1.

$$D = \frac{0,9 \times 1,54 \text{ \AA}}{2,4 \times 10^{-3} \text{ rad} \times \cos\left(\frac{35,675}{2}\right)}$$

$$D = \frac{1,386 \text{ \AA}}{2,4 \times 10^{-3} \text{ rad} \times (0,9519)}$$

$$D = \frac{1,386 \text{ \AA}}{2,284 \times 10^{-3}} = 606 \text{ \AA} = 60,6 \text{ nm}$$

Lampiran 4

Foto Peralatan Penelitian



Ayakan 200 Mesh



Hot Plate Magnetik
Stirrer C-MAG HS 7



Gelas kimia



Timbangan digital
PGW 2502i



Pipet tetes



Spatula



Penggerus batuan
Los Angeles



Furnace Advantec KL-
600



Alumina Crucible



Gelas Ukur



Palu



Magnet permanen
Berbentuk Bulat



Kertas saring
Wathman

Lampiran 5

Foto Bahan Penelitian



Alkohol 70%



Poliethilen Gliokol (PT. Brataco, Indonesia,)



Aquades



HCl



NH₄OH



Batuan besi

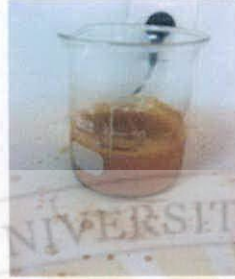
UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

Lampiran 6

Foto Skema Kerja



Serbuk Fe_3O_4
200 mesh



Serbuk Fe_3O_4
+ HCl



Penyaringan



Filtrat +
 NH_4OH



Nanopartikel
 Fe_3O_4



Sintering $400\text{ }^\circ\text{C}$



Endapan
+ PEG-4000



PEG-4000
dicairkan

