



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 NANOPARTIKEL MAGNETIT (Fc304) DARI BATUAN BESI DENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASINYA

Skripsi



**Dewi Oktavia
06132067**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2010**

Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) dari Batuan Besi dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya, skripsi oleh Dewi Oktavia (No. BP. 06 132 067) sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas, dan telah diuji pada tanggal 21 Oktober 2010.



Disetujui oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Upita Septiani, MSi

NIP. 197009171999032001

Prof. Dr. Syukri Arief

NIP. 19660918199101005

Mengetahui :
Ketua Jurusan Kimia

Dr. Adlis Santoni

NIP. 19621203 198811 1 002

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah penulis ucapkan kehadiran Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah dari-Nya, penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini yang merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang.

Skripsi ini berjudul **“Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) dari Batuan Besi dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya”**, disusun berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang serta didukung oleh berbagai sumber literatur.

Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Ibunda penulis yang telah memberikan dukungan moril dan materil.
2. Ibu Dr. Upita Septiani, MSi sebagai dosen pembimbing I dan Bapak Prof. Dr. Syukri Arief sebagai dosen pembimbing II yang telah memberikan ilmu, pengarahan dan juga nasihat selama studi, penelitian dan penulisan skripsi ini.
3. Bapak Dr. Adlis Santoni sebagai pembimbing akademik sekaligus ketua jurusan kimia.
4. Ibu Dr. Yetria Rilda, Ibu Dr. Refilda dan Ibu Zaharasmi Kahar, MSi yang telah memberikan ilmu dan sarannya.
5. Seluruh dosen yang telah memberikan ilmunya kepada penulis.
6. Seluruh karyawan dan karyawanwati jurusan kimia
7. Bapak Dr. Mai Efdi, MSi selaku koordinator pendidikan jurusan kimia universitas Andalas
8. Bapak Prof. Dr. Syukri Arief selaku kepala laboratorium kimia material.
9. Ibu Deswita dan Bapak Adel Fisli dari BATAN Serpong yang telah membantu penulis dalam mengkarakterisasi hasil penelitian.

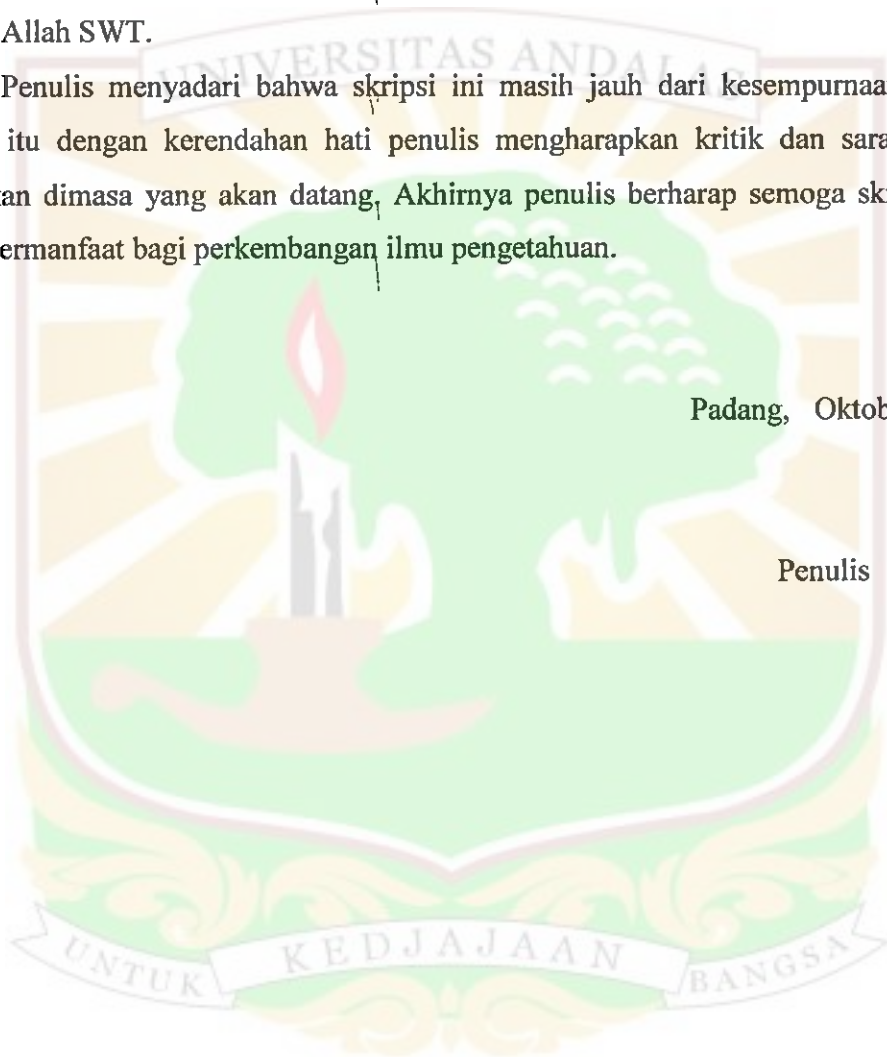
10. Teman-teman rekan kerja penelitian di laboratorium kimia material yang membantu penulis selama bekerja di laboratorium serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah memberikan bantuan dalam melakukan penelitian dan pembuatan skripsi ini.

Semoga amal baik yang telah diberikan mendapat balasan yang setimpal dari Allah SWT.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu dengan kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran demi perbaikan dimasa yang akan datang. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Padang, Oktober 2010

Penulis



ABSTRAK

SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIT (Fe_3O_4) DARI BATUAN BESI DENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASINYA

Oleh :

Dewi Oktavia

Sarjana Sains (SSi) dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas
Dibimbing Oleh Dr. Upita Septiani dan Prof.Dr. Syukri Arief

Penelitian tentang sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dari batuan besi dengan metode kopresipitasi dan karakterisasinya telah dilakukan. Batuan dihaluskan dan didestruksi dengan HCl 6 M pada suhu 90°C selama 20 jam sehingga terlarut 67,06 %. Sebagian kation Fe^{3+} dalam filtrate direduksi dengan menggunakan reduktor organik (etanol dan dietanolamin), kemudian dilakukan kopresipitasi menggunakan KOH 3 M. Hasil analisis *X-ray Diffraction* (XRD) sesuai dengan standar JCPDS No.79-0417 menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan adalah magnetit (Fe_3O_4). Dengan menggunakan persamaan Scherer, ukuran kristal yang dihasilkan dengan menggunakan reduktor etanol adalah 11 nm dan dengan menggunakan reduktor dietanolamin (DEA) adalah 14 nm. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) memperlihatkan morfologi partikel magnetit yang tidak homogen. Berdasarkan analisis *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM), Magnetit (Fe_3O_4) yang didapatkan bersifat superparamagnetik.

ABSTRACT

SYNTHESIS OF MAGNETITE (Fe_3O_4) NANOPARTICLE FROM IRON STONES BY COPRECIPITATION METHOD AND IT'S CHARACTERIZATION

By

Dewi Oktavia

Bachelor of Science in Chemistry Faculty of Mathematic and Natural Science
Andalas University
Advised by Dr. Upita Septiani and Prof.Dr. Syukri Arief, M.Eng

Fe_3O_4 (Magnetite) Nanoparticles were synthesized by coprecipitation method by using iron ores as raw material. The stones (iron ores) were destroyed into micron sizes and then destructed using HCl 6M for 2 hours at 90°C so that it dissolved 67.06% wt. Fe^{3+} that is contained in filtrate were reduced partially by organic reducing agent ethanol and diethanolamine and then precipitated by KOH 3M. *X-ray Diffraction* (XRD) analysis showed that the black powder resulted was Fe_3O_4 based on *Joint Commetee on Powder Diffraction* (JCPDS) No. 79-0417. Based on Scherer equation calculation, Fe_3O_4 crystal size that used ethanol and diethanolamine as organic reducing agent is 11 nm and 14 nm respectively. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) showed the surface morphology was not homegeneuos and based on *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM), Fe_3O_4 nanoparticles behaved superparamagnetic.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	
LEMBARAN PENGESAHAN	
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	2
1.3 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Nanoteknologi	4
2.2 Nanopartikel Fe_3O_4	5
2.3 Reaksi Pengendapan dan Kopresipitasi	7
2.4 Reaksi Oksidasi - Reduksi	9
2.5 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	10
2.6 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	11
2.7 <i>Vibrating Sample Magnetometer</i> (VSM)	11
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	13
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	13
3.2 Prosedur Penelitian	13
3.2.1 Alat dan Bahan	13
3.2.2 Proses Destruksi Sampel dengan HCl	13
3.2.3 Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4	14

3.3	Karakterisasi Fe ₃ O ₄	15
3.3.1	Analisis XRD	15
3.3.2	Analisis VSM	15
3.3.3	Analisis SEM	15
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1	Destruksi Sampel Batu Besi dengan HCl	16
4.2	Proses Sintesis Nanopartikel Fe ₃ O ₄	17
4.3	Analisis XRD	18
4.4	Analisis VSM	21
4.5	Analisis SEM	23
V.	KESIMPULAN DAN SARAN	25
5.1	Kesimpulan	25
5.2	Saran	25
	DAFTAR PUSTAKA	26
	LAMPIRAN	28



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur <i>inverse</i> spinel dari Fe_3O_4	6
Gambar 2.2. Domain magnetik	6
Gambar 4.1. Pola Difraksi Sinar-X Fe_3O_4 yang menggunakan reduktor DEA	19
Gambar 4.2. Pola Difraksi Sinar-X Fe_3O_4 yang menggunakan reduktor etanol	20
Gambar 4.3. Kurva histeresis Fe_3O_4 yang menggunakan reduktor DEA	21
Gambar 4.4. Kurva histeresis Fe_3O_4 yang menggunakan reduktor etanol	21
Gambar 4.5. Gambar SEM permukaan Fe_3O_4 pada perbesaran 5000 kali	23



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Dasar-dasar Perhitungan yang Digunakan dalam Percobaan	28
Lampiran 2. Data Data Kandungan Batuan Besi Berdasarkan Hasil XRF	29
Lampiran 3. Data Puncak XRD dari Fe_3O_4 pada Penggunaan Reduktor DEA	30
Lampiran 4. Data JCPDS No. 79-0417	31
Lampiran 5. Perhitungan Ukuran Kristal dengan Metode Scherrer	32
Lampiran 6. Data Puncak XRD dari Fe_3O_4 pada Penggunaan Reduktor Etanol	33



I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alam non hayati, akan tetapi belum diolah dan dimanfaatkan secara optimal. Salah satu kekayaan alam tersebut adalah bijih besi. Bijih besi terdapat dalam beberapa bentuk deposit yang tersebar luas hampir di semua pulau besar di Indonesia. Di provinsi Sumatera Barat terdapat beberapa daerah yang memiliki deposit besi yang cukup besar, salah satunya adalah kabupaten Solok. Di kabupaten Solok, tepatnya daerah Sungai Lasi terdapat deposit bijih besi berupa batuan. Dari penelitian sebelumnya telah diketahui bahwa batuan ini memiliki kandungan utama Fe_2O_3 sebanyak 71,12 %.¹ Kegunaan bijih besi diantaranya sebagai sumber besi untuk pembuatan baja, sumber oksida besi untuk pembuatan semen dan untuk pembuatan material magnetic, salah satunya adalah magnetit (Fe_3O_4). Dengan menjadikan bijih besi ini sebagai bahan untuk pembuatan partikel magnetit (Fe_3O_4) yang berukuran nanometer, nilai jualnya akan jauh lebih meningkat dibandingkan dengan penggunaannya sebagai bahan dasar semen dan baja ataupun langsung diekspor dalam bentuk bahan mentah.

Nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) telah diketahui memiliki banyak aplikasi, diantaranya dalam bidang medis digunakan pada *drug delivery*, *hyperthermia*, dan *Magnetic Resonance Imageing* (MRI). Dalam bidang industri digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpan data dalam bentuk *Compact Disk* (CD) atau hard disk dan pigmen.^{2,3,4} Oleh sebab itu pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 telah banyak dilakukan oleh peneliti. Banyak Metode yang telah dilakukan peneliti untuk pembuatan Fe_3O_4 yang halus dan homogen, diantaranya metode kopresipitasi, hidrotermal, solvotermal, *sol gel*, *solid state*, dan lain-lain. Setiap metode memiliki kelebihan dan kekurangan tersendiri dan semuanya telah terbukti dapat digunakan untuk membuat nanopartikel Fe_3O_4 , namun riset yang telah dilakukan umumnya menggunakan bahan-bahan sintesis.⁵⁻⁸

Metode yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah metode kopresipitasi melalui reduksi sebagian ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dengan

menggunakan reduktor organik kemudian mengendapkannya dengan suatu basa. Metode ini dinilai lebih cocok karena sampel yang digunakan adalah bahan alam berupa batuan yang mengandung banyak pengotor. Selain itu metode ini lebih mudah untuk dilakukan dan bahan-bahan yang digunakan lebih sederhana dibandingkan dengan metode lainnya.

Sebelumnya telah dilakukan penelitian tentang sintesis magnetit (Fe_3O_4) dari batuan besi menggunakan metode yang sama dengan menguji beberapa senyawa organik yang memiliki gugus fungsi yang bisa dioksidasi sehingga bisa berfungsi sebagai reduktor untuk ion Fe^{3+} seperti butanol, asetaldehid, etilen glikol, glukosa, dietanolamin (DEA) dan hidrazin. Dari keenam reduktor tersebut hanya hidrazin yang dapat menghasilkan nanopartikel Fe_3O_4 sedangkan lima senyawa lainnya yang diharapkan bisa sebagai reduktor alternatif belum memberikan hasil yang diharapkan.¹ Oleh karena itu percobaan tentang sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dari batuan besi dengan menggunakan senyawa organik yang relatif murah sebagai reduktor masih menarik untuk diteliti lebih lanjut.

Pada penelitian ini digunakan reduktor organik dietanolamin dan etanol untuk mereduksi hasil destruksi sampel dengan HCl. Kedua senyawa ini dipilih sebagai reduktor karena merupakan senyawa organik yang memiliki gugus hidroksil (-OH) yang diharapkan dapat teroksidasi sehingga terjadi reduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Selain itu kedua senyawa ini tidak berbahaya bagi lingkungan, mudah didapatkan dan memiliki harga yang ekonomis.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dari batu besi yang berasal dari tambang bijih besi di Sungai Lasi, Kabupaten Solok serta mengkarakterisasinya.
2. Mempelajari kemampuan dietanolamin dan etanol sebagai reduktor organik dalam pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 serta uji sifat kemagnetannya.

1.3. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Mengaplikasikan teknik pembuatan nanopartikel magnetit yang lebih murah dan efisien langsung dari batuan besi yang banyak terdapat di Kabupaten Solok sekaligus meningkatkan nilai ekonomis batuan besi tersebut.
2. Mengetahui kemampuan reduktor organik dietanolamin dan etanol dalam mereduksi sebagian ion Fe^{3+} hasil destruksi batuan besi serta pengaruhnya terhadap sifat kemagnetan.



II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Nanoteknologi

Nanoteknologi merupakan suatu istilah yang digunakan untuk sebuah desain dan konstruksi dimana paling sedikit satu dimensi dalam ukuran nanometer.⁹ Nanometer sendiri artinya satu per satu miliar meter, sehingga teknologi ini juga berkaitan dengan penciptaan benda-benda kecil. Nanoteknologi mencakup pengembangan teknologi dalam skala nanometer, biasanya 0,1 sampai kurang dari 100 nm. Satu nanometer sama dengan seperseribu mikrometer atau seperserjuta millimeter.

Struktur nano diklasifikasikan atas 3 sistem :⁹

- a. Sistem tiga dimensi, meliputi nanopartikel dan nanopori.

Nanopartikel bisa berupa *quasi-crystalline* dan endapan. Endapan nano ini akan memiliki morfologi spesifik (contohnya : sperik, bentuk jarum atau bentuk datar) dan memiliki orientasi kristalografi tertentu berhubungan dengan susunan atom dari matriks yang tergantung pada sifat (koherensi) dari antarmuka yang bisa disebabkan oleh koherensi pada partikel dan matriks. Dalam sistem tiga dimensi kita juga harus mempertimbangkan pengumpulan nanopartikel terkonsolidasi (*consolidated nanoparticles*), yaitu suatu nanokristal padatan yang terdiri dari butir kristalin berukuran nanometer pada masing-masing orientasi kristalografi spesifik.

- b. Sistem dua dimensi

Sistem ini disebut juga sistem *quasi-1D*, meliputi *nanowire*, *nanorod*, *nanofilament* dan *nanotube* yang bisa berupa amorf, Kristal tunggal atau polikristal (dengan butiran nanokristal). Istilah 'nanopori' sering digunakan untuk menggambarkan berkas nanopori atau *nanotube*.

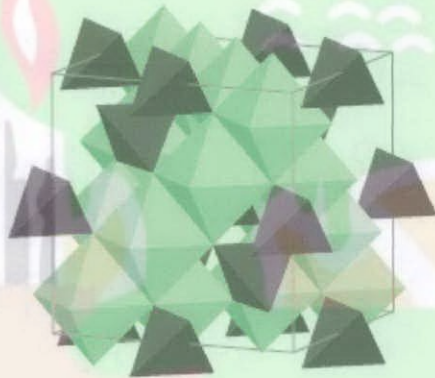
- c. Sistem satu dimensi

Sistem ini disebut juga sistem *quasi-2D*, meliputi *disc* atau piringan, film ultra-tipis pada sebuah permukaan dan material multilapis, yang bisa berupa amorf, Kristal tunggal atau nanokristal.

2.2. Nanopartikel Fe₃O₄

Magnetit merupakan bentuk mineral hitam dari besi oksida yang mengkristal dalam sistem kubus. Bahan ini adalah campuran besi (II)-besi (III) oksida, dalam beberapa varietas dikenal sebagai batu magnet (*lodestone*, magnet alami) dan digunakan untuk kompas zaman dahulu. Magnetit tersebar luas dan dijumpai sebagai mineral pelengkap dalam hampir semua batuan beku dan batuan metamorf.¹⁰

Besi(II) besi(III) oksida, FeO.Fe₂O₃ atau Fe₃O₄, mengadopsi struktur spinel terbalik, yaitu setengah jumlah ion Fe³⁺ menempati rongga ruang tetrahedron dan setengah yang lain rongga oktahedron, dan semua ion Fe²⁺ menempati rongga oktahedron dari suatu tataan kemas rapat kubus (fcc) ion O²⁻. Oksida ini lebih informatif ditulis dengan formula (Fe³⁺)₁(Fe²⁺,Fe³⁺)₂(O²⁻)₄.



Gambar 2.1. Struktur spinel terbalik dari Fe₃O₄

Partikel Fe₃O₄ dalam ukuran biasa memiliki sifat ferimagnetik sedangkan Fe₃O₄ dalam ukuran nanometer memiliki sifat superparamagnetik. Perbedaan sifat ini berdasarkan arah dan ukuran domain magnetiknya masing-masing. Ferimagnetik memiliki ukuran domain magnetik yang berbeda dan arah yang berlawanan, sedangkan superparamagnetik memiliki ukuran domain magnetik sama dan arah yang hampir sama. Lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar berikut :



Gambar 2.2. Domain magnetik. (a) Ferimagnetik, (b) Superparamagnetik

Material yang memiliki sifat superparamagnetik dapat digunakan sebagai material untuk terapi hipertermia, yaitu suatu terapi yang memanfaatkan panas benda, misalnya untuk membunuh sel kanker pada temperatur tertentu. Biasanya temperatur yang digunakan berkisar antara 40°C sampai 42°C . Nanomaterial superparamagnetik lebih cocok digunakan karena nilai magnetisasi saturasinya (M_s) tinggi dan koersifitas (H_c) rendah.

Nanopartikel magnetik Fe_3O_4 juga telah digunakan secara luas dalam koleksi dan pemisahan molekul-molekul aktif dan pengirim obat ke target (*targeted drug delivery*) semisal sel kanker. Teknik amobilisasi biomolekul pada permukaan nanopartikel magnetik telah membuat produksi biokonjugat yang memiliki sifat magnetik, dan zat ini berguna untuk pengiriman dan *recovery* biomolekul dalam aplikasi biomedis. Karena dimensi submikro dan beberapa sifat fisika dan kimia yang dimilikinya, nanopartikel Fe_3O_4 telah digunakan untuk pembuatan biosensor berdasarkan pada DNA, protein dan enzim dengan laporan perkembangan batas deteksi, sensitifitas dan berkurangnya waktu respon. Sifat paling penting dari nanopartikel untuk biosensor elektrokimia ini adalah kemampuannya untuk menyediakan lingkungan mikro yang baik untuk biomolekul seperti protein untuk menukar elektron secara langsung dengan suatu elektroda, sehingga meningkatkan sensitifitas biosensor elektrokimia tersebut. Nanopartikel Fe_3O_4 juga telah digunakan untuk pembuatan enzim berbasis biosensor yang melibatkan *laccase*, *tyrosinase*, *glucose oxidase* dan *horseradish peroxidase*.¹¹

Dalam dekade terakhir ini, nanopartikel magnetik telah menunjukkan potensi yang sangat bagus sebagai pelacak tumor pada alat *Magnetic Resonance Imaging* (MRI). Nanopartikel Fe_3O_4 yang memiliki sifat superparamagnetik cocok untuk kontras MRI karena dapat meningkatkan perubahan relaksasi proton dalam

lingkungan mikro jaringan dan menyediakan gambar yang lebih baik dan juga waktu hidup lebih lama dalam aliran darah dibandingkan senyawa gadolinium kelat.¹² Selain itu, nanopartikel Fe_3O_4 juga dapat menghilangkan arsenik sehingga berguna dalam industri pengolahan air.

2.3. Reaksi Pengendapan dan Kopresipitasi

Banyak sekali reaksi yang digunakan dalam analisis anorganik kualitatif melibatkan pembentukan endapan. Endapan adalah zat yang memisahkan diri sebagai suatu fase padat keluar dari larutan. Endapan mungkin berupa kristal atau koloid, dan dapat dikeluarkan dari larutan dengan penyaringan atau pemusingan (*centrifuge*). Endapan terbentuk jika larutan menjadi terlalu jenuh dengan zat yang bersangkutan.

Untuk menjelaskan banyak reaksi pengendapan dalam analisis kualitatif, nilai-nilai hasil kali kelarutan (K_{sp}) dari endapan-endapan sangat berguna. Nilai K_{sp} dari $\text{Fe}(\text{OH})_2$ adalah $4,8 \times 10^{-16}$ dan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ $3,8 \times 10^{-38}$. Prinsip hasil kali kelarutan dapat juga dipakai untuk pembentukan hidroksida logam. Ini juga dimanfaatkan dalam analisis anorganik kualitatif. Endapan akan terbentuk hanya jika konsentrasi ion logam dan hidroksil saat itu adalah lebih tinggi dari yang diperbolehkan oleh hasil kali kelarutan. Karena konsentrasi ion logam dalam cuplikan (sampel) yang sebenarnya tak jauh berbeda satu sama lain (daerah konsentrasi yang biasa adalah $10^{-1} - 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$), maka konsentrasi ion hidroksil-lah yang memegang peranan menentukan dalam pembentukan endapan-endapan demikian karena fakta bahwa dalam larutan berair, hasil kali konsentrasi ion hidrogen dan hidroksil benar-benar konstan ($K_w = 10^{-14}$ pada 25°C), pembentukan hidroksida logam tergantung terutama pada pH larutan. Dengan memakai prinsip hasil kali kelarutan, kita dapat menghitung pH (minimum) yang diperlukan untuk pengendapan suatu hidroksida logam. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 0,01 M akan mulai mengendap pada pH 2,19.

Ukuran kristal yang terbentuk selama pengendapan tergantung terutama pada dua faktor penting yaitu laju pembentukan inti (nukleasi) dan laju pertumbuhan kristal. Laju pembentukan inti adalah jumlah inti yang terbentuk dalam satuan waktu. Jika laju pembentukan inti tinggi, banyak sekali kristal yang

akan terbentuk, tetapi tak satupun dari ini akan tumbuh menjadi terlalu besar, jadi terbentuk endapan yang terdiri dari partikel-partikel kecil. Laju pembentukan inti tergantung pada derajat lewat jenuh dari larutan. Makin tinggi derajat lewat jenuh, makin besarlah kemungkinan untuk membentuk inti baru, jadi makin besarlah laju pembentukan inti. Laju pertumbuhan kristal merupakan faktor lainnya yang mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk selama pengendapan berlangsung. Jika laju ini tinggi, maka kristal besar-besar yang akan terbentuk. Laju pertumbuhan kristal juga tergantung pada derajat lewat jenuh.

Kelarutan partikel-partikel yang sangat kecil jauh lebih besar daripada kelarutan partikel-partikel yang besar dari zat yang sama. Jika suatu campuran terdiri dari larutan induk dan endapan sekedar dibiarkan diam dalam waktu yang lebih lama, partikel yang kecil perlahan akan larut lagi ke dalam larutan induk, sementara partikel-partikel yang besar justru tumbuh, sehingga terjadilah rekristalisasi. Proses ini yang berupa pematangan (*ageing*), dapat sangat dipercepat dengan mendinginkan campuran-campuran pada suhu tinggi, misalnya membiarkannya berdiri diatas suatu penangas air (*water bath*). Proses pematangan seperti ini disebut pencernaan (*digestion*). Endapan yang baru saja diperoleh mungkin larut dalam asam atau basa, sedang jika telah dimatangkan, ia menjadi tahan terhadap zat-zat demikian.

Bila suatu endapan memisah dari larutan, keadaannya tak selalu sempurna murni, ia dapat mengandung bermacam-macam jumlah zat-zat pencemar, tergantung dari sifat dan kondisi pengendapan. Pencemaran endapan oleh zat-zat, yang secara normal larut dalam larutan induk, dinamakan pengendapan-ikut atau kopresipitasi. Ada dua proses penting yang berbeda yang menyebabkan kopresipitasi. Yang pertama adalah adsorpsi partikel-partikel asing pada permukaan kristal yang sedang tumbuh, sedang yang kedua adalah oklusi partikel-partikel asing sewaktu proses pertumbuhan kristal. Adsorpsi umumnya paling besar pada endapan-endapan yang seperti gelatin dan paling sedikit pada endapan-endapan dengan sifat makrokristal yang menonjol.

Metode kopresipitasi banyak digunakan dalam mensintesis suatu senyawa karena lebih sederhana dibandingkan metode lainnya. Metode kopresipitasi

merupakan bagian dari metode reaksi kimia basah, yang merupakan pengembangan dari metode presipitasi.

Pada metode presipitasi, masing-masing material dasar diendapkan dengan suatu reaktan. Hasil pengendapan tersebut kemudian digabungkan untuk pembentukan senyawaan yang diharapkan secara stoikiometris. Pada metode kopresipitasi material-material dasar diendapkan bersama secara stoikiometris dengan reaktan tertentu. Dengan demikian alur proses metode kopresipitasi lebih sederhana daripada presipitasi.

Pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi ada beberapa cara, yaitu :

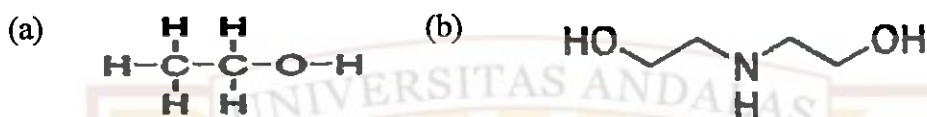
1. Mengendapkan ion Fe^{3+} dan ion Fe^{2+} sekaligus dengan suatu basa
2. Mereduksi terlebih dahulu Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} kemudian mengendapkannya dengan suatu basa.
3. Mengoksidasi terlebih dahulu Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} kemudian mengendapkannya dengan suatu basa.

2.4. Reaksi Oksidasi - Reduksi

Awalnya oksidasi berarti pembentukan oksida dari unsurnya atau pembentukan senyawa dengan mereaksikannya dengan oksigen, dan reduksi adalah kebalikan oksidasi. Definisi reduksi saat ini adalah reaksi yang menangkap electron, dan oksidasi adalah reaksi yang membebaskan electron. Oleh karena itu, suatu pereaksi yang memberikan electron disebut reduktor dan yang menangkap electron oksidator. Akibat reaksi redoks, reduktor mengalami oksidasi dan oksidator mengalami reduksi.¹² Dalam reaksi-reaksi senyawa organik, terjadinya pengurangan atom H atau penambahan atom O digolongkan sebagai reaksi oksidasi dan sebaliknya, penambahan atom H atau pengurangan atom O sebagai reaksi reduksi.

Senyawa etanol dan dietanolamin sama-sama memiliki gugus fungsi yang dapat teroksidasi. Senyawa alkohol primer seperti etanol memiliki gugus fungsi –OH sedangkan dietanolamin memiliki satu buah gugus fungsi amin (-NH-) dan dua buah gugus hidroksil (-OH). Pada umumnya zat pengoksidasi laboratorium mengoksidasi alkohol primer menjadi asam karboksilat dan alkohol sekunder

menjadi keton. Beberapa zat pengoksidasi yang khas untuk oksidasi ini adalah $\text{KMnO}_4 + \text{OH}^-$, HNO_3 pekat dan panas, H_2CrO_4 . Alkohol primer mula-mula dioksidasi dulu menjadi aldehid. Aldehid lebih mudah dioksidasi daripada alkohol, oleh karena itu biasanya oksidasi tidak berhenti, melainkan terus sampai terbentuk asam karboksilat atau anion karboksilat dalam larutan basa.¹³



Gambar 2.3. Rumus struktur (a) etanol, (b) dietanolamin

2.5. X-ray Diffraction (XRD)

Metode yang sering digunakan untuk 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 kristalit 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 kristalit. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang diprediksi dengan metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel.¹⁴

Berdasarkan metode ini, makin kecil ukuran kristalit maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Mengapa kristalit yang kecil menghasilkan puncak yang lebar? Penyebabnya karena kristalit yang kecil memiliki bidang pantul sinar-X yang terbatas. Puncak difraksi dihasilkan oleh interferensi secara konstruktif cahaya yang dipantulkan oleh bidang-bidang kristal.¹⁴

Hubungan antara ukuran kristalit dengan lebar puncak XRD dapat diproksimasi dengan persamaan Scherer :

$$L = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

λ = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K α (0,15405 nm)
 β = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada $2\theta \times (\pi/180)$
 θ = Sudut Bragg

2.6. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan electron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan.¹⁴

Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron di-*scan* ke seluruh area daerah pengamatan. Kita dapat membatasi lokasi pengamatan dengan melakukan *zoom-in* atau *zoom-out*. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil permukaan benda dapat dibangun menggunakan program pengolahan gambar yang ada dalam komputer.¹⁴

SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi dari mikroskop optik. Hal ini disebabkan oleh panjang gelombang *de Broglie* yang dimiliki elektron lebih pendek daripada gelombang optik. Makin kecil panjang gelombang yang digunakan maka makin tinggi resolusi mikroskop. Panjang gelombang *de Broglie* elektron adalah $\lambda = h/p$, dengan h konstanta planck dan p adalah momentum elektron. Momentum elektron dapat ditentukan dari energi kinetik melalui hubungan $K = p^2/2m$, dengan K energi kinetik elektron dan m adalah massanya.¹

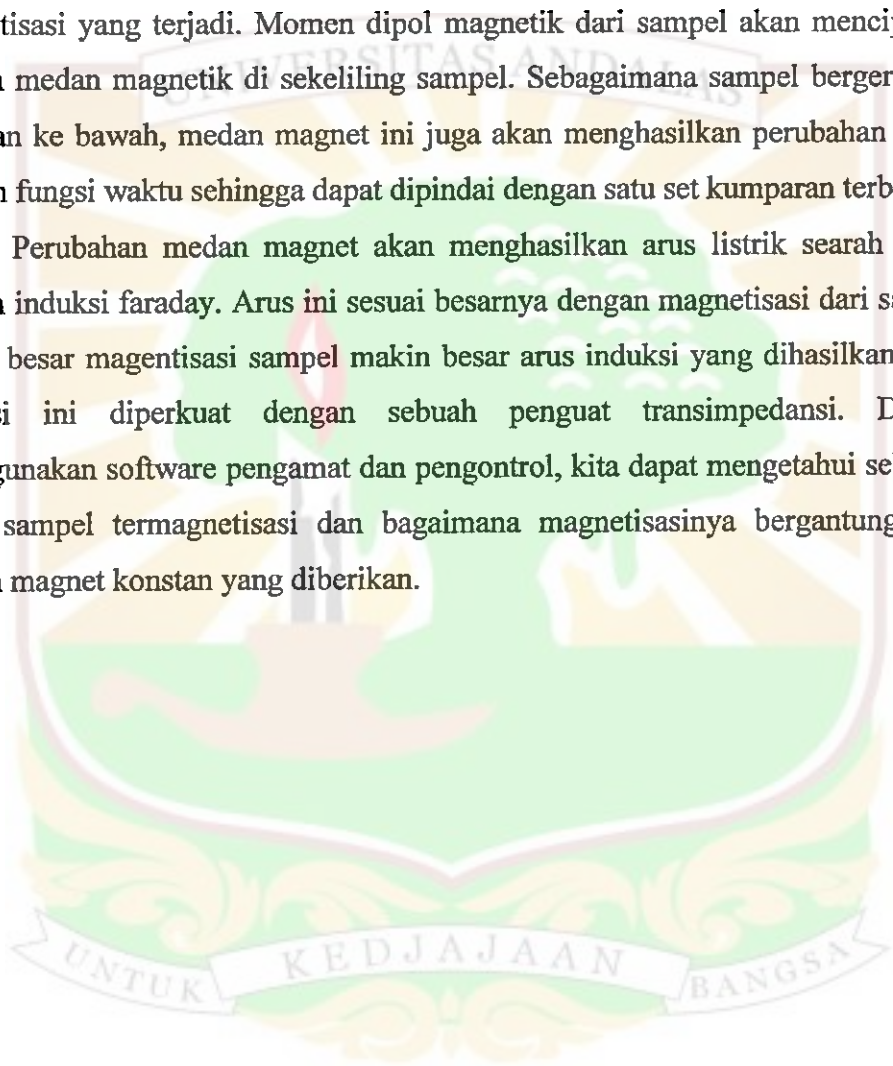
2.7. *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

VSM beroperasi mengikuti hukum induksi Faraday, yaitu perubahan medan magnet dapat menghasilkan medan listrik arus searah. Medan listrik ini dapat diukur dan memberikan informasi kepada kita tentang medan magnet material

yang sedang dipelajari. Sebuah VSM digunakan untuk mengetahui sifat magnet suatu material.

Jika suatu sampel diletakan dalam sebuah medan magnet seragam, sampel yang memiliki sifat magnet akan terpengaruh akibat medan luar dengan cara menyearahkan domain magnetiknya atau spin magnetik individual searah dengan momen magnet medan luar. Makin kuat medan luar yang diberikan, makin tinggi magnetisasi yang terjadi. Momen dipol magnetik dari sampel akan menciptakan sebuah medan magnetik di sekeliling sampel. Sebagaimana sampel bergerak ke atas dan ke bawah, medan magnet ini juga akan menghasilkan perubahan sesuai dengan fungsi waktu sehingga dapat dipindai dengan satu set kumparan terbuka.

Perubahan medan magnet akan menghasilkan arus listrik searah sesuai hukum induksi faraday. Arus ini sesuai besarnya dengan magnetisasi dari sampel, makin besar magnetisasi sampel makin besar arus induksi yang dihasilkan. Arus induksi ini diperkuat dengan sebuah penguat transimpedansi. Dengan menggunakan software pengamat dan pengontrol, kita dapat mengetahui seberapa besar sampel termagnetisasi dan bagaimana magnetisasinya bergantung pada medan magnet konstan yang diberikan.



III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai bulan Mei sampai dengan bulan Juli 2010. Proses penghalusan sampel dilakukan di laboratorium PT. Semen Padang. Proses destruksi sampai pembuatan nanopartikel magnetit dilakukan di laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas. Karakterisasi produk menggunakan peralatan SEM, XRD dan VSM dilakukan di laboratorium PTBIN-BATAN Serpong-Tangerang.

3.2. Prosedur Penelitian

3.2.1. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah erlenmeyer vakum, corong Buchner, labu ukur, pipet gondok, pipet takar, kertas saring *whatman* 42, pHmeter, labu dan kondensor refluks, grinder, pompa untuk sirkulasi air, *hot plate stirrer*, timbangan analitik, cawan penguap, oven, buret, sentrifus dan alat karakterisasi SEM (SEM JEOL JSM-6360LA), XRD (XRD Philips PW 1710), dan VSM (VSM OXFORD 1.2H).

Bahan-bahan yang dipakai dalam penelitian ini yaitu batuan besi dari Sungai Lasi Kabupaten Solok, asam klorida (HCl 37%) (Merck) yang diencerkan menjadi 6M, etanol (C₂H₅OH) 96 %, dietanolamin (Merck), kalium hidoksida (Merck) berupa pellet yang diencerkan menjadi 3M dan aquades.

3.2.2. Proses Destruksi Sampel Batu Besi dengan HCl

Batuan dipecah, dihaluskan dan diayak hingga didapatkan partikel berukuran mikrometer. Sebanyak 22,497 gram sampel batu besi yang telah halus ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu refluks. Ke dalam labu kemudian ditambahkan asam klorida 6 M sebanyak 100 mL dilanjutkan dengan pemanasan dan pengadukan menggunakan *hot plate stirrer* pada suhu 90 °C. Pemanasan dan pengadukan dilakukan selama 20 jam dengan kecepatan 1000 rpm. Suspensi yang

telah dingin disaring dengan pompa vakum dan corong Buchner. Residunya dikeringkan dengan oven pada 100-125 °C kemudian ditimbang beratnya.

3.2.3. Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄

a. Dengan Menggunakan Reduktor Dietanolamin

Filtrat hasil destruksi dipipet sebanyak 15 mL ke dalam gelas piala, kemudian distirer dan dipanaskan hingga suhu 50°C. Kedalam larutan ini kemudian ditambahkan reduktor dietanolamin sebanyak 10 mL setetes demi setetes secara teratur dengan menggunakan buret. Lanjutkan pengocokan dengan stirrer selama 30 menit dengan kecepatan 500 rpm dan suhu 90°C. Usahakan agar tidak ada udara luar yang masuk ketika reaksi berlangsung.

Kedalam larutan hasil reduksi ditambahkan KOH 3M secara perlahan dan teratur dengan menggunakan buret dan sambil tetap distirer hingga didapatkan campuran hitam dengan pH sekitar 11. Endapan yang didapat diendapkan dengan sentrifus, kemudian dicuci dengan aquades sebanyak tiga kali. Endapan tersebut kemudian disaring dan dikeringkan dengan oven untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan peralatan XRD, SEM, dan VSM.

b. Dengan Menggunakan Reduktor Etanol

Etanol 96% sebanyak 45 mL dipipet dan dimasukkan ke dalam gelas piala, kemudian distirer dan dipanaskan hingga suhu 50 °C. Filtrat hasil destruksi dipipet sebanyak 15 mL ke dalam buret, kemudian teteskan secara perlahan dan teratur ke dalam gelas piala yang berisi etanol yang telah tertutup rapat dengan aluminium foil sambil terus distirer dengan kecepatan 800 rpm. Proses reduksi dengan etanol ini dilakukan selama 4 jam dan diusahakan agar tidak ada udara yang masuk saat reaksi berlangsung.

Kedalam larutan hasil reduksi ditambahkan KOH 3M secara perlahan dan teratur dengan menggunakan buret dan sambil tetap distirer hingga didapatkan campuran hitam dengan pH sekitar 11. Endapan yang didapat diendapkan dengan sentrifus, kemudian dicuci dengan aquades sebanyak tiga kali. Endapan tersebut kemudian disaring dan dikeringkan dengan oven untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan peralatan XRD, SEM, dan VSM.

3.3. Karakterisasi Fe₃O₄

3.3.1. Analisis XRD

Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk dapat mengetahui struktur dan ukuran kristal dari powder Fe₃O₄ dengan monokromator grafit radiasi Cu K α .

3.3.2. Analisis VSM

Karakterisasi dengan VSM dilakukan untuk mengetahui karakteristik kemagnetan dari nanopartikel Fe₃O₄. Sampel diletakkan dalam sebuah medan magnet seragam kemudian digerakan secara mekanik membentuk pola gerakan sinusoid. Kekuatan medan magnet yang diarahkan pada sampel ditingkatkan secara perlahan sehingga momen magnet sampel menjadi searah dengan momen magnet dari alat. Akibat pola gerakan sinusoid, kemagnetan sampel akan menginduksi kumparan terbuka yang ada di dekatnya menghasilkan arus listrik sesuai dengan hukum Faraday. Arus listrik ini kemudian diperkuat dan diterjemahkan sebagai kurva histeresis dari sampel.

3.3.4. Analisis SEM

Pemotretan dengan SEM dilakukan terhadap powder yang didapat, dimana sepotong kecil sampel yang dilapisi dengan emas kemudian ditempatkan dalam wadah dan diukur dengan SEM sehingga akan diketahui kehomogenan dari powder melalui permukaan sampel yang diamati.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Destruksi Sampel Batu Besi dengan HCl

Penghalusan sampel batuan bertujuan untuk memperbesar luas permukaan sehingga tumbukan yang akan terjadi dengan molekul HCl semakin besar dan reaksi pelarutan oksida-oksida logam yang terdapat di dalamnya menjadi ion-ion semakin cepat. Asam klorida digunakan karena merupakan asam kuat yang memiliki kemampuan melarutkan oksida besi dari bijihnya menjadi ion Fe^{3+} atau membentuk larutan FeCl_3 hingga lebih dari 90% dan tidak bersifat oksidator seperti HNO_3 .^{1,16}

Tujuan proses destruksi dengan HCl adalah untuk mendapatkan larutan FeCl_3 yang merupakan sumber ion Fe^{3+} . Reaksi antara HCl dengan Fe_2O_3 yang terkandung dalam sampel batu besi dapat digambarkan sebagai berikut :



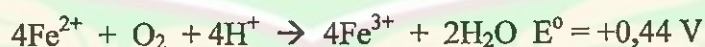
Dari hasil destruksi didapatkan filtrat berwarna coklat yang merupakan warna dari larutan FeCl_3 dan memiliki pH 1,8. Massa residu setelah disaring dan dikeringkan adalah 7,411 gram atau 32,94 % dari massa total sampel. Residu saat masih basah berwarna hijau dan bagian atasnya sedikit dilapisi padatan abu-abu mengkilat yang mengindikasikan silika yang tidak ikut larut, dan setelah dikeringkan dengan oven residu berubah menjadi kuning yang mengindikasikan belerang yang tidak ikut larut. Tidak larutnya belerang dan silika akan membuat filtrat yang dihasilkan lebih sedikit mengandung pengotor karena keduanya merupakan komponen yang jumlahnya dominan dibandingkan pengotor-pengotor lainnya. Jika dijumlahkan, kandungan pengotor lain yang mungkin ikut terlarut hanya berjumlah 4,28 % dari total kandungan yang terdapat pada sampel (dasar perhitungan dapat dilihat pada lampiran 1).

Persentase sampel batu besi yang terlarut dalam HCl adalah 67,06 %. Persentase ini mendekati persentase kandungan Fe_2O_3 71,12 % di dalam sampel batu besi (data kandungan batu besi hasil XRF dapat dilihat pada lampiran 2). Artinya jika diasumsikan nilai 67,06% tersebut adalah nilai Fe_2O_3 yang terlarut,

berarti hampir semua oksida yang terlarut adalah oksida besi. Hal ini didukung oleh hasil pengamatan pada saat memisahkan campuran dimana tidak ada padatan residu yang menempel pada magnetik bar seperti saat pertama kali akan didestruksi dan bentuk padatan tersebut sangat halus, tidak seperti butiran sampel awal. Namun kemungkinan adanya pengotor berupa ion-ion logam lain patut menjadi perhatian walaupun jumlahnya tidak terlalu banyak.

4.2. Proses Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄

Pada saat dietanolamin berupa cairan kental berwarna kekuningan (kemurnian >99%) dan memiliki pH basa ditambahkan ke dalam filtrat yang telah mencapai suhu 50°C, dengan cepat langsung terjadi reaksi berupa perubahan bentuk menjadi koloid berwarna hitam yang tidak homogen. Oleh karena itu, dietanolamin ditambahkan kedalamnya setetes demi setetes secara teratur dengan menggunakan buret. Hal ini bertujuan untuk menghindari terjadinya pembentukan partikel yang tidak homogen. Selain itu hal ini juga bertujuan untuk menghindari atau meminimalisir udara atau oksigen yang masuk ke dalam gelas piala berisi campuran sehingga Fe²⁺ yang telah terbentuk tidak teroksidasi. Teroksidasinya Fe²⁺ tidak hanya disebabkan oksigen dari luar, tapi juga disebabkan oleh oksigen yang terlarut di dalam larutan berair yang digunakan. Oleh karena itu DEA dengan viskositas dan kemurnian yang tinggi tidak diencerkan terlebih dahulu. Namun berdasarkan nilai potensial reduksi berikut ini,



reaksi oksidasi Fe²⁺ dalam larutan berair tidak akan berlangsung dengan seketika (sangat cepat) tanpa adanya katalis.

Campuran filtrat dengan DEA berwarna hitam kehijauan. Setelah ditambahkan KOH 3M secara perlahan dan teratur menggunakan buret didapatkan campuran berupa koloid berwarna hitam pekat. Penambahan basa secara perlahan dan teratur agar pertumbuhan kristal magnetit juga teratur, baik ukuran partikel maupun distribusinya.

Tujuan campuran dipisahkan dengan menggunakan sentrifus dan dicuci dengan aquades agar endapan dapat terpisah dari ion-ion yang mengganggu. Setelah dipisahkan, endapan yang didapatkan berwarna hitam.

Reaksi pembentukan magnetit (Fe_3O_4) itu sendiri dapat dituliskan sebagai berikut:¹⁵



Terbentuk atau tidaknya magnetit dapat dilakukan pembuktian awal secara fisika dengan menggunakan magnet permanen. Jika endapan tersebut memang magnetit maka dapat didekantasi dengan menggunakan magnet permanen, atau bisa juga pada saat endapan hitam yang sudah kering dapat ditarik dengan magnet permanen. Endapan yang didapat dengan menggunakan reduktor DEA dapat didekantasi dengan magnet permanen, dan setelah dikeringkan dapat tertarik kuat.

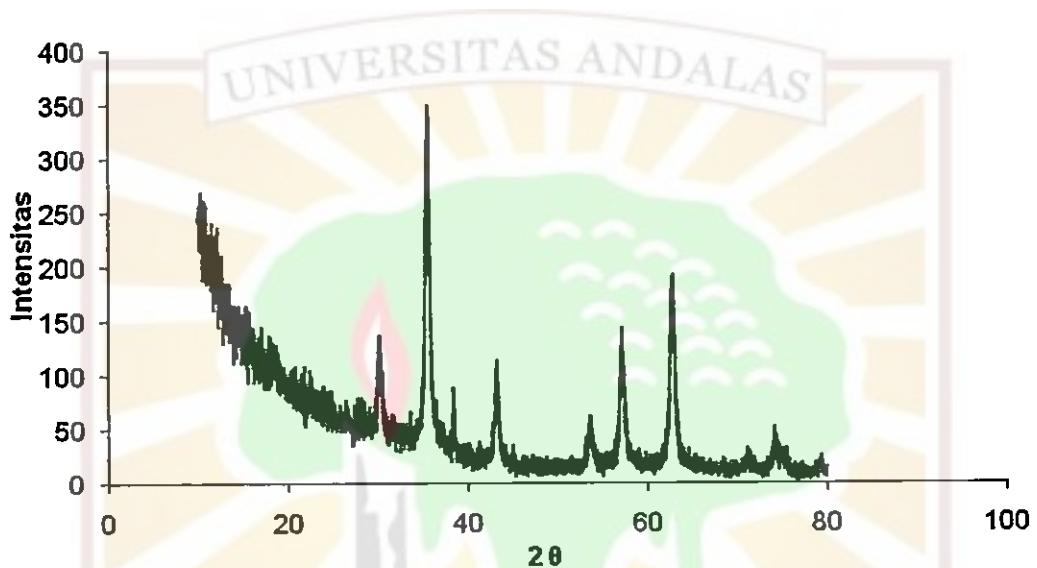
Proses sintesis magnetit dengan menggunakan reduktor etanol sedikit berbeda secara teknis dengan DEA karena pada proses reduksi dengan etanol posisi larutan terbalik, yaitu etanol di dalam gelas piala sedangkan filtrat di dalam buret. Hal ini bertujuan agar etanol yang merupakan reduktor yang lebih lemah daripada DEA dapat mereduksi filtrat sedikit demi sedikit. Karena mulai dari awal proses reduksi perbandingan antara filtrat yang diteteskan yang akan direduksi jauh lebih sedikit dibandingkan reduktornya, maka kemungkinan Fe^{3+} tereduksi lebih besar.

Endapan yang didapat berwarna hitam tapi tidak cukup kuat untuk didekantasi dengan magnet permanen. Namun endapan hitam yang telah dikeringkan ternyata dapat tertarik oleh magnet permanen. Maka dapat dianggap bahwa endapan tersebut adalah magnetit (Fe_3O_4).

4.3. Analisis XRD

Pola difraksi sinar-X dari produk yang menggunakan reduktor dietanolamin dapat dilihat pada gambar 4.1. Puncak-puncak karakteristik dari 2θ (pada lampiran 3) memiliki kecocokan dengan standar magnetit (JCPDS No : 79-0417) pada lampiran 4 yang mengindikasikan bahwa produk yang dihasilkan adalah Fe_3O_4 . Pola ini menunjukkan puncak yang jelas dan tajam sehingga dapat diasumsikan

produk tersebut adalah kristal, bukan amorf. Walaupun refleksi karakteristik Fe_3O_4 dan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ sama, namun kita dapat membedakannya dengan melihat refleksi bidang hkl 221 pada daerah 2θ sekitar 83 untuk $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ tidak ditemukan pada gambar 4.1 tersebut. Maka dapat disimpulkan bahwa magnetit yang terbentuk Fe_3O_4 yang bebas dari pengotor berupa oksida besi lainnya.

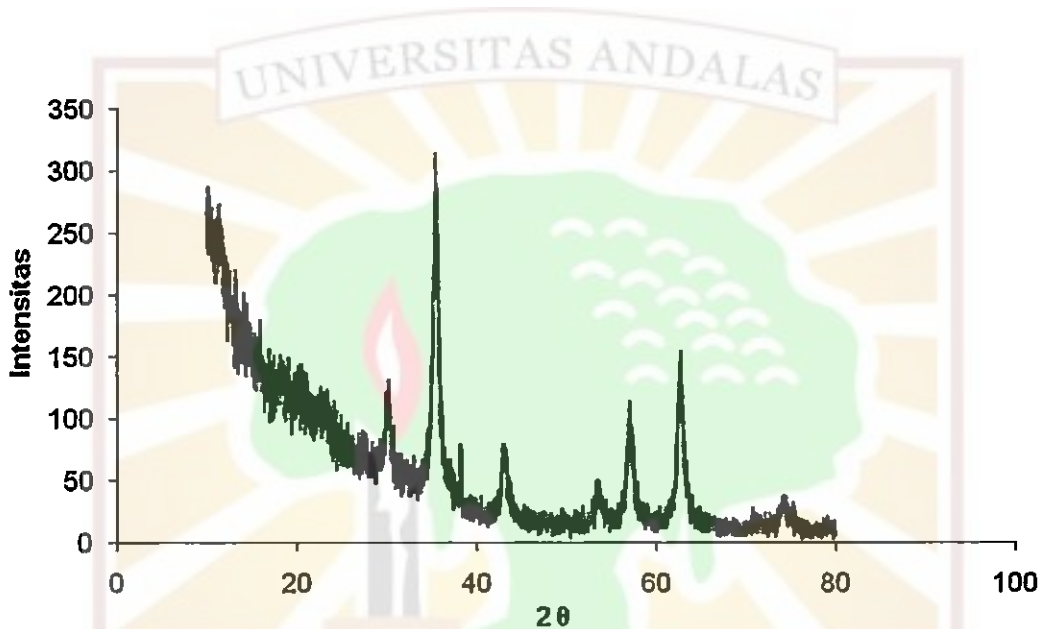


Gambar 4.1 . Pola difraksi sinar-X Fe_3O_4 yang menggunakan reduktor DEA

Puncak XRD yang dihasilkan tidak berbeda dari data standar namun mengalami pelebaran. Hal ini disebabkan ukuran kristal yang dihasilkan lebih kecil. Dengan menggunakan persamaan Scherer didapatkan diameter rata-rata kristal magnetit adalah 14 nm (perhitungan dengan menggunakan persamaan Scherer dapat dilihat pada lampiran 5). Puncak yang jelas dan tajam mengindikasikan bahwa magnetit yang terbentuk memiliki kristalinitas yang bagus.

Pola XRD yang ditunjukkan pada gambar 4.2 tidak jauh berbeda dengan pola XRD pada gambar 4.1, yaitu sama-sama menunjukkan puncak karakteristik Fe_3O_4 . Pola ini merupakan hasil dari sampel yang menggunakan reduktor etanol. Data puncak XRD dari Gambar 4.2 dapat dilihat pada lampiran 6. Puncak tertinggi dengan intensitas 286 cps terletak pada sudut 2θ $35,401^\circ$ dan delapan buah puncak-puncak lainnya adalah $15,879^\circ$, $18,499^\circ$, $30,2^\circ$, $38,33^\circ$, $43,219^\circ$, $53,62^\circ$, $57,08^\circ$ dan $62,76^\circ$. Walaupun kedua produk ini sama-sama merupakan

kristal magnetit, namun ada dua perbedaan mendasar yang dapat dilihat dari hasil XRD ini. Pertama, intensitas puncak yang dihasilkan oleh sampel yang menggunakan DEA sebagai reduktor pada gambar 4.1 lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang menggunakan reduktor etanol pada gambar 4.2. Kedua, ukuran diameter kristal yang menggunakan reduktor etanol berdasarkan persamaan Scherer ternyata lebih kecil, yaitu 11 nm.

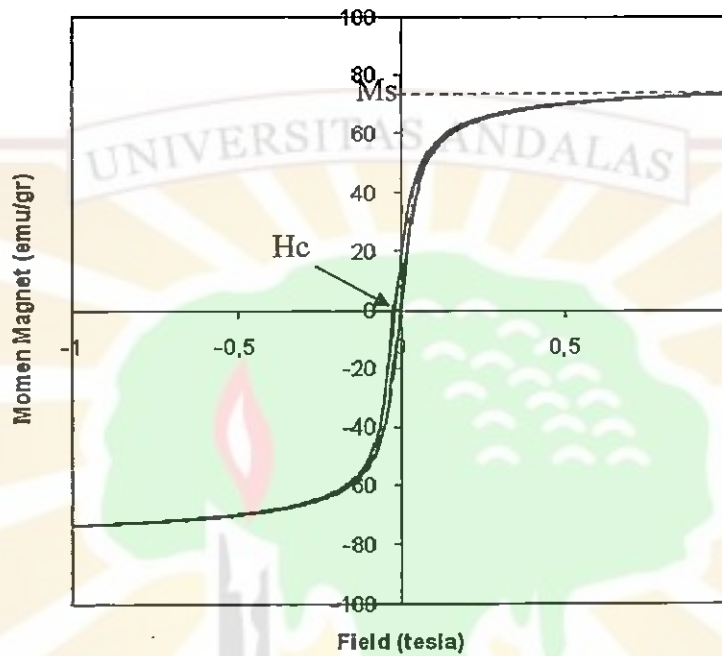


Gambar 4.2. Pola difraksi sinar-X Fe₃O₄ yang menggunakan reduktor etanol

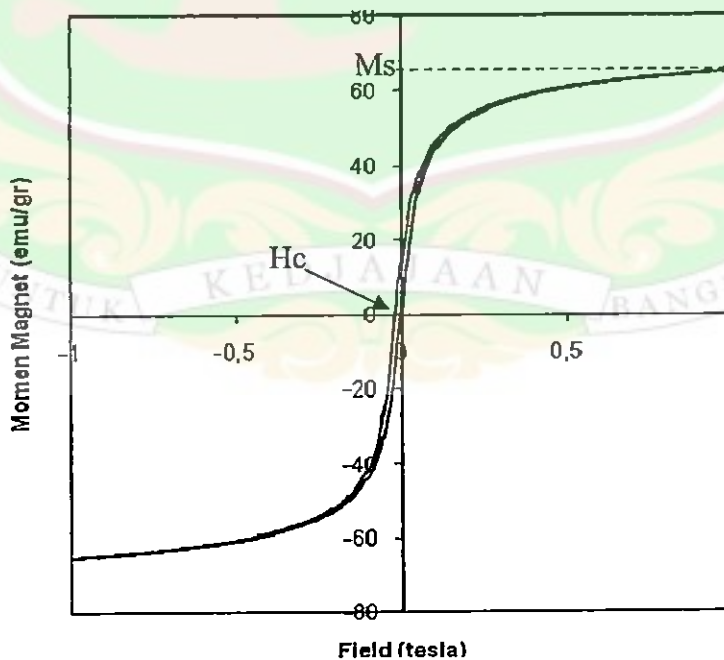
Puncak yang dihasilkan dengan menggunakan reduktor DEA lebih tinggi atau memiliki kristalinitas yang lebih baik dan ukuran Kristal yang lebih besar karena berdasarkan strukturnya DEA memiliki 1 buah gugus amina sekunder (-NH-) dan 2 buah gugus hidroksil (-OH) sebagai tempat kemungkinan terjadinya oksidasi. Oleh sebab itu DEA dapat dianggap sebagai reduktor yang lebih baik atau lebih kuat dalam mereduksi dibandingkan etanol yang memiliki 1 buah gugus hidroksil saja untuk terjadinya oksidasi.

4.4. Analisis VSM

Karakterisasi dengan VSM dilakukan untuk mengetahui sifat magnet dari nanopartikel Fe_3O_4 . Hasil karakterisasi dengan VSM berupa kurva histeresis dari partikel magnetit ditampilkan pada gambar 4.3 dan gambar 4.4 di bawah ini.



Gambar 4.3. Kurva histeresis Fe_3O_4 yang menggunakan reduktor DEA



Gambar 4.4. Kurva histeresis Fe_3O_4 yang menggunakan reduktor etanol

Dari hasil XRD telah diketahui bahwa kedua kristal Fe_3O_4 yang terbentuk berukuran nanometer. Nanopartikel Fe_3O_4 biasanya memiliki sifat superparamagnetik. Kurva histeresis untuk sifat superparamagnetik memiliki bentuk yang khas dengan nilai kejenuhan magnetisasi (M_s) yang tinggi dan koersifitas (H_c) yang rendah.

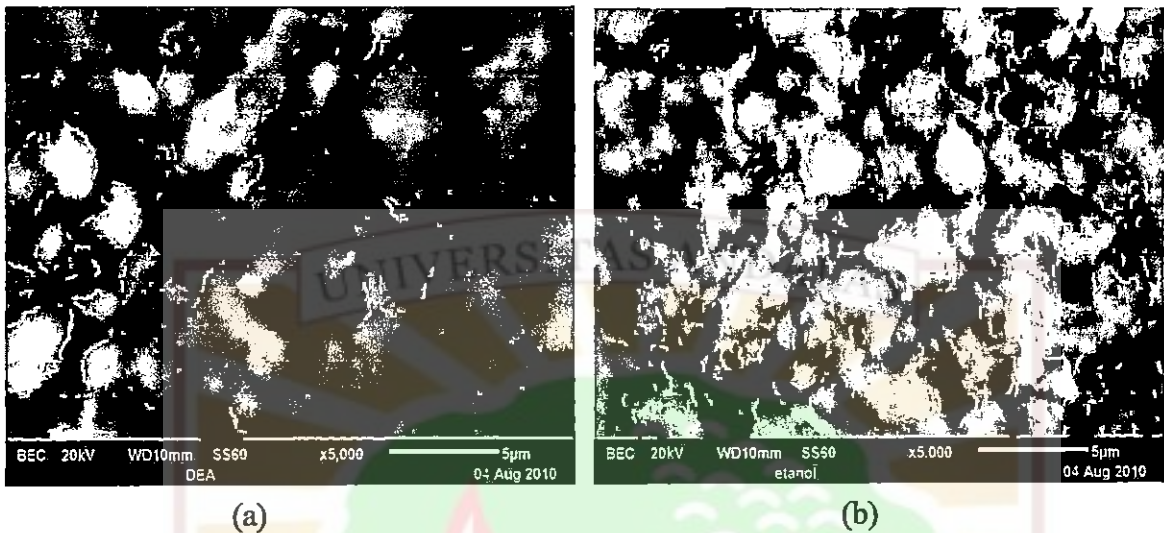
Gambar 4.4 menunjukkan kurva histeresis dari nanopartikel Fe_3O_4 dengan menggunakan reduktor dietanolamin. Bentuk kurva tersebut mengindikasikan bahwa sampel bersifat superparamagnetik. Ini dibuktikan dengan nilai kejenuhan magnetisasi (M_s) yang besar yaitu 73,54 emu/g dan nilai koersif (H_c) yang kecil yaitu -0,0212 Tesla. Sedangkan pada gambar 4.5 yang merupakan kurva histeresis dari nanopartikel magnetit yang menggunakan reduktor etanol juga memiliki sifat superparamagnetik namun lebih kurang dari gambar 4.4 dilihat dari nilai M_s yang lebih kecil yaitu 65,19 emu/g dan nilai H_c yang lebih besar yaitu -0,0014 Tesla.

Munculnya sifat superparamagnetik dari Fe_3O_4 dapat dijelaskan berdasarkan ukuran partikel dan energi anisotropinya. Karena ukuran partikel kecil, energi anisotropi kurang dari energi distorbansi panas oleh ion-ion, sehingga arah magnet tidak lagi tetap, dan pergerakan ion menjadi acak. Akibatnya, sampel akan bersifat superparamagnetik. Ketika ukuran partikel serbuk sampel kurang daripada ukuran kritis material superparamagnetik, partikel magnetik akan kehilangan sifat ferrimagnetik atau subferrimagnetik yang melekat dalam bahan biasa, dan memperlihatkan keadaan superparamagnetik remanen tanpa histeresis magnetik. Ketika ini terjadi, magnetisabilitas (σ) dan koersivitas (H_c) dari sampel adalah nol. magnetisasi kurva sampel yang reversibel melewati titik nol. Semakin tinggi magnetisasi saturasi menandakan semakin besarnya ukuran partikel. Oleh karena itu partikel dengan ukuran biasa memiliki M_s yang tinggi, yaitu 92 emu/g.

Dengan adanya sifat superparamagnetik ini maka nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan dengan metode ini memiliki potensi untuk diaplikasikan terutama dalam bidang biomedis seperti MRI (*Magnetic Resonance Imaging*), *Drug Delivery*, *hyperthermia* dan juga bidang lainnya seperti sensor dg sensitifitas tinggi.

4.5. Analisis SEM

Morfologi nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan berdasarkan gambar SEM.



Gambar 4.5. Gambar SEM permukaan Fe_3O_4 pada perbesaran 5.000 kali (a) pada penggunaan reduktor DEA; (b) pada penggunaan reduktor etanol

Berdasarkan gambar 4.5 (a) dan (b) dapat dilihat bahwa ukuran partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan baik dengan menggunakan reduktor DEA maupun reduktor etanol tidak homogen. Dengan menggunakan reduktor DEA, dapat dilihat pada pembesaran 5000 kali terjadinya penggabungan partikel-partikel sehingga terbentuk gumpalan. Hal ini mungkin disebabkan oleh perbedaan yang signifikan antara temperatur reaksi dengan titik didih DEA itu sendiri (temperatur reaksi 90°C dan titik didih DEA 268°C) dan tingginya kekentalan. Hal ini dapat dijelaskan bahwa pada saat DEA mencapai titik didih, jarak antar molekul DEA itu akan merenggang sehingga kemungkinan terjadinya tumbukan antara molekul DEA dengan Fe^{3+} akan lebih banyak dan partikel-partikel magnetit yang terbentuk akan lebih tersebar, sedangkan sebaliknya, jika DEA tidak mencapai titik didih atau mengalami pemanasan yang kurang, ditambah dengan kekentalan yang tinggi, maka jarak antar molekul DEA lebih rapat sehingga tumbukan yang terjadi lebih sedikit dan akan terjadi penumpukan partikel yang terbentuk. Sedangkan dengan menggunakan reduktor etanol, walaupun masih terjadi penggabungan atau penumpukan partikel, akan tetapi lebih kecil dan tersebar. Hal ini mungkin

disebabkan oleh perbedaan temperatur reaksi dengan titik didih etanol tidak terlalu signifikan.

Ukuran partikel tidak dapat diukur dari kedua gambar SEM ini karena gambar permukaan tidak begitu jelas dan pembesaran 5000 kali tidak cukup untuk memperlihatkan bentuk satu partikel dengan jelas. Akan tetapi berdasarkan hasil XRD dan VSM, partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan dengan menggunakan reduktor DEA akan lebih besar dibandingkan dengan etanol dan sama-sama berbentuk kubus.



V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa dengan menggunakan metode kopresipitasi, nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) telah berhasil disintesis dari sampel alam berupa batuan besi dengan menggunakan reduktor etanol dan dietanolamin. Dari hasil XRD diperoleh informasi bahwa ukuran kristal dari partikel magnetit yang dihasilkan dengan menggunakan reduktor etanol adalah 11 nm sedangkan dengan menggunakan reduktor dietanolamin lebih besar yaitu 14 nm. Berdasarkan hasil pengukuran dengan VSM dapat dikatakan bahwa kedua produk yang dihasilkan memiliki sifat khas nanopartikel Fe_3O_4 yaitu bersifat superparamagnetik. Hal ini dibuktikan dengan nilai kejenuhan magnetisasi (M_s) yang besar, yaitu 73,54 emu/g untuk nanopartikel yang menggunakan reduktor dietanolamin dan 65,19 emu/g untuk nanopartikel yang menggunakan reduktor etanol dan nilai koersifitas (H_c) yang hampir mendekati nol.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka hal-hal yang dapat disarankan adalah sebagai berikut :

1. Pengeringan produk sebaiknya dilakukan dengan menggunakan pemanasan yang terkontrol agar didapat hasil yang lebih baik.
2. Penentuan kondisi optimum serta penggunaan senyawa organik lain sebagai reduktor pada penelitian selanjutnya.

DAFTAR PUSTAKA

1. Viko Ladelta, (2008), "*Pengaruh Reduktor pada Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) dari Batuan Besi yang Berasal dari Sungai Lasi Kabupaten Solok*". Universitas Andalas : Padang.
2. Meng, Jian Hua, Yang, GuiQin, Yan, MeiLei, Wang, XiuYu, (2004) "Synthesis and characterization of Magnetic Nanometer Pigment Fe_3O_4 " *Journal of Dyes and Pigment*, 66, hal. 109-113.
3. Tetsuya Osaka, Tadashi Matsunaga, Tatsuya Nakanishi, Atsushi Arakaki, Daisuke Niwa, Hironori Lida, (2006), "Synthesis of Magnetite Nanoparticles and Their Application to Bioassays", *Anal Bioanal Chem.*, 384, hal. 593-600
4. Pedro Tartaj, Marfa del Puerto Morales, Sabino Veintemillas-Verdaguer, Teresita Gonzales-Carreno and Carlos J Serna, (2003), "The Preparation of Magnetic Nanoparticles for Applications in Biomedicine", *Journal of Physics D: Applied Physics*, 36, hal. R182-R197
5. Yuan-Hui Zheng, Yao Cheng, Feng Bao, Yuan-Sheng Wang, (2006), "Synthesis and Magnetic Properties of Fe_3O_4 Nanoparticles", *Materials Research Bulletin*, 41, hal. 525-529
6. R. Vijayakumar, Yu. Koltypin, I. Felner, A. Gedanken, (2000) "Sonochemical Synthesis and Characterization of Pure Nanometer-Sized Fe_3O_4 Particles" *Material Science and Engineering*, A286, hal. 101-105
7. G. Granaprakash, S. Mahadevan, T. Jayakumar, P. Kalyasundaram, John Philip, Baldev Raj, (2007), "Effect of Initial pH and Temperatur of Iron Salt Solutions on Formation of Magnetite Nanoparticles", *Materials Chemistry and Physics*, 103, hal. 168-175
8. Tehvide Ozkaya, Muhammet S. Toprak, Abdulhadi Baykal, Huseyin Kavas, Yuksel Koseogle, Bekir Aktas, (2008), "Synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles at 100°C and its magnetic characterization", *Journal of Alloys and Compunds*, XXX, hal. 1788-1794 .

9. Kelsall, R.W, I.W, Hamley and M., Geoghegan, (2005), "*Nanoscale science and Technology*". John Wiley & Sons, Ltd : Germany.
10. Daintith, John, (1994), "*Kamus Lengkap Kimia*", Erlangga: Jakarta. Hal. 273
11. Kee-Shyuan Loh, Yook Heng Lee, Ahmad Musa, Abdul Aziz Salmah, Ishak Zamri, (2008), Use of Fe₃O₄ Nanoparticles for Enhancement of Biosensor Response to the Herbicide 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid, *Sensors*, 8, hal. 5775-5791
12. Saito, T, 1996, *Kimia Anorganik*, Iwanami Shoten Publisher : Tokyo.
13. Fessenden, Ralph J., and Fessenden, Joan S., (1982), "*Kimia Organik*", Edisi 2, Erlangga: Jakarta.
14. Mikrajuddin Abdullah dan Khairurrijal, (2009), "Review: Karakterisasi Nanomaterial", *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 2.
15. Alafara, A. Baba, Adekola, F A, Folashade, A O, (2005), "Quantitative Leaching of a Nigerian Iron Ore in Hydrochloric Acid", *J. Appl. Sci. Environ. Mgt.*, 9, hal. 15-20.



LAMPIRAN 2

Data Kandungan Batuan Besi Berdasarkan Hasil XRF.¹

ARL-XRF/Uniquant Analysis Report

GEOLOGICAL RESEARCH & DEVELOPMENT CENTER
DIPONEGORO 57
ID---BANDUNG
Fax:

C:\UQ5\USER\ARL\JOB\JOB.568

Sample ident = BATUAN PW

Compound	Wt%	StdErr	El	Weight%	StdErr
Fe2O3	71.12	0.23	Fe	49.74	0.16
S	19.05	0.20	S	19.05	0.20
SiO2	5.55	0.11	Si	2.59	0.05
CaO	1.14	0.05	Ca	0.817	0.038
CuO	0.867	0.043	Cu	0.693	0.034
MgO	0.628	0.031	Mg	0.379	0.019
Al2O3	0.567	0.028	Al	0.300	0.015
Na2O	0.517	0.026	Na	0.383	0.019
Co3O4	0.221	0.011	Co	0.174	0.009
ZnO	0.103	0.005	Zn	0.0832	0.0042
MnO	0.0835	0.0042	Mn	0.0647	0.0032
Cr2O3	0.0370	0.0019	Cr	0.0253	0.0013
TiO2	0.0274	0.0014	Ti	0.0164	0.0008
Cs2O	0.0135	0.0031	Cs	0.0127	0.0029
K2O	0.0112	0.0010	K	0.0093	0.0009
NiO	0.0108	0.0013	Ni	0.0085	0.0010
P	0.0107	0.0005	P	0.0107	0.0005
Cl	0.0099	0.0010	Cl	0.0099	0.0010
La2O3	0.0076	0.0021	La	0.0065	0.0018
As2O3	0.0050	0.0025	As	0.0038	0.0019
PbO	0.0049	0.0011	Pb	0.0045	0.0010
V2O5	0.0048	0.0011	V	0.0027	0.0006
Ar	0.0045	0.0014	Ar	0.0045	0.0014
SeO2	0.0026	0.0007	Se	0.0019	0.0005

LAMPIRAN 5

Perhitungan Ukuran Kristal dengan Metode Scherrer.

Rumus Scherrer :

$$L = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana :

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

λ = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K α (0,15405 nm)

β = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada $2\theta \times (\pi/180)$

θ = Sudut Bragg

- a. Ukuran kristal magnetit dengan reduktor etanol

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,735 \times 3,14 \cos (35,401/2)} \\ 180$$

$$L = 11,22 \text{ nm}$$

- b. Ukuran kristal magnetit dengan reduktor dietanolamin (DEA)

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,61 \times 3,14 \cos (35,54/2)} \\ 180$$

$$L = 13,53 \text{ nm}$$