



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 MAGNETIT (Fe₂O₄) BERBASIS BATUAN BESI

SKRIPSI



**MELVIRA RAHMADANI
06135008**

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

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI	i
DAFTAR GAMBAR	iii
DAFTAR TABEL	iv
ABSTRAK	v
KATA PENGANTAR	vii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1.Latar Belakang	1
1.2.Tujuan Penelitian	3
1.3.Manfaat Penelitian	3
1.4.Batasan Masalah	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Tinjauan Pustaka.....	4
2.2. Landasan Teori	
2.2.1. Batuan Besi	8
2.2.2. Struktur Spinel	9
2.2.3. Sifat Magnet Besi.....	10
2.2.4. Sifat Magnet Bahan.....	11
2.2.5. Material Nanomagnetik Fe ₃ O ₄	15
2.2.6. Reduktør NH ₄ OH	17
2.2.7. Karakterisasi Nanopartikel Fe ₃ O ₄	18
BAB III METODE PENELITIAN	

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian.....	24
3.2. Alat dan bahan yang Digunakan.....	24
3.3. Prosedur Kerja	
3.3.1. Proses Destruksi batuan besi.....	25
3.3.2. Sintesis Nanopartikel dengan metode Kopresipitasi	26
3.3.3. Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe ₃ O ₄	26
3.3.4. Skema Penelitian.....	30

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Secara Fisik.....	28
4.2 Analisis XRD.....	30
4.3 Analisis Ukuran Partikel.....	31
4.4 Perhitungan Ukuran Kristal	33
4.5 Analisis SEM.....	38

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

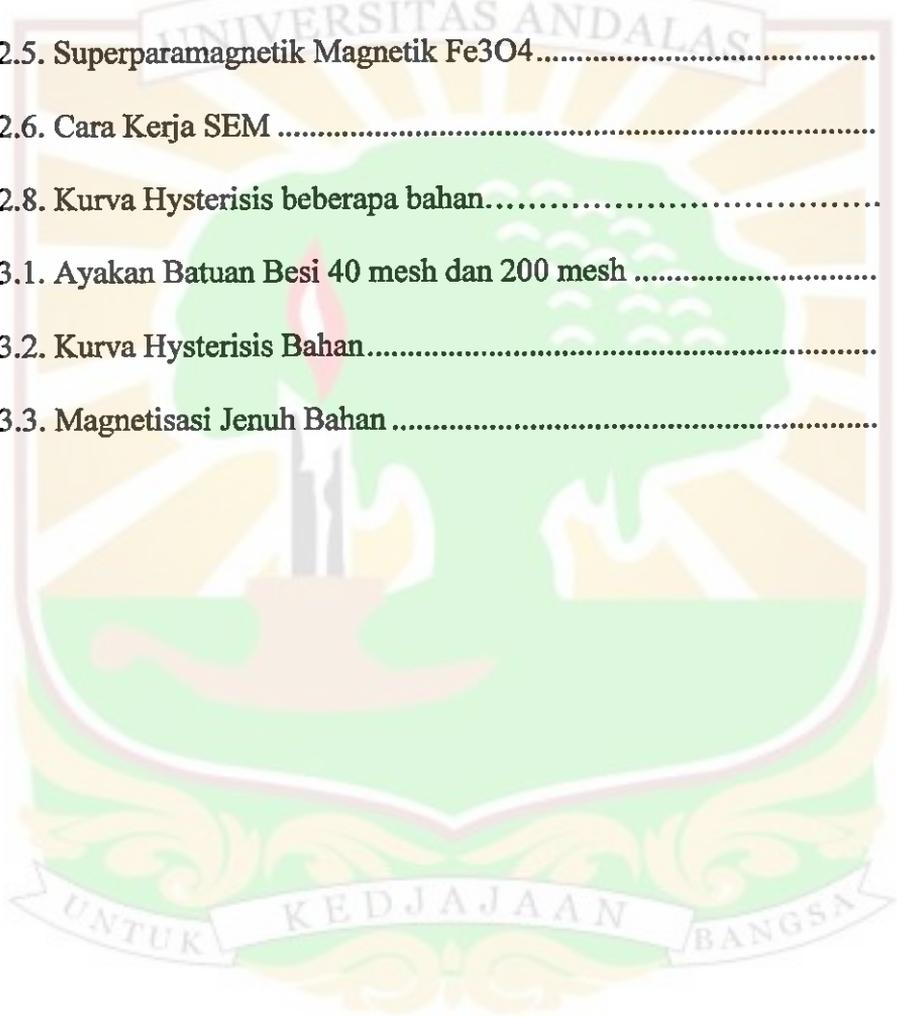
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran	41

JADWAL PENELITIAN

DAFTAR PUSTAKA

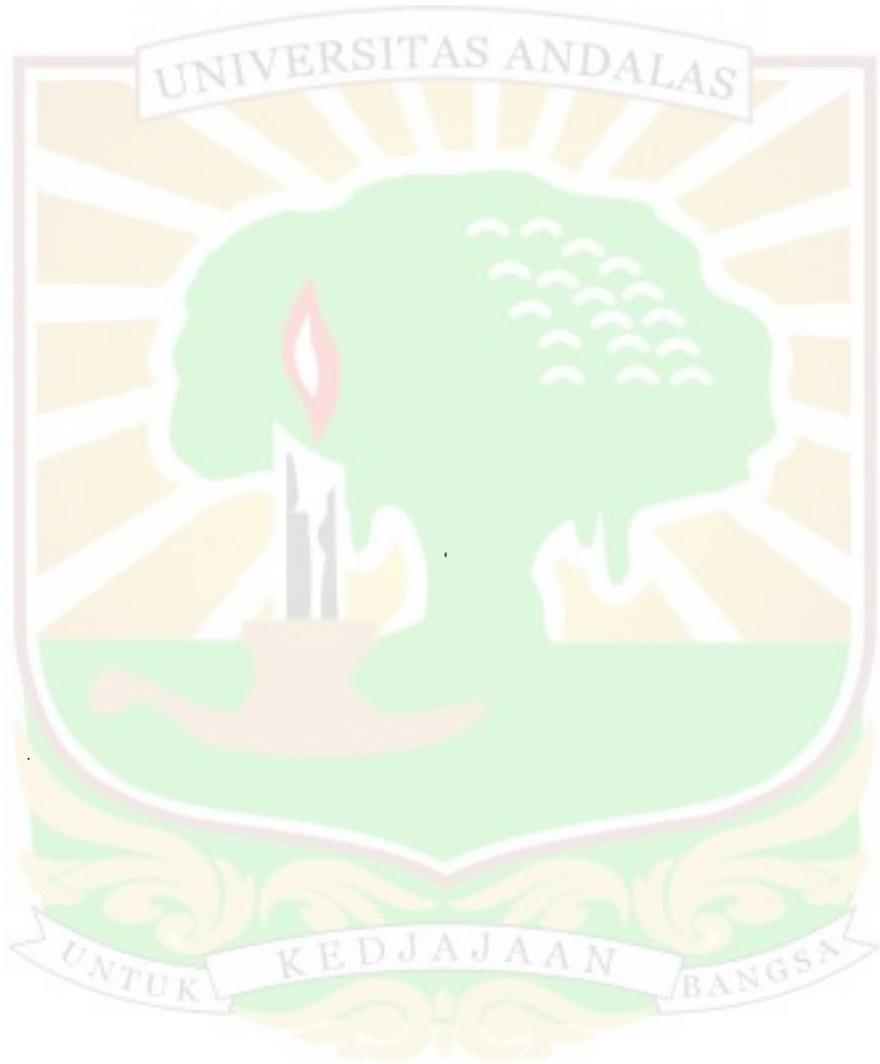
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Momen Dipol Magnet Bahan Ferromagnetik.....	13
Gambar 2.2. Konfigurasi dipol Atom Material Paramagnetik	13
Gambar 2.3. Konfigurasi dipol Atom Material Diamagnetik	14
Gambar 2.4. Nanomagnetik Fe ₃ O ₄	16
Gambar 2.5. Superparamagnetik Magnetik Fe ₃ O ₄	17
Gambar 2.6. Cara Kerja SEM	21
Gambar 2.8. Kurva Hysterisis beberapa bahan.....	
Gambar 3.1. Ayakan Batuan Besi 40 mesh dan 200 mesh	26
Gambar 3.2. Kurva Hysterisis Bahan.....	27
Gambar 3.3. Magnetisasi Jenuh Bahan	28



DAFTAR TABEL

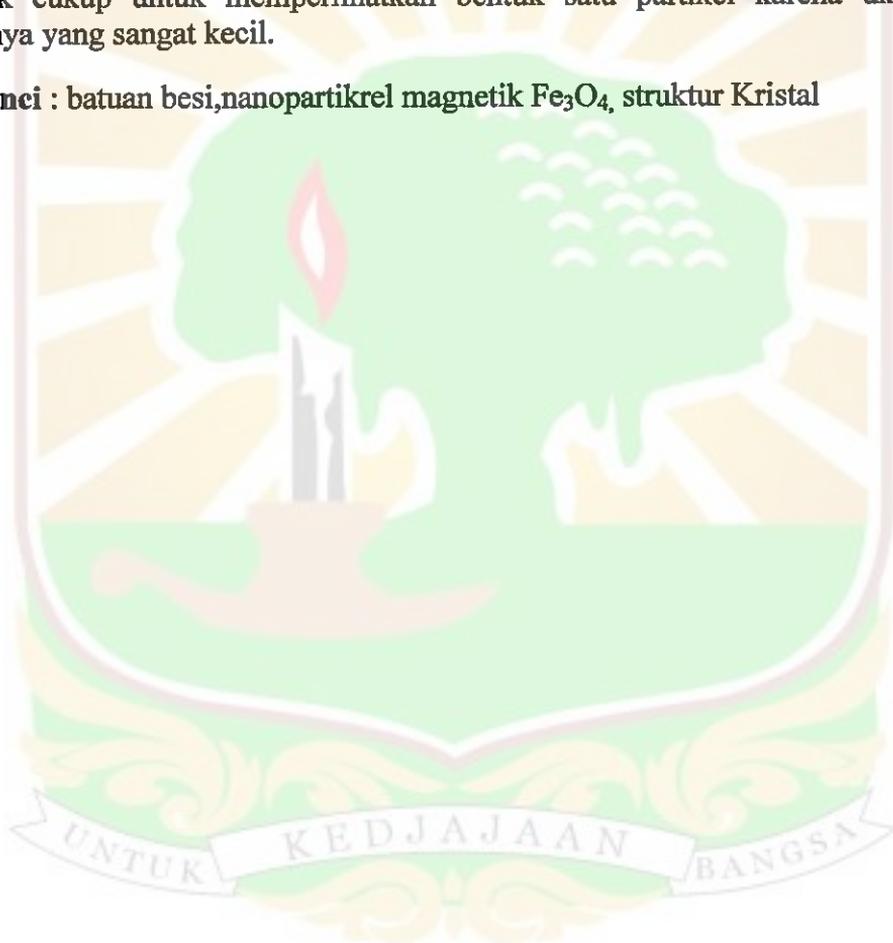
Tabel 1. Suhu Curie Bahan Feromagnetik	17
Tabel 2. Komposisi zat yang digunakan dalam sintesis NanoPartikel.....	28



ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk mengkarakterisasi magnetic batuan besi dengan mengambil sampel batuan besi yaitu di Poros Kec. Sungai Beremas Pasaman Barat. Penelitian ini dilakukan untuk melihat ukuran dari Kristal dan mengetahui morfologi dari nanopartikel batuan besi. Beberapa metode magnetic yang dilakukan adalah pengukuran Difraksi sinar X dan Spektrofotometer Serapan Atom. Hasil-hasil karakterisasi menunjukkan bahwa ukuran Kristal untuk sampel B adalah 26,03 nm dan untuk sampel C diperoleh sebesar 42,3 nm. Sedangkan karakterisasi menggunakan SEM diperoleh hasil bahwa perbesaran dengan 40.000 kali tidak cukup untuk memperlihatkan bentuk satu partikel karena ukuran partikel nya yang sangat kecil.

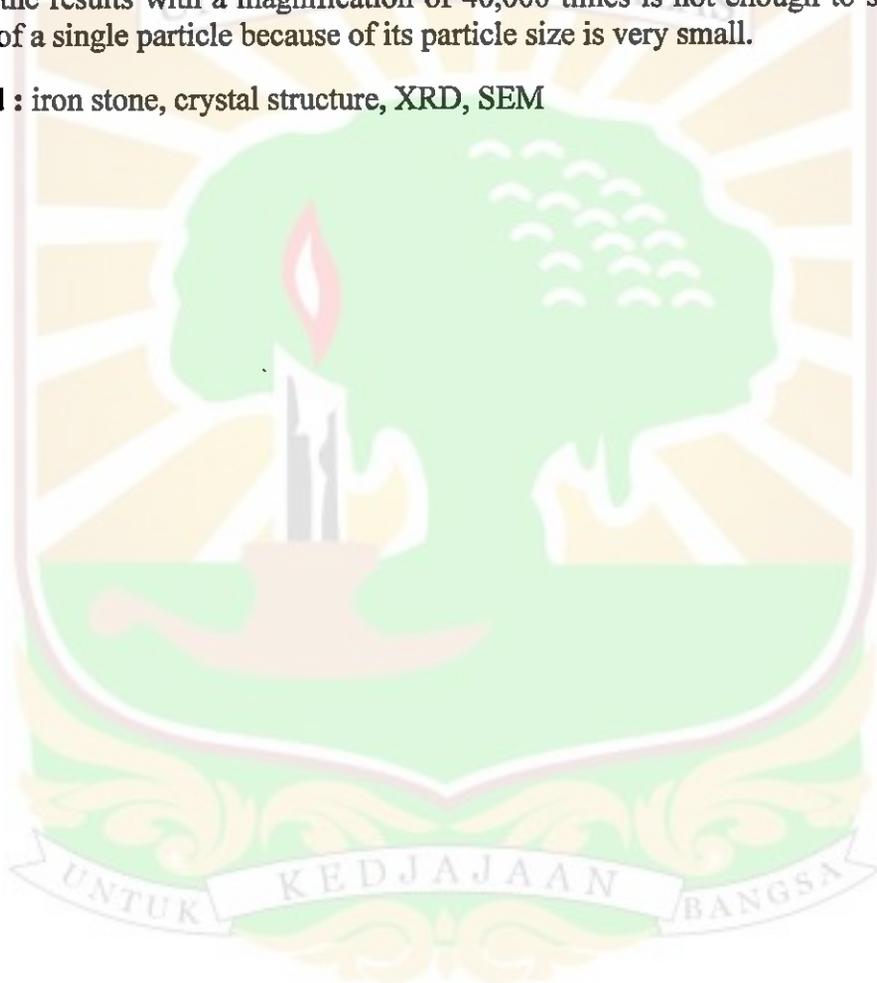
Kata Kunci : batuan besi, nanopartikel magnetik Fe_3O_4 , struktur Kristal



ABSTRACT

Research to characterize iron stone magnetic have been doing by taking samples of iron stone in Poros Kec. Sungai Beremas West Pasaman. This research was conducted to see the size of the crystals and to know the morphology of nanoparticles of iron stone. Several magnetic methods are carried out measurements of X-ray diffraction and Atomic Absorption Spectrophotometer. These results indicate that the size of crystal characterization for the B sample is 26.03 nm and for sample C is 42.3 nm. While the characterization that using SEM obtained the results with a magnification of 40,000 times is not enough to show the form of a single particle because of its particle size is very small.

Keyword : iron stone, crystal structure, XRD, SEM



KATA PENGANTAR

Dengan mengucap puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **Sintesis Dan Karakterisasi NanoPartikel Magnetik (Fe_3O_4) Berbasis Batuan Besi.**

Dalam penulisan skripsi ini penulis mendapat bantuan dari berbagai pihak, baik secara moril maupun materil. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Orang tua, kakak, dan adik-adik serta kemenakan dan keluarga besar penulis yang selalu mendoakan dan mendukung serta memberikan kasih sayang tak terhingga kepada penulis.
2. Ibu Astuti, M.Si selaku pembimbing penulis dalam tugas akhir ini yang telah banyak membimbing dan mengarahkan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Ibu Dwi Pujiastuti, M.Si, Bapak Dr. Dahyunir Dahlan dan Bapak Dr. El Vaswer selaku penguji dalam seminar serta sidang yang telah banyak memberikan masukan dan saran yang sangat berarti bagi penulis.
4. Keluarga besar Abdurrahmah Al Khawakib di Galuang Sungai Puar, Bukittinggi.
5. Buat teman – teman fisika '06, Nora, Nini, Ipin, Isum, Irat, Tamit, Mpuang, Muker, abang Edo (panggilan special), dan seluruh Fisika '06 khususnya. '07, '08, '09, dan 10 pada umumnya.

6. Terimakasih banyak kepada Desi yang telah banyak membantu dalam penulisan tugas akhir penulis dan Riko Fajri Rahmat yang selalu ada.....
7. Bapak Emriadi selaku dekan fakultas MIPA dan bapak Mansyurdin pembantu dekan yang telah memberi semangat, bantuan moril kepada penulis hingga akhirnya dapat menyelesaikan studi selama di Fisika
8. Pak Wildian M.Si, buk Bet, Pak Afdal Muttaqin, buk Dian Fitriani dan seluruh dosen Fisika Universitas Andalas
9. Serta seluruh pihak yang telah membantu penulis baik moril maupun materil yang tidak bisa disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak memiliki kekurangan baik dari segi materi maupun penulisannya, karena keterbatasan pengetahuan, pengalaman dan kemampuan penulis. Oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran pembaca untuk perbaikan di masa mendatang.

Akhir kata, penulis mengharapkan skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan pihak – pihak terkait lainnya.

Padang, September 2011

Penulis

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Indonesia merupakan Negara yang kaya akan sumber daya alam terutama bahan-bahan galian industri atau bahan tambang. Bahan galian ini di Indonesia hampir menyebar diseluruh wilayah. Sumber-sumber yang menyebutkan tentang jenis, jumlah cadangan terhitung, kualitas, daerah penyebaran serta kegunaannya masih terbatas sekali, hal ini disebabkan karena banyaknya jenis bahan galian industri, termasuk yang belum diketahui kegunaannya disamping kualitas yang masih belum memenuhi persyaratan. Salah satu kekayaan alam tersebut adalah besi. 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 cadangan batuan besi yang cukup besar, salah satunya adalah kabupaten Pasaman Barat tepatnya di Poros kecamatan Sungai Beremas. Batuan ini memiliki kandungan utama Fe_2O_3 sebanyak 76,47% (kelompok program penelitian mineral logam, 2006). Selama ini besi ditambang dan dijual masih dalam bentuk mentah sehingga mempunyai nilai jual yang rendah.

Nilai batu besi dapat kita tingkatkan dengan menjadikannya sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 . Selama ini riset yang dilakukan dalam pembuatan Fe_3O_4 nanopartikel umumnya menggunakan bahan sintesis untuk meningkatkan nilai ekonomis dari batuan besi.

Nano partikel magnetik telah menjadi material menarik yang dikembangkan karena sifatnya yang terkenal dan sangat potensial dalam

aplikasinya dalam berbagai bidang, seperti dalam bidang medis digunakan sebagai drug delivery, terapi hyperthermia, dan *Magnetic Resonance Imageing* (MRI). Dalam bidang industri digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpan data dalam bentuk CD atau hard disk, pigmen warna. Bagaimanapun, beberapa sifat partikel nano magnetik ini bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, ketika ukuran suatu partikel nano magnetik di bawah 10 nm, akan bersifat superparamagnetik pada temperatur ruang, artinya bahwa energy termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah partikel nano tunggal. Karena itu, untuk mensintesis partikel nano seragam dilakukan beberapa metoda dengan mengatur ukurannya sehingga menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nano partikel.

Banyak Metoda yang telah dilakukan peneliti untuk pembuatan Fe_3O_4 yang halus dan homogen diantaranya metoda kopresipitasi, solvothermal, sol gel, solid state, dan lain-lain. Setiap metoda memiliki kelebihan dan kekurangan tersendiri, namun semuanya telah terbukti dapat digunakan untuk membuat nanopartikel Fe_3O_4 . Dalam penelitian ini metoda yang akan digunakan adalah metoda kopresipitasi melalui reduksi sebagian ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} menggunakan reduktor. Metoda 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 metoda lainnya.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dari batu besi yang berasal dari tambang bijih besi di daerah Ranah Batahan, Kabupaten Pasaman Barat.
2. Melakukan karakterisasi nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dengan menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi nanopartikel, XRD untuk melihat struktur kristal.

1.3. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

1. Mengaplikasikan teknik pembuatan nanopartikel magnetit yang lebih murah dan efisien dibandingkan dengan beberapa metoda lain seperti: pemanasan sederhana dalam larutan polimer, metoda koloid, metoda polyol, metoda spray, koloid templating dan metoda lainnya. Metoda kopresipitasi digunakan karena waktu yang dibutuhkan lebih sedikit dan proses yang cepat. Sampel s diambil langsung dari batuan besi yang banyak terdapat di Kabupaten Pasaman Barat sekaligus meningkatkan nilai ekonomis batuan besi tersebut.
2. Memberikan informasi tentang pemanfaatan batuan besi sehingga dapat meningkatkan nilai ekonomis dari batuan besi tersebut.

1.4. Batasan Masalah

Karena luasnya bahasan tentang nano magnetik maka penelitian ini diberi batasan. Disini pembatasan masalah akan lebih terfokus pada sintesis dan

karakterisasi ukuran partikel dan struktur kristal nanopartikel magnetik Fe_3O_4 berbasis batuan besi dengan menggunakan metoda Kopresipitasi.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Pustaka

Magnetisasi adalah suatu fenomena yang menarik, dimana material dapat ditarik atau ditolak tanpa bersentuhan secara langsung. Hal tersebut telah diketahui sejak ratusan tahun yang lalu, tetapi mekanisme dan prinsip yang mendasarinya dan dimengerti secara ilmiah pada awal abad 18, yaitu setelah seorang fisikawan Belanda Hans Cristian Oersted (1777-1851) membuat suatu eksperimen yang menerangkan adanya efek-efek magnet pada kawat yang dialiri arus listrik.

Magnetik merupakan salah satu bentuk mineral hitam dari besi oksida yang mengkristal dalam sistem kubus. Bahan ini adalah campuran besi (II)-besi (III) oksida, Fe_3O_4 dan merupakan magnetit kuat, dan dalam beberapa varietas dikenal sebagai batu magnet (magnet alami) yang digunakan untuk kompas zaman dulu. Magnetit tersebar luas dan dijumpai sebagai mineral pelengkap dalam hampir semua batuan beku dan batuan metamorf.

Pasir besi mengandung mineral magnetit yang sebagian besar terdiri dari magnetit (Fe_3O_4) yaitu hematit ($\alpha-Fe_2O_3$) dan maghemit ($\gamma-Fe_2O_3$) yang banyak dimanfaatkan dalam industri pembuatan magnet. Kandungan mineral magnetik terbesar pada batuan besi yaitu maghemit ($\gamma-Fe_2O_3$) besi oksida magnetit (Fe_3O_4) (Yulianto, 2002).

Oksida besi Fe_2O_3 , memiliki beberapa isomer struktur. Dua di antaranya adalah hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Hematit mempunyai sifat magnet antiferromagnetik dan memiliki struktur Kristal. Maghemit mempunyai struktur *close-packed face-centered-cubic* dan sifat magnet ferrimagnetik. Transformasi antara dua isomer ini, yang diikuti dengan perubahan sifat magnet, diketahui dapat terjadi dalam proses anealing dan penggilingan mekanik. Untuk mensintesis maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dari hematit kualitas teknis. Sintesa dilakukan dengan metoda penggilingan mekanik dalam atmosfer udara tanpa menggunakan bahan tambahan untuk mengontrol proses.

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dalam fasa padat, cair, maupun gas. Proses sintesis pun dapat berlangsung secara fisika atau kimia. Proses sintesis secara fisika tidak melibatkan reaksi kimia. Yang terjadi hanya pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer, atau penggabungan material berukuran sangat kecil, seperti kluster, menjadi partikel berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Proses sintesis secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (*precursor*) sehingga dihasilkan material lain yang berukuran nanometer. Contohnya adalah pembentukan nanopartikel garam dengan mereaksikan asam dan basa yang bersesuaian (Abdullah, 2008).

Sebelumnya telah dilakukan penelitian dengan menggunakan zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran serta struktur pori. Zat tersebut berupa polyethylene glycol (PEG). Dalam hal ini PEG dapat berfungsi sebagai template, dan juga pembungkus partikel besi sehingga tidak terbentuk agregat, hal

ini dikarenakan PEG terjebak pada permukaan partikel dan menutupi ion positif besi, dan pada akhirnya akan diperoleh hasil partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. Akan tetapi, PEG yang ditambahkan berjumlah cukup besar agar bekerja sesuai dengan fungsinya; misalnya untuk PEG 2000 sekitar 200% dari jumlah bahan yang akan ditambahkan.

Penelitian sejenis juga dilakukan untuk mencari karakter kemagnetan Fe_3O_4 dengan pendopingan Mn_3O_4 dimana Fe_3O_4 diperoleh dari pasir besi dengan menggunakan metode kopresipitasi yang menghasilkan ukuran partikel yaitu sebesar 11 nm. Pada penelitian tersebut dapat dilihat bahwa sifat kemagnetan dipengaruhi oleh ukuran-ukuran kristal (Taufik, 2008).

Karakterisasi magnetik Fe_3O_4 batuan besi juga telah dilakukan dimana kandungan terbesar yang terdapat pada batu besi daerah Poros ranah bataan tersebut adalah berupa magnetit yang ditunjukkan melalui susceptibilitas sebesar $733,073^{-5} \text{ m}^3/\text{kg}$ dan dari data XRD diperoleh ukuran kristal sebesar $0,163 \mu\text{m}$. Karena kandungan tersebut maka sangat menarik untuk dibahas dan dijadikan bahan untuk pembuatan nanopartikel (Noraida, 2011).

2.2 Landasan Teori

2.2.1 Batuan Besi

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

untuk produksi besi dan baja tergantung dari kadar fosfor yang dikandungnya. Besi merupakan salah satu unsur paling biasa di bumi, membentuk 5% dari pada permukaan bumi dan berasal dari logam yang dikenal sebagai bijih besi (*iron ore*). Dua kandungan utama dalam bijih besi yang terbesar adalah kebanyakan *hematite* (sedikit Fe_2O_3) dan *magnetite*. (Fe_3O_4). Oleh karena itu besi dikelompokkan menjadi:

1. Bijih besi berkadar posfor rendah : Hematit merah (Fe_2O_3), Magnetit (Fe_3O_4)
2. Bijih besi berkadar posfor tinggi : Hematit coklat, Siderit (FeCO_3)

Besi yang kimiawi murni (Ferrum, Fe) adalah logam yang berwarna putih-perak, yang kukuh dan liat, tidak cocok sebagai bahan karena terlalu lunak, ia melebur pada suhu 1535°C . Biasanya besi mengandung sejumlah kecil Karbida, Silisida, Fosfida dan sulfida dari besi, serta sedikit Grafit. Besi yang dapat diolah secara teknis selalu merupakan suatu paduan antara besi (Fe) dengan zat arang (C) dan unsur-unsur lainnya. Ukuran yang menentukan untuk kekerasan, kekuatan, dan keuletan ialah tinggi kadar zat arang yang selalu ada di dalam besi.

2.2.2 Struktur Spinel

Spinel merupakan struktur Kristal yang tersusun dari dua sub struktur, yaitu struktur tetrahedral dan struktur oktahedral . Pada bagian tetrahedral, ion-ion logam berlokasi di pusat sebuah tetrahedron dengan sudut-sudutnya ditempati oleh ion-ion oksigen. Sedangkan pada bagian oktahedral, ion-ion logam berlokasi di pusat oktahedron dengan sudut-sudutnya ditempati oleh ion-ion oksigen.

Berdasarkan distribusi ion-ion, struktur spinel dapat dibedakan menjadi spinel normal, spinel invers, dan spinel campuran atau mixed spinel. Spinel normal yaitu spinel yang terdiri dari satu elektron, terbentuk apabila semua ion logam divalent menempati posisi tetrahedral dan semua ion logam trivalent menempati posisi oktahedral. Spinel invers terbentuk apabila semua ion logam divalent menempati posisi oktahedral, sedangkan $\frac{1}{2}$ ion-ion logam trivalent menempati posisi oktahedral dan $\frac{1}{2}$ yang lain menempati posisi tetrahedral. Spinel campuran merupakan spinel yang terdiri dari dua buah elektron dan tidak mengikuti pola spinel normal maupun pola spinel invers. Pada struktur spinel ini akan diketahui dimana posisi dari ion-ion yang terdapat dalam suatu bahan. Apakah posisi yang ditempati tersebut berupa oktahedral atau tetrahedral.

2.2.3 Sifat Magnet Besi

Sebuah magnet terdiri atas magnet-magnet kecil. Suatu bahan bersifat magnet jika magnet-magnet kecil (*elementer*) memiliki arah yang sama (tersusun teratur). Pada logam yang bukan magnet, magnet elementernya mempunyai arah sembarangan (tidak teratur) sehingga efeknya saling meniadakan, yang mengakibatkan tidak adanya kutub-kutub magnet pada logam.

Bahan magnetik mengandung atom-atom yang mempunyai momen magnetik. Adapun timbulnya momen magnetik sebuah atom karena gerak elektron-elektron yang tidak berpasangan. Suatu bahan mempunyai momen magnetik persatuan volume yang dikenal sebagai intensitas kemagnetan atau polaritas magnetik dan disingkat kemagnetan (*magnetization*). Hubungan antara

kemagnetan dengan banyaknya gaya yang dapat dihasilkan oleh suatu bahan magnet persatuan volume dituliskan oleh Persamaan : 2.1

$$M = m/V \quad \dots\dots\dots (2.1)$$

Dengan,

M = Kemagnetan atau polaritas magnet (Tesla)

m = Momen magnet (amu)

V = Volume (m^3)

Setiap magnet memiliki dua kutub magnet, yaitu kutub utara dan kutub selatan. Kutub magnet adalah daerah yang berada pada ujung-ujung magnet. Kekuatan magnet yang paling besar berada pada kutub-kutub magnet. Selain menarik logam tertentu, magnet juga memiliki sifat-sifat tertentu. Bila kutub magnet yang satu berdekatan dengan kutub magnet yang lain :

1. Kutub-kutub magnet sejenis (kutub utara dengan kutub utara atau kutub selatan dengan kutub selatan) akan tolak menolak.
2. Kutub-kutub yang tidak sejenis (kutub utara dengan kutub selatan atau kutub selatan dengan kutub utara) akan tarik-menarik.

Namun, apabila magnet dipotong maka bagian tengah magnet akan membentuk kutub-kutub magnet yang baru. Dan apabila magnet dipotong lagi maka potongan-potongan magnet masih membentuk kutub magnet yang baru. Jadi, sebuah magnet terdiri atas magnet-magnet kecil yang terletak berderet dari kutub utara menghadap kearah kutub selatan dan sebaliknya kutub selatan menghadap kearah kutub utara magnet. Magnet-magnet kecil tersebut dinamakan domain atau magnet elementer.

2.2.4 Sifat Magnet Bahan

Bahan adalah wujud asal benda kerja. Menurut awalnya terdapat bahan alami yang langsung diolah (kayu, batu); bahan alami yang diubah wujud melalui proses fisika dan kimia (contohnya, bijih menjadi logam); bahan buatan yang didapat tidak secara alami, melainkan dari bahan mentah melalui proses kimia yang rumit (contohnya: gelas, seluloid, perlon, Plexiglas, bakelit).

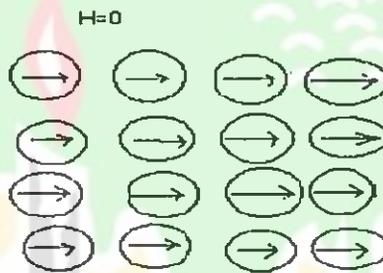
Bahan mentah untuk pembuatan bahan, tidak dapat diperoleh dari alam dalam jumlah tak terbatas. Pemakaian yang kian meningkat, memaksa orang untuk berhemat dan sedapat mungkin memanfaatkan kembali bahan bekas (terutama logam).

Logam yang sejak awalnya sudah memiliki sifat-sifat penggunaan teknis tertentu dan dapat diperoleh dalam jumlah cukup ialah: besi, tembaga, seng, timah, timbal, nikel, aluminium, magnesium. Kemudian tampil logam-logam lain bagi penggunaan khusus dan paduan, seperti perak, emas, platina, iridium, wolfram, tantal, molybdenum, titanium, kobalt, antimonium (*metalloid*), khrom, vanadium, beryllium. Bahan atau logam tersebut memiliki sifat-sifat dapat menarik besi atau baja atau campuran logam lainnya. Benda yang dapat menarik besi atau baja inilah yang disebut magnet.

Sifat kemagnetan suatu benda digolongkan menjadi dua golongan yaitu: benda magnetik dan benda non magnetik. Benda magnetik yaitu benda-benda yang dapat ditarik oleh magnet sedangkan benda nonmagnetik yaitu benda-benda yang tidak dapat ditarik oleh magnet.

Didalam percobaan yang lebih teliti diperoleh penggolongan benda yang terdiri atas ferromagnetik, paramagnetik, dan diamagnetik.

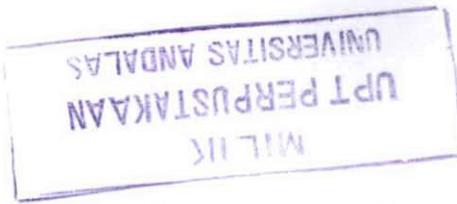
1. Ferromagnetik adalah benda yang ditarik kuat oleh magnet seperti besi, baja, nikel, kobalt dan berbagai logam campuran yang lain. Bila berada pada dalam medan magnetik, bahan ini akan menarik banyak sekali garis-garis medan magnet luar. Momen dipol magnet bahan ferromagnetik seperti pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 momen dipol magnet bahan ferromagnetik

(Sumber: Yunus, 2010)

2. Paramagnetik adalah benda yang ditarik lemah oleh magnet. Bahan yang sedikit menarik garis-garis medan magnetik luar seperti aluminium, platina, dan kayu. Seluruh spin elektron menunjukkan arah yang acak. Apabila medan magnet luar diterapkan, spin elektron tidak akan membentuk momen magnet yang searah tanpa suhu yang sangat dingin. Konfigurasi dipole atom material paramagnetik seperti pada Gambar 2.2



Sifat magnet suatu bahan dipengaruhi oleh bilangan kuantum keempat yang dikenal sebagai bilangan kuantum spin (m_s). Bilangan ini menunjukkan arah dari gerakan elektron mengelilingi inti atom. Spin elektron mempunyai nilai $+1/2$ jika

(Sumber: Yunus, 2010)

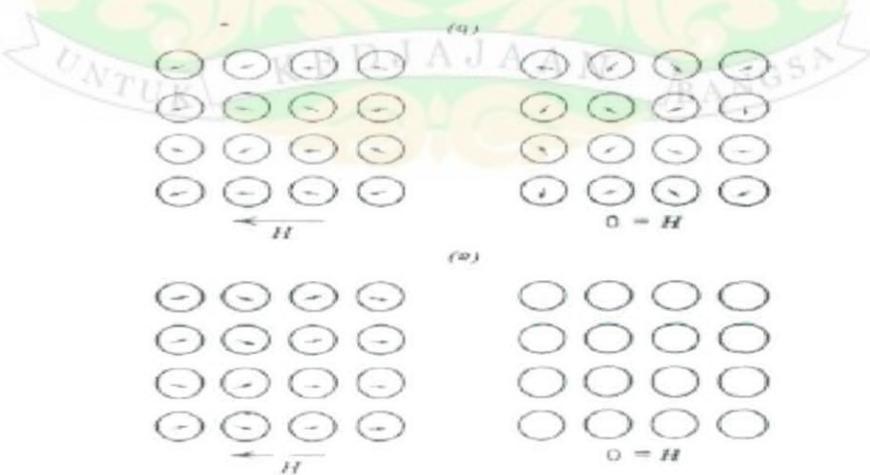
Gambar 2.3 Konfigurasi dipole atom material diamagnetic



3. Diamagnetik adalah benda yang ditolak oleh magnet seperti bismuth, timah, aluminium, serta stainless. Konfigurasi dipole atom material diamagnetik seperti pada Gambar 2.3

(Sumber: Yunus, 2010)

Gambar 2.2 (b) konfigurasi dipole atom material paramagnetic



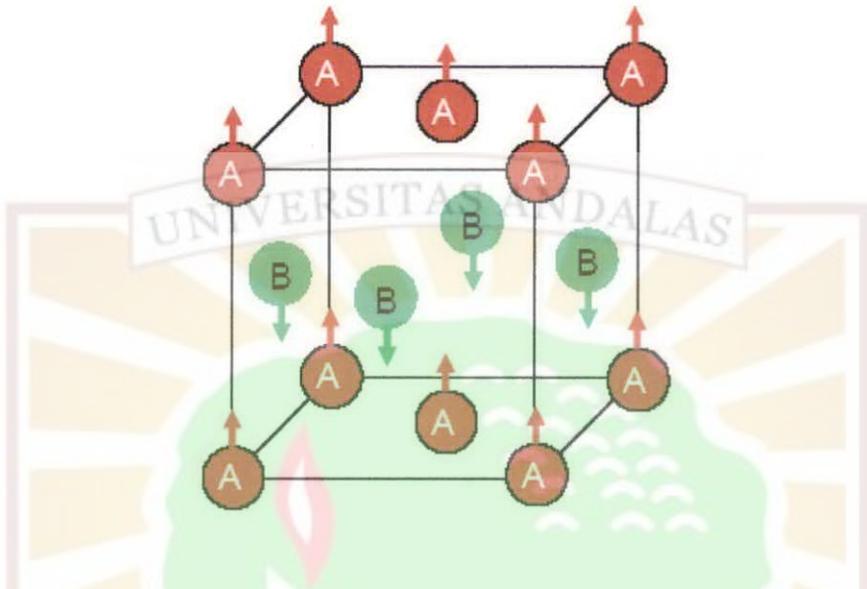
elektron bergerak searah jarum jam, dan bernilai $-1/2$ jika elektron bergerak berlawanan arah dengan jarum jam. Kontribusi gerakan elektron dalam atom yang saling berlawanan ini akan menimbulkan suatu gaya yang disebut momen magnetik, dimana resultannya akan sama dengan nol jika momen yang dihasilkan oleh gerakan elektron yang searah jarum jam diimbangi dengan gerakan elektron yang berlawanan dengan jarum jam.

Sifat kemagnetan suatu benda dapat dihilangkan dengan cara dipukul atau dipanaskan. Dengan dipukul atau dipanaskan maka domain-domain bergerak secara random dan tak teratur, sehingga sifat magnet yang dimiliki jadi hilang.

2.2.5 Material Nanomagnetik Fe_3O_4

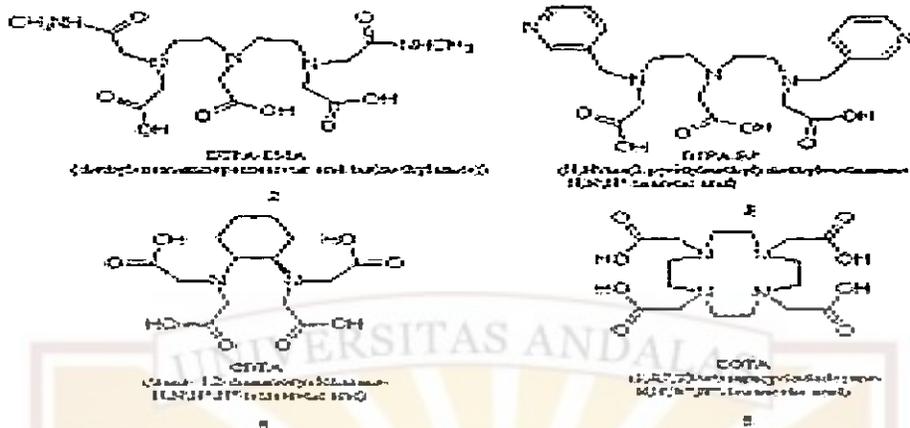
Rumus kimia magnetik sering ditulis dalam bentuk $FeO \cdot Fe_2O_3$ dimana satu bagian adalah wustit (FeO) dan bagian yang lainnya adalah hematite (Fe_2O_3). Selain itu magnetit mempunyai struktur dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{3+} . Delapan ion Fe^{3+} dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen. Sisanya delapan ion Fe^{3+} dan delapan ion Fe^{2+} berada pada bagian octahedral, karena ion-ion oksigen sekitarnya menempati sudut-sudut sebuah octahedron yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen. Tiap-tiap unit sel berisi sejumlah ion, satu unit sel terbagi menjadi delapan oktan (kubus spinel), masing-masing berukuran $a/2$, empat oktan yang beraxis memiliki ukuran isi yang sama begitu pula yang tidak diarsir. Ion-ion oksigen disusun dengan cara yang sama, tetrahedral dioktan terarsir dan octahedral di oktan tidak terarsir. Apabila

atom Fe diganti dengan atom lain misalnya Mg, maka diperoleh menjadi bahan Ferrit. Struktur dari kristal Fe seperti pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Nanomagnetik Fe₃O₄ (Sumber: Yunus, 2010)

Material nanopartikel Fe₃O₄ mempunyai sifat magnet yang unik dibandingkan material dalam ukuran bulk. Dimana, material ini memiliki sifat yang mirip dengan paramagnet tetapi mengandung juga sifat material ferromagnet atau mengandung domain magnet dalam ukuran kecil yang berbentuk kelompok (*cluster*). Sifat tersebut dinamakan dengan superparamagnetik dimana sifat ini hanya timbul pada material yang berukuran kecil (1-10 nm). Dalam kondisi dibawah temperatur Curie, energi termal tidak cukup memisahkan interaksi gaya antara atom-atom tetapi hanya cukup untuk mengubah arah magnetisasi di dalam domain tersebut. Proses ini menyebabkan medan magnet menjadi nol dan material akan menyerupai material paramagnet. Sifat superparamagnetik tersebut seperti pada Gambar 2.5



Gambar 2.5 Superparamagnetik Magnetit Fe_3O_4 (Sumber: Ladelta, 2008)

Material dengan sifat superparamagnetik terjadi pada partikel berukuran nanometer dan terbentuk apabila sifat dari bahan ferromagnetik dipanaskan. Sifat ferromagnetik suatu bahan akan hilang dan berubah menjadi bahan paramagnetik jika suhu bahan dinaikkan melebihi suatu nilai tertentu, yang disebut suhu Curie.

Suhu curie dari beberapa bahan ferromagnetik dapat dilihat pada Tabel 1.

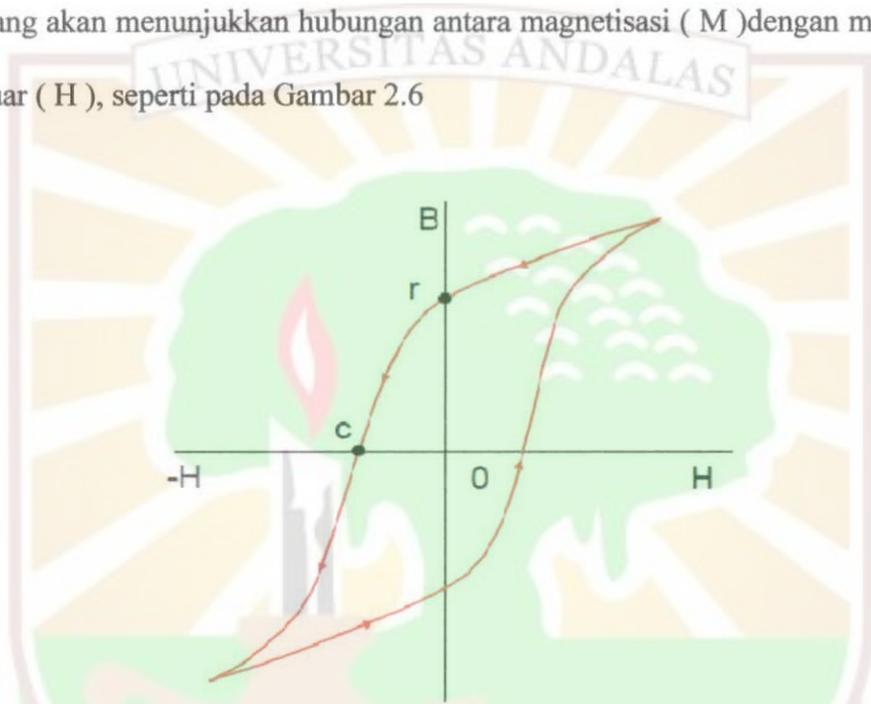
Tabel 1. Suhu Curie beberapa bahan ferromagnetik

Bahan	Suhu Curie ($^{\circ}\text{C}$)
Besi	770
Kobalt	1131
Nikel	358
Gadolinium	16

(Sumber: Foster, 1997)

Pada bahan ferromagnetik terdapat banyak spin elektron yang tidak berpasangan, masing-masing spin elektron yang tidak berpasangan ini menimbulkan medan magnet. Karakterisasi bahan ferromagnetik akan digambarkan dalam bentuk kurva histerisis, dimana kekuatan medan magnet diarahkan pada sampel yang ditingkatkan secara perlahan sehingga momen

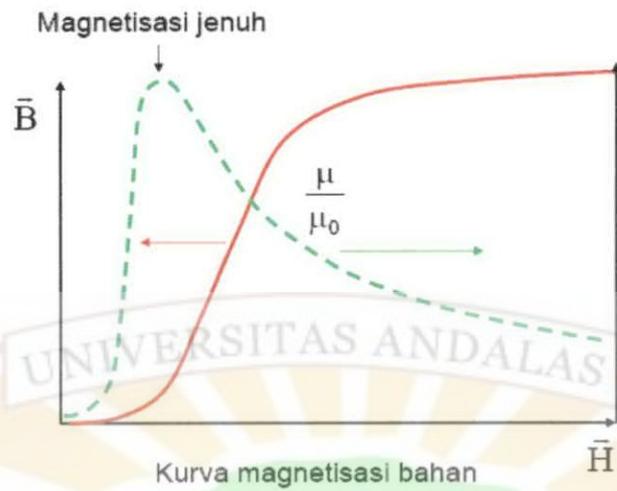
magnet sampel menjadi searah dengan momen magnet dari alat. Akibat pola gerakan sinusoida, kemagnetan sampel akan menginduksi kumparan terbuka yang ada di dekatnya menghasilkan arus listrik sesuai dengan hukum Faraday. Arus listrik ini kemudian diperkuat dan diterjemahkan sebagai kurva Hysteresis dari sampel yang akan menunjukkan hubungan antara magnetisasi (M) dengan medan magnet luar (H), seperti pada Gambar 2.6



Gambar 2.6: Kurva Hysteresis bahan (Sumber: Griffith)

Gambar tersebut diatas menunjukkan bahwa, apabila intensitas magnet H diperbesar dari nol secara kontinu, maka harga B akan mengikuti kelengkungan magnetisasi hingga mencapai H maksimum

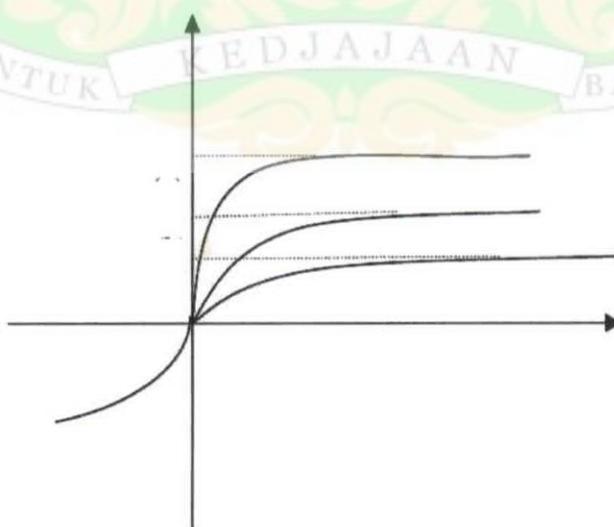
Kemudian jika H diperkecil, maka nilai B tidak mengikuti lengkungan magnetisasi. Hal tersebut menunjukkan kemampuan partikel nano untuk mempertahankan kesearahan domain-domain magnetiknya ketika masih dikenai medan magnet luar. Keadaan ini disebut juga dengan keadaan magnetisasi jenuh. Seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.7.



Gambar 2.7: Magnetisasi jenuh bahan (Sumber: Mizukoshi, 2009)

Pada gambar dapat dilihat bagaimana kemampuan partikel nano untuk mempertahankan kesearahan domain-domain magnetiknya apabila medan magnet luar (H) diperkecil.

Kurva hysteresis hanya terjadi pada material ferromagnetik dan tidak terbentuk pada material lain. Kurva hysteresis ini menjelaskan bagaimana arah pergerakan domain-domain apabila diberi medan magnet luar. Bentuk kurva hysteresis dari beberapa bahan ditunjukkan oleh Gambar 2.8



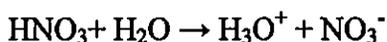
Gambar 2.8 Kurva histerisis untuk beberapa bahan

Pada kurva histerisis tersebut, untuk bahan superparamagnetik berada pada bagian tengah kurva.

2.2.6 Reduktor NH_4OH

Cairan beracun korosif tak berwarna, HNO_3 ; HNO_3 sangat korosif dan asam toksik yang dapat menyebabkan kebakaran yang parah. Senyawa murni asam nitrat (100%) tidak berwarna dengan density 1522 kg/m^3 , massa molar $63,012 \text{ g/mol}$, membeku pada -42°C membentuk kristal putih dan mendidih pada suhu 83°C . Asam nitrat adalah asam kuat yang mengionisasi sempurna dalam air. Senyawa ini merupakan oksidator, yang juga nitrat kebanyakan senyawa organik karena hanya punya satu tingkat disosiasi. Asam nitrat bereaksi dengan alkali, oksida dasar, dan karbonat untuk membentuk garam-garam, termasuk ammonium nitrat. Karena sifat oksidasi alamiahnya, asam nitrat (dengan beberapa pengecualian) tidak membebaskan hidrogen pada reaksi dengan logam dan garam yang dihasilkan biasanya berada pada bilangan oksidasi yang lebih tinggi. Untuk alasan ini, korosi yang berat dapat diharapkan terjadi dan harus ditanggulangi dengan menggunakan logam-logam anti korosi atau alloy.

Asam nitrat mempunyai nilai $\text{pK}_a = -1,4$. Jika dalam larutan air senyawa ini terionisasi hampir sempurna (93% pada $0,1\text{M}$) membentuk ion nitrat (NO_3^-) proton terhidrasi yang dikenal dengan ion hidronium (H_3O^+).



Sebagai oksidator kuat, asam nitrat bereaksi hebat dengan kebanyakan material organik dan reaksinya dapat menimbulkan ledakan. Berdasarkan

konsentrasinya, suhu dan agen pereduksi yang terlibat, produk akhir yang dihasilkan bisa bervariasi. Reaksinya dapat melarutkan kebanyakan logam kecuali logam mulia dan beberapa alloy. Aturan umum untuk reaksinya dengan logam dimana reaksi oksidasi melibatkan asam nitrat pekat, menghasilkan nitrogen dioksida (NO₂).

2.2.7 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. Dasarnya hukum Bragg yang ditulis secara matematis oleh Persamaan 2.2:

$$n\lambda = 2d\sin \theta \dots\dots\dots(2.2)$$

dengan :

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

λ = panjang gelombang sinar (m)

d = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang kuantum (m)

θ = sudut datang terhadap bidang *Bragg* (°)

Persamaan ini memberikan hubungan jarak antara bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Sistem, bentuk, serta sel satuan dari kristal menentukan arah difraksi atau sudut θ dalam kristal.

Struktur dan ukuran Kristal yang ada di dalam benda padat tidak dapat dilihat oleh mata telanjang. Ini dikarenakan panjang gelombang cahaya tampak yang diperlukan manusia untuk melihat jauh lebih besar dibandingkan dengan jarak antara partikel-partikel penyusun dalam benda padat mempunyai orde 1-10 Å sedangkan panjang gelombang cahaya tampak mempunyai rentang 4000-8000 Å. Untuk dapat melihat susunan partikel penyusun kristal, diperlukan gelombang yang panjang gelombangnya seorde dengan jarak antara partikel-partikel penyusun. Gelombang yang memiliki sifat demikian adalah sinar-X. Sir William Bragg berhasil menemukan bahwa sinar-X yang ditembakkan pada suatu Kristal akan didifraksikan dan membentuk pola yang teratur yang tertangkap pada pelat film. Syarat agar sinar refleksi saling menguatkan dan menghasilkan hasil difraksi berupa bintik-bintik terang adalah bahwa selisih lintasan kedua sinar haruslah $n\lambda$

Sintesis menggunakan XRD dapat diselesaikan dengan menggunakan suatu metoda yang dimaksud dengan metoda Scherrer. Dimana sintesa dilakukan dengan metoda penggilingan mekanik dalam atmosfer udara tanpa menggunakan bahan tambahan untuk mengontrol proses. Variabel proses yang harus di perhatikan adalah lamanya waktu penggilingan. Alat yang digunakan adalah vibrating rod mill. Untuk karakterisasi digunakan X-ray Diffractometer (XRD). Penghitungan regangan kisi dengan metoda Scherrer, memperlihatkan selama penggilingan

mekanik terjadi peningkatan regangan kisi dan pengurangan ukuran Kristal. Secara matematis, ukuran Kristal tersebut dapat dihitung dengan persamaan Scherrer, seperti pada

Persamaan 2.3

Rumus Scherrer :

$$L = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots (2.3)$$

Dengan :

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

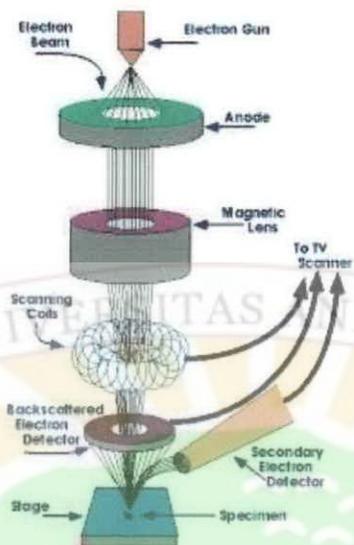
λ = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K α (0,15405 nm)

β = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada 2θ

θ = Sudut Bragg

2. Scanning Elektron Microscopy (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. SEM digunakan untuk melihat ukuran partikel-partikel yang terdapat dalam sampel batuan besi. Cara kerja SEM seperti pada Gambar 2.8



Gambar 2.8 Cara kerja SEM

(sumber: iastate.edu)

SEM bekerja diawali oleh sebuah pistol electron memproduksi sinar electron dan dipercepat dengan anoda. Elektron yang bergerak difokuskan menuju kesampel oleh lensa magnetik. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel yang diarahkan oleh koil pemindai. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas mulai dari bulan Juli 2010 sampai dengan Mei 2011. Proses sintesis nanopartikel magnetik dilakukan di laboratorium Fisika material Universitas Andalas dan laboratorium Dinas Pertambangan dan energi Sumatera Barat.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah

1. labu ukur
2. pipet gondok
3. pipet takar
4. kertas saring wathman 40
5. *hot plate stirrer*
6. timbangan analitik
7. Oven

Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. Batuan besi dari Rura Tomang Bocor dan Poros.
2. Ammonium hidroksida (NH_4OH) pekat
3. Asam klorida (HCl) pekat

4. Metanol
5. Aquades.

3.2.2 Prosedur Kerja

2.2.2.1 Proses Destruksi Batuan Besi

Sampel batuan besi yang diperoleh dari Poros Kabupaten Pasaman Barat diolah secara manual dilabor Dinas Pertambangan dan Energi Propinsi Sumatera Barat. Pengolahan ini diawali dengan memecah bongkahan batuan besi menjadi bagian-bagian kecil agar lebih mudah dalam proses penggerusan. Sampel yang kecil diletakkan kedalam lumpang dan digerus hingga hasil yang maksimal. Penggerusan ini dilakukan dengan menggunakan palu geologi sampai diperoleh hasil berupa serbuk-serbuk yang sangat halus. Sampel akhir diayak dengan ayakan berukuran 200 mesh. Gambar ayakan batuan besi yang sudah dihaluskan seperti pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Ayakan batuan besi 40 Mesh dan 200 Mesh

3.2.2.2 Sintesis Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4 dengan Metoda Kopresipitasi

Sampel bijih besi sebanyak 10 gram dimasukkan ke dalam labu yang ditambahkan asam klorida. 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 90% dan tidak bersifat oksidator

seperti HNO_3 . Pada sintesis nanopartikel ini dilakukan variasi komposisi HCL, dan NH_4OH seperti tabel 2.

Tabel 2: komposisi zat yang digunakan dalam sintesis nanopartikel

No	Sampel	NH_4OH	HCL	Lama Pengeringan dalam oven
1	A	25 ml	20 ml	6 jam
2	B	25 ml	20 ml	4 jam
3	C	25 ml	30 ml	6 jam

Namun tidak dilakukan pemvariasian terhadap suhu oven dan waktu pada saat pengadukan. Ini merujuk kepada penelitian sebelumnya dan mendapatkan hasil yang optimal. Selama proses berlangsung, usahakan suhu tetap dijaga dan pengadukan sebaik mungkin. Setelah itu, suspensi didinginkan dan disaring dengan kertas saring. Residu endapan yang diperoleh diangkat dan dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C kemudian ditimbang beratnya. Suspensi yang lewat dari kertas saring yaitu berupa filtrat. Filtrate ditimbang, lalu tambahkan dengan Natrium Hidroksida dan dipanaskan dengan labu dengan suhu yang sama selama 1 jam. Bubuk yang diperoleh di cuci dengan metanol dilanjutkan dengan membersihkannya dengan aquades sebanyak 3 kali cucian agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih. Lalu keringkan dengan oven sampai diperoleh hasil akhir berupa powder.

3.2.2.3. Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe_3O_4

1 . X-Ray Diffractometer (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di BATAN, Tangerang, Banten. Sampel berupa powder yang dianalisa dengan teknik difraksi sinar-X

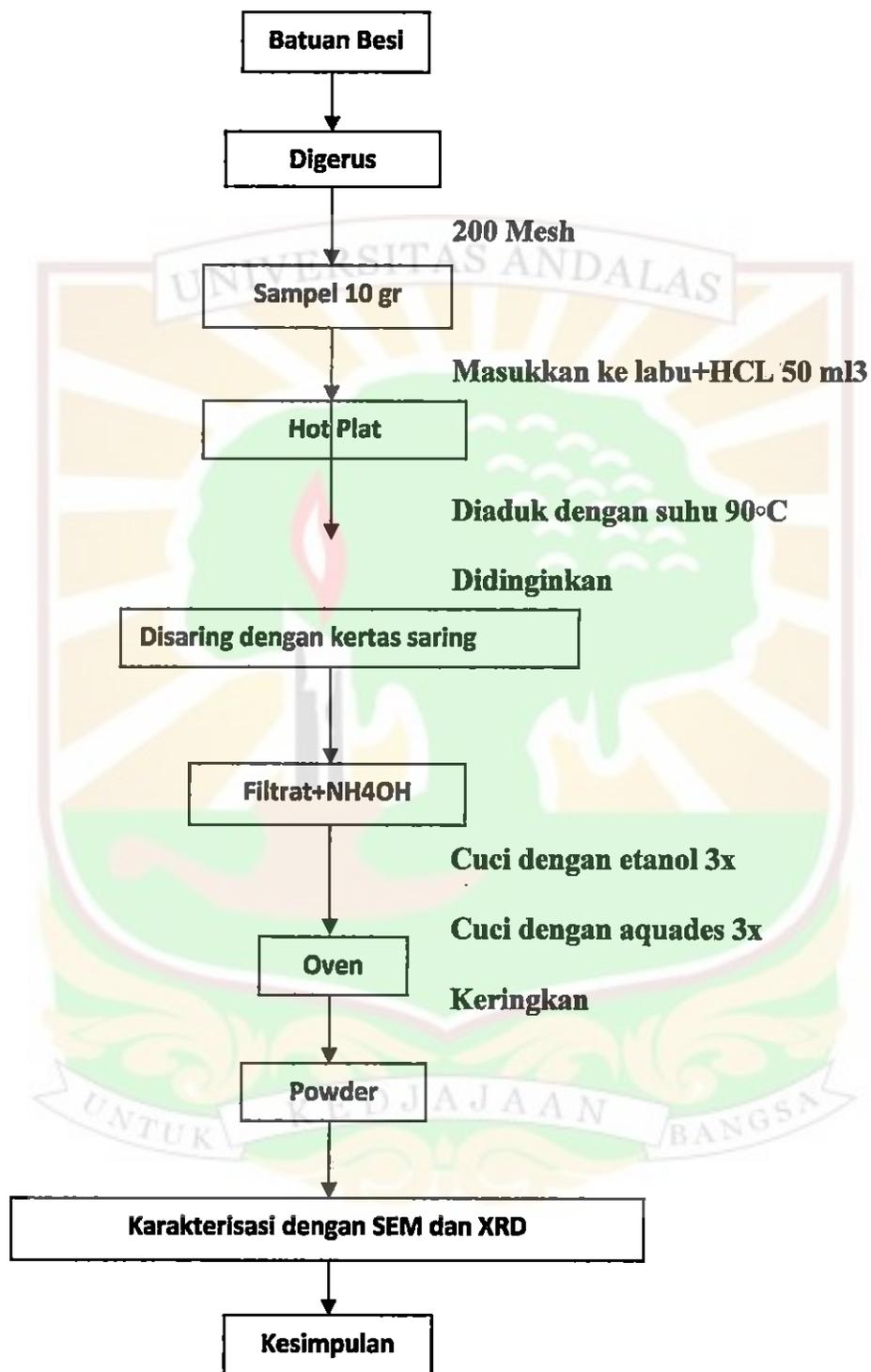
menggunakan monokromator grafit radiasi Cu K α . Dengan analisis XRD dapat diketahui derajat kristalinitas, ukuran dan refleksi kristal serta derajat orientasinya.

2.Scanning Elektron Microscopy (SEM)

Karakterisasi menggunakan peralatan SEM dilakukan di laboratorium Teknik Pertambangan ITB. 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.



3.2.2.4 Skema Kerja



Gambar 3.2. Skema kerja

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis secara Fisik

Setelah dilakukan sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi, maka dapat dilihat bentuk serbuk dari nanopartikel tersebut seperti yang terlihat pada Gambar 4.1.



(a) Sampel A

(b) Sampel B



(c) Sampel C

Gambar 4.1. Serbuk Fe_3O_4

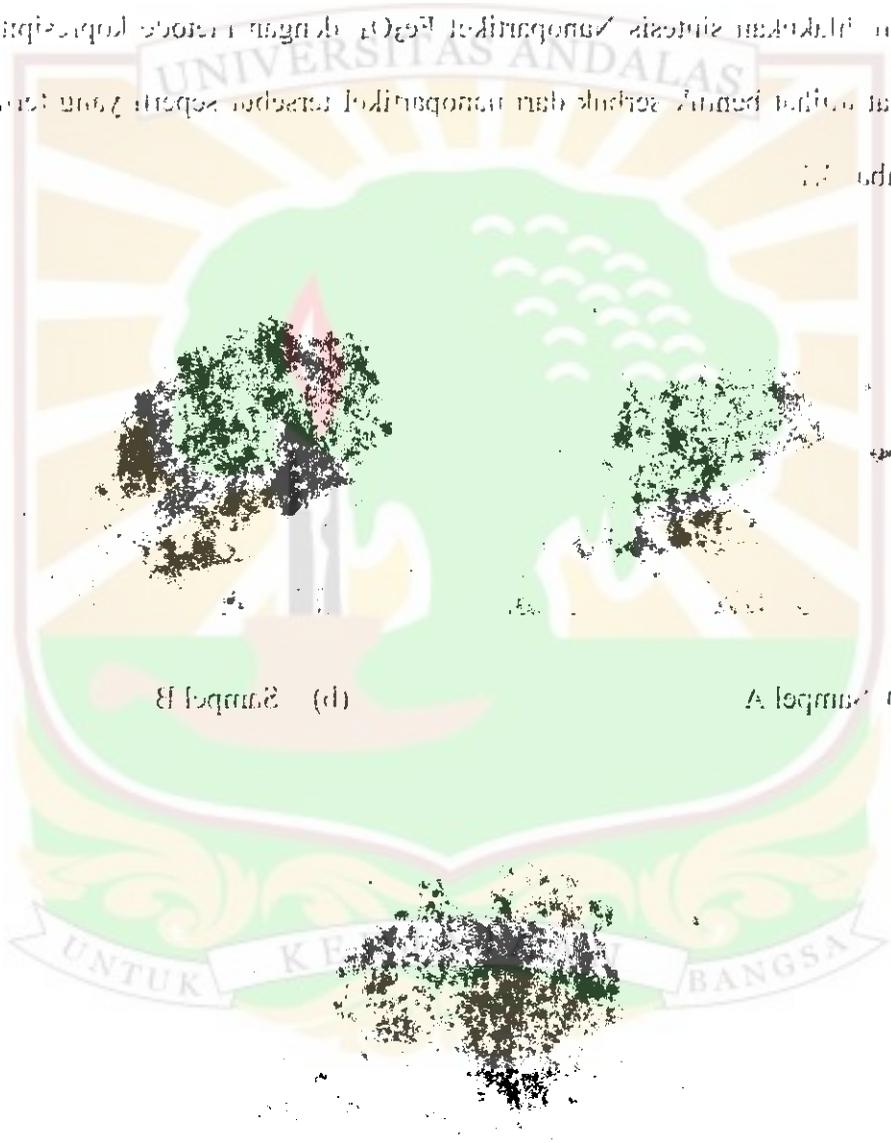
BAB I

DAFTAR ISI

1-1 Analisis secara fisik

1-1 Analisis secara fisik

1-1 Analisis secara fisik



(a) Gambar A

(b) Gambar B

(c) Gambar C

(d) Gambar D (Lampiran 1.1)

Berdasarkan ketiga gambar serbuk pada gambar 4.1, dapat dijelaskan bahwa sampel B lebih halus dan bersih dibandingkan pada sampel A dan C. Hal ini disebabkan karena proses pencucian pada sampel B lebih optimal dibandingkan sampel A dan sampel C. Sampel B dicuci sebanyak 3 kali. Pada saat memisahkan campuran residu yang menempel pada *magnetic bar* lebih sedikit dibandingkan dengan sampel A maupun pada sampel C. Kemungkinan sampel ini mengandung lebih sedikit pengotor sehingga lebih mudah ditarik oleh magnet permanen. Sedangkan untuk sampel A dan C, proses pencucian dilakukan hanya satu kali. Hal ini mengakibatkan sampel masih bercampur dengan pengotor-pengotor.

Konsentrasi HCl, aquades dan NaOH yang digunakan juga berbeda dengan sampel B. Pada sampel C dapat dilihat bahwa hasil sampel yang diperoleh adalah berupa bongkahan padat yang tidak jauh berbeda dengan sampel sebelum diekstrak. Hal ini disebabkan karena udara atau oksigen teroksidasi secara langsung kedalam sampel saat melarutkannya dengan HCl. Terbentuknya bongkahan tersebut juga disebabkan oleh proses penambahan NH_4OH secara keseluruhan yang mengakibatkan terbentuknya koloid berwarna hitam tak homogen.

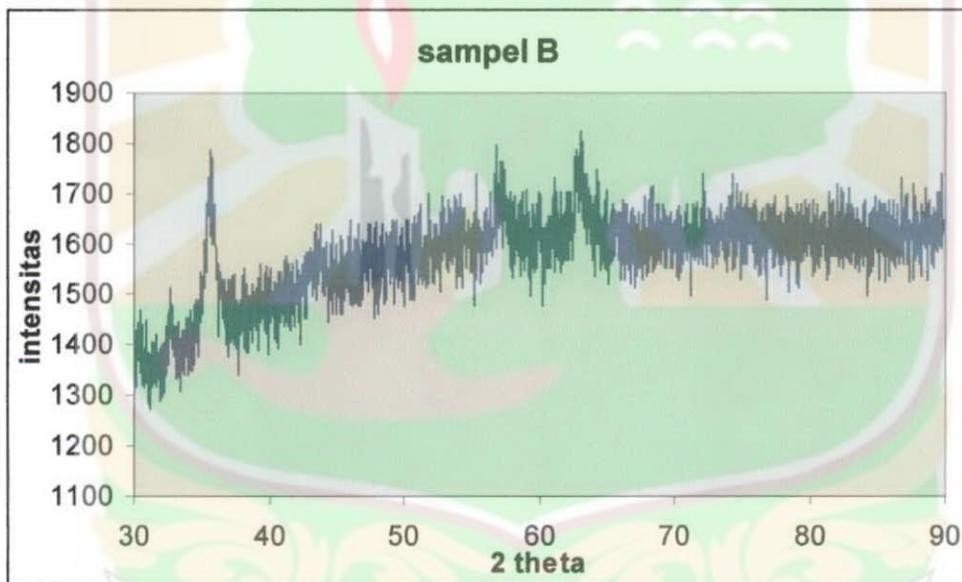
Bersih tidaknya residu dari pengotor juga tergantung kepada proses pencucian yang dilakukan dengan aquades. Proses dilakukan sebaik mungkin dengan tiga kali pencucian dan dilanjutkan dengan pengendapan kembali diatas stirrer selama 30 menit. Hal ini didukung oleh hasil pengamatan pada saat memisahkan campuran dimana tidak ada padatan residu yang menempel pada

magnetic bar seperti pada saat pertama kali dilakukan pengadukan. Namun kemungkinan adanya pengotor berupa ion-ion logam lain patut menjadi perhatian walaupun jumlahnya tidak terlalu banyak.

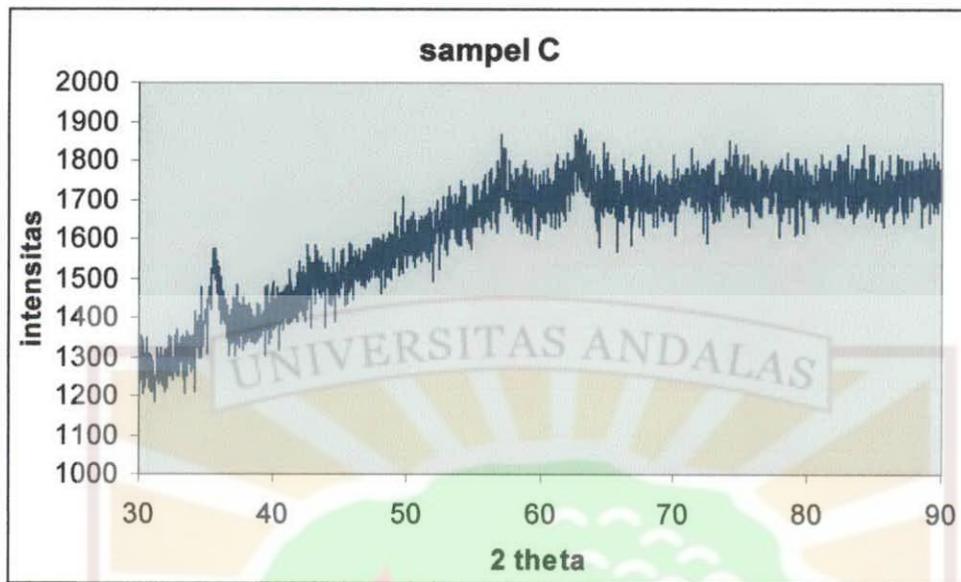
4.2 Analisis XRD

Pola Difraksi Hasil Pengukuran

Pola difraksi nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan metode kopresipitasi tampak pada Gambar 4.2



Gambar 4.2. Pola difraksi sinar-X Fe_3O_4 untuk sampel B



Gambar 4.3. Pola difraksi sinar-X Fe_3O_4 untuk sampel C

Puncak-puncak karakteristik dari 2θ memiliki kecocokan dengan standar magnetit (JCPDS No : 11-0614) yang mengindikasikan bahwa produk yang dihasilkan adalah kristal pola ini menunjukkan puncak yang jelas dan tajam sehingga dapat diasumsikan bahwa produk tersebut adalah kristal. Puncak tertinggi dapat dilihat pada bidang refleksi hkl 220 untuk sampel B dan hkl 311 pada daerah 2θ untuk sampel C.

4.3 Analisis Ukuran Partikel

Pada penelitian ini dapat dianalisis bahwa, besar kecilnya ukuran partikel yang diperoleh juga tergantung kepada konsentrasi zat yang digunakan dan proses dalam pembuatan sampel. Untuk sampel B diperoleh ukuran partikel yang jauh lebih kecil yaitu sebesar 26,03 nm dengan bidang refleksi hkl 220. Sedangkan untuk sampel C didapatkan ukuran partikel yaitu sebesar 42,3 nm dengan bidang

refleksi hkl 311 seperti yang terlihat pada data JCPDS No: 11-0614 yang menjelaskan tentang standar magnetit Fe_3O_4 yang terkandung dalam suatu bahan. Data puncak XRD untuk sampel B dan C dapat dilihat pada Tabel 4.1 dan Tabel 4.2.

Tabel 4.1 Data Puncak XRD dari Fe_3O_4 untuk sampel B

Sudut 2θ	Tinggi Puncak atau Intensitas (cps)	Lebar Puncak pada Setengah Tinggi (FWHM)(cps)
30,410°	81	0,480
32,685°	90	0,200
35,555	262	0,640
43,345	50	0,960
57,170	90	0,800
59,995	66	0,240
62,720	128	0,240

Tabel 4.2 Data Puncak XRD dari Fe_3O_4 untuk sampel C

Sudut 2θ	Tinggi Puncak atau Intensitas (cps)	Lebar Puncak pada Setengah Tinggi (FWHM)(cps)
30,170°	37	0,640
35,585°	193	0,400
43,375	45	0,800
52,320	37	0,280
57,290	45	0,960
62,805	96	0,480

4.4 Analisis Ukuran Kristal

Perhitungan Ukuran kristal untuk sampel B dengan intensitas tertinggi

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta}, \quad k = 0,9 \quad \lambda = 1,504$$

$$B = \frac{1}{2} \text{FWHM} \frac{\pi}{180}$$

$$\cos \theta = \frac{2\theta}{2}$$

Ukuran Partikel pada Puncak/ intensitas Tertinggi

$$\text{Sudut } 2\theta = 35,555$$

$$\begin{aligned} \cos \theta &= \frac{2\theta}{2} \\ &= \frac{35,555}{2} \\ &= 17,77 \end{aligned}$$

$$\text{Cos } \theta = 0,95$$

Tinggi Puncak/ intensitas = 262 cps

$$\begin{aligned} B &= \frac{1}{2} \text{FWHM} \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{1}{2} 0,640 \frac{3,14}{180} \\ &= \frac{0,320 \times 3,14}{180} \end{aligned}$$

$$= 0,0055$$

Sehingga diperoleh Ukuran Partikel (D)

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

$$= \frac{0,9 \cdot 1,504}{0,005 \cdot 0,95}$$

$$= \frac{1,3536}{0,0052}$$

$$= 260,03 \text{ \AA}$$

$$= 26,03 \text{ nm}$$

Perhitungan Ukuran kristal untuk sampel C dengan intensitas tertinggi

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta}, \quad k = 0,9 \quad \lambda = 1,504$$

$$B = \frac{1}{2} \text{ FWHM} \frac{\pi}{180}$$

$$\cos \theta = \frac{2\theta}{2}$$

Ukuran Partikel pada Puncak/ intensitas Tertinggi

$$\text{Sudut } 2\theta = 35,585$$

$$\cos \theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$= \frac{35,585}{2}$$

$$= 17,792$$

$$\cos \theta = 0,952$$

Tinggi Puncak/ intensitas = 193 cps

$$B = \frac{1}{2} \text{FWHM} \frac{\pi}{180}$$

$$= \frac{1}{2} 0,400 \frac{3,14}{180}$$

$$= \frac{0,2 \times 3,14}{180}$$

$$= 0,0034$$

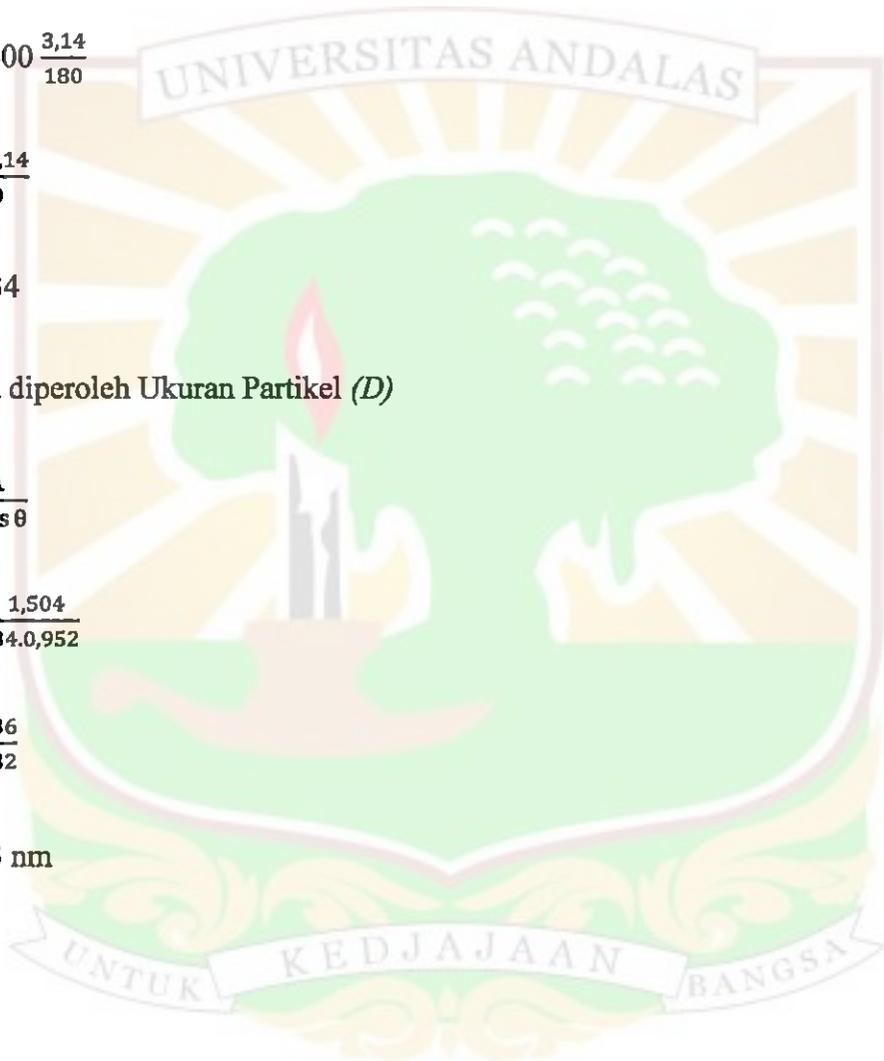
Sehingga diperoleh Ukuran Partikel (D)

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

$$= \frac{0,9 \cdot 1,504}{0,0034 \cdot 0,952}$$

$$= \frac{1,3536}{0,0032}$$

$$= 42,3 \text{ nm}$$



Ukuran kristal untuk sampel B dan C dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Tabel 4.4

Tabel 4.3 Ukuran Kristal untuk sampel B

Sudut 2θ	Lebar Puncak pada Setengah Tinggi (FWHM)(cps)	Ukuran Kristal (nm)
30,410°	0,480	34,7
32,685°	0,200	84,6
35,555	0,640	26,03
43,345	0,960	17,8
57,170	0,800	22,5
59,995	0,240	79,6
62,720	0,240	79,6

Tabel 4.4 Ukuran Kristal untuk Sampel C

Sudut 2θ	Lebar Puncak pada Setengah Tinggi (FWHM)(cps)	Ukuran Kristal
30,170°	0,640	26,03
35,585°	0,400	42,3
43,375	0,800	21,4
52,320	0,280	64,4
57,290	0,960	18,8
62,805	0,480	39,8

Dari data tersebut terbukti bahwa semakin lebar puncak yang terbentuk oleh partikel maka ukuran kristal yang terbentuk akan semakin kecil.

Pada grafik dapat dilihat bahwa puncak XRD mengalami pelebaran. Hal ini disebabkan ukuran kristal yang dihasilkan lebih kecil. Dengan menggunakan persamaan Scherer didapatkan diameter rata-rata kristal magnetit sampel B adalah 26,03nm dan untuk sampel C adalah 42,3 nm.

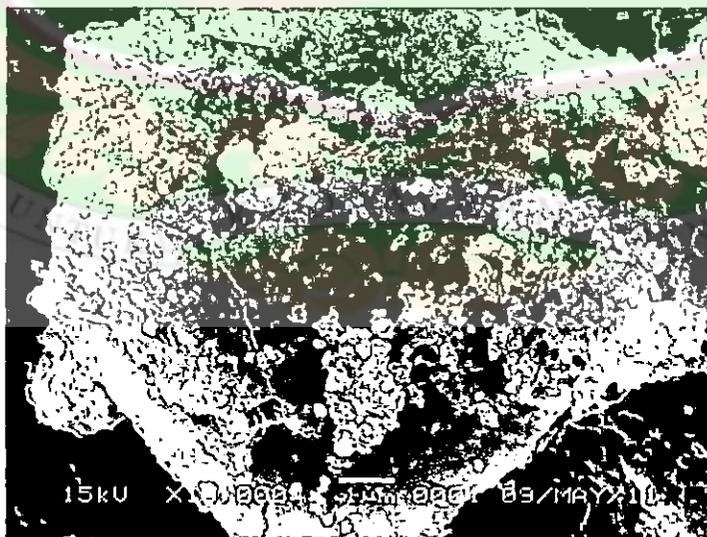
Berdasarkan Tabel 4.3 dan Tabel 4.4 dapat dijelaskan tentang ukuran kristal. Walaupun kedua produk ini sama-sama merupakan kristal magnetit, namun ada dua perbedaan yang mendasar yang dapat dilihat dari hasil XRD ini. Pertama, intensitas puncak yang dihasilkan oleh sampel B lebih tinggi dibandingkan dengan sampel C. Kedua, ukuran diameter partikel sampel B juga lebih besar dibandingkan ukuran partikel pada sampel C. Hal ini dapat dilihat dari persamaan bahwa, apabila FWHM kecil maka ukuran kristal yang dihasilkan pada XRD menjadi besar dan begitupun sebaliknya, apabila FWHM besar maka akan dihasilkan ukuran kristal lebih kecil. Pada sampel B intensitas tertinggi terdapat pada puncak 262 cps FWHM nya 0,0055 radian dan ukuran kristal yang dihasilkan adalah sebesar 26,03 nm sedangkan untuk sampel C berada pada puncak 193 cps FWHM 0,0034 radian dan ukuran kristal yang dihasilkan adalah sebesar 42,3 nm. Dengan ukuran kristal yang cukup kecil dan puncak pada XRD yang tajam dan jelas serta mengalami pelebaran maka dari hasil tersebut dapat dikatakan bahwa yang diperoleh adalah nanopartikel superparamagnetik.

Munculnya sifat superparamagnetik dari Fe_3O_4 dapat dijelaskan berdasarkan ukuran partikel dan energy anisotropinya. Dikatakan bersifat superparamagnetik karena ini merujuk kepada jurnal yang menyatakan bahwa limit untuk bahan superparamagnetik adalah ukuran partikel berada pada rentang

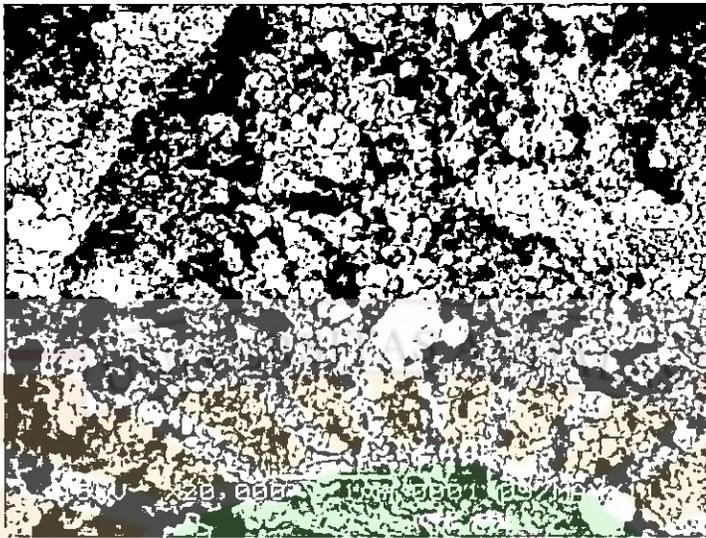
3-50 nm, karena ukuran partikel kecil dan tidak jelas pada SEM, yaitu sebesar 26,03 nm dan 42,3 nm maka dapat diambil kesimpulan bahwa energi anisotropinya kurang dari energi disturbansi panas oleh ion-ion, sehingga arah magnet tidak lagi tetap, dan pergerakan ion pun menjadi acak. Akibatnya, sampel akan bersifat superparamagnetik. Ketika ukuran partikel serbuk sampel kurang daripada ukuran kritis material superparamagnetik, partikel magnetic akan kehilangan sifat ferrimagnetik yang melekat dalam bahan biasa, dan memperlihatkan keadaan superparamagnetik remanen tanpa hysteresis magnetic.

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 dalam bidang industri.

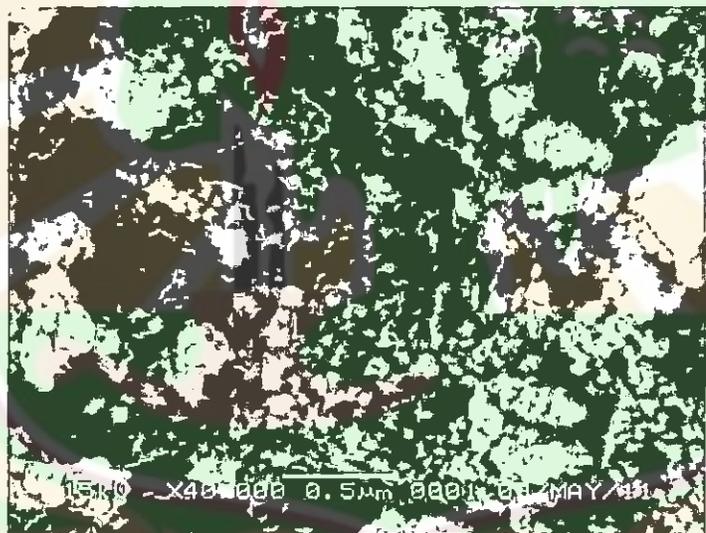
4.5 Analisis SEM



Gambar 4.4 SEM setelah diberi skala untuk perbesaran 10000 kali



Gambar 4.5 SEM setelah diberi skala untuk perbesaran 20000 kali



Gambar 4.6 SEM setelah diberi skala untuk perbesaran 40000 kali

Pada gambar 4.4, 4.5, dan 4.6 terlihat bahwa, bentuk partikel terlihat cukup homogen. Namun, ukuran partikel tidak dapat diukur dari gambar SEM ini karena gambar permukaan tidak begitu jelas dan perbesaran 40000 kali tidak cukup untuk memperlihatkan bentuk satu partikel dengan jelas. Setelah dilakukan perhitungan secara manual, jarak antar partikel belum dapat diukur. Hal ini disebabkan karena

ukuran partikel-partikel yang terbentuk sangat kecil berupa gumpalan-gumpalan homogen.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa dengan menggunakan metode kopresipitasi, nanopartikel magnetit telah berhasil disintesis dari sampel alam berupa batuan besi tanpa menggunakan reduktor. Dengan menggunakan metoda Scherer didapatkan diameter rata-rata Kristal magnetit adalah 26,03 nm untuk sampel B dan 42,3 nm untuk sampel C, dan dapat disimpulkan bahwa kedua sampel tersebut mempunyai ukuran kristal yang cukupkecil yang berada dalam orde nanometer. Berdasarkan hasil SEM dapat dilihat bahwa ukuran partikel dari sampel C cukup homogen, namun tidak dapat diukur secara tepat karena perbesaran SEM yang kurang mencukupi

5.2. Saran

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

1. Pencucian produk sebaiknya dilakukan sebersih mungkin agar terhindar dari pengotor-pengotor yang mengganggu dalam sintesis naopartikel.
2. Pengeringan sebaiknya dilakukan dengan menggunakan pemanasan yang terkontrol agar didapat hasil yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, 2008 "*Sintesis Nanomaterial*". Jurnal Nanosains dan Teknologi Vol.1 No 2: Bandung
- Foster Bob. 1997. *Fisika Terpadu SMU KELAS III Semester 1 dan 2*. Editor Joko Sutrisno. Erlangga: Jakarta.
- Khopkar S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Terjemah A. Saptokaharjo. Universitas Indonesia: UI_Press.
- Ladelta, Viko 2008 "*Pengaruh Reduktor Pada Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄) dari Batuan Besi yang berasal dari Sungai Lasi Kabupaten Solok*". Jurnal Nanosains dan Teknologi: Padang
- Mizukoshi, 2009" *Superparamagnetic Magnetite Nanoparticles by reverse Precipitation*". Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi Vol. 16.
- Nola, lia Devina. 2006. *Laporan Praktek Kerja Lapangan di Dinas Pertambangan dan Energi Propinsi Sumatera Barat*. Padang
- Oktaviani, Dewi. 2010 "*Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄) dari Batuan Besi dengan Metoda Kopresipitasi*". Jurnal Penelitian Nanosains dan Teknologi. Padang
- Ozkakya, Tevhide dkk. 2008 "*Syntesis of Fe₃O₄ nanoparticles at 100°C and its magnetic characterization*". Journal of Alloy Compounds. In Press.
- Pagnanelli F. dkk.2004 "*Preminilary screening of purification processes of liquor leach solutions from reductive leaching of low-grade manganese ores*". Jurnal of Hydrometallurgy, 71: 319-327.
- Sari,2008" *In Situ Syntesis of Composite of Calcium Phospate Carbonate Polyglycode*". Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi Vol 1. No 2.
- Svehla G. 1985." *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Makro*", Edisi ke 5. PT Kalman Media Pusaka: Jakarta.
- Taufik. 2008" *Sintesis Partikel Nano Fe_{3-x}Mn_xO₄ berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya*". Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi Vol. 1 No 2.
- Theodore D. 2002. *Rancangan Tapak dan Pembuatan Detil Kontruksi*. Angkasa: Bandung.

Xinchao Wei and Roger C. 2007” *Syntesis of Magnetite Nanoparticles with Ferric Ion recovered From Acid Mine Drainage*”. *Journal of Colloids and Surfaces A. Physicochem. Eng. Aspects*, 294: 280-286.

Yulianto. 2002. “ *Studi Preliminier Mineral Magnetik (Tinjauan Kasus di Jawa Tengah)* , Makalah diseminarkan di Laboratorium Kemagnetan Bahan Jurusan Fisika UNNES.

Yulianto,A. dkk. 2003 “*Extraction and Purification of Magnetik (Fe₃O₄) from Iron Sand, proceedings of the Annual Physics seminar*, ISBN: 979-98010-0-1, hal 102.



Lampiran 2



Timbangan Digital



Penyaringan Sampel

Lampiran 3



Koloid Serbuk Besi

Lampiran 4



Hasil Ekstrak Serbuk Besi



Serbuk yang akan di Karakterisasi

lips Analytical

PC-APD, Diffraction software

Sample identification: Sampel B
Data measured at: 3-May-2011 15:55:00

Diffractometer type: PW1710 BASED
Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 25
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54060
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: 2ø
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: NO

Start angle [2θ]: 10.000
End angle [2θ]: 89.980
Step size [2θ]: 0.020
Maximum intensity: 262.4400
Time per step [s]: 0.400
Type of scan: CONTINUOUS

Minimum peak tip width: 0.00
Maximum peak tip width: 1.00
Peak base width: 2.00
Minimum significance: 0.75
Number of peaks: 7

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
0.410	2.9370	2.9442	0.480	81	1325	30.9	0.84
0.685	2.7376	2.7443	0.200	90	1376	34.4	0.86
0.555	2.5229	2.5291	0.640	262	1436	100.0	5.88
0.345	2.0858	2.0910	0.960	50	1513	19.2	1.85
0.170	1.6100	1.6139	0.800	90	1600	34.4	1.63
0.995	1.5407	1.5445	0.240	66	1592	25.0	0.92
0.720	1.4802	1.4838	0.240	128	1616	48.7	0.83

Sample identification: Sampel C
Data measured at: 3-May-2011 16:27:00

Diffraction type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 25
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54060
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: 2ø
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: NO

Start angle [2θ]: 10.000
End angle [2θ]: 89.980
Step size [2θ]: 0.020
Maximum intensity: 193.2100
Time per step [s]: 0.400
Type of scan: CONTINUOUS

Minimum peak tip width: 0.00
Maximum peak tip width: 1.00
Peak base width: 2.00
Minimum significance: 0.75
Number of peaks: 6

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
0.370	2.9408	2.9480	0.640	37	1239	19.3	0.76
5.585	2.5209	2.5271	0.400	193	1354	100.0	1.38
8.375	2.0845	2.0896	0.800	45	1475	23.2	0.93
12.320	1.7472	1.7515	0.280	37	1616	19.3	0.92
17.290	1.6069	1.6108	0.960	45	1689	23.2	1.16
22.805	1.4784	1.4820	0.480	96	1722	49.7	1.10