

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIT (Fe_3O_4) BERBASIS PASIR BESI PANTAI GLAGAH KULON PROGO DENGAN METODE KOPRESIPITASI PADA BERBAGAI VARIASI KONSENTRASI NH_4OH

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MAGNETITE (Fe_3O_4) NANOPARTICLES BASED ON IRON SANDS AT GLAGAH BEACH KULON PROGO WITH COPRECIPITATION METHODS AT VARIOUS NH_4OH CONCENTRATIONS

Rita Prasetyowati*, Dede Widiawati, Pinaka Elda Swastika, Ariswan, Warsono

Jurusan Pendidikan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta 55281, Indonesia

*email korespondensi: rita_p@uny.ac.id

Abstrak

Sintesis dan karakterisasi nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) yang berbasis pasir besi Pantai Glagah, Kulon Progo telah berhasil dilakukan. Sintesis magnetit (Fe_3O_4) dilakukan dengan metode kopresipitasi pada berbagai variasi konsentrasi larutan pengendap NH_4OH (10%, 15%, 20%, dan 25%). Karakterisasi XRD, SEM & EDS, dan VSM dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi larutan pengendap NH_4OH terhadap struktur mikro dan sifat kemagnetan bahan magnetit (Fe_3O_4). Berdasarkan hasil XRD, variasi konsentrasi larutan pengendap NH_4OH tidak mempengaruhi nilai parameter kisi dan struktur kristal sampel Fe_3O_4 yang terbentuk, tetapi mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk. Hasil SEM & EDS menunjukkan bahwa struktur morfologi permukaan sampel 2 (Fe_3O_4 dengan konsentrasi larutan pengendap NH_4OH 15%) cukup homogen serta memiliki komposisi kimia bahan yang terdiri dari Fe sebanyak 49,33%, O sebanyak 27,90% dan sisanya merupakan unsur pengotor. Hasil VSM menunjukkan bahwa sampel 2 (NH_4OH 15%) memiliki magnetisasi saturasi (M_s) = 25,7 emu/g, magnetisasi remanen (M_r) = 0,06 emu/g, dan medan koersivitas (H_c) = 0,023 T. Sedangkan sampel 4 (NH_4OH 25%) memiliki nilai magnetisasi saturasi (M_s) = 23,6 emu/g, magnetisasi remanen (M_r) = 2,02 emu/g, dan medan koersivitas (H_c) = 0,019 T. Kedua sampel tersebut tergolong *soft magnetic material*.

Kata kunci: kemagnetan, kopresipitasi, magnetit, NH_4OH

Abstract

*Synthesis and characterization of magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles based on iron sand at Glagah Beach, Kulon Progo had been successfully synthesized. Synthesis of magnetite (Fe_3O_4) was done by coprecipitation method at various concentrations of NH_4OH precipitating solution (10%, 15%, 20%, 25%). XRD, SEM-EDS, and VSM were used to determine the effect of NH_4OH variations on the microstructure and magnetic properties of magnetite (Fe_3O_4). Based on the XRD results, NH_4OH variations did not affect the value of the lattice parameters and the crystal structure of the Fe_3O_4 sample but did affect the size of the crystals formed. The SEM-EDS results showed that the surface morphology of sample 2 (Fe_3O_4 with 15% NH_4OH) was quite homogeneous and had a chemical composition of 49.33% Fe, 27.90% O and the rest were impurities. The VSM results show that sample 2 (15% NH_4OH) has saturation magnetization (M_s) of 25.7 emu/g, remanent magnetization (M_r) of 0.06 emu/g, and coercivity field (H_c) of 0.023 T. Whereas sample 4 (25% NH_4OH) has saturation magnetization (M_s) of 23.6 emu/g, remanent magnetization (M_r) of 2.02 emu/g, and coercivity field (H_c) of 0.019 T. Both samples are classified as *soft magnetic material*.*

Keywords: magnetism, coprecipitation, magnetite, NH_4OH

Pendahuluan

Pasir besi merupakan sumber daya alam yang berlimpah sehingga mudah ditemukan di Indonesia. Pasir besi adalah endapan pasir yang mengandung partikel besi (magnetit), yang terdapat di sepanjang pantai, terbentuk karena proses penghancuran oleh cuaca, air permukaan dan gelombang terhadap batuan asal yang mengandung mineral besi seperti magnetit, ilmenit, oksida besi, kemudian terakumulasi serta tercuci oleh gelombang air laut [1].

Pantai selatan Pulau Jawa memiliki potensi pasir besi yang melimpah, salah satunya di Pantai Glagah, Kulon Progo. Endapan pasir besi dapat mengandung mineral-mineral magnetik seperti magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha-Fe_2O_3$), dan maghemit ($\gamma-Fe_2O_3$) [2]. Mineral-mineral tersebut mempunyai potensi dikembangkan sebagai bahan industri. Contohnya magnetit untuk bahan dasar tinta kering pada mesin *photocopy*. Maghemit adalah bahan utama pita kaset. Ketiga mineral magnetik tersebut dapat digunakan sebagai pewarna serta bahan dasar magnet permanen [3].

Salah satu bahan kajian yang menarik beberapa tahun terakhir adalah nanopartikel, yaitu material berukuran lebih kecil dari 100 nm [4]. Nanopartikel memiliki sifat fisik, kimia, mekanik, magnetik dan optik yang unik yang tidak dimiliki oleh material lain. Nanopartikel dapat dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi, seperti biosensor, perangkat fotonik dan medik. Kandungan magnetit pada pasir pantai dapat diolah menjadi nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) maupun bahan dasar magnet permanen [5].

Nanopartikel magnetik memiliki sifat fisis yang bervariasi dan dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang. Salah satu partikel magnetik yang dapat dibuat dalam ukuran nanometer adalah besi oksida seperti Fe_3O_4 (magnetit). Magnetit (Fe_3O_4) merupakan salah satu mineral golongan besi oksida yang memiliki sifat magnet paling kuat di alam dengan struktur kristal berbentuk kubus. Perubahan ukuran partikel magnetit (Fe_3O_4) akan mempengaruhi sifat-sifat yang dimilikinya [6].

Pada penelitian sebelumnya telah berhasil disintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dengan memvariasi durasi pelarutan pasir besi dalam HCl. Pada penelitian tersebut diperoleh durasi pelarutan yang paling efektif yaitu 60 menit, dengan tingkat kemurnian Fe_3O_4 yang terbentuk sebesar 84,29% [7]. Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan memvariasi konsentrasi larutan pengendap NH_4OH . Kemudian dilihat pengaruhnya terhadap struktur mikro dan sifat kemagnetan bahan nanopartikel Fe_3O_4 .

Metode Penelitian

Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4

Bahan utama penelitian ini adalah pasir besi dari Pantai Glagah Kulon Progo. Hal ini didasarkan pada penelitian sebelumnya yang menggunakan pasir besi yang berasal dari Pantai Glagah, Kulon Progo untuk disintesis menjadi magnetit dan dikarakterisasi [8]. Pasir besi Pantai Glagah, Kulon Progo terlebih dahulu diekstraksi menggunakan magnet permanen untuk memisahkan pasir besi dari pengotornya. Selanjutnya, dilakukan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi. Pasir besi yang telah diekstraksi tersebut ditimbang sebanyak 50 gram untuk dilarutkan dengan larutan HCl 37% yang telah dipanaskan pada suhu 50 °C.

Pada proses pelarutan ekstrak pasir besi dengan larutan HCl 37% disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Hasil larutan diendapkan menggunakan larutan NH_4OH dengan 4 variasi konsentrasi, yaitu NH_4OH 10%, 15%, 20%, dan 25%. Proses pengendapan dilakukan selama 1 jam. Kemudian hasil endapan dicuci menggunakan aquades sebanyak 3 kali pencucian. Setelah hasil endapan dicuci, kemudian dipanaskan menggunakan oven pada suhu 200 °C selama 2 jam dan sampel siap dikarakterisasi.

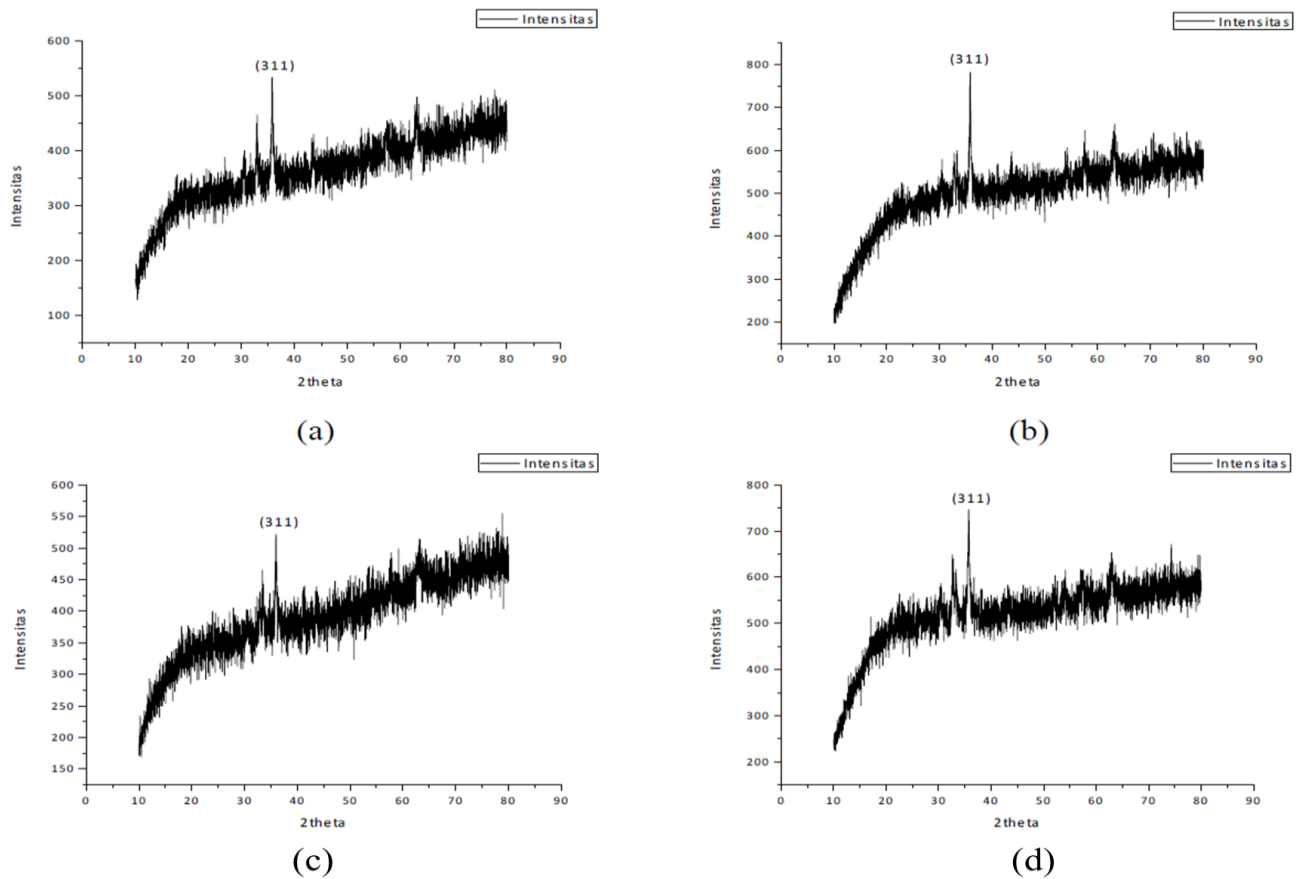
Karakterisasi Nanopartikel Fe_3O_4

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui parameter kisi, struktur kristal, dan ukuran kristal. Karakterisasi SEM & EDS dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan dan komposisi kimia. Sementara itu, sifat kemagnetan bahan diuji menggunakan VSM.

Hasil dan Pembahasan

Hasil Karakterisasi XRD

Hasil karakterisasi XRD untuk sampel 1 (NH_4OH 10%), sampel 2 (NH_4OH 15%), sampel 3 (NH_4OH 20%), dan sampel 4 (NH_4OH 25%) ditunjukkan pada Gambar 1. Berdasarkan Gambar 1 tersebut dapat dilihat bahwa pada semua sampel telah terbentuk fasa magnetit (Fe_3O_4). Pada sampel 1 terbentuk satu puncak utama di $2\theta = 35,78^\circ$ yang berada pada bidang (311), dengan struktur kristal kubik, parameter kisi $a = b = c = 8,3332 \text{ \AA}$, dan ukuran kristal yaitu $D = 143,54 \text{ nm}$. Pada sampel 2 terbentuk satu puncak utama di $2\theta = 35,80^\circ$ yang berada pada bidang (311), dengan struktur kristal kubik, parameter kisi $a = b = c = 8,3440 \text{ \AA}$, dan ukuran kristal yaitu $D = 108,80 \text{ nm}$. Pada sampel 3 terbentuk satu puncak utama di $2\theta = 35,96^\circ$ yang berada pada bidang (311), dengan struktur kristal kubik, parameter kisi $a = b = c = 8,3122 \text{ \AA}$, dan ukuran kristal yaitu $D = 101,55 \text{ nm}$. Sementara itu, pada sampel 4 terbentuk satu puncak utama di $2\theta = 35,72^\circ$ yang berada pada bidang (311), dengan struktur kristal kubik, parameter kisi $a = b = c = 8,3440 \text{ \AA}$, dan ukuran kristal yaitu $D = 121,18 \text{ nm}$.

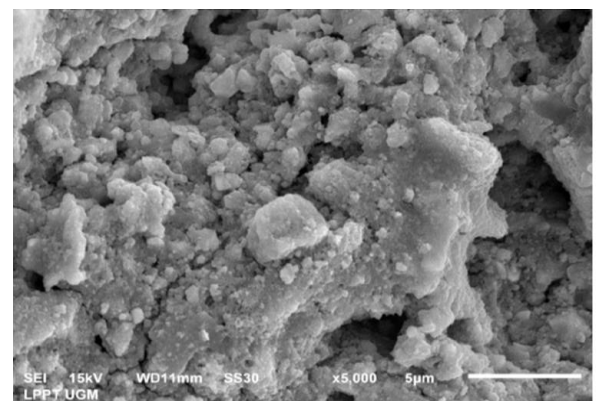


Gambar 1. Diffractogram nanopartikel Fe_3O_4 dari (a) sampel 1, (b) sampel 2, (c) sampel 3, (d) sampel 4

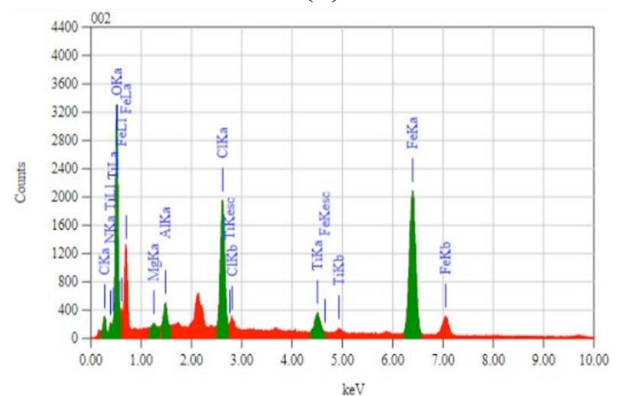
Berdasarkan Gambar 1 dapat dilihat bahwa sampel 2 dan sampel 4 memiliki kandungan nanopartikel Fe_3O_4 yang paling tinggi. Hal itu dapat dilihat dari puncak intensitas magnetit yang lebih tinggi daripada kedua sampel yang lainnya. Disimpulkan bahwa berdasarkan sampel 2 dan 4 menunjukkan semakin tinggi konsentrasi larutan pengendap NH_4OH , maka semakin besar ukuran kristal. Ukuran yang semakin besar akan menurunkan intensitas sifat super paramagnetik bahan tersebut [9]. Hal tersebut juga bersesuaian dengan hasil VSM yang disajikan pada Gambar 3.

Hasil Karakterisasi SEM & EDS

Gambar 2 menunjukkan hasil karakterisasi SEM & EDS sampel 2. Dari keempat sampel yang diuji, sampel 2 memiliki puncak khas magnetit dengan intensitas tertinggi. Pada karakterisasi SEM & EDS, sampel yang diuji adalah sampel 2. Berdasarkan hasil foto SEM, dapat dilihat struktur morfologi permukaannya sudah homogen. Hal ini ditandai dengan terbentuknya *grain* (butiran) yang hampir sama. Berdasarkan hasil EDS dapat diketahui komposisi kimia bahan sampel 2 terdiri dari unsur Fe sebanyak 49,33%, unsur O sebanyak 27,90%, dan unsur-unsur lain sebanyak 22,76%.



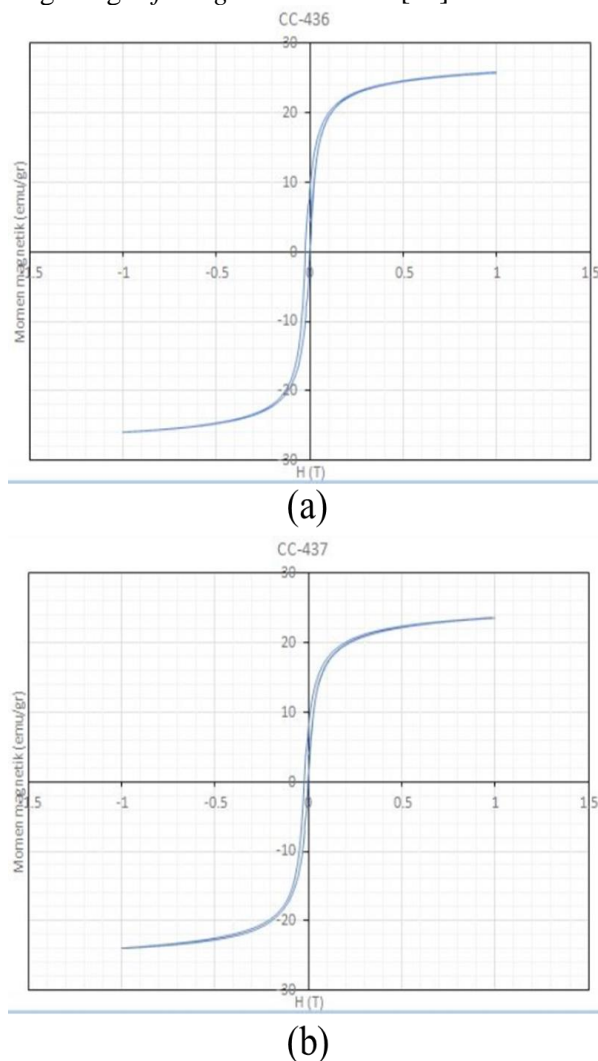
(a)



(b)

Gambar 2. (a) Foto SEM, (b) Hasil EDS sampel 2

Pada karakterisasi VSM, sampel yang diuji adalah 2 sampel terbaik berdasarkan hasil karakterisasi XRD, yaitu sampel 2 dan sampel 4. Gambar 3 merupakan kurva histerisis hasil karakterisasi VSM sampel 2 dan sampel 4. Berdasarkan kurva histerisis tersebut, kedua sampel telah mengalami saturasi pada saat medan luar H bernilai 1T, dengan nilai magnetisasi saturasi (M_s) untuk sampel 2 adalah 25,7 emu/g, dan sampel 4 adalah 23,6 emu/g. Ketika medan magnet luar H bernilai 0, nilai magnetisasi remanen (M_r) untuk sampel 2 adalah 0,06 emu/g, dan sampel 4 adalah 2,02 emu/g. Sedangkan nilai medan koersivitas (H_c) untuk sampel 2 adalah 0,023 T, dan sampel 4 adalah 0,019 T. Berdasarkan nilai M_s , M_r , dan H_c diperoleh kesimpulan bahwa sampel 2 memiliki intensitas sifat superparamagnetik yang lebih besar daripada sampel 4. Nilai medan koersivitas (H_c) kedua sampel lebih kecil dari 0,03 T, sehingga mengindikasikan bahwa bahan yang dihasilkan tergolong *soft magnetic material* [10].



Gambar 3. Kurva histerisis (a) Sampel 2, (b) Sampel 4

Kesimpulan

Sintesis dan karakterisasi nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dari pasir besi Pantai Glagah, Kulon Progo telah berhasil dilakukan. Berdasarkan hasil XRD, variasi konsentrasi larutan pengendap NH_4OH tidak mempengaruhi nilai parameter kisi dan struktur kristal sampel Fe_3O_4 yang terbentuk, tetapi mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk. Hasil SEM & EDS menunjukkan struktur morfologi permukaan sampel 2 (Fe_3O_4 dengan konsentrasi larutan pengendap NH_4OH 15%) cukup homogen serta memiliki komposisi kimia bahan yang terdiri dari Fe sebanyak 49,33%, O sebanyak 27,90% dan sisanya merupakan unsur pengotor. Hasil VSM menunjukkan bahwa sampel 2 (NH_4OH 15%) memiliki magnetisasi saturasi (M_s) = 25,7 emu/g, magnetisasi remanen (M_r) = 0,06 emu/g, dan medan koersivitas (H_c) = 0,023 T. Sedangkan sampel 4 (NH_4OH 25%) memiliki nilai magnetisasi saturasi (M_s) = 23,6 emu/g, magnetisasi remanen (M_r) = 2,02 emu/g, dan medan koersivitas (H_c) = 0,019 T. Kedua sampel tersebut tergolong *soft magnetic material*.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kami sampaikan kepada FMIPA UNY yang telah mendanai penelitian ini dalam skim Penelitian Research Group (RG).

Daftar Pustaka

- [1] Hilman, P. M. (2014). *Pasir besi di Indonesia: Geologi, eksplorasi dan pemanfaatannya*. Badan Geologi, Kementerian ESDM. Bandung.
- [2] Erwin, E., & Putra, S. U. (2018). Sifat magnetik dan ukuran partikel magnetik serta komposisi material pasir besi Pantai Kata Pariaman Sumatera Barat disintesa dengan iron sand separator dan ball milling. *Journal Online of Physics*, 3(2), 11-14.
- [3] Yulianto, A., Bijaksana S., & Loeksmanto W. (2008). Comparative study on magnetic characterization of iron sand from several locations in Central Java. *Indonesian Journal of Physics*, 14(2), 63-66.
- [4] Aji, M. P., Yulianto, A., & Bijaksana, S. (2019). Sintesis nanopartikel magnetit, maghemit dan hematit dari bahan lokal.

- Jurnal Sains Materi Indonesia*, 8(1), 106-108.
- [5] Widiyanto, E., Kardiman, & Najmudin, F. (2018). Karakterisasi pasir besi alam Pantai Samudra Baru dan pemanfaatannya sebagai filler pada sistem penyaring elektromagnetik. *Jurnal Riset Sains dan Teknologi*, 2(1), 15-20.
- [6] Taib, S., & Suharyadi, E. (2015). Sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) Dengan Template Silika (SiO_2) dan karakterisasi sifat kemagnetannya. *Indonesian Journal of Applied Physics*, 5(1), 23-30.
- [7] Prasetyowati, R., Ariswan, Warsono, & Dewi, N. (2019). Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles (Fe_3O_4) based on iron sand from Glagah Kulon Progo Yogyakarta via coprecipitation method with variations in the dissolution duration. *The Science and Science Education International Seminar Proceedings 2019 Promoting Science for Technology & Education Advancement*. Universitas Negeri Yogyakarta, pp. 1-7.
- [8] Nurjanah, S., & Prasetyowati, R. (2018). Sintesis dan karakterisasi nanopartikel magnetit Fe_3O_4 pasir besi Glagah Kulon Progo dengan metode kopresipitasi. *Prosiding Seminar Nasional Fisika dan Pendidikan Fisika*. Jurdik Fisika FMIPA UNY, pp. 83-87.
- [9] Ahn, Y., Choi, E. J., & Kim, E. H. (2003). Superparamagnetic relaxation in cobalt ferrite nanoparticles synthesized from hydroxide carbonate precursors. *Reviews on Advanced Materials Science*, 5(1), 477-480.
- [10] Mathew, D. S., & Juang, R. S. (2007). An overview of the structure and magnetism of spinel ferrite nanoparticles and their synthesis in microemulsions. *Chemical Engineering Journal*, 129(1), 51-65.