# SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DENGAN MEMANFAATKAN BIOMATERIAL BELIMBING WULUH (*Averrhoa bilimbi*) SEBAGAI AGEN PENGKELAT UNTUK APLIKASI NANOFLUIDA

# SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NANOPARTICLES USING Averrhoa bilimbi AS BIOMATERIAL CHELATING AGENT FOR NANOFLUIDS APPLICATION

# Arie Hardian<sup>ab\*</sup>, Alvi Aristia Ramadhiany<sup>b</sup>, Dani Gustaman Syarif<sup>c\*</sup>, Senadi Budiman<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Program Studi Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Bandung, Jl. Ganesa No. 10, Bandung, 40132

<sup>b</sup> Jurusan Kimia, FMIPA, Universtas Jenderal Achmad Yani, Jl. Terusan Jenderal Sudirman, Cimahi 57126 telp. (022) 663375

<sup>c</sup> Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan (PSTNT), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Jl. Tamansari No. 71, Bandung 40132, Indonesia

\* email: <u>danigus@batan.go.id</u> atau <u>arie.hardian@gmail.com</u>

DOI: 10.20961/alchemy.v13i2.4348

Received 26 January 2017, Accepted 30 May 2017, Published online 1 September 2017

#### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil proses sol-gel yang selanjutnya dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Nanofluida merupakan campuran dari fluida dasar seperti air dengan partikel padat yang berukuran 1 - 100 nm. Nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> telah berhasil disintesis dari mineral lokal Yarosit menggunakan metode sol gel dengan memanfaatkan ekstrak belimbing wuluh (Averrhoa bilimbi) sebagai agen pengkelat pada suhu kalsinasi 500 °C, 600 °C dan 700 °C selama 5 jam. Berdasarkan hasil analisis X-Ray Diffraction (XRD) pola difraksi yang terbentuk sesuai dengan data JCPDS No. 33-0664 untuk  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan sistem kristal heksagonal dan menghasilkan ukuran kristalit nanopartikel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada suhu kalsinasi 500 °C, 600 °C dan 700 °C sebesar 50 nm, 48 nm dan 40 nm secara berturut-turut. Hasil analisis Surface Area Meter memperlihatkan bahwa luas permukaan jenis nanopartikel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada suhu kalsinasi 500 °C, 600 °C dan 700 °C sebesar 45,45 m<sup>2</sup>/g; 26,91 m<sup>2</sup>/g dan 17,51 m<sup>2</sup>/g, secara berturut-turut. Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dibuat relatif stabil dengan nilai zeta potensial -39,60 mV; -46,37 mV dan -41,57 mV berturut-turut untuk suhu kalsinasi 500 °C, 600 °C dan 700 °C. Viskositas nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lebih besar dari viskositas air. Critical Heat Flux (CHF) nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lebih besar dari CHF air. Nilai CHF tertinggi diperoleh pada nanofluida dengan nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dikalsinasi pada suhu 600 °C yakni dengan kenaikan CHF sebesar 34,99 % dibandingkan dengan fluida dasar (air).

Kata kunci : agen pengkelat, belimbing wuluh, nanofluida, nanopartikel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sol-gel

#### ABSTRACT

The aim of this work was to determine the effect of calcination temperature on the characteristics of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles (NPs) in sol-gel synthesis. The obtained Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs was then used as material for preparation of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-water nanofluids. Nanofluids is a mixture between basic fluid like water and 1 - 100 nm solid particles (nanoparticles). Nanoparticles of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> have been synthesized from the local mineral Jarosite using sol-gel method by using starfruit (Averrhoa bilimbi) extracts as the chelating agent. The calcination temperature was then varied from 500 °C to 700 °C for 5 hours. Based on the X-Ray Diffraction (XRD) analysis, the diffraction pattern of obtained Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was relevant with the JCPDS data No. 33-0664 for  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with hexagonal crystallite system. The crystallite size (Scherrer's Equation) of obtained  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles at calcination temperatures of 500 °C, 600 °C and 700 °C was 50 nm, 48 nm and 40 nm, respectively. The Surface Area of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs at temperature of 500 °C, 600 °C and 700 °C was 45.45 m<sup>2</sup>/g; 26.91 m<sup>2</sup>/g and 17.51 m<sup>2</sup>/g, respectively. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-water nanofluids was relatively stable with zeta potential of -39.60 mV; -46.37 mV and -41.57 mV, respectively for 500 °C, 600 °C and 700 °C calcination temperature. The viscosity of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-water nanofluids was higher than the viscosity of water. The critical heat flux (CHF) value of water-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanofluids was higher than the CHF water. The highest CHF value for nanofluids was obtained by using  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles with calcination temperature of 600 °C which 34.99 % of increment compare to the base fluid (water).

**Keywords:** chelating agent, nanofluids, nanoparticles α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sol-gel, starfruit.

### PENDAHULUAN

Perpindahan panas merupakan salah satu proses yang penting dalam berbagai industri. Dalam meningkatkan efisiensi peralatan perpindahan panas diperlukan sebuah fluida pendingin. Namun fluida pendingin konvensional seperti air, etilen glikol, dan minyak mesin, secara umum memiliki sifat-sifat perpindahan panas yang sangat rendah dibandingkan dengan kebanyakan bahan padat (Permana *et al.*, 2011). Salah satu upaya untuk memperbaiki kemampuan perpindahan panas adalah dengan mengganti fluida konvensional tersebut dengan menggunakan nanofluida yang merupakan pengembangan dari nanoteknologi, mengingat nanofluida mengandung partikel berbahan padat yang memiliki konduktivitas termal lebih tinggi daripada bahan cairan (Hu *and* Dong, 1998).

Nanofluida merupakan campuran fluida dasar dengan partikel yang berukuran nanometer (1 - 100 nm) (Choi, 1995). Keuntungan dari nanofluida yaitu mempunyai stabilitas yang lebih baik dibandingkan dengan cairan yang mengandung partikel berukuran mikro atau milli (Choi *et al.*, 1992) dan konduktivitas termal lebih tinggi dari cairan dasar penyusunnya (Xiang-Qi *and* Arun, 2008).

Nanopartikel yang umum digunakan dalam nanofluida terbuat dari logam yang secara kimia stabil, oksida logam, dan/atau karbon dalam berbagai bentuk (Ramadhan, 2012). Berikut beberapa contoh nanopartikel yang digunakan dalam nanofluida yaitu ZnO (Samat *and* Nor, 2013); ZrO<sub>2</sub> (Syarif *and* Prajitno, 2013); Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Patel *and* Bartaria, 2014); dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Syarif *and* Prajitno, 2015). Pada penelitian ini nanopartikel yang akan digunakan adalah Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mengingat mineral oksida besi banyak tersebar secara luas di Indonesia dan sangat menarik untuk dimanfaatkan lebih lanjut sebagai material maju.

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian mengenai nanofluida yang mengandung nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, seperti Colla *et al.* (2012) mengungkapkan bahwa nanofluida yang dibuat dengan pH 6,1 tanpa menggunakan dispersan memiliki stabilitas yang tinggi, konduktivitas termal dan viskositasnya pun meningkat pada konsentrasi 20% berat. Aghayari *et al.* (2015) mengungkapkan bahwa penambahan nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan konsentrasi 0,12 % berat dan 0,20 % berat pada nanofluida dapat meningkatkan perpindahan panas dan Nusselt *Number*. Rainho *et al.* (2010) mengungkapkan bahwa nanofluida yang dibuat dengan menambahkan surfaktan pada kolam didih, menunjukkan penurunan koefisien perpindahan panas yang diikuti dengan peningkatan CHF. Dari beberapa peneliti diatas, tidak memberikan data mengenai pH, potensial zeta, penambahan dispersan dan tampilan secara visual kestabilan nanofluida tersebut.

Sintesis nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat diperoleh dari berbagai metode. San *et al.* (2015) mensintesis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> melalui metode presipitasi dan menghasilkan ukuran kristal sebesar 49 nm. Bagheri *et al.* (2013) mensintesis nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> melalui metode sol gel menggunakan gelatin sebagai agen polimerisasi dan menghasilkan ukuran partikel sekitar 30 - 40 nm. Dalam proses sintesis nanopartikel dengan metode sol gel diperlukan penambahan agen pengkelat untuk mengontrol pertumubuhan partikel dan memperoleh partikel dengan ukuran yang sangat kecil (nanopartikel) (Indriyani, 2015). Abrahamson *et al.* (1994) mengungkapkan bahwa asam sitrat terbukti merupakan senyawa pengkelat yang efektif terhadap logam Fe. Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat disintesis dengan agen pengkelat biomaterial yang ramah lingkungan dan lebih ekonomis dengan memanfaatkan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) karena memiliki kandungan asam sitrat yang tinggi yaitu sekitar 92,6 – 133,8 meq asam/100 g dari total padatan (Lathifah, 2008). Novanda (2015) melaporkan bahwa penggunaan ekstrak belimbing wuluh memberikan ukuran

partikel cerium oksida terdoping lebih kecil dibandingkan dengan penggunaan asam sitrat murni.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari mineral lokal yang mengandung Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bernama Yarosit dengan metode sol gel dengan memanfaatkan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) sebagai agen pengkelat. Proses sol gel dipengaruhi oleh suhu kalsinasi, proses kalsinasi sebaiknya dilakukan pada suhu rendah. Suhu kalsinasi juga merupakan variabel yang sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel. Oleh sebab itu dalam penelitian ini dilakukan variasi suhu kalsinasi pada berbagai suhu yaitu 500 °C, 600 °C dan 700 °C untuk mengetahui suhu optimal nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk kemudian diuji karakteristiknya dengan menggunakan *X-Ray Difractometer* dan *Surface Area Meter* yang selanjutnya digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dievaluasi dengan mengukur pH, viskositas, potensial zeta dan *Critical Heat Flux* (CHF).

# **METODE PENELITIAN**

# Sintesis Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Sebanyak 30 g mineral lokal yang kaya akan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bernama Yarosit (PD Kerta Pertambangan) dilarutkan dengan menggunakan larutan HCl 5 M (Merck) sambil dipanaskan <90 °C dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*, kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan residunya. Filtrat yang dihasilkan kemudian dicampurkan dengan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*), diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen untuk membentuk sol kemudian dilakukan pemanasan dalam tungku pada suhu 120 °C hingga membentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian dikalsinasi pada suhu 500 °C, 600 °C dan 700 °C selama 5 jam hingga membentuk padatan. Padatan yang terbentuk kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD PANalytical dengan sinar Cu-Kα untuk mengamati struktur dan ukuran kristal. *Surface Area* Meter (Quantachrome) digunakan untuk mengetahui luas permukaan serbuk.

#### Pembuatan Nanofluida Air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Sebanyak 0,3 g nanopartikel  $Fe_2O_3$  dicampurkan dengan 100 mL aquades kemudian diaduk hingga homogen kurang lebih 30 menit. Suspensi kemudian diultrasonikasi selama 2 jam agar nanopartikelnya terdispersi merata. Kestabilan suspensi diamati selama 20 hari. Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang telah dibuat kemudian dikarakterisasi melalui uji viskositas, uji potensial zeta menggunakan zetasizer dari Malvren, dan uji *Critical Heat Fluks* (CHF) menggunakan metode yang dijelaskan pada literatur (Hiswankar *and* Kshirsagar, 2013).

*Critical Heat Flux* (CHF) atau fluks kalor kritis diukur dengan menggunakan metode kawat halus yang dialiri arus sehingga kawat tersebut merupakan sumber kalor. Seiring pemberian arus, fluks akan meningkat dan mengalami proses kondensasi pada nanofluida disekitarnya. Kawat yang dikelilingi nanofluida akan putus dikarenakan panas yang sudah tidak dapat disebarkan ke nanofluida. Skema metode kawat halus tersebut diperlihatkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema alat ukur CHF (Hiswankar and Kshirsagar, 2013).

CHF nanofluida dibandingkan dengan CHF fluida dasar (air). Untuk mengetahui seberapa besar peningkatan titik kritis panas pada nanofluida, hasil pengukuran CHF pada Tabel 5 dihitung dengan menggunakan Persamaan (1) dan (2).

$$q = \frac{P}{A} \tag{1}$$

q adalah panas/kalor yang dilepas (kW/m<sup>2</sup>), P adalah daya (W) dan A adalah luas permukaan kawat (m<sup>2</sup>)

% Kenaikan CHF =  $\frac{CHF_{NF} - CHF_{aquades}}{CHF_{aquades}} \times 100\%$  .....(2)

#### PEMBAHASAN

#### Sintesis Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> telah berhasil disintesis dari mineral lokal Yarosit yang kaya akan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> melalui metode sol gel dengan memanfaatkan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) dengan berbagai variasi suhu kalsinasi yaitu 500 °C, 600 °C dan 700 °C

selama 5 jam. Penambahan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) ini berfungsi sebagai agen pengkelat untuk memperoleh partikel dengan ukuran yang sangat kecil (nanopartikel) (Indriyani, 2015). Metode sol gel dipilih karena metode ini hanya memerlukan reagen yang sederhana dan temperatur yang relatif rendah untuk menghasilkan nanopartikel dengan kemurnian tinggi dan ukuran nanopartikel yang baik dibandingkan dengan metode sintesis nanopartikel yang lainnya (Bahadur *et al.*, 2006; Safee *et al.*, 2009).

Sintesis dengan metode sol gel diawali dengan melarutkan sampel Yarosit dengan larutan HCl 5 M hingga diperoleh larutan Fe<sup>3+</sup> yang kemudian dicampurkan dengan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*). Proses pencampuran tersebut dilakukan dengan mengaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga membentuk sol (Gambar 2a). Proses pengadukan tersebut bertujuan untuk meningkatkan frekuensi tumbukan antara molekul asam sitrat dari ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) dengan ion Fe<sup>3+</sup> sehingga dapat membentuk kompleks antara kation Fe<sup>3+</sup> dengan pengkelatnya yaitu asam sitrat. Selanjutnya campuran dipanaskan pada suhu 120 °C yang menyebabkan proses kondensasi untuk mengubah sol menjadi gel (Gambar 2b).





**Gambar 2.** (a) Sol Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dalam ekstrak belimbing wuluh dan (b) Gel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terbentuk setelah mengalami kondensasi.

Gel yang terbentuk berwarna hitam dan kemudian dikalsinasi menggunakan *furnace* dengan berbagai variasi suhu 500 °C, 600 °C dan 700 °C selama 5 jam hinggga membentuk serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Proses kalsinasi dilakukan untuk mengeringkan gel agar menjadi padatan dan zat-zat lain yang tidak diinginkan akan menguap. Pada tahap ini gel yang merupakan kompleks kation Fe<sup>3+</sup> dan asam sitrat akan dipanaskan sehingga asam sitrat 138

terdekomposisi dan tersisa padatan  $Fe_2O_3$  seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3, begitu pula asam lain yang terdapat dalam ekstrak tersebut akan terdekomposisi karena proses pemanasan tersebut.



**Gambar 3.** Serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah dikalsinasi berwarna merah. Keterangan: Suhu kalsinasi: (a)500 °C, (b)600 °C dan (c)700 °C.

# Karakterisasi Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

# **X-Ray Difraction (XRD)**

Pola hasil X-Ray Difraction (XRD) nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada suhu 500 °C, 600 °C dan 700 °C selama 5 jam dengan menggunakan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) sebagai agen pengkelat ditunjukkan pada Gambar 4. Berdasarkan data yang diperoleh, terdapat kesesuaian antara kurva yang dihasilkan dengan pola difraksi standar (JCPDS) No. 33-0664 untuk  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan sistem kristal rhombohedral.



Gambar 4. Difraktogram XRD hasil sintesis nanopartikel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada suhu kalsinasi: (a)500 °C, (b)600 °C dan (c)700 °C. Keterangan : **0** Zat pengotor organik

Difraktogram XRD hasil sintesis nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada suhu kalsinasi 500 °C, 600 °C dan 700 °C menunjukkan beberapa puncak pada sudut 2 $\theta$  yang hampir sama yaitu 24,97°; 34,23°; 36,63°; 50,71°; dan 55,17°, yang mengindikasikan keberadaan kristal  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berstruktur rhombohedral. Nilai indeks Miller, (hkl) dari sudut-sudut tersebut secara berturut-turut adalah (012), (104), (110), (024), dan (211).

Berdasarkan Gambar 4, pola difraksi sampel yang dikalsinasi pada suhu 500 °C terlihat memiliki pola difraksi tambahan di samping  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pola difraksi tambahan tersebut diduga merupakan pengotor organik, mengingat intensitasnya berkurang seiring meningkatnya suhu kalsinasi. Pengotor zat organik ini berasal dari penggunaan ekstrak belimbing wuluh.

Pola difraksi yang dihasilkan juga dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristalit dengan menggunakan persamaan Scherrer sesuai dengan persamaan (3) (Abareshi *et al.*, 2010). Dengan menggunakan pola difraksi yang didapat dari persamaan Scherrer akan dihasilkan ukuran kristalit sesuai dengan Tabel 1.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \tag{3}$$

dimana *D* yaitu ukuran kristalit (nm), *k* yaitu faktor bentuk kristal umumnya 0,9,  $\lambda$  panjang gelombang sinar X yang digunakan yakni 0,154056 nm untuk Cu K $\alpha$ ,  $\beta$  yaitu *Full Width at Half Maximum* (rad), dan  $\theta$  sudut Bragg (°).

 Nanopartikel	Suhu Kalsinasi	Ukuran Kristalit (nm)
	500 °C	50,27
$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	600 °C	48,02
	700 °C	40,51

Tabel 1. Ukuran Kristalit Nanopartikel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

# Surface Area

Nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> juga dikarakterisasi dengan alat *Surface Area Meter* berdasarkan metode BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) untuk mengetahui luas permukaan yang aktif pada material. Luas permukaan sampel diukur dengan satuan m<sup>2</sup>/g. Tabel 2. menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi nanopartikel maka semakin besar luas permukan jenisnya. Luas permukaan jenis yang besar akan menghasilkan ukuran partikel yang sangat kecil (Mikrajuddin, 2010). Untuk menentukan ukuran partikel pada sampel dapat dihitung menggunakan persamaan (2) (Mikrajuddin, 2010).

Ľ	adalah	ukuran	partikel	(nm),	ho adalah	massa	jenis	sampel	(g/cm <sup>3</sup> )	dan	S	adalah	luas
р	ermukaa	n jenis (	m <sup>2</sup> /gram	).									

Tabel 2	<b>Table 2.</b> Data Hash Pengukuran Nanopartiker $Fe_2O_3$ menggunakan Surjace Area Meter.								
No.	Nama Sampel	Luas Permukaan Jenis (m²/g)	Ukuran Partikel (nm)						
1.	α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 500 °C	45,45	25,14						
2.	α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 600 °C	26,91	42,47						
3.	α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 700 °C	17,51	65,27						

# Preparasi Nanofluida Air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Berdasarkan Tabel 3 nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dibuat dari nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan suhu kalsinasi 500 °C, 600 °C, dan 700 °C dengan konsentrasi yang sama yaitu 0,3 g/100 mL dengan penambahan dispersan asam sitrat murni dan larutan NH<sub>4</sub>OH 10 % hingga pH 10. Nanopartikel α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada nanofluida selanjutnya disebut nanofluida air- $Fe_2O_3$  Nanofluida air-Fe\_2O\_3 di ultrasonikasi selama 2 jam agar nanopartikel  $\alpha$ -Fe\_2O\_3 terdispersi merata dalam fluida dasar air dan membentuk suspensi yang stabil kemudian didiamkan selama satu hari. Setelah satu hari sebagian partikel yang mengendap diambil dan dihitung kembali konsentrasi akhirnya dan diamati suspensi yang terbentuk.

**Tabel 3.** Data hasil pembuatan nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

No.	Nama Sampel	Nanopartikel	Suhu Kalsinasi Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	pН	Konsentrasi (x10 <sup>-2</sup> g/mL)
1.	NF 1		500 °C	10,01	0,1072
2.	NF 2	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	600 °C	10,00	0,0839
3.	NF 3		700 °C	10,02	0,0676

Gambar 5 (a) dan (b) menunjukkan tampilan visual nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada kondisi setelah 1 hari dan setelah diamati selama 27 hari.





Gambar 5. (a) Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah diamati 1 hari dan (b) Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah diamati selama 27 hari.

Berdasarkan pengamatan secara visual, nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 3 mengalami pengendapan lebih cepat dibandingkan dengan nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 1 dan NF 2. Hal ini disebabkan oleh ukuran nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 3 lebih besar, sehingga nanopartikelnya lebih sulit terdispersi dan mengakibatkan nanopartikelnya lebih cepat mengendap.

# Karakterisasi Nanofluida Air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### **Potensial Zeta**

Menurut Li *and* Tian (2007), nanopartikel dengan potensial zeta di atas ± 30 mV telah menunjukkan kestabilan dan berperan sebagai muatan permukaan yang mencegah agregasi partikel. Nilai zeta potensial ditunjukan pada Tabel 4.

No. Nama Sampel		Zeta Potensial (mV)		
1.	NF 1	-39,60		
2.	NF 2	-46,37		
3.	NF 3	-41,57		

**Tabel 4.** Data hasil pengukuran zeta potensial nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Berdasarkan Tabel 4. dapat dilihat bahwa potensial zeta relatif besar dimiliki oleh nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 2 dibandingkan dengan nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 1 dan NF 3. Ketiga nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersebut memiliki potensial zeta yang tinggi di atas - 30 mV. Hal ini menunjukkan bahwa nanofluida tersebut stabil, tetapi yang memiliki kestabilan paling tinggi adalah nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 2.

### Viskositas

Data viskositas (gambar 6) diukur pada rentang suhu antara 16,00 – 32,50 °C dengan pengukuran setiap kenaikan 0,5 °C. Nilai viskositas nanofluida diharapkan lebih tinggi dari fluida dasar (air) tetapi tidak terlalu tinggi karena akan menyebabkan nanofluida sulit bergerak atau mengalir pada sistem kerja pendingin (Irham *et al.*, 2012).

Grafik pada Gambar 6 menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu maka semakin rendah nilai viskositasnya dan begitupun sebaliknya, semakin rendah suhu maka nilai viskositasnya akan semakin tinggi. Hal itu disebabkan karena pada saat suhu naik atau meningkat atom-atom dalam fluida mengalami pergerakan secara bebas dan semakin meningkatnya suhu, pergerakan atom akan semakin cepat. Sementara pada saat suhu rendah pergerakan partikel melambat sehingga nilai viskositas akan semakin tinggi (Rosiana, 2005).

Berdasarkan Gambar 6 viskositas nanofluida lebih besar dibandingkan dengan fluida dasarnya yakni air. Hal ini mengingat viskositas nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dipengaruhi juga oleh konsentrasi, semakin tinggi konsentrasinya maka nanofluida tersebut akan semakin kental (Sukardjo, 2003). Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 1 memiliki kekentalan paling tinggi dibandingkan dengan sampel NF 2 dan NF 3, dengan demikian konsentrasi nanopartikel dalam NF 1 lebih besar dibandingkan dengan NF 2 dan NF 3.



**Gambar 6.** Grafik Suhu (°C) terhadap Viskositas (mPa.s) Aquades dan Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

# Critical Heat Flux (CHF)

Berdasarkan Tabel 5. Bila dibandingkan dengan fluida dasar (air), nilai CHF nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 1, NF 2 dan NF 3 sedikit lebih besar dari air. Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel NF 2 memiliki nilai CHF paling tinggi dibandingkan dengan sampel NF 1 dan NF 3 dan mengalami kenaikan nilai CHF lebih tinggi dibanding air yaitu sebesar 34,99 %. Urutan kenaikan CHF sebanding dengan urutan nilai mutlak zeta potensial yaitu NF2>NF3>NF1. Faktor yang menyebabkan kenaikan CHF tinggi yaitu kestabilan nanofluida yang terlihat dari nilai zeta potensial. Adapun kaitan antara CHF dengan konsentrasi maupun ukuran partikel tidak tampak jelas pada penelitian ini.

No.	Nama Sampel	CHF (kW/m <sup>2</sup> )	Kenaikan CHF (%)		
1.	Aquades	1000	0,00		
2.	NF 1	1165	16,51		
3.	NF 2	1365	34,99		
4.	NF 3	1214	21,42		

Tabel 5. Data hasil uji Critical Heat Flux (CHF).

#### **KESIMPULAN**

Sintesis nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan memanfaatkan ekstrak belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) sebagai agen pengkelat berhasil dilakukan dan menghasilkan nanopartikel dengan ukuran kristalit 40-50 nm, namun masih mengandung zat pengotor organik. Sintesis nanopartikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> optimal pada suhu kalsinasi 600 °C, kristal  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk memiliki sistem kristal rhombohedral dengan ukuran kristalit partikel  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 48 nm dan luas permukaan spesifik sebesar 26,91 m<sup>2</sup>/g. Nanofluida air-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada suhu kalsinasi 600 °C memiliki kestabilan paling tinggi berdasarkan pengukuran potensial zeta sebesar -46,37 mV dan mengalami kenaikan CHF sebesar 34,99 %.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didanai oleh Penelitian Hibah Penelitian Kompetitif Internal Universitas Jenderal Achmad Yani (UNJANI) tahun 2016. Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bpk. Yamin (PSTNT, BATAN) yang telah membantu selama proses karakterisasi nanofluida.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Abareshi, M., Goharshadi, E. K., Zebarjad, S. M., Fadafan, H. K., and Youssefi, A., 2010. Fabrication, characterization and measurement of thermal conductivity of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanofluidss. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 322, 3895-3901.
- Abrahamson, H. B., Rezvani, A. B., and Brushmiller, J. G., 1994. Photochemical and spectroscopic studies of complexes of iron (III) with citric acid and other carboxylic acids. *Inorganica Chimica Acta* 226, 117-127.
- Aghayari, R., Maddah, H., Baghbani, A.J., Mohammadiun, H., and Nikpanje, E., 2015. An experimental investigation of heat transfer of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Water nanofluid in a double pipe heat exchanger. *International Journal of Nano Dimension* 6(5), 517–524.
- Bagheri, S., Chandrappa, K. G., and Sharifah, B. A. H., 2013. Generation of Hematite Nanoparticles via Sol-Gel Method. *Research Journal of Chemical Sciences* 3(7), 62-68.
- Bahadur, D., Rajakumar, S., and Kumar. A., 2006. Influence of fuel ratios on auto combustion synthesis of barium ferrite nano particles. *Journal of Chemical Sciences* 118(1), 15-21.
- Choi, U. S., France, D. M., and Knodel, B. D., 1992. Impact of Advanced Fluids on Costs of District Cooling Systems. *Proc.* 83rdAnn. Int. District Heating and Cooling

Assoc. Conf., Danvers, MA, June 13-17, The Int. District Heating and Cooling Assn., Washington, DC, pp. 343-359.

- Choi, U. S., 1995. Enhancing Thermal Conductivity of Fluids with Nanoparticles, Development and Applications of Non-Newtonian Flows. *ASME Journal of Heat Transfer* 66, 99-105.
- Colla, L., Fedelle, M., Scattolini, M., and Bobbo, S., 2012. Water-Based Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanofluid Characterization : Thermal Conductivity and Viscosity Measurements and Correlation. *Hindawi Publishing Corporation Advances in Mechanical Engineering* 2012, 8.
- Hu, Z. S. and Dong, J. X., 1998. Study on Antiwear and Reducing Friction Additive of Nanometer Titanium Oxide. *Wear* 216(1), 92–96.
- Hiswankar, S. C., and Kshirsagar, J. M., 2013. Determination of Critical Heat Flux in Pool Boiling Using ZnO Nanofluids. *International Journal of Engineering Research and Technology* 2(7), 2091-2095.
- Indriyani, R., 2015. Sintesis Nanopartikel CdS Menggunakan Amilum Sebagai Capping Agent Dengan Metode Sol-Gel. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahua Alam, Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Irham, M. F., Hamidi, N., and Wahyudi, S. 2012. Pengaruh Prosentase Nanopartikel Dalam Media Pendingin Terhadap Laju Perpindahan Panas Pada Suhu Dinding Konstan. Skripsi. Malang.
- Lathifah, Q. A. 2008. Uji Efektivitas Ekstrak Kasar Senyawa Antibakteri pada Buah Belimbing Wuluh (Averrhoa bilimbi L.) dengan Variasi Pelarut. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Malang.
- Li, L. C. and Tian, Y., 2007. *Zeta Potential Encyclopedia of Pharmaceutycal Technology*. New York : Marcel Dekker. pp. 429–458.
- Mikrajuddin, A., 2010. Karakterisasi Nanomaterial. Bandung. CV. Rezeki Putera.
- Novanda, T., 2015. Pengaruh penggunaan ekstrak belimbing wuluh (Averrhoa bilimbi) dalam sintesis nanopartikel ceria terdoping neodimium 20 %. Skripsi. Program Studi Kimia, Universitas Jenderal Achmad Yani. Cimahi.
- Patel, H. K. and Bartaria, V. N., 2014. Review and Experimental Comparison of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Water Mixture Based Nanofluid Thermal Conductivity as Heat. *IPASJ International Journal of Mechanical Engineering* 2(9), 25–31.
- Permana, A., Fauzan, A., and Christiand. 2011. *Aplikasi Nanofluida pada Radiator*. Departemen Teknik Mesin, Universitas Indonesia. Depok.
- Ramadhan, A. I., 2012. Analisis Perpindahan Panas Fluida Pendingin Nanofluida Di Teras Reaktor Air Tekan (Pressurized Water Reactor) Dengan CFD Code. Tesis. Universitas Pancasila. Jakarta.
- Rainho, N. A., Heitich, L. V., Passos, J. C., Klein, A. N., Morastoni, B., and Pacheco, A. L. P., 2010. *Effect Of Pool Boiling Using Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Water And Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Water A Nanofluids O Heat Transfer*. VI Congresso Nacional De Engenharia Mecânica. 18 a 21 de agosto de 2010 Campina Grande Paraíba Brasil.

Rosiana, H., 2005. Analisis Viskositas Sukardjo. 2003. Rineka Cipta. Jakarta.

- Safee, N. H. A., Abdullah., M. P., and Othman. M. R., 2009. Synthesis and Characterization of Carbocymethyl Chitosan-Fe3O4 Nanoparticles. Prosiding Seminar Kimia Bersama UKM-ITB VIII, 9-11 Juni 2009. pp : 474-479.
- Samat A. N., *and* Nor, M. D. R., 2013. Sol gel synthesis of zinc oxide nanoparticles using Citrus aurantifolia extracts. *Ceramics International* 39, S545–S548.
- San, F. P., Zulkifli, M., and Subaer, 2015. Sintesis dan Karakterisasi Struktur Mikro Komposit Geopolimer Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIX HFI DIY & JATENG. pp. 174–177.
- Sukardjo. 2003. Kimia Fisika. Rineka Cipta. Jakarta.
- Syarif, G.D., and Prajitno, H.D., 2013. Characteristics of Water-ZrO<sub>2</sub> Nanofluid Made from Solgel Synthesized ZrO<sub>2</sub> Nanoparticle Utilizing Local Zircon. *Journal of Materials Science and Engineering B* 3(2), 124–129.
- Syarif, G.D., and Prajitno, D.H., 2015. Synthesis and Characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles and water-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanofluids. *The 10th International Forum on Strategic Technology*. Universitas Gadjah Mada, Indonesia. pp. 342–346.
- Xiang-Qi, W., and Arun S.M., 2008. A review on nanofluids : Theoritical and numerical investigation. *Brazilian Journal of Chemical Engineering* 25(4), 613 630.