

Sintesis Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4) dengan Template silika (SiO_2) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya.

Suryani Taib¹, dan Edi Suharyadi^{1,*}

¹Laboratorium Fisika Material dan Instrumentasi, Jurusan Fisika, Fakultas MIPA,
Universitas Gadjah Mada, Sleman, Yogyakarta, Indonesia

^{1*} esuharyadi@ugm.ac.id

¹email: suryitaib@gmail.com

Received 30-05-2014, Revised 28-11-2014, Accepted 3-12-2014, Published 30-04-2015

ABSTRACT

Nanoparticles of magnetite (Fe_3O_4) have been successfully synthesized by coprecipitation method by mixing $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ and $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ with the addition of 10% NH_4OH as coprecipitant. Then, functionalized Fe_3O_4 concentration variation silica (SiO_2) 5%, 10%, 15%, 20%, 30% and 50%. Particle size and magnetic properties of Fe_3O_4 nanoparticles were tested by X-Ray Diffraction (XRD) and Vibrating Sample Magnetometer (VSM). XRD results showed the addition of silica is not found new phases when added SiO_2 that serves as a template. The particle size of Fe_3O_4 nanoparticles obtained 14.23 nm, while the Fe_3O_4 nanoparticles with the addition of a concentration of 5% and 20% respectively SiO_2 15.45 nm and 16.37 nm. VSM results show the value of saturation magnetization and remanent magnetization decreased as more silica concentration, and increased coercivity field. Test Results of Fourier Transform Infra Red (FTIR) obtained new peaks which indicate that the functionalization process Fe_3O_4 with silica has been successfully carried out.

Keywords: nanoparticles, Fe_3O_4 , co-precipitation, SiO_2 , template

ABSTRAK

Nanopartikel magnetite (Fe_3O_4) telah berhasil disintesis melalui metode kopresipitasi yaitu dengan mencampurkan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan penambahan NH_4OH 10% sebagai kopresipitan. Kemudian, Fe_3O_4 difungsionalisasi variasi konsentrasi silika (SiO_2) 5%, 10%, 15%, 20%, 30% dan 50%. Ukuran partikel dan sifat kemagnetan nanopartikel Fe_3O_4 diuji dengan X-Ray Diffraction (XRD) dan Vibrating Sample Magnetometer (VSM). Hasil XRD menunjukkan dengan penambahan silika tidak ditemukan fasa-fasa baru ketika ditambahkan SiO_2 sehingga berfungsi sebagai template. Ukuran partikel nanopartikel Fe_3O_4 diperoleh 10,23 nm, sedangkan nanopartikel Fe_3O_4 dengan penambahan konsentrasi 5 % dan 20 % SiO_2 masing-masing 11,45 nm dan 12,37 nm. Hasil VSM menunjukkan nilai magnetisasi saturasi dan magnetisasi remanen menurun seiring dengan semakin banyak konsentrasi silika, dan medan koersivitas meningkat. Uji Hasil dari Fourier Transform Infra Red (FTIR) didapatkan puncak-puncak baru yang menunjukkan bahwa proses fungsionalisasi Fe_3O_4 dengan silika telah berhasil dilakukan.

Kata kunci: nanopartikel, Fe_3O_4 , metode kopresipitasi, SiO_2 , template.

PENDAHULUAN

Nano partikel magnetik telah menjadi material menarik yang dikembangkan karena sifatnya yang terkenal dan sangat potensial dalam aplikasinya dalam berbagai bidang. Nanopartikel

berbasis Fe_3O_4 telah secara luas digunakan dalam imobilisasi dan pemisahan protein atau enzim.

Selain itu juga digunakan untuk menghilangkan katalis, dan unsur-unsur beracun dari limbah industri sedangkan nanomagnetik film secara luas digunakan dalam perangkat listrik dan elektronik, sensor, penyimpanan digital yang memiliki kerapatan tinggi, dan melindungi elektromagnetik. Selain itu magnetit film juga telah banyak dipelajari dan diterapkan dalam tumor *hyperthermia* sebagai perantara yang memandu medan magnet untuk melokalisasikan terapi radioaktif dan obat-obatan¹⁻².

Metode dalam sintesis nanopartikel magnetik banyak sekali, diantaranya hidrolisis, mikroemulsi dan kopresipitasi. Metode ini merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kelebihan lain dari metode kopresipitasi yaitu menggunakan suhu kamar dan mudah mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat³.

Pentingnya proses fungsionalisasi nanopartikel dengan penambahan bahan kimia lain seperti SiO_2 adalah untuk mengontrol ukuran dan struktur pori Fe_3O_4 . Setelah sintesis Fe_3O_4 kemudian difungsionalisasi dengan SiO_2 yang didasarkan pada sifat biokompatibel, non-toksik, bersifat inner, amorf dan area permukaan yang luas. Fungsionalisasi adalah sebuah proses memodifikasi partikel melalui permukaannya sehingga dapat ditinjau ulang ukuran partikel, sifat kemagnetannya, dan struktur kristal⁴⁻⁷.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 template SiO_2 , kemudian dikarakterisasi dengan *X-Ray, Diffraction (XRD)*, *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*, dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh sifat kemagnetan Magnetite (Fe_3O_4) penambahan silika sebagai *template* terhadap ukuran butir, struktur kristal dan gugus fungsi.

METODE PENELITIAN

Sintesis Fe_3O_4

Dalam sintesis nanopartikel Fe_3O_4 ini menggunakan metode kopresipitasi. Bahan utama $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan massa 4,170 g dan 8,109 g dimasukkan ke dalam 30 ml H_2O (aquades). Selanjutnya, ke dalam larutan tersebut ditambahkan 60 ml larutan NH_4OH 10 % secara perlahan dan diaduk diatas magnetik stirrer dengan kecepatan aduknya 450 rpm, selama 90 menit pada suhu 60 °C. Larutan Fe_3O_4 kemudian dicuci dengan aquades sampai bau dari NH_4OH hilang. Setelah itu dilakukan proses pengendapan terhadap Fe_3O_4 . Pengendapan dilakukan dengan menggunakan bantuan medan magnet eksternal (magnet permanen) agar proses pengendapan dapat dilakukan dengan lebih cepat dan efektif. Sampel Fe_3O_4 yang telah dicuci selanjutnya dikeringkan di dalam furnace pada suhu 80 °C sekitar 3 jam.

Pecampuran Fe_3O_4 +Silika

Nanopartikel Fe_3O_4 divariasikan dengan konsentrasi SiO_2 yang berbeda-beda. Prekursor yang dipakai untuk silika yaitu *Sodium Silicate Solution* (Na_2SiO_3). Dimulai dengan mencampurkan Na_2SiO_3 dengan H_2O selama 10 menit di atas stirrer dengan *temperature room* (suhu ruangan) setelah itu Fe_3O_4 dimasukkan dalam larutan selama 5 jam, kemudian larutan diendapkan dengan bantuan magnet permanen dan dicuci dengan Aquades sampai tidak bau. Endapan yang dihasilkan dikeringkan. Sampel yang kering kemudian dianalisis ukuran butir, struktur

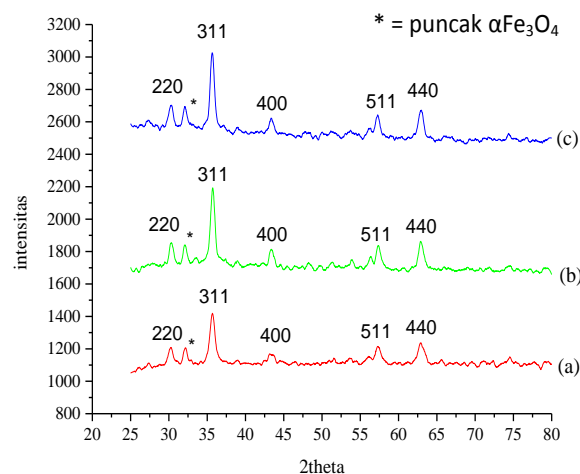
kristal, dan sifat kemagnetannya menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, dan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*. Parameter variasi SiO_2 dapat dilihat pada tabel 1 sebagai berikut:

Tabel 1. Nanopartikel Fe_3O_4 dengan variasi konsentrasi SiO_2 (%)

Sampel	Fe_3O_4 : Larutan Na_2SiO_3
U	0,800 g : 5% Na_2SiO_3 20 ml SS + 20 ml H_2O
T	0,800 g : 10% Na_2SiO_3 12 ml SS + 28 ml H_2O
S	0,800 g : 15% Na_2SiO_3 8 ml SS + 32 ml H_2O
R	0,800 g : 20% Na_2SiO_3 6 ml SS + 34 ml H_2O
Q	0,800 g : 30% Na_2SiO_3 4 ml SS + 36 ml H_2O
P	0,800 g : 50% Na_2SiO_3 2 ml SS + 38 ml H_2O

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penyebab semakin kristalin karena SiO_2 memiliki sifat fisis dari SiO_2 yang sukar larut dalam asam, inert, dan amorf, SiO_2 juga berfungsi sebagai pelapis yang berguna untuk menghalangi partikel agar tidak teragregasi dan mudah terdispersi dalam media cair, dan Silika memiliki gugus silanol bebas dan gugus siloksan yang diketahui mampu mengadsorpsi ion logam keras. Pada proses fungsionalisasi ini apabila terdapat gugus silanol dalam jumlah besar pada permukaan partikel akan menjadikan partikel mudah diaktivasi dengan berbagai gugus fungsional. Berdasarkan hasil analisis menggunakan program *Origin 9* bahwa sampel tidak ditemukan juga adanya fasa SiO_2 dalam sampel. Hal ini berarti SiO_2 tidak ikut bereaksi dan hanya bertindak sebagai *template*.

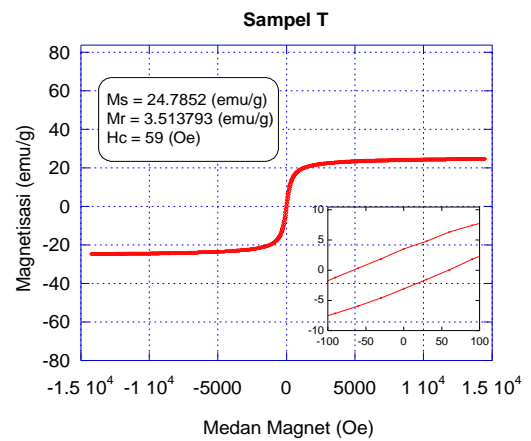
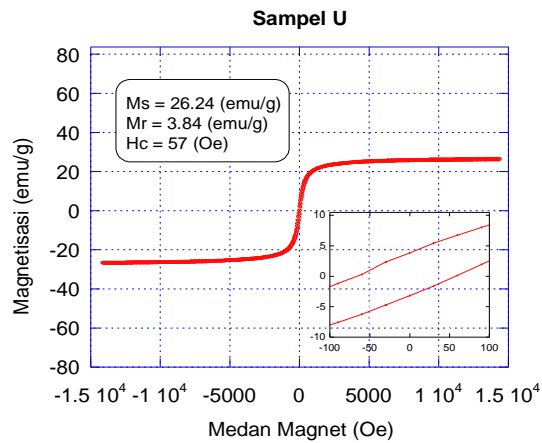
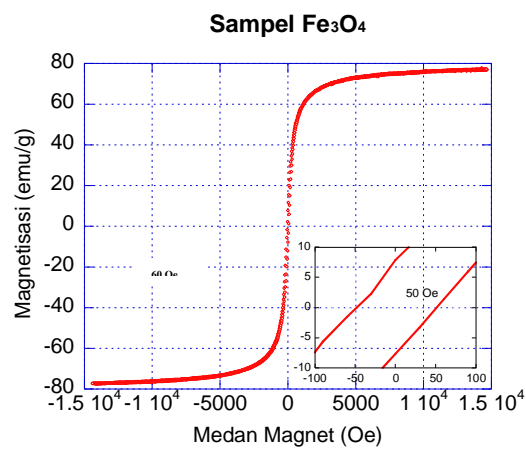


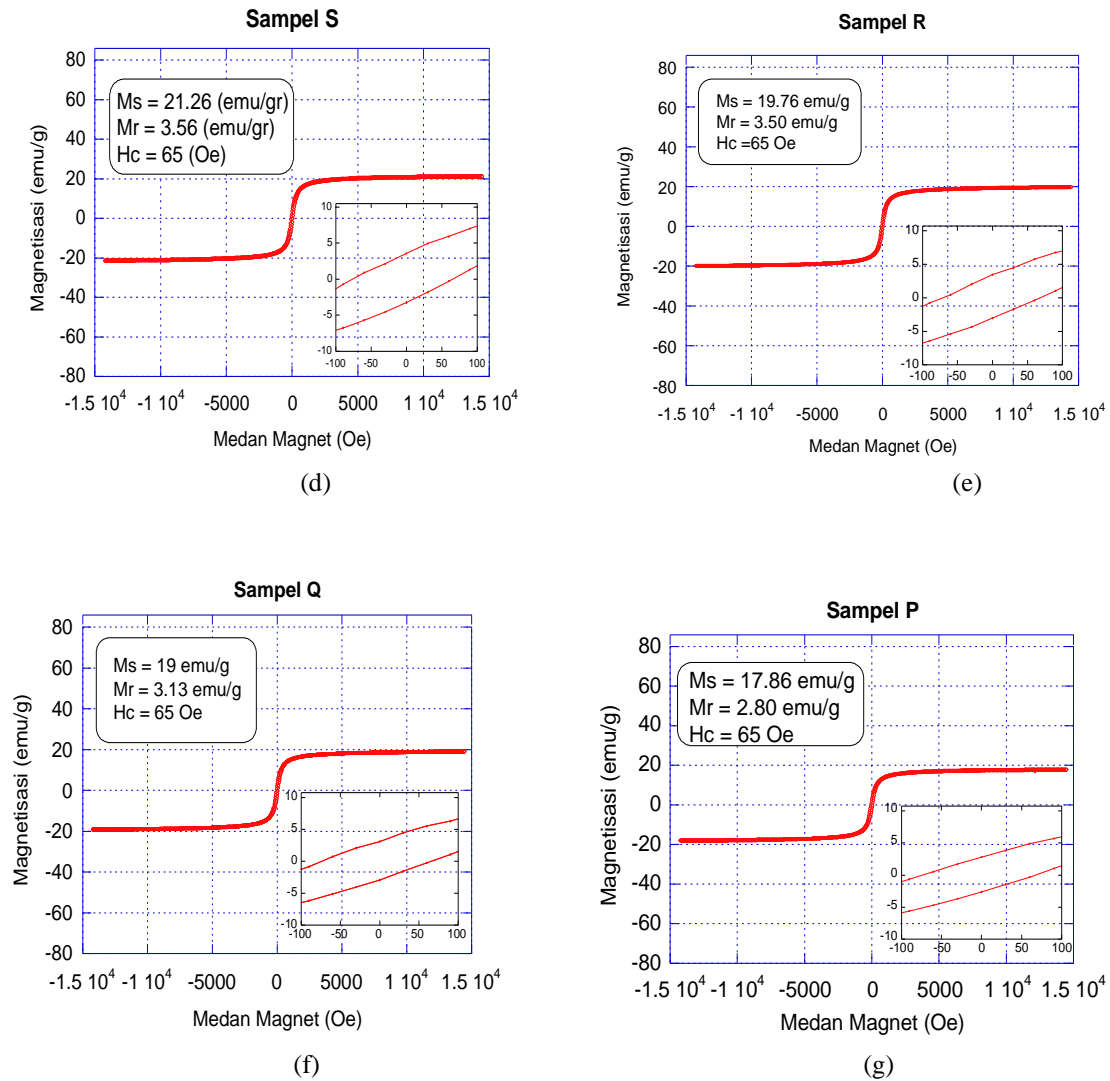
Gambar 1. Hasil perbandingan XRD (a) sampel Fe_3O_4 (b) sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 20%, (c) sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 5%

Pada Tabel 2, ditunjukkan ukuran kristal (t), jarak antar bidang (d), dan tetapan kisi (a) dari sampel Fe_3O_4 , dengan penambahan SiO_2 5% (sampel U), dan 20% (sampel R). Dapat dilihat bahwa semakin besar variasi penambahan Silika ke dalam Fe_3O_4 maka ukuran kristal semakin besar. karena pertumbuhannya dibatasi atau dihalangi oleh banyaknya rantai SiO_2 .

Tabel 2. Ukuran kristal sampel Fe_3O_4 dengan variasi penambahan SiO_2

Sampel	d (Å)	a (Å)	t (nm)
Fe_3O_4	2,51	8.2	10,34
U (5% SS)	2,52	8.3	11,37
R (20% SS)	2.52	8.3	12,45



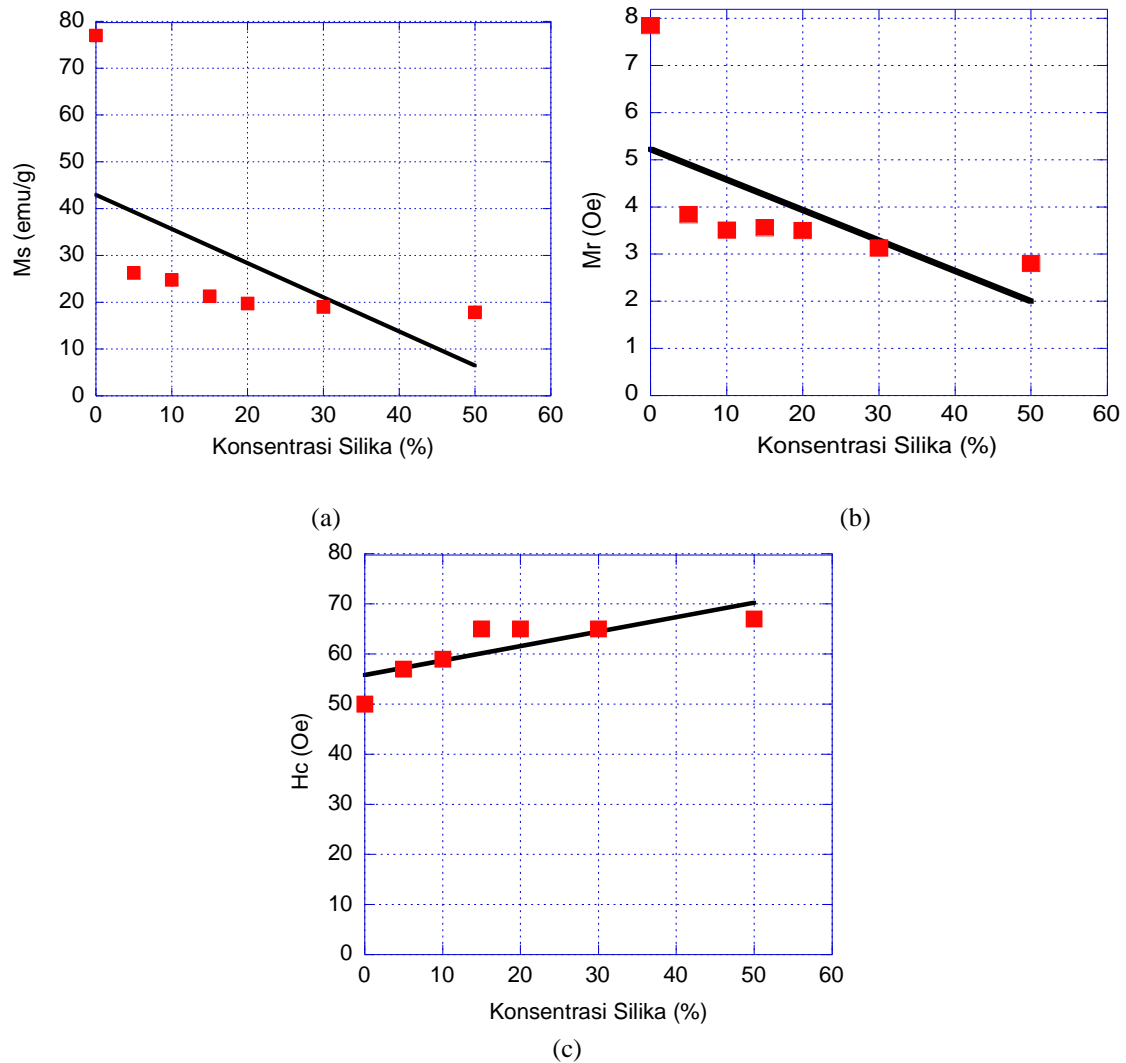


Gambar 3. Kurva hysteresis loop medan magnet vs magnetisasi (a) nanopartikel Fe_3O_4 , (b) sampel U ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 5%), (c) sampel T ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 10%), (d) sampel S ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 15%), (e) sampel R ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 20%), (f) sampel Q ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 30%), (g) sampel P ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 50%) dengan medan magnet luar 10 emu/g

Analisis sifat magnet dilakukan menggunakan alat VSM. Informasi yang didapatkan berupa besaran-besaran sifat magnetik sebagai akibat perubahan medan magnet luar yang digambarkan dengan kurva hysteresis. Kurva hysteresis dapat menunjukkan hubungan antara magnetisasi (M) dengan medan magnet luar (H). Besaran-besaran penting dalam menentukan sifat magnetik berdasarkan kurva hysteresis adalah magnetik saturasi (M_s), medan koersivitas (H_c) dan magnetisasi remanen (M_r). Nilai magnetisasi saturasi atau dikenal dengan magnetisasi jenuh menunjukkan kemampuan partikel nano untuk mempertahankan kesearahan domain-domain magnetiknya ketika masih dikenai medan magnet luar. Medan koersivitas merupakan besarnya medan yang dibutuhkan untuk membuat magnetisasinya bernilai nol. Semakin besar nilainya semakin kuat pula sifat kemagnetannya. Sedangkan magnetic remanen (M_r) menunjukkan kemampuan bahan ketika diberikan medan luar.

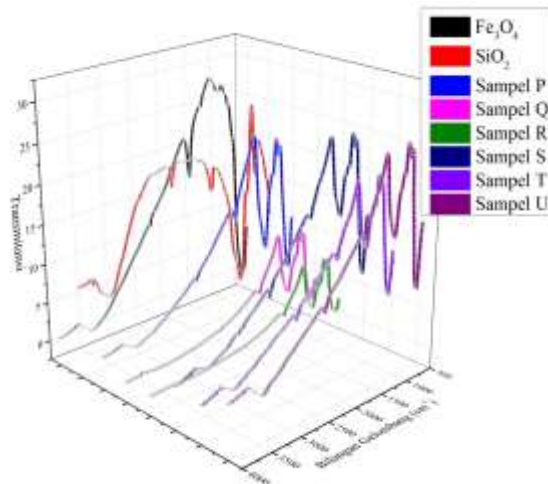
Sifat magnetik dari Fe_3O_4 dapat ditunjukkan dari Gambar 2, dengan penambahan konsentrasi SiO_2 didapatkan nilai magnetisasi saturasi yang beragam ini disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu ukuran butir partikel, derajat kristalinitas serta kehadiran fasa pengotor $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (*hematite*). Semakin besar penambahan konsentrasi SiO_2 maka *hysteresis loopnya* semakin tegak

dan semakin *softmagnetik*. Pada sampel P dengan penambahan konsentrasi silika yang paling banyak memiliki M_s paling kecil yaitu 17,86310 dengan M_r 2,801849, dengan H_c 60, sedangkan pada sampel U yang paling sedikit penambahan silika mengalami penurunan nilai M_s 26,2449, (H_c) 55, dan M_r 3,841012. Informasi ini memberikan makna bahwa semakin besar konsentrasi SiO_2 maka semakin besar M_s , tetapi tidak terlalu signifikan perubahannya. Sifat magnetik semakin lemah, karena semakin besar konsentrasi SiO_2 yang bersifat sebagai template sehingga ukuran partikel semakin kecil



Gambar 3. Grafik hubungan konsentrasi SiO_2 dengan (a) Magnetisasi Saturasi (M_s), Magnetisasi Remanen (M_r), (c) Koersifitas (H_c)

Pada gambar 3 menunjukkan dengan pengaruh penambahan konsentrasi SiO_2 terhadap sifat kemagnetan yaitu koersivitas dari Fe_3O_4 akan berbanding lurus dengan ukuran nanopartikel magnetik yang bertambah besar. Sedangkan M_r , dan M_s semakin kecil, sehingga ketika ukuran nanopartikel semakin besar diprediksi cenderung memiliki multi domain dan energi Barrier (energi anisotropinya) juga semakin besar. Dalam keadaan seperti itu momen magnet pada nanopartikel akan lebih sulit termagnetisasi oleh medan magnet eksternal dan ketika dimagnetisasi maka koersivitasnya akan cenderung lebih besar dibandingkan pada ukuran nanopartikel yang lebih kecil.



Gambar 4. Perbedaan spektrum FTIR (a) Sampel Fe_3O_4 , (b) SiO_2 , (c) Sampel P ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 50%), (d) Sampel Q ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 30%), Sampel R ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 20%), (e) Sampel S ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 15%), (f) Sampel T ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 10%), (g) Sampel U ($\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$ 5%).

Hasil pengukuran SiO_2 yang ditunjukkan dalam spektrum b, terdapat beberapa puncak dominan yang disebabkan oleh adanya vibrasi ikatan Si-O-Si yaitu $794,67 \text{ cm}^{-1}$ dan, Si-O-H pada $964,61 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan jenis ikatan penyusun pada polimer SiO_2 . Puncak pada bilangan gelombang $794,67 \text{ cm}^{-1}$. Persentase silika sudah melapisi material magnetik ditunjukkan pada bilangan gelombang $570-670 \text{ cm}^{-1}$ yaitu untuk gugus fungsi Si-O-Si (bending) Kemudian puncak pada bilangan gelombang $894,97 \text{ cm}^{-1}$ berasal dari vibrasi *stretching* ikatan C-H asimetris. Puncak pada bilangan gelombang $1635,64 \text{ cm}^{-1}$ dan $1465,90 \text{ cm}^{-1}$ merupakan puncak yang diakibatkan oleh adanya vibrasi ikatan H-C-H. Beberapa puncak serapan dengan bilangan gelombang $1342,46 \text{ cm}^{-1}$, $1280,73 \text{ cm}^{-1}$, dan $1242,16 \text{ cm}^{-1}$ diakibatkan oleh adanya vibrasi ikatan C-O⁹. Selanjutnya, puncak serapan pada bilangan gelombang $1103,28 \text{ cm}^{-1}$ diakibatkan oleh adanya vibrasi *stretching* ikatan C-O-C dan vibrasi ikatan C-C muncul pada bilangan gelombang $2337,72 \text{ cm}^{-1}$, $956,69 \text{ cm}^{-1}$, dan $840,96 \text{ cm}^{-1}$.

KESIMPULAN

Pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 menghasilkan ukuran partikel sebesar 10,23 nm, dengan penambahan SiO_2 20 % dan 5 % mengalami peningkatan sebesar 11,4 nm dan 12,5 nm. Selain itu penambahan variasi silika tidak menimbulkan fasa baru sehingga berfungsi sebagai template. magnetisasi saturasi dan magnetisasi remanen meningkat dengan semakin banyaknya konsentrasi SiO_2 sedangkan medan koersivitas menurun.

DAFTAR PUSTAKA

1. Saoud, F., 2010, Superparamagnetic nanoparticles for synthesis and purification of polymers prepared via Controlled/ "Living" Radical Polymerization
2. He, Kai, Cheng-Yan Xu, Laing Zhen, en-ZhuShao. (2007). Hydrothermal Synthesis and Characterization of singlecrystalline Fe_3O_4 Nanowires with High Aspect Ratio and Uniformity. *Materials Letters*, volume 61. (CLRP), *Ph.D. dissertation*, University of Stellenbosch, South Africa.
3. Aiguo, Yan. (2008). Solvothermal synthesis and characterization of size-controlled Fe_3O_4 nanoparticles, *Journal Alloys and Compound* 458 : 487 – 491.
4. Callister, Jr, William D. (2007). *Materials Science and Engineering An Introduction Seven Edition*, John Wiley and Sons, Inc, United States of America.
5. Cornell R.M. and Schwertmann, 2003, *The Iron Oxides*, Wiley-VCH GmbH & Co.KGaA.

6. Riyanto, A., 2012, Sintesis nanopartikel Fe₃O₄ (Magnetit) dan potensinya sebagai material aktif pada permukaan sensing biosensor berbasis Surface Plasmon
7. Kittel, C. (1996). *Introduction to Solid State Physics*. John Willey & Sons, Inc : New York
Resonance (SPR), *Thesis*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
8. Loh, K., Lee, Y.K., Musa, A., Salmah, A.A., dan Zamri, I., 2008, Use of Fe₃O₄ for Anhancement of Biosensor Respon to the Herbicide 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid, *Sensor*, 8, 5775-5791.
9. Coey, J.M.D., 2009, *Magnetism and Magnetic Materials*, United States of America, Cambridge University Press