
Perbandingan Karakterisasi Morfologi Fe_3O_4 terhadap Fe_3O_4 Merck melalui Metode Kopresipitasi

Hariyati Lubis

Universitas Amir Hamzah

haryatilubis1@gmail.com

Abstrak

Pembuatan Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dengan suhu $T=125^\circ\text{C}$ telah berhasil dilakukan. Variasi suhu yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu terhadap Fe_3O_4 . Bahan pembuatan Fe_3O_4 adalah $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Proses sintesis Fe_3O_4 dikalsinasi pada suhu 125°C selama 10 jam. Pengujian karakterisasi morfologi menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM). Hasil analisis SEM menyatakan bahwa hasilnya tidak homogen karena waktu penggilingan sampel yang tidak cukup lama. Sehingga perlu dilakukan penggilingan dan pencampuran bahan agar diperoleh hasil Fe_3O_4 yang mendekati atau sama dengan Merck Fe_3O_4 .

Keyword : Morfologi Fe_3O_4 , Fe_3O_4 Merck

I. PENDAHULUAN

Perkembangan fotokatalis yang berkembang pesat khususnya di bidang magnet saat ini mengalami kemajuan yang cukup signifikan. Bahan katalis sangat efektif diaplikasikan pada pengolahan air limbah, seperti *methylene blue*, *methylene orange* (Siti, W. 2016, Cucun, 2019). Penggunaan metode kimia alkali pada sintesis Fe_3O_4 merupakan cara yang sangat efektif (Merdekani, 2013). Fe_3O_4 memiliki ukuran bulk, bahan ini merupakan kelompok bahan ferrimagnetik. Fe_3O_4 ukuran nanometer menjadi bahan superparamagnetik, dan memiliki sifat yang lebih baik seperti magnetisasi saturasi tinggi, kompatibilitas biologis, dan stabilitas lingkungan. (Wei Y et al., 2012).

Metode kopresipitasi ialah metode kimia dasar.

Metode kopresipitasi adalah proses kimia yang membawa zat terlarut ke bawah untuk membentuk endapan yang diinginkan. Prinsip pelepasan ikatan menerus yang dimiliki oleh suatu senyawa logam dalam bentuk cair tanpa

mempertimbangkan mekanisme spesifik yang terjadi. Kelebihan dari metode kopresipitasi ini adalah prosesnya yang sederhana, membutuhkan suhu reaksi yang rendah ($<100^{\circ}\text{C}$) dan penggunaan suhu kamar serta membutuhkan waktu yang singkat dalam percobaan (Hefdea, et al., 2020)

Fe_3O_4 memiliki sifat kimia yang meliputi laju reaksi, ikatan kimia, dan stabilitas dalam reaksi kimia. Sifat biokompatibel Fe_3O_4 ketika difungsikan dengan polimer biokompatibel. Sifat fisik dan kimia partikel Fe_3O_4 dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu teknik sintesis, parameter sintesis, fungsionalisasi, dan perlakuan sintetik tambahan (Sholihah, 2010).

Pada proses pertumbuhan kristal nanomagnetit dan kristalinitasnya dipengaruhi oleh suhu dan waktu reaksi, sehingga semakin tinggi suhu maka semakin cepat reaksi pembentukan magnetit. Semakin lama waktu reaksi, semakin besar ukuran kristal magnetit yang terbentuk. Dan semakin tinggi suhu reaksi dan bertambahnya waktu sintesis juga meningkatkan kristalinitas magnetit. Morfologi magnetit yang dihasilkan masih teraglomerasi dan partikel semakin besar dengan bertambahnya suhu dan waktu sintesis. Pengaruh suhu manufaktur pada sifat magnetik komposit. Sifat magnetik dari komposit yang disintesis pada suhu 100°C lebih besar daripada yang disintesis pada suhu 40°C dan 70°C . Hal ini disebabkan sifat kemagnetan nanopartikel oksida besi yang terbentuk pada komposit dipengaruhi oleh suhu (Simamora Pintor, 2015).

Pembuatan Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi, yaitu melakukan transformasi fasa oksida besi dengan temperatur. Tujuan awal penggunaan metode kopresipitasi ini adalah untuk mempelajari sifat-sifat magnetit dalam struktur domain tunggal, tetapi dalam sintesis nanopartikel magnetit fokusnya adalah pada aplikasi potensial dan peningkatan kualitas partikel (Siti, 2016). Prosedur yang sama digunakan untuk sintesis jenis ferit lainnya, seperti MnFe_2O_4 dan CoFe_2O_4 , dengan mengubah prekursor yang digunakan. Pada umumnya metode kopresipitasi pada partikel Fe_3O_4 (ukuran kurang dari 20 nm) hanya berfokus pada satu variabel atau menggambarkan suatu kondisi proses yang menghasilkan partikel dengan sifat tertentu (Merdekani, 2013).

Partikel Fe_3O_4 biasanya diperoleh dengan beberapa metode sintesis kimia, seperti metode reverse misel, teknik sol-gel sintesis plasma gelombang mikro, pengeringan beku, iradiasi ultrasound, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, metode kopresipitasi, dan lain-lain. Dalam penelitian ini, metode yang akan digunakan adalah metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi adalah proses kimia yang membawa zat terlarut ke bawah untuk membentuk endapan yang diinginkan. Teknik ini sering digunakan untuk memisahkan analitik dari ketidakmurnian. Kelebihan dari metode kopresipitasi adalah dapat digunakan dengan mudah, bahan dan cara yang digunakan juga lebih sederhana. Selain itu, kelebihan metode

ini adalah prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif singkat (Nurjannah, 2018).

II. LITERATURE REVIEW

2.1. Besi Oksida (Fe_3O_4)

Fe_3O_4 yang mengandung baik ion Fe^{2+} maupun Fe^{3+} dan terkadang dirumuskan sebagai $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$. Fe_3O_4 material nano yang mempunyai sifat magnetit yang banyak dipelajari karena memiliki bermacam-macam sifat kimia dan sifat fisik (Merdekani, 2013). Ciri magnetit yaitu berwarna hitam, bersifat non-toxic, biokompatibel, memiliki medan koersivitas yang tinggi dan dalam ukuran nanopartikel bersifat superparamagnetis (Firnando, 2015).

Partikel magnetit memiliki sifat fisis yang unik, salah satunya terkait dengan sifat kemagnetan yang dimiliki. Sifat magnetiknya sebagian besar dipengaruhi oleh morfologi, ukuran, karakteristik fisika dari partikel tunggal dan interaksi antarmuka (Marlisa, 2017). Selain itu luas permukaan partikel yang besar juga menjadi salah satu keunggulan partikel magnetik sehingga memiliki kapasitas besar untuk mengadsorpsi ion logam berat.

2.2. Metode Kopresipitasi

Metode kopresipitasi adalah metode sintesis *bottom up* untuk mendapatkan ukuran partikel kecil berukuran nano. Prinsipnya adalah melepaskan ikatan kontiniu yang dimiliki senyawa logamtanpa mempertimbangkan mekanisme spesifik yang terjadi.

III. RESEARCH QUESTIONS

Dalam penelitian ini dipaparkan beberapa perumusan masalah yang akan diselesaikan yaitu:

1. Bagaimana pengaruh suhu kalsinasi pada sintesis Fe_3O_4 ?
2. Bagaimana sifat karakterisasi morfologi dari Fe_3O_4 ($T = 125^\circ\text{C}$)?
3. Bagaimana perbedaan sifat karakterisasi morfologi Fe_3O_4 ($T = 125^\circ\text{C}$) dengan Fe_3O_4 Merck?

IV. METODE

Bahan

Prekursor $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (ID Merck: 1.03861.0250), Prekursor $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ID Merck: 1.00731.1000), NH_4OH , Etanol, Aquabidest

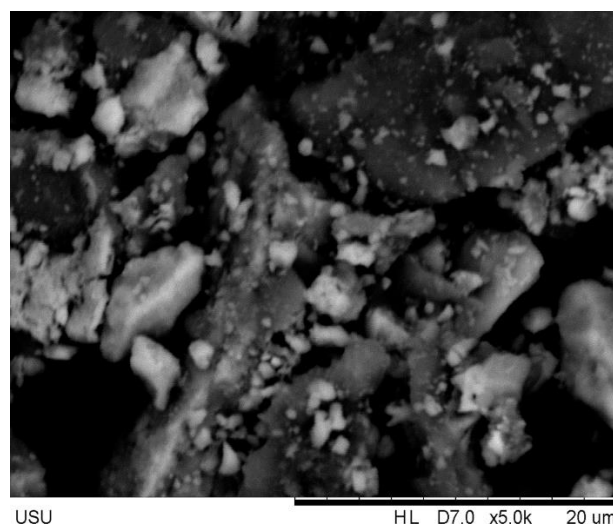
Metode

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 5,2001 gr dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 2,0002 gr. Kemudian penambahan Aquabides sebanyak 80ml dan dilakukan proses pengadukan menggunakan hotplate dan magnetit stirer $t = 1$ jam. Larutan NH_4OH (3,2 M) sebanyak 20 ml ditambahkan. Dilakukan pengadukan dengan $t = 1$ jam untuk menyempurnakan reaksi. Pencucian endapan menggunakan Etanol dan aquabidest. Kemudian dilakukan proses Sintering $T = 125^\circ\text{C}$, dengan $T = 6$ jam. Proses penggerusan menggunakan mortar dengan $t = 1$ jam. Pengujian karakterisasi dilakukan ialah uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

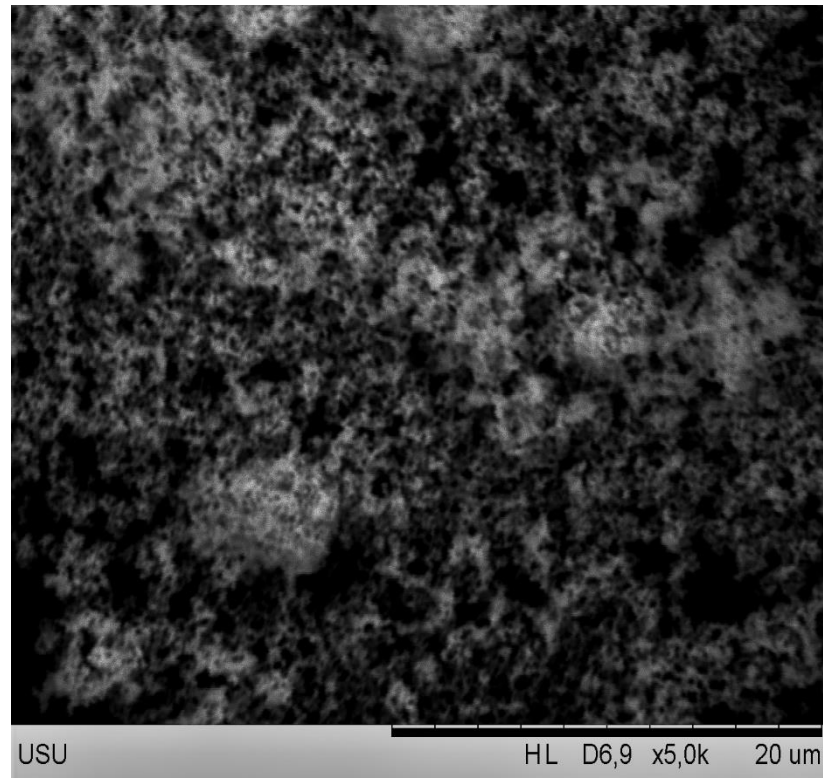
V. PEMBAHASAN

Prinsip kerja SEM berupa sumber elektron dari filamen berbahan tungsten yang memancarkan berkas elektron. Tungsten umumnya digunakan dalam senjata elektron karena memiliki titik leleh tertinggi dan tekanan uap terendah dari semua logam dan dengan demikian memungkinkan untuk dipanaskan untuk emisi elektron. Berkas elektron difokuskan oleh satu atau dua lensa kondensor ke titik yang berdiameter sekitar 0,4 nm hingga 5 nm.

Permukaan bahan yang terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Pemindaian pada permukaan material yang diinginkan dapat dilakukan dengan mengatur generator pemindai dan kumparan pemindai. Elektron sekunder hasil interaksi antara elektron dengan permukaan spesimen ditangkap oleh *secondary electron detector* (SE) yang kemudian diproses dan diperkuat oleh amplifier untuk kemudian divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (Havancsak, 2016).



Gambar 1. The Scanning Electron Microscopy (SEM) Fe_3O_4 dengan $T = 125^\circ\text{C}$



Gambar 2. *The Scanning Electron Microscopy (SEM) Fe₃O₄ Merck*

Scanning Electron Microscopy (SEM) dilakukan untuk mengetahui struktur mikro permukaan sampel yang dihasilkan. Sampel yang dikalsinasi pada V : 125°C dianalisis menggunakan SEM dengan perbesaran 5000x seperti ditunjukkan pada Gambar 1 dan 2. Dari hasil analisis menunjukkan bahwa sampel V : 125°C tidak homogen yang ditunjukkan dengan adanya celah pada permukaan sampel. Hal ini disebabkan karena waktu penggerusan sampel yang terlalu singkat yang mengakibatkan jarak antar partikel, sehingga sebaran partikel sampel tidak merata dan permukaan sampel tidak homogen.

VI. KESIMPULAN

Dari hasil karakterisasi sampel menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan bahwa sampel tidak homogen yang ditunjukkan dengan adanya celah dan penggumpalan partikel pada permukaan sampel. perlu dilakukan penggilingan dan pencampuran bahan untuk mendapatkan hasil Fe₃O₄ yang mendekati atau sama dengan Merck Fe₃O₄.

REFERENCES

- Siti, W., W. Ari, S. Winatapura. 2016. The SiO₂ addition effect to Fe₃O₄/TiO₂ photocatalytic characteristic and performance on methylene blue degradation. Pusat sains dan teknologi bahan maju, BATAN. Gedung 42, puspipstek Serpong, Tangerang Selatan.
- Cucun A. R., Nur A.W. 2018. *Characterization of Fe₃O₄ nanoparticles and their application for Ni (II) and Co (II) adsorption*. uksw.edu. Jawa tengah.
- Merdekani, Sera. 2013. Sintesis Partikel Nanokomposit Fe₃O₄/SiO₂ Dengan Metode Kopresipitasi. BATAN Bandung.
- Wei Y., Han B., Xiaoyang H., Lin Y., Wang X., Deng X. 2012. Syntesi of Fe₃O₄ nanoparticles and their magnetic properties. Chinese materials conference. China.
- Hefdea, A. and Rohmawati, L. (2020). Sintesis fe₃o₄ dari pasir mineral tulungagung menggunakan metode kopresipitasi. Inovasi Fisika Indonesia, 9(2).
- Sholihah, L.K., 2010. Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe₃O₄ yang berasal dari Pasir Besi dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (Aldrich), Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Pintor Simamora, Krisna. 2015. Sintesis Dan Karakterisasi Sifat Magnetik Nanokomposit Fe₃O₄ – Montmorilonit Berdasarkan Variasi Suhu. Universitas Negeri Jakarta.
- Merdekani, Sera. 2013. Sintesis Partikel Nanokomposit Fe₃O₄/SiO₂ Dengan Metode Kopresipitasi. BATAN Bandung.
- Nurjannah, Siti. 2018. Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik Fe₃O₄ Pasir Besi Glagah Kulon Progo Dengan Metode Kopresipitasi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Havancsak, Kalory. (2016). *High-Resolution Scanning Electron Microscopy* <http://www.technoorg.hu/news-and-events/articles/high-resolution-scanning-electron-microscopy-1/>