



Preparasi dan Karakteristik Fisis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4)

Agus Riyanto

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung
Jl. Prof. Soematri Brodjonegoro No. 1 Gedungmeneng Bandar Lampung 35145

Email korespondensi : agus.riyanto@fmipa.unila.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.20527/flux.v15i2.5524>

Submitted: 02 November 2018; Accepted: 23 April 2019

ABSTRACT—This study aims to identify the effect of preparation temperature on microstructure and magnetic properties of magnetite nanoparticles prepared from $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ and $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ by using the co-precipitation method without organic solvent and surfactant. Precursors were prepared at 30 °C, 60 °C, and 90 °C under atmospheric pressure. Microstructure and diameter distribution of magnetite nanoparticles were analyzed by using XRD, FTIR, TEM, and ImageJ software, while the magnetic properties were analyzed using VSM. The identification result shows that the magnetite phase was formed on all samples with a polycrystalline structure. The increasing of preparation temperature was followed by an increase in the diameter of grains and the oxidation rate of magnetite phase into maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). The superparamagnetic properties almost can be observed mainly in the sample prepared at 30 °C, where the magnitude of remanent and coercivity is 3.39 emu/g and 23.93 Oe, respectively. The magnitude of remanent and coercivity increases as preparation temperature increases and superparamagnetic effect decrease.

KEYWORDS : *co-precipitation, magnetite, nanoparticles, temperature*

PENDAHULUAN

Magnetit merupakan material magnetik dengan struktur kristal kubik spinel inversi (Shaker, Zafarian, & Rao, 2013) dan memiliki rumus umum $\text{Fe}^{3+}(\text{A})[\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}](\text{B})\text{O}_4$. Sisi A merupakan sisi tetrahedral yang ditempati oleh ion Fe^{3+} dan dikelilingi oleh empat atom oksigen (O), sedangkan B merupakan sisi oktahedral ditempati oleh ion $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ yang dikelilingi oleh enam atom O (Sheng-Nan, Chao, & Zan-Zan, 2014). Ion Fe^{3+} pada posisi A dan B merupakan pasangan antiferromagnetik, sehingga ion Fe^{2+} pada sisi B memberikan kontribusi yang signifikan pada sifat kemagnetan magnetit secara makroskopik. Magnetit dalam bentuk makroskopik (*bulk*) memiliki sifat ferrimagnetik dengan temperatur Currie yang tinggi ($T_C = 850$ K) (Daoush, 2017). Namun, sifat ferrimagnetik pada bahan tersebut dapat mengalami perubahan yang signifikan bila diameter butir partikel magnetit berubah

dramatis hingga mencapai orde nanometer (<20 nm) (Sheng-Nan, Chao, & Zan-Zan, 2014; Daoush, 2017). Dalam orde tersebut, magnetit dapat memperlihatkan sifat superparamagnetik yaitu koersivitas dan magnetisasi remanen bahan tersebut bernilai nol (*zero coersivity*) dan memiliki magnetisasi saturasi yang tinggi dikarenakan dalam setiap butir nanopartikel hanya tersusun atas satu domain (*single domain*) magnetik saja (Ha et al., 2008).

Terdapatnya sifat superparamagnetik pada nanopartikel beserta sifat unggul lainnya seperti non-toksik, *biocompatible*, dan stabilitas kimiawi yang baik menyebabkan pemanfaatan magnetik semakin bervariasi (Zeinali, Nasirimoghaddam, & Sabbaghi, 2016). Pemanfaatan nanopartikel magnetit tidak sebatas pada media perekam magnetik saja, namun telah diupayakan untuk berbagai aplikasi biomedis seperti digunakan untuk pengiriman obat (*drug delivery*), diagnosis

kanker, dan terapi termal (Lopez et al., 2010; Sheng-Nan, Chao, & Zan-Zan, 2014; El Ghandoor et al., 2012; Mamani & Gamarra, 2014). Selain itu, nanopartikel magnetit juga diterapkan dalam *water treatment* (Shaker, Zafarian, & Rao, 2013), imobilisasi enzim (Sohrabi, Rasouli, & Torkzadeh, 2014), dan berbagai aplikasi lainnya.

Nanopartikel magnetit dapat dipreparasi dengan melalui mekanisme *top down* dan *bottom up*. Mekanisme *top down* umumnya dilakukan dengan menggunakan metode mekanik yaitu dengan cara menggiling *bulk* magnetit menggunakan *ball milling*. Keunggulan metode ini ialah dapat memperoleh nanopartikel magnetit dengan tingkat kemurnian yang tinggi, namun preparasi nanopartikel magnetit dengan menggunakan metode ini tergolong cukup mahal (Priyadarshana et al., 2015). Sedangkan mekanisme *bottom up* dapat dilakukan dengan menggunakan metode preparasi seperti sol-gel (Xu et al., 2007, mikroemulsi (Ha et al., 2008), hidrotermal (Demir, Baykal, & Sozeri, 2014), dan solvotermal (Ha et al., 2008). Namun, penerapan metode tersebut membutuhkan logam kompleks, pelarut organik, atau surfaktan, sehingga menyebabkan peningkatan biaya preparasi (Mamani & Gamarra, 2014). Dengan semakin meningkatnya upaya pemanfaatan nanopartikel magnetit, maka penyederhanaan proses preparasi nanopartikel perlu dikembangkan.

Pada penelitian ini dilakukan preparasi nanopartikel magnetit dengan prosedur sederhana berbasis metode kopresipitasi. Selain jauh lebih sederhana dan ekonomis, variabel kontrol dalam proses preparasinya pun sangat variatif. Sampel dipreparasi menggunakan metode tersebut pada tekanan atmosfer, tanpa pelarut organik dan surfaktan. Penelitian ini dilakukan untuk mengidentifikasi sifat fisis nanopartikel magnetit yang dihasilkan melalui metode preparasi ini. Secara spesifik, penelitian ditujukan untuk mengidentifikasi efek suhu preparasi pada karakteristik fisis yang

meliputi struktur mikro serta sifat magnetik pada sampel nanopartikel magnetit yang dipreparasi pada suhu 30 °C, 60 °C, dan 90 °C.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan untuk mempreparasi sampel antara lain: FeSO₄.7H₂O (Sigma Aldric), FeCl₃.6H₂O (Sigma Aldric), NH₄OH (Sigma Aldric). Sedangkan, alat yang digunakan antara lain: *transmission electron microscopy* (TEM) JEOL JEM 1400, difraktrometer sinar-x tipe XRD 6000, *vibrating sample magnetometer* (VSM), dan Shimadzu spektrometer FTIR Shimadzu-8201 PC.

Preparasi Sampel Nanopartikel Magnetit

Preparasi sampel nanopartikel Fe₃O₄ (magnetit) dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi tanpa pelarut organik maupun surfaktan, serta dilakukan pada tekanan atmosfer. Proses preparasi dilakukan dengan melarutkan FeSO₄.7H₂O dan FeCl₃.6H₂O dengan perbandingan mol 1 : 2 ke dalam 30 ml aquades. Ke dalam larutan tersebut ditambahkan 60 ml larutan NH₄OH 10 % dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 90 menit pada variasi suhu 30 °C, 60 °C, dan 90 °C. Masing-masing sampel berturut-turut dilabeli dengan nama P30, P60, dan P90. Kemudian, proses preparasi dilanjutkan dengan mengendapkan sampel, penyaringan, dan pencucian hingga diperoleh prekursor nanopartikel magnetit. Prekursor yang diperoleh selanjutnya dikalsinasi pada suhu 80 °C.

Karakterisasi Sifat Fisis Nanopartikel Magnetit

Karakteristik struktur mikro dan morfologi sampel dianalisis dengan XRD (menggunakan logam target Cu, *sampling pitch* 0,02 deg, dan *scan speed* 5,00 deg/min), TEM, dan FTIR (pada rentang bilangan gelombang 293,18 cm⁻¹ – 4004,22 cm⁻¹). Populasi diameter butir nanopartikel dianalisis menggunakan *software ImageJ*. Sedangkan, karakteristik sifat magnetik sampel dianalisis pada suhu ruang

dengan menggunakan VSM pada rentang kuat medan magnet -2,5 kOe hingga 2,5 kOe.

HASIL DAN PEMBAHASAN

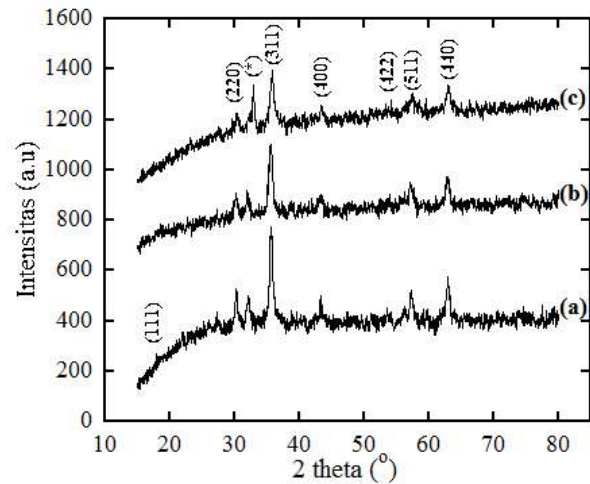
Karakteristik Mikrostruktur Sampel Magnetit

Pola difraksi sinar-x (XRD) sampel nanopartikel magnetit ditunjukkan pada Gambar 1. Hasil analisis XRD pada sampel P30 memperlihatkan indikasi terbentuknya fasa magnetit yang ditandai dengan terdapatnya puncak-puncak difraksi dengan indeks Miller (111), (220), (311), (400), (422), (511), dan (440) seperti ditunjukkan pada Gambar 1(a). Sesuai dengan penelitian sebelumnya, struktur kristal magnetit memiliki puncak-puncak difraksi dengan indeks tersebut (Lopez et al., 2010; El Ghandoor et al., 2012; Hariani, Muhammad, & Dedi, 2013; Mosivand et al., 2013).

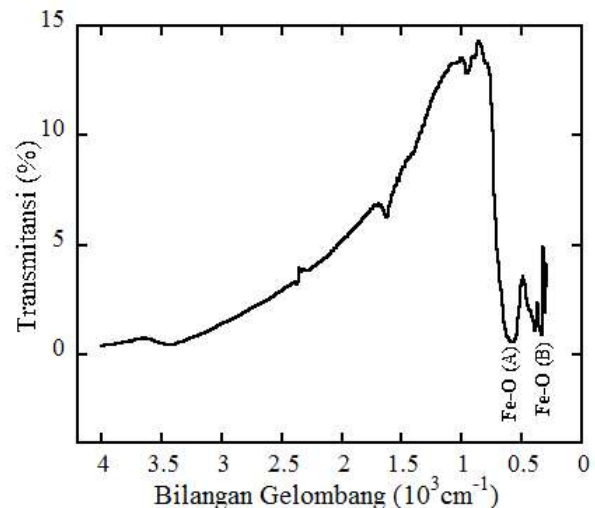
Indikasi terbentuknya struktur magnetit pada sampel tersebut diperkuat dengan hasil analisis gugus fungsi yang ditampilkan pada Gambar 2. Pada spektrum FTIR Gambar 2 terdapat puncak absorpsi pada bilangan gelombang 578,64 cm^{-1} dan 393,48 cm^{-1} yang masing-masing mengindikasikan adanya vibrasi ikatan kovalen Fe-O tetrahedral dan Fe-O oktahedral (Jia et al., 2017; Saif et al., 2015; Asgari, Fakhari, & Berijani, 2014; Arsalani, Fattahi, & Nazarpour, 2014; Covaliu et al., 2011). Terdapatnya ikatan kovalen Fe-O pada posisi tetrahedral dan oktahedral menguatkan hasil identifikasi XRD bahwa fasa magnetit telah terbentuk pada sampel tersebut.

Di sisi lain, pada pola difraksi XRD sampel P30 terdapat puncak difraksi yang menunjukkan terdapatnya struktur kristal lain yakni pada sudut 2θ 32,62°. Sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kazeminezhad & Mosivand (2014), puncak tersebut merupakan puncak difraksi dari fasa maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Terbentuknya sedikit fasa maghemit mengindikasikan bahwa terjadi proses oksidasi selama proses preparasi. Berdasar hasil riset sebelumnya, fasa maghemit merupakan produk oksidasi dari magnetit (Xu et al., 2007; Shaker, Zafarian, & Rao, 2013). Maghemit memiliki struktur kristal

yang identik dengan magnetit, serta memiliki sifat magnetik makroskopik yang sama yaitu ferrimagnetik (Sheng-Nan, Chao, & Zan-Zan, 2014).



Gambar 1 Difraktogram sampel magnetit, (a) sampel P30, (b) P60, dan (c) P90

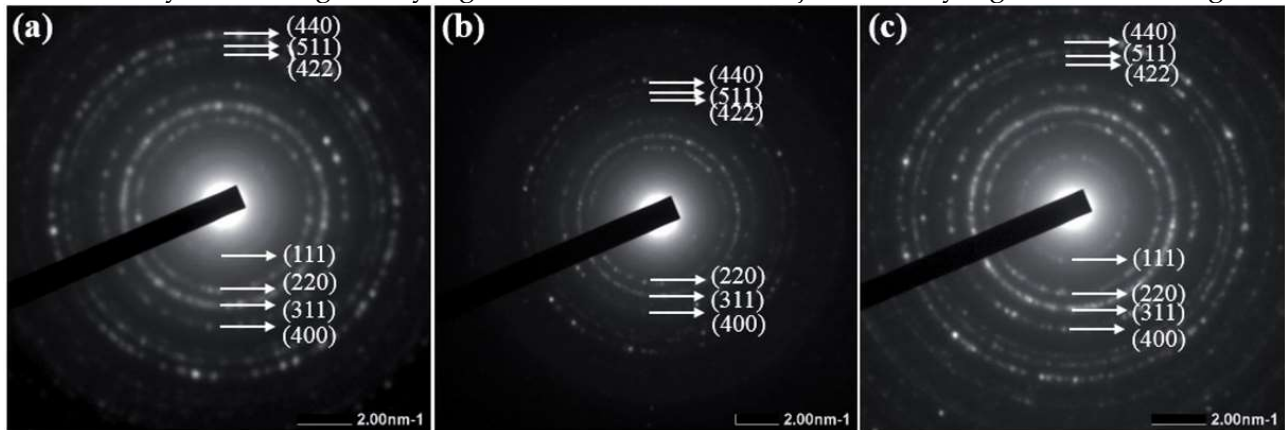


Gambar 2 Spektrum FTIR sampel magnetit

Peningkatan suhu preparasi tidak menyebabkan perubahan signifikan pada struktur kristal magnetit, namun intensitas relatif puncak difraksi fasa maghemit tampak semakin meningkat seperti ditunjukkan pada pola difraksi Gambar 1(b) dan 1(c). Hal ini mengindikasikan bahwa secara kualitatif jumlah fasa maghemit semakin meningkat seiring dengan peningkatan suhu preparasi. Dengan demikian, suhu preparasi sangat mempengaruhi keadaan struktur kristal sampel nanopartikel magnetit, dimana semakin tinggi suhu preparasi yang diterapkan maka akan

semakin banyak fasa maghemit yang terbentuk

karena laju oksidasi yang semakin meningkat.



Gambar 3 Pola difraksi TEM, (a) P30, (b) P60, dan (c) P90

Hasil analisis XRD dan FTIR yang menunjukkan bahwa fasa magnetit telah terbentuk pada sampel yang dipreparasi sangat sesuai dengan hasil difraksi TEM seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Pola difraksi berbentuk cincin (*ring*) berkaitan dengan indeks Miller yang bersesuaian dengan hasil analisis XRD. Pola difraksi berbentuk cincin menunjukkan bahwa fasa magnetit yang terbentuk pada ketiga sampel memiliki struktur polikristal (Kazeminezhad & Mosivand, 2014). Terbentuknya struktur polikristal pada ketiga sampel tersebut sebagai akibat terdapat dua fasa kristal yakni magnetit serta sedikit kristalit maghemit sesuai hasil analisis XRD.

Morfologi hasil analisis TEM dan distribusi diameter butir sampel nanopartikel magnetit ditunjukkan pada Gambar 4 – 6. Tampak sampel magnetit memiliki bentuk hampir bulat dengan diameter butir nanopartikel bervariasi (Gambar 4 – 6). Berdasarkan hasil pengolahan gambar (*image*) dengan menggunakan *software ImageJ*, sampel P30 memiliki diameter pada kisaran 6,44 nm – 21,69 nm dan populasi terbanyak pada diameter 11 nm – 13,99 nm mencapai 26,67 % (Gambar 4). Sampel P60 memiliki diameter 5,06 nm – 23,29 nm dan populasi terbanyak 11 nm – 13,99 nm mencapai 40 % (Gambar 5). Sedangkan, sampel P90 memiliki diameter dalam rentang 9,31 nm – 27,41 nm dan populasi terbanyak pada 14 nm – 16,99 nm mencapai 33,33 % (Gambar 6). Tampak sampel P30 dan P60 memiliki diameter butir yang tidak jauh

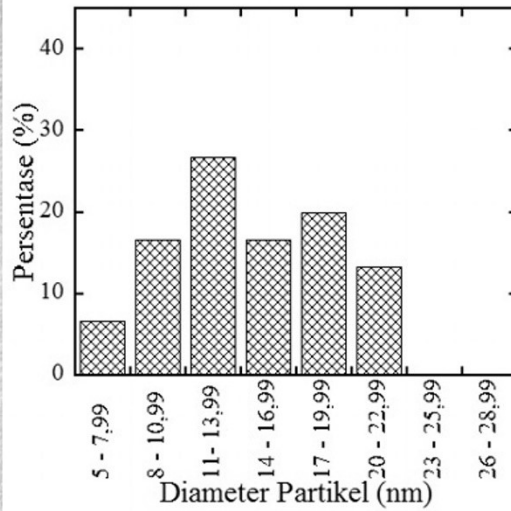
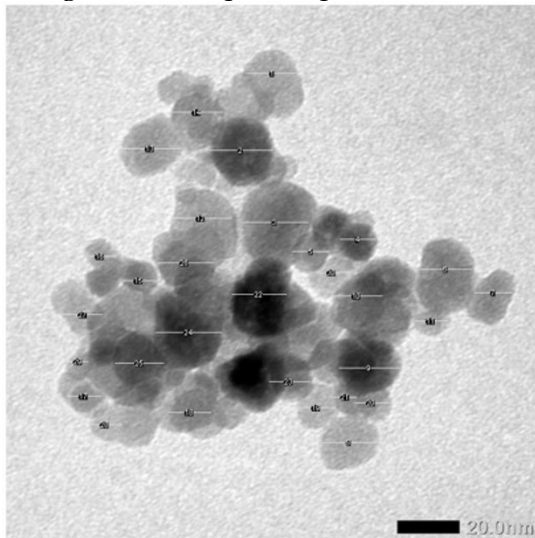
berbeda. Namun, seiring meningkatkannya suhu preparasi terdapat peningkatan ukuran diameter partikel yang cukup signifikan seperti ditunjukkan pada distribusi diameter pada sampel P90 (Gambar 6). Dari hasil ini, terindikasikan bahwa suhu preparasi memiliki peran dalam menumbuhkan butir partikel nanopartikel magnetit. Bila ditinjau morfologi dan distribusi diameter maka sampel nanopartikel magnetit yang dipreparasi dengan prosedur ini tergolong memiliki karakteristik yang baik, karena sebagian besar nanopartikel magnetit memiliki diameter butir mendekati diameter *single domain* yaitu lebih kecil dari 20 nm (Sheng-Nan, Chao, & Zan-Zan, 2014; Daoush, 2017).

Karakteristik Sifat Magnetik

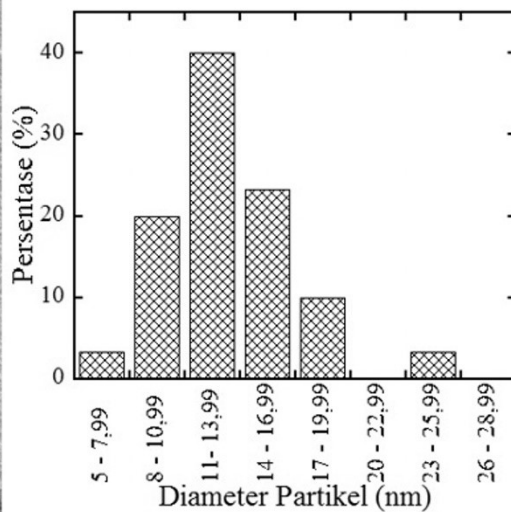
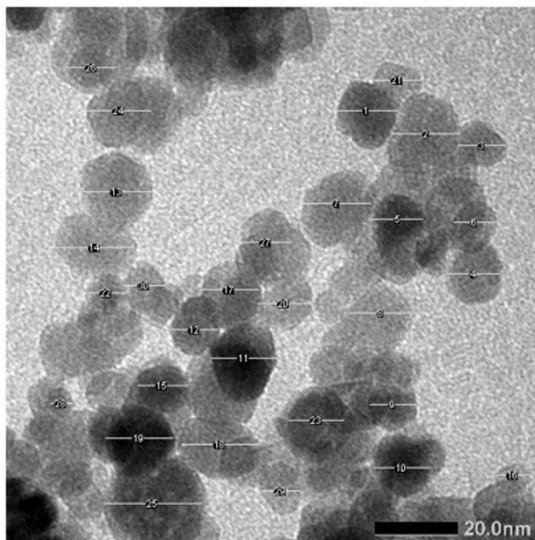
Hasil pengukuran relasi magnetisasi (M) dan kuat medan magnet (H) atau loop histerisis magnetik ketiga sampel nanopartikel magnetit masing-masing ditunjukkan pada Gambar 7 – 9. Parameter yang amat penting dari loop histerisis magnetik utamanya ialah magnetisasi remanen (M_r) yang menunjukkan magnetisasi yang tertinggal saat medan $H = 0$ Oe dan koersivitas C yang menunjukkan medan H yang dibutuhkan agar magnetisasi $M = 0$ emu/g. Pada material superparamagnetik, baik magnetisasi remanen maupun koersivitasnya bernilai nol (Hui et al., 2008). Pada loop histerisis ketiga sampel (Gambar 7 – 9) memperlihatkan terdapatnya remanen dan koersivitas meskipun dengan nilai yang sangat kecil, terutama pada sampel P30. Sehingga, sifat

superparamagnetik hampir dapat teramati

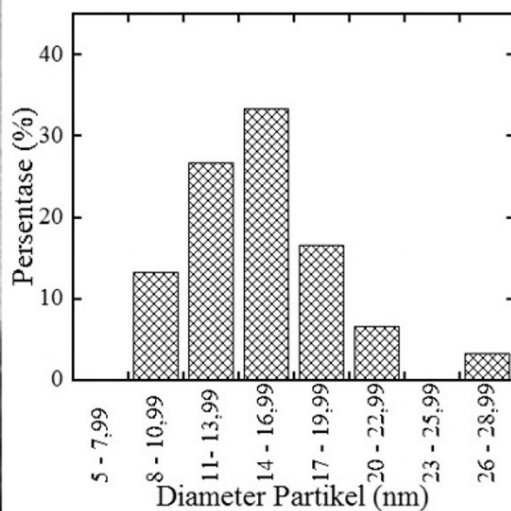
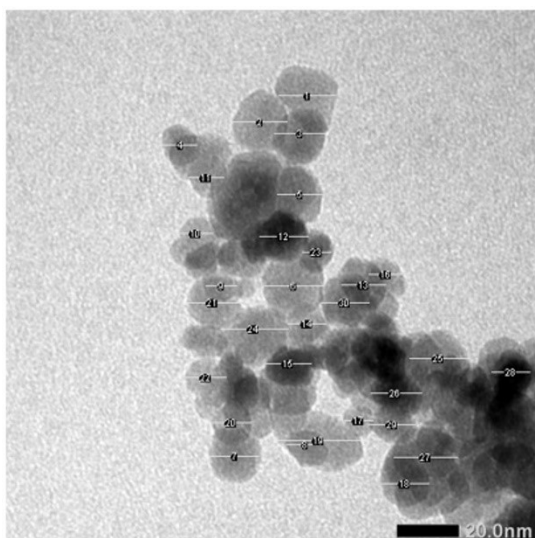
pada sampel P30.



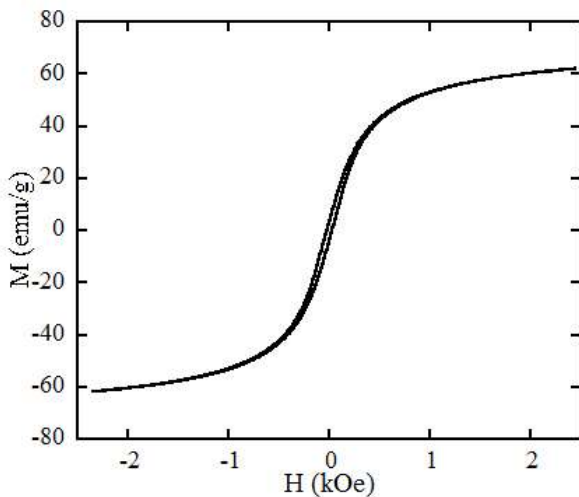
Gambar 4 Morfologi dan distribusi diameter nanopartikel sampel P30



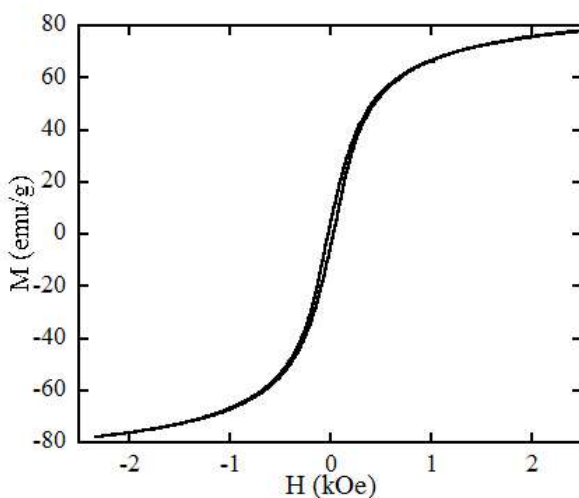
Gambar 5 Morfologi dan distribusi diameter nanopartikel sampel P60



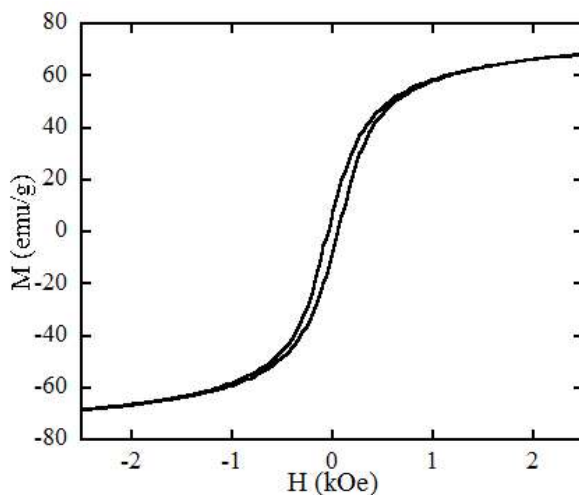
Gambar 6 Morfologi dan distribusi diameter nanopartikel sampel P90



Gambar 7 Loop histerisis magnetik sampel P30



Gambar 8 Loop histerisis magnetik sampel P60



Gambar 9 Loop histerisis magnetik sampel P90

Nilai magnetisasi remanen, koersivitas, beserta magnetisasi pada $H = 2,5$ kOe untuk ketiga sampel ditunjukkan pada Tabel 1. Data pada Tabel 1 memperlihatkan peningkatan nilai magnetisasi remanen dan koersivitas

seiring dengan peningkatan suhu preparasi. Hal tersebut terjadi sebagai akibat adanya peningkatan diameter butir nanopartikel magnetit beserta peningkatan jumlah fasa maghemit seiring dengan peningkatan suhu preparasi. Kedua hal tersebut serta terdapatnya sebagian nanopartikel yang memiliki diameter lebih dari 20 nm (sesuai Gambar 4 – 6) menyebabkan timbulnya multidomain magnetik dan batas butir (*grain boundary*), sehingga efek superparamagnetik semakin melemah seiring dengan meningkatnya suhu preparasi. Namun, secara umum sifat magnetik sampel nanopartikel magnetit yang dipreparasi melalui prosedur ini memperlihatkan hasil yang tergolong baik dibanding dengan hasil penelitian sebelumnya. Sebagai contoh, Daoush (2017) menghasilkan nanopartikel magnetit dengan remanen 12,65 emu/g dan koersivitas 214 Oe yang dipreparasi dari bahan besi (II) klorida dan besi (III) klorida dan pelarut *ethylene diamine tetra acetic acid* (EDTA) yang dipreparasi menggunakan metode kopresipitasi pada suhu ruang (25 °C).

Tabel 1 Karakteristik sifat magnetik

No.	Sampel	M_r (emu/g)	C (Oe)
1	P30	3,39	23,93
2	P60	4,76	24,35
3	P90	7,85	47,90

KESIMPULAN

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa metode kopresipitasi sederhana (tanpa pelarut organik dan surfaktan) dapat diterapkan untuk mempreparasi nanopartikel magnetit dengan karakteristik fisis yang baik. Hasil identifikasi struktur mikro memperlihatkan nanopartikel magnetit yang terbentuk memiliki struktur polikristal dikarenakan terdapat sedikit fasa maghemit yang terbentuk dan secara kualitatif jumlahnya meningkat seiring dengan meningkatnya suhu preparasi. Selain itu, hasil identifikasi menunjukkan bahwa peningkatan suhu preparasi diikuti dengan peningkatan ukuran diameter butir nanopartikel magnetit, serta meningkatnya magnetisasi remanen dan koersivitas.

DAFTAR PUSTAKA

- Arsalani, N., Fattahi, H., & Nazarpour, M. (2010). Synthesis and Characterization of PVP-Functionalized Superparamagnetic Fe₃O₄ Nanoparticles as an MRI. *eXPRESS Polymer Letters*, 4(6), 329–338.
- Asgari, S., Fakhari, Z., & Berijani, S. (2014). Synthesis and Characterization of Fe₃O₄ Magnetic Nanoparticles Coated with Carboxymethyl Chitosan Grafted Sodium Methacrylate. *Journal of Nanostructures*, 4, 55–63.
- Covaliu, C. I., Daniela, B., Cristian, M., Lucian D., Eugeniu, V., Camelia, C., ...Horia, I. (2011). Magnetic Nanoparticles Coated with Polysaccharide Polymers for Potential Biomedical Applications. *Journal of Nanoparticle Research*, 13(11), 6169–6180.
- Daoush, W. M. (2017). Co-Precipitation and Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles for Potential Biomedical Applications. *Journal of Nanomedicine Research*, 5(3), 3–8.
- Demir, A., Baykal, A., & Sözeri, H. (2014). Green Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles by One-Pot Saccharide-Assisted Hydrothermal Method. *Turkish Journal of Chemistry*, 38, 825–836.
- El Ghandour, H., Zidan, H. M., Khalil, M. M. H., & Ismail, M. I. M. (2012). Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 7, 5734–5745.
- Ha, N. T., Nguyen, H. H., Nguyen, C., and Huynh, D. C. (2008). Effects of the Conditions of the Microemulsion Preparation on the Properties of Fe₃O₄ Nanoparticles. *Natural Sciences and Technology*, 24, 9–15.
- Hariani, P. L., Muhammad, F., & Dedi S. (2013). Synthesis and Properties of Fe₃O₄ Nanoparticles by Co-Precipitation Method to Removal Procion Dye. *International Journal of Environmental Science and Development*, 4(3), 336–340.
- Hui, C., Chengmin, S., Tianzhong, Y., Lihong, B., Jifa, T., Hao, D.,...Gao, H.J. (2008). Large-Scale Fe₃O₄ Nanoparticles Soluble in Water Synthesized by a Facile Method. *J. Phys. Chem*, 112, 11336–11339.
- Jia, J., Zhang, W., Yang, Z., Yang, X., Wang, N., and Yu, X. (2017). Novel Magnetic Cross-Linked Cellulase Aggregates. *Molecules*, 22, 1–14.
- Kazeminezhad, I., & Mosivand, S. (2014). Phase Transition of Electrooxidized Fe₃O₄ to γ and α -Fe₂O₃ Nanoparticles Using Sintering Treatment. *Acta Physica Polonica A* 125(5), 1210–1214.
- Lopez, J. A., González, F., Bonilla, F. A., Gustavo Z., & Gómez, M. E. (2010). Synthesis and Characterization of Fe₃O₄ Magnetic Nanofluid. *Revista Latinoamericana de Metalurgia Y Materiales*, 30(1), 60–66.
- Mamani, J. B., & Gamarra, L. F. (2014). Synthesis and Characterization of Fe₃O₄ Nanoparticles with Perspectives in Biomedical Applications. *Materials Research*, 17(3), 542–549.
- Mosivand, S., Monzon, L. M. A., Kazeminezhad, I., & Coey, J. M. D. (2013). Influence of Growth Conditions on Magnetite Nanoparticles Electro-Crystallized in the Presence of Organic Molecules. *International Journal of Molecular Sciences*, 14, 10383–10296.
- Priyadarshana, G., Kottegoda, N., Senaratne, A., de Alwis, A., & Karunaratne V. (2015). Synthesis of Magnetite Nanoparticles by Top-Down Approach from a High Purity Ore. *Journal of Nanomaterials*, 2015, 1–8.
- Saif, B., Wang, C., Chuan, D., and Shuang, S. (2015). Synthesis and Characterization of Fe₃O₄ Coated on APTES as Carriers for Morin-Anticancer Drug. *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*, 6, 267–275.
- Shaker, S., Zafarian, S., & Rao, K.V. (2013). Preparation and Characterization of Magnetite Nanoparticles by Sol-Gel Method for Water Treatment. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 2(7), 2969–2973.
- Sheng-Nan, S., Chao, W., & Zan-Zan, Z. (2014). Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesis and Surface Coating Techniques for Biomedical Applications. *Chin. Phys. B*, 23(3), 1–19.
- Sohrabi, N., Rasouli, N., & Torkzadeh, M. (2014). Enhanced Stability and Catalytic Activity of Immobilized α -Amylase on Modified Fe₃O₄ Nanoparticles. *Chemical Engineering Journal*, 240, 426–433.
- Xu, J., Yang, H., Fu, W., Du, K., Sui, Y., Chen, J., ...Zou, G. (2007). Preparation and Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles by Sol-Gel Method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 309(2), 307–311.
- Zeinali, S., Nasirimoghaddam, S., and Sabbaghi, S. (2016). Investigation of the Synthesis of Chitosan Coated Iron Oxide Nanoparticles under Different Experimental Conditions. *Int. J. Nanosci. Nanotechnol.*, 12(3), 183–190.