

Analisis Struktur Kristal *Polyetilen Glicol* (PEG-4000) Coated Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4)

Alfrie Musa Rampengan*, Jeferson Polii

^a Ilmu Fisika FMIPA, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 03 Oktober 2019
Disetujui 27 Oktober 2019

Key word:
nanopartikel Fe_3O_4
crystal structures

Kata kunci:
nanopartikel Fe_3O_4
struktur kristal

ABSTRACT

The synthesis of materials made from $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, and NH_4OH hydrocarbon materials have been synthesized using the coprecipitation method which has produced the Fe_3O_4 nanoparticle material. Crystal structure analysis of Fe_3O_4 nanoparticles can be seen from the results of material characterization using X-Ray Diffractometer which shows the diffraction peaks, namely (220) (311) (400) (511) (440) with the main peak on the index (311). Samples of Fe_3O_4 nanoparticles were modified with PEG-4000 polymer, emerging new diffraction peaks such as peaks with index (111), α - Fe_3O_4 peaks, γ - FeO (OH) peaks and α - FeO (OH) peaks. The emergence of these new peaks is due to the influence of the PEG-4000 polymer which directly shows the bond with the -OH (hydroxyl) group.

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis material yang berbahan dasar senyawa hidrat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan NH_4OH menggunakan metode kopresipitasi yang menghasilkan material nanopartikel Fe_3O_4 . Analisis struktur kristal nanopartikel Fe_3O_4 dilihat dari hasil karakterisasi material menggunakan X-Ray Diffractometer yang menunjukkan puncak-puncak difraksi yaitu (220) (311) (400) (511) (440) dengan puncak utama pada indeks (311). Sampel nanopartikel Fe_3O_4 dimodifikasi dengan polimer PEG-4000, muncul puncak-puncak difraksi yang baru seperti puncak dengan indeks (111), puncak α - Fe_3O_4 , puncak γ - FeO (OH) dan puncak α - FeO (OH). Munculnya puncak-puncak baru tersebut disebabkan oleh pengaruh polimer PEG-4000 yang secara langsung menunjukkan ikatan dengan gugus -OH (hidroksil).

*email:
alfrierampengan@unima.ac.id
*Telp: 08114382696

Pendahuluan

Nanopartikel magnetik memiliki sifat yang sangat aplikatif dalam berbagai bidang ilmu, seperti fluida, gel magnetik, bioteknologi, biomedis, katalis, dan *magnetic resonance imaging* (MRI). Keberhasilan penerapan nanopartikel magnetik di berbagai bidang ilmu sangat tergantung pada stabilitas partikel pada berbagai kondisi yang berbeda. Partikel akan menjadi sangat populer ketika ukuran partikel berada pada *range* nano yang bergantung pada komposisi materi. Masing-masing dari nanopartikel akan menjadi domain magnetik tunggal dan menunjukkan perilaku superparamagnetik [1]. Ukuran partikel itulah yang menentukan sifat kemagnetan. Salah satu partikel magnetik yang berukuran nanometer

adalah oksida besi seperti magnetit Fe_3O_4 , semakin kecil ukuran butir maka nanopartikel Fe_3O_4 akan memiliki responsibilitas magnetik yang tinggi (mudah termagnetisasi oleh medan magnet eksternal). Dengan kata lain, efek superparamagnetik akan semakin dominan seiring dengan semakin kecilnya diameter butir nanopartikel Fe_3O_4 [2]. Ukuran partikel, sifat permukaan dan sifat kemagnetan adalah keunggulan dari nanopartikel magnetite sehingga sangat mudah termodifikasi dengan material lain. Salah satu sifat uniknya adalah keaktifan atom besi Fe pada permukaan nanopartikel magnetit Fe_3O_4 terhadap elemen material lain, dimana atom Fe pada permukaan nanopartikel magnetik dalam medium air berinteraksi dengan gugus hidroksil (-OH) yang

akan membentuk ikatan Fe-OH [3]. Sifat reaktif atom Fe pada permukaan nanopartikel Fe_3O_4 membuka peluang untuk dilakukannya proses modifikasi oleh *polyethilen glycol* (PEG). PEG adalah salah satu jenis polimer yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran partikel. PEG dapat juga berfungsi sebagai *templete*, yang membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat lebih lanjut, disebabkan PEG menempel pada permukaan partikel dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergantung dan membesar, sehingga pada akhirnya akan diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. Berdasarkan keunggulan dari nanopartikel tersebut, maka perlu dilakukan analisa struktur kristal nanopartikel Fe_3O_4 dan nanopartikel Fe_3O_4 yang telah termodifikasi dengan *polyethilen glycol* (PEG-4000).

Bahan dan Metode

Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi berbahan dasar senyawa hidrat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.005 mol, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.001 mol dan NH_4OH 10%. Timbanglah sebanyak 8,109 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 4,1703 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan menggunakan timbangan digital, kemudian larutkan dengan 30 ml aquades yang diaduk hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* ± 10 menit. Tambahkan larutan NH_4OH 10% (60 ml) yang dibuat dengan mengencerkan 24 ml NH_4OH dengan aquades hingga 60 ml, sedikit demi sedikit dituangkan, sementara pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan konsentrasi suhu pengadukkan 60°C , kecepatan pengadukkan 450 rpm, lama pengadukkan 90 menit. Endapan selanjutnya dicuci menggunakan aquades hingga beberapa kali pengulangan agar garam-garam hasil reaksi lainnya yang ikut terlarut semakin terminimalisir jumlahnya di dalam sampel sehingga dapat diperoleh sampel Fe_3O_4 yang lebih murni. Sampel Fe_3O_4 yang telah dicuci selanjutnya dikeringkan menggunakan *furnace* dengan mengatur suhu pengeringan 80°C selama 120 menit. Sampel yang kering kemudian dianalisis struktur Kristal menggunakan XRD.

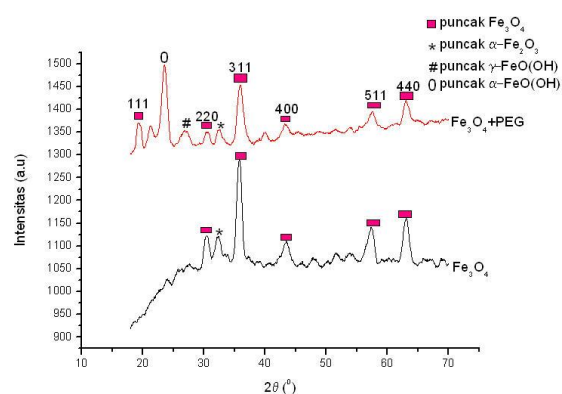
Nanopartikel yang telah kering dimodifikasi permukaannya menggunakan polimer PEG-4000 dengan perbandingan

konsentrasi 0,5 g nanopartikel Fe_3O_4 dicampurkan ke dalam 0,5 g polimer PEG-4000 yang telah dilarutkan dalam aquades. Campuran nanopartikel dan polimer PEG-4000 selanjutnya digetarkan kembali dalam medium ultrasonik sekitar 30 menit agar semua permukaan nanopartikel dapat terlapisi dengan baik. Kemudian dibiarkan sampai kering, digerus menghasilkan serbuk. Sampel modifikasi ini yang dalam keadaan kering dianalisis struktur kristalnya menggunakan XRD.

Hasil dan Pembahasan

Fabrikasi material nanopartikel *magnetite* (Fe_3O_4) menggunakan metode kopresipitasi yang terdiri dari 2 bagian yaitu pelarutan dan pengendapan, dimana parameter NH_4OH konsentrasi 10 %, suhu sintering 60°C , dan kecepatan pengadukan 450 rpm selama 90 menit, kemudian diendapkan dengan bantuan magnet permanen. Nanopartikel *magnetite* (Fe_3O_4) tersebut dimodifikasi dengan penambahan *polymer polyethylen glycol* 4000 (PEG-4000), dimana kedua material tersebut di analisa struktur kristalnya.

Struktur Kristal Fe_3O_4 dengan X-Ray Diffractometer (XRD)



Gambar 1. Pola XRD (a) sampel nanopartikel Fe_3O_4 fasa kering, (b) sampel nanopartikel Fe_3O_4 termodifikasi oleh polimer PEG-4000

Hasil karakterisasi diperoleh dengan difraktogram hasil sintesis sampel nanopartikel Fe_3O_4 dan sampel nanopartikel Fe_3O_4 yang termodifikasi dengan polimer PEG-4000, seperti yang ditunjukkan pada gambar 1. Pengujian struktur kristal dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) dan

panjang gelombang sinar-X yang digunakan yaitu 1.5406 Å. Sifat kristalin dari sampel nanopartikel Fe₃O₄ ditunjukkan dengan munculnya puncak-puncak difraksi seperti pada gambar 1 (a) yaitu (220) (311) (400) (511) (440) dengan puncak utama pada indeks (311). Perbandingan puncak-puncak difraksi dapat kita lihat melalui tabel 1. yang menunjukkan indeks miller dan jarak antarbidang struktur kristal untuk bahan Fe₃O₄.

Tabel 1. Indeks Miller dan jarak antarbidang pada struktur Kristal bahan Fe₃O₄

| No | Indeks Miller (h k l) | Jarak antarbidang d (pm) |
|----|--------------------------|-------------------------------|
| 1 | (1 1 1) | 485,2 |
| 2 | (2 2 0) | 296,7 |
| 3 | (3 1 1) | 253,2 |
| 4 | (2 2 2) | 242,4 |
| 5 | (4 0 0) | 209,9 |
| 6 | (4 2 2) | 171,5 |
| 7 | (5 1 1) | 161,6 |
| 8 | (4 4 0) | 148,5 |

Tabel 2. Ukuran butir nanopartikel Fe₃O₄ dan nanopartikel Fe₃O₄ yang di modifikasi dengan PEG-4000

| Sampel | B (°) | B (rad) | 2θ | θ | Cos θ | B cos θ | λ (nm) | k (faktor) | t (nm) |
|--------------------------------------|----------|------------|---------|---------|--------|------------|-----------|---------------|-----------|
| Fe ₃ O ₄ | 0,5787 | 0,0101 | 35,7826 | 17,8913 | 0,9516 | 0,0096 | 0,15406 | 0,9 | 14,4 |
| Fe ₃ O ₄ + PEG | 0,7530 | 0,0131 | 35,9017 | 17,9508 | 0,9513 | 0,0125 | 0,15406 | 0,9 | 11,1 |

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa sintesis material yang berbahan dasar senyawa hidrat FeSO₄.7H₂O, FeCl₃.6H₂O, dan NH₄OH menggunakan metode kopresipitasi dapat menghasilkan material nanopartikel Fe₃O₄. Hasil karakterisasi nanopartikel Fe₃O₄ menggunakan X-Ray Diffractometer menunjukkan puncak-puncak difraksi yaitu (220) (311) (400) (511) (440) dengan puncak utama pada indeks (311). Semakin tajam puncak difraksi menunjukkan sifat kristalin yang semakin baik. Sampel nanopartikel Fe₃O₄ dimodifikasi dengan polimer PEG-4000, muncul puncak-puncak difraksi yang baru seperti puncak dengan indeks (111), puncak α-Fe₃O₄, puncak γ-FeO(OH) dan puncak α-FeO(OH).

| | | |
|----|---------|-------|
| 9 | (5 3 1) | 141,9 |
| 10 | (6 2 0) | 132,8 |

Puncak difraksi dengan indeks Miller tersebut merupakan indeks khas dari struktur kubik spinel Fe₃O₄ yang selalu muncul dalam difraktogram XRD bahan nanopartikel Fe₃O₄ [4]. Semakin tajam puncak difraksi menunjukkan sifat kristalin yang semakin baik. [5].

Ketika sampel nanopartikel Fe₃O₄ dimodifikasi dengan polimer PEG-4000, muncul puncak-puncak difraksi yang baru seperti puncak dengan indeks (111), puncak α-Fe₃O₄, puncak γ-FeO(OH) dan puncak α-FeO(OH). Munculnya puncak-puncak baru tersebut disebabkan oleh pengaruh polimer PEG-4000 yang secara langsung menunjukkan ikatan dengan gugus -OH (hidroksil).

Berdasarkan persamaan Scherrer. diperoleh ukuran butir nanopartikel seperti pada tabel 2.

Munculnya puncak-puncak baru tersebut disebabkan oleh pengaruh polimer PEG-4000 yang secara langsung menunjukkan ikatan dengan gugus -OH (hidroksil).

Daftar Pustaka

1. Guimaraes, A. P., Principles of Nanomagnetism, Heidelberg, Springer, 2009.
2. Riyanto, A., Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dan Potensinya sebagai Material Aktif pada Permukaan Sensing Biosensor Berbasis SPR, Tesis, Program Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, 2012.
3. Day, R, A, Jr.; Underwood, A, L., Analisis Kimia Kuantitatif (diterjemahkan oleh Iis Sopyan), Edisi 6, Jakarta, Erlangga, , 2001.

4. Lopez, J.A.; Gonzalez, F.; Bonilla, F. A.; Zambrano, G.; Gomez, M. E., Synthesis and Characterization of Fe₃O₄ Magnetic Nanofluid, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, **2010** 30 (1): 60-66.
5. Cullity B.D., Elements of X-Ray Diffraction, United States of America, *John Wiley & Sons, Inc*, 1956.