

SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK DENGAN METODE KOPRESIPITASI

B. PERMANA, T. SARAGI[‡], M. SAPUTRI, L. SAFRIANI, I. RAHAYU, RISDIANA

*Prodi Fisika FMIPA, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang km.21
Jatinangor, Sumedang 45363, Indonesia*

Abstrak. Nanopartikel magnetik, oksida besi magnetit (Fe_3O_4), merupakan material yang menarik untuk dikembangkan. Material ini sangat potensial untuk dapat diaplikasikan secara luas diberbagai bidang seperti untuk diagnosa medik. Namun, untuk menghasilkan Fe_3O_4 berukuran nano (10-100 nm) masih sulit untuk dilakukan. Pada penelitian ini telah berhasil disintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan menggunakan metode kopresipitasi. Sintesis dilakukan menggunakan prekursor *Ferrous Chloride Tetrahydrate* ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dan *Ferric Chloride Anhydrous* ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dengan perbandingan ion *ferrous* dan ion *ferric* adalah 1:2. Kemudian, Ammonium Hidroksida ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) digunakan sebagai bahan presipitan. Morfologi partikel dari sampel dikarakterisasi menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM). Berdasarkan hasil karakterisasi TEM diperoleh morfologi partikel berbentuk bulat dengan ukuran rata-rata berkisar 10 nm.

Kata kunci : Sintesis nanopartikel, Metode kopresipitasi, Fe_3O_4 , morfologi, TEM

Abstract. Magnetic nanoparticles, iron oxide magnetite (Fe_3O_4), has been interested to be developed. This materials is very potential to be widely applied such in medical diagnosis. However, synthesis Fe_3O_4 nanoparticles is still very difficult to be done to obtain in nanometer sizes (10 nm-100 nm). In this research, Fe_3O_4 nanoparticles has been successfully synthesized by using coprecipitation method. In this work, ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) were used as presursor with ionic ferrous and ferric raio 1:2. Then, Ammonium hydroxide ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) was added as precipitant agent. Morphology of Fe_3O_4 nanoparticles was characterized by Transmission Electron Microscope (TEM). From TEM measurement, it was found that morphology of Fe_3O_4 which obtained from sample was spherical in shape and average particles size was around 10 nm.

Keywords: Nanoparticles synthesize, coprecipitation method, Fe_3O_4 , morphology, TEM

1. Pendahuluan

Nanopartikel magnetik, oksida besi magnetit (Fe_3O_4), merupakan material yang menarik dan memiliki aplikasi yang sangat luas. Pada ukuran *bulk*-nya, material ini merupakan kelompok bahan ferrimagnetik. Namun, pada ukuran nanometer, material ini menjadi bahan superparamagnetik, dan memiliki sifat-sifat yang lebih baik seperti magnetisasi saturasi yang tinggi (90 emu/gram), *biological compatibility*, dan *environmental stability*. Selain itu, pada ukuran dibawah 20 nm dengan morfologi partikel berbentuk bulat, material ini dapat diaplikasikan dengan lebih baik untuk kebutuhan biomedis karena kemampuannya untuk mempengaruhi nilai relaksasi proton pada air [1]. Nilai relaksasi ini dapat menurunkan intensitas sinyal dari pengaruh penggelapan pada *magnetic resonance imaging* (MRI), sehingga dapat menghasilkan citra yang lebih jelas.

Beberapa penelitian telah berhasil mensintesis nanopartikel magnetik dengan berbagai metode seperti kopresipitasi [2,3] dan hidrotermal [1]. Untuk mengontrol ukuran dan morfologi dari nanostruktur yang diperoleh, berbagai cara dilakukan seperti memvariasikan pH dari larutan, lama waktu pertumbuhan (*growth time*), konsentrasi larutan, komposisi, suhu, dan tekanan. Namun, untuk menghasilkan nanopartikel dengan berbagai variasi ukuran dan morfologi masih terus dilakukan hingga saat ini. Pada penelitian yang dilakukan oleh Chucheng Yang, dkk., dan Thi

[‡]email : t.saragi@phys.unpad.ac.id

Kieu, dkk. telah berhasil mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dengan ukuran partikel berkisar 10 nm [2,4]. Namun, variabel sintesis yang dapat dilakukan untuk menghasilkan nanostruktur dan morfologi tertentu masih terbuka lebar untuk dapat dilakukan. Pada paper ini, sintesis nanopartikel menggunakan metode kopresipitasi pada pH=10 dengan suhu sintesis pada suhu ruang 25°C .

Metode kopresipitasi adalah metode yang sederhana dan murah dalam biaya operasional, sehingga metode ini menjadi salah satu teknik yang lebih disukai untuk membuat nanopartikel. Nanopartikel yang dihasilkan dari metode kopresipitasi biasanya polidispersif dengan morfologi berbentuk bulat. Kebanyakan studi mengenai metode kopresipitasi dan nanopartikel Fe_3O_4 (ukuran < 20 nm) hanya difokuskan pada satu variabel atau dideskripsikan satu kondisi proses yang menghasilkan partikel dengan sifat-sifat tertentu [5].

2. Eksperimen

Nanopartikel magnetik, oksida besi magnetit (Fe_3O_4), disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Bahan prekursor digunakan adalah 5,41 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 1,99 gram $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan kedalam 100 ml *DI-Water* dan diaduk hingga homogen pada suhu ruang (25°C). Kemudian, larutan ditambahkan dengan bahan presipitan (NH_4OH 25%) tetes demi tetes hingga pH=10 dan diperoleh endapan berwarna hitam. Endapan tersebut kemudian diambil dan dicuci menggunakan n-heksan dan etanol sebanyak dua kali. Sampel selanjutnya didispersikan kembali kedalam etanol untuk mencegah terjadinya aglomerasi. Untuk mengamati ukuran partikel dan morfologi yang dihasilkan, sampel dikarakterisasi menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM). Dari foto hasil karakterisasi TEM diambil lima partikel secara acak kemudian dihitung rata-rata diameter partikel yang diperoleh.

3. Hasil dan Pembahasan

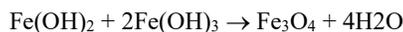
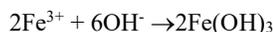
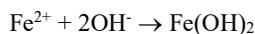
Sampel yang terbentuk setelah proses pencucian dengan n-heksan dan dan *re-disperse* dalam etanol menghasilkan nanofluida magnetik dan setelah proses pengendapan 24 jam akan terbentuk nanopartikel. Endapan oksida besi yang dihasilkan berwarna hitam pekat, yang mengindikasikan terbentuknya nanopartikel oksida besi Fe_3O_4 [6]. Selain berwarna hitam, endapan ini juga merupakan partikel magnetik yang terlihat pada proses dekantasi magnet dan partikel sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 1. Nanopartikel magnetik oksida besi Fe_3O_4 bergerak menuju magnet.



Gambar 1. Interaksi antara magnet dan nanopartikel oksida besi Fe_3O_4 .

Hasil pengukuran TEM ditunjukkan pada Gambar 2 pada skala perbesaran 20 nm. Gambar 2 menunjukkan bahwa secara umum nanopartikel yang terbentuk adalah *spheris*. Untuk menentukan ukuran rata-rata nanopartikel dilakukan pengukuran butiran pada lima bentuk partikel yang diambil secara acak. dari hasil perhitungan diperoleh bahwa ukuran rata-rata berkisar nanopartikel

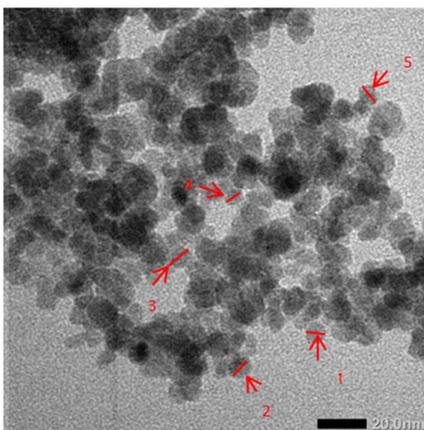
adalah $9,69 \pm 1,06$ nm. Ukuran rata-rata butiran nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan metode kopresipitasi pada $\text{pH}=10$ dan suhu ruang ditunjukkan pada Tabel 1. Hasil ini sesuai dengan hasil yang diperoleh pada beberapa penelitian sebelumnya bahwa nanopartikel oksida besi yang disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi menghasilkan morfologi berbentuk bulat [2,4]. Dengan demikian sintesis nanopartikel Fe_3O_4 telah berhasil dilakukan. Tahapan pembentukan partikel Fe_3O_4 pada sintesis berlangsung mengikuti persamaan reaksi kimia berikut [7].



Pada sintesis nanopartikel oksida besi dengan menggunakan metode kopresipitasi, pH larutan memiliki peranan penting dalam menumbuhkan partikel Fe_3O_4 dan membentuk medium basa (alkali) yang sesuai untuk menghasilkan nanopartikel oksida besi dengan ukuran dan morfologi tertentu.

Tabel 1. Ukuran butiran dan rata-rata nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan metode kopresipitasi pada $\text{pH}=10$ dan suhu ruang.

Butiran	1	2	3	4	5	Rata-rata
Diameter (nm)	7,59	9,48	8,28	11,21	11,90	$9,69 \pm 1,06$



Gambar 1. Foto SEM nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan metode kopresipitasi pada $\text{pH}=10$ dan suhu ruang

4. Kesimpulan

Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi pada $\text{pH}=10$ dan suhu ruang 25°C telah berhasil dilakukan. Endapan yang terbentuk berwarna hitam pekat dan dapat didekantasi dengan magnet yang mengindikasikan terbentuknya fasa magnetik Fe_3O_4 . Dari hasil pengukuran TEM diperoleh bahwa nanopartikel berbentuk bulat dengan ukuran rata-rata $9,69 \pm 1,06$ nm. Ukuran ini merupakan hasil yang baik untuk aplikasi pengembangan *drug delivery system* dengan ukuran *critical length*.

Ucapan terima kasih

Penelitian ini didanai oleh Hibah Internal Universitas Padjadjaran 2017, melalui Program Riset Fundamental Universitas Padjadjaran (RFU) 2017, No. 855/UN6.3.1/PL/2017, dan sebagian melalui *Program Academic Leadership Grant* (ALG) Universitas Padjadjaran 2017, No. 872/UN6.3.1/LT/2017.

Daftar Pustaka

1. T. Saragi, et.al. *Synthesis and Properties of Iron Oxide Particles Prepared by Hydrothermal Method*, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 196 012025, 2017
2. C. Yang, T. Guo, and X. Bian, *A new method to prepare water based Fe₃O₄ ferrofluid with high stabilization*, Physica, A438, 560–567, 2016
3. H. E. Ghandoor, et.al., *Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles*, Int. J. Electrochem, 7, 5734–5745, 2012.
4. Thi Kieu Hanh Ta, et.al., *Synthesis and surface functionalization of Fe₃O₄-SiO₂ core-shell nanoparticles with 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane and 1,1'-carbonyldiimidazole for bio-applications*, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 504, 376-383, 2016
5. Sylvia Liong, *A Multifunctional Approach to Development, Fabrication, and Characterization of Fe₃O₄ Composite*, Georgia Institute of Technology, 2005
6. I. Kazeminezhad and S. Mosivand, *Phase Transition of Electrooxidized Magnetite to Maghemite and Hematite Nanoparticles Using Sintering Treatment*, Acta Phys. Pol. A, 125, 5, 1210–1214, 2014
7. K. Petcharoen and A. Sirivat, *Synthesis and Characterization of Magnetite Nanoparticles Via The Chemical Coprecipitation Method*, Mater. Sci. Eng. B, 177, 5, 421–427, 2012