

**PENGARUH PEG-2000 TERHADAP POLA DIFRAKSI SINAR-X
PARTIKEL Fe_3O_4 YANG DISINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**EFFECT OF PEG-2000 ON X-RAY DIFFRACTION PATTERNS OF Fe_3O_4
PARTICLES WERE SYNTHESIZED WITH COPRECIPITATION METHOD**

Dwi Puryanti, Dori Andani

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas, Padang
Kampus Unand Limau Manis, Pauh Padang 25163,
Sumatera Barat, Indonesia
e-mail: dwipuryanti@yahoo.co.id

ABSTRACT

Synthesis of Fe_3O_4 particles was performed using coprecipitation method. Iron sand base material obtained by processing the iron rocks by means of destruction and extraction. Iron rocks were taken from the village Surian, South Solok of West Sumatera. Iron sand that has been extracted reacted with HCL and NH_4OH . Furthermore, the PEG-2000 were added to see its effect on the resulting particle size Fe_3O_4 . Variations in the composition ratio of iron sand and PEG-2000 are 1:0, 1:1, 1:2 and 1:4. Microstructure of materials were studied using x-ray diffraction (xrd) technique. XRD characterization results showed that the presence of spinel structure of Fe_3O_4 with the lattice parameters in the ranges of 8,344 – 8,364 Å.

Keywords: Fe_3O_4 , iron sand, PEG-2000

ABSTRAK

Sintesis partikel Fe_3O_4 dilakukan menggunakan metode kopresipitasi. Bahan dasar pasir besi diperoleh dengan mengolah batuan besi dengan cara destruksi dan ekstraksi. Batuan besi yang digunakan berasal dari daerah Surian, Kabupaten Solok provinsi Sumatera Barat. Pasir besi yang sudah diekstraksi direaksikan dengan HCl dan NH_4OH . Selanjutnya dilakukan penambahan PEG-2000 untuk melihat pengaruhnya terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan. Variasi perbandingan komposisi pasir besi dan PEG-2000 yang digunakan adalah 1:0, 1:1, 1:2 dan 1:4. Karakterisasi mikrostruktur bahan dilakukan dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD). Hasil karakterisasi XRD memperlihatkan bahwa struktur Fe_3O_4 merupakan kubus spinel dengan nilai parameter kekisi bekisar dari 8,344 – 8,364 Å.

Kata kunci: Fe_3O_4 , pasir besi, PEG-2000

1. PENDAHULUAN

Bahan magnetik mempunyai sifat magnet yang kuat bila mempunyai daya kemagnetan yang tinggi dan stabil terhadap pengaruh eksternal seperti temperatur dan perlakuan mekanik. Inovasi untuk mendapatkan sifat magnet yang lebih bervariasi dari bahan magnet dapat dilakukan dengan mensubsitusi satu atom Fe dengan atom-atom logam transisi seperti : Ni, Zn, Mg, Cu, Co, dan Li [1].

Penelitian nanopartikel Fe_3O_4 dengan PEG sebagai templete telah dilakukan dengan menggunakan PEG 1000 dengan perbandingan volume larutan dari PEG yaitu 1:1, 1:2, 1:4. Penelitian ini menyatakan ukuran kristal dari nanopartikel menurun dari 10 nm kepada 6,5 nm dengan perbandingan kadar PEG 1000 yang divariasikan tersebut [2]. Penelitian selanjutnya dengan menggunakan PEG 1000 menyatakan bahwa sampel nanopartikel magnetite memiliki struktur kubik pusat muka (*face centered cubic*) dan penambahan PEG dapat meningkatkan persentase fraksi volume nanopartikel *magnetite* serta tidak berpengaruh terhadap struktur kristal nanopartikel *magnetite* [3].

Dalam beberapa tahun belakangan ini, para peneliti mensintesis partikel nano Fe_3O_4 dengan metode-metode yang berbeda. Beberapa metode yang digunakan untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 adalah metode sol gel [4], metode hidrolisis terkontrol [5] dan metode kopresipitasi [6]. Di antara sekian metode sintesis tersebut, metode kopresipitasi merupakan yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dilakukan dan memerlukan suhu reaksi yang rendah ($< 100\text{ }^\circ\text{C}$).

2. BAHAN DAN METODE

Batuan besi yang berasal dari daerah Surian, Kabupaten Solok provinsi Sumatera Barat dihancurkan sehingga berbentuk pasir besi. Pasir besi yang dihasilkan diayak dengan menggunakan ayakan yang berukuran 270 mesh sehingga menghasilkan serbuk besi berukuran $53\text{ }\mu\text{m}$. Serbuk besi yang dihasilkan tersebut ditimbang sebanyak 10 gram dan dicuci dengan aquades. Setelah serbuk besi dicuci dilarutkan dalam HCl (12 M) sebanyak 20 ml pada suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$ dan diaduk sekitar 60 menit dengan menggunakan *magnetic stirrer*.

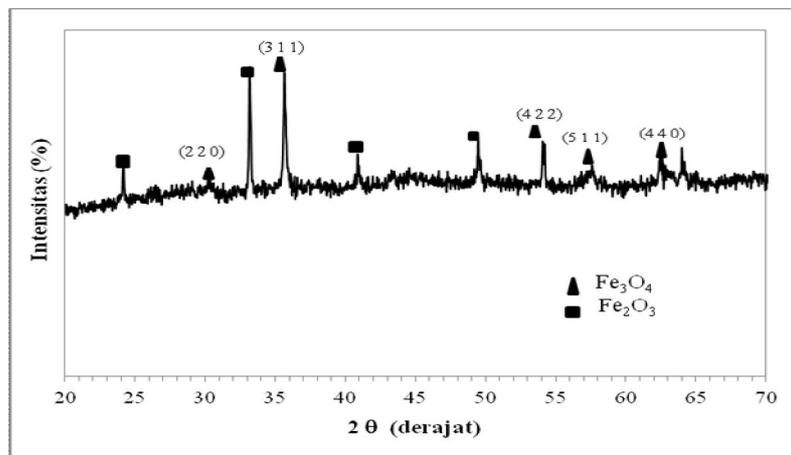
Setelah larutan diaduk dengan *magnetic stirrer*, dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring. Hasil dari larutan yang sudah disaring berupa filtrat. Untuk mengendapkan filtrat ditambahkan NH_4OH (6,5 M) sebanyak 25 ml dan didiamkan selama 30 menit. Setelah diperoleh endapan, kemudian hasil endapan dicuci dengan aquades.

Untuk pembuatan sintesis partikel nano Fe_3O_4 dengan templete PEG-2000 sama dengan proses yang dilakukan pada sintesis nanopartikel Fe_3O_4 . Hasil endapan ditambahkan PEG-2000 dengan variasi Fe_3O_4 dan PEG adalah 1 :1, 1:2 dan 1:4. PEG

yang berbentuk padatan dipanaskan sampai meleleh, kemudian ditambahkan pada larutan yang sudah mengendap dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit hingga tercampur merata. Hasil endapan yang terbentuk merupakan partikel Fe_3O_4 . Selanjutnya partikel Fe_3O_4 dipanaskan dengan *furnace* selama 2 jam dengan temperatur $400\text{ }^\circ\text{C}$ sehingga menghasilkan serbuk Fe_3O_4 . Serbuk Fe_3O_4 yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan X-ray Diffractometer (XRD).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari Gambar 1 terlihat pola difraksi pada sampel yang telah dilakukan pencocokan pada data standar ICDD 01-075-0449 untuk fasa Fe_3O_4 dan data standar ICDD 00-024-0072 untuk fasa Fe_2O_3 . Puncak-puncak yang muncul pada difraktogram merupakan puncak-puncak Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 . Intensitas tertinggi yaitu pada posisi $2\theta = 35,5998$ yang merupakan puncak Fe_3O_4 . Intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan kristal yang baik atau semakin banyak atom-atom yang tersusun teratur dan rapi.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X dari sampel tanpa penambahan PEG-2000

Berdasarkan identifikasi dari pencocokan data diperoleh puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ untuk fasa Fe_3O_4 adalah sebagai berikut $30,3085^\circ$; $35,5998^\circ$; $54,0989^\circ$; $57,4465^\circ$ dan $62,3944^\circ$ yang berturut turut sesuai dengan indeks miller (220), (311), (422), (511) dan (440). Pola difraksi yang terbentuk untuk intensitas maksimum yang mewakili Fe_3O_4 adalah pada sudut $2\theta = 35.5998^\circ$ yang sesuai dengan indeks miller (311). Dari perhitungan dengan menggunakan persamaan *Scherrer* [7] diperoleh ukuran kristal pada sampel tanpa penambahan PEG sebesar 108,62 nm dan parameter kekisi a

sebesar 8,364 Å. Persamaan *Scherrer* yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal tersebut adalah:

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

Dimana D adalah diameter (ukuran kristal), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ adalah sudut difraksi, B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*) k adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk k adalah 0,9. Parameter kekisi (a) dihitung menggunakan persamaan [8] [9].

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (2)$$

Dimana a adalah parameter kekisi, d adalah jarak antara bidang dan (h, k, l) adalah nilai indeks Miller. Dengan d diperoleh dari persamaan Bragg yaitu

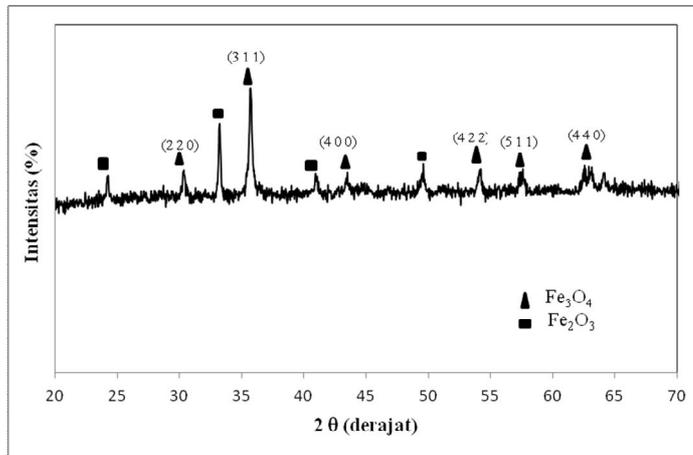
$$\lambda = 2 d \sin \theta \quad (3)$$

dengan λ ialah panjang gelombang sinar-X dan θ ialah sudut difraksi. Mikrostruktur semua sampel menunjukkan bahwa magnetit adalah *cubic* dengan grup ruang *Fd-3m*.

Pola difraksi dari sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG adalah 1:1 diperlihatkan pada Gambar 2. Pola hasil difraksi yang terbentuk menunjukkan bahwa proses sintesis yang dilakukan berhasil mendapatkan bahan Fe_3O_4 . Hasil tersebut terbukti dengan adanya kemunculan puncak-puncak difraksi yang merupakan puncak-puncak difraksi Fe_3O_4 lebih dominan dibandingkan puncak-puncak difraksi Fe_2O_3 . Intensitas tertinggi yang terdapat pada difraktogram berada pada posisi $2\theta = 35,6329^\circ$ yang merupakan puncak Fe_3O_4 . Intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan kristal yang baik atau semakin banyak atom-atom yang tersusun teratur dan rapi. Pola difraksi lainnya terbentuk pada sudut 2θ untuk fasa Fe_3O_4 adalah sebagai berikut $30,2680^\circ$; $35,6329^\circ$; $43,4231^\circ$; $54,0551^\circ$; $57,4496^\circ$ dan $62,7637^\circ$ yang berturut turut sesuai dengan indeks miller (220), (311), (400), (422), (511) dan (440).

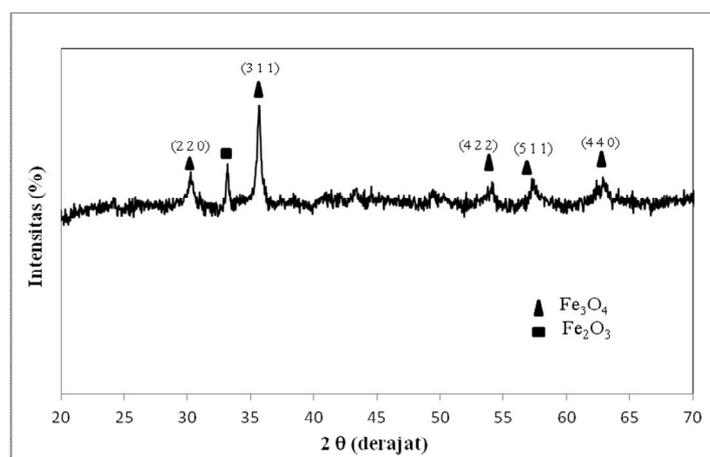
Pada difraktogram dapat dilihat bahwa puncak yang terbentuk lebih lebar dibandingkan dengan sampel tanpa penambahan PEG-2000. Dengan demikian penambahan PEG-2000 menyebabkan puncak yang terbentuk semakin lebar dan mengindikasikan bahwa ukuran kristal yang terbentuk menjadi lebih kecil [2]. Hal ini karena penambahan PEG -2000 pada partikel akan melapisi partikel sehingga dapat

menghambat pertumbuhan dari partikel. Hasil perhitungan ukuran kristal untuk sampel ini diperoleh sebesar 54,37 nm dan parameter kekisi adalah $a = 8,357 \text{ \AA}$.



Gambar 2 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan penambahan PEG-2000 dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:1

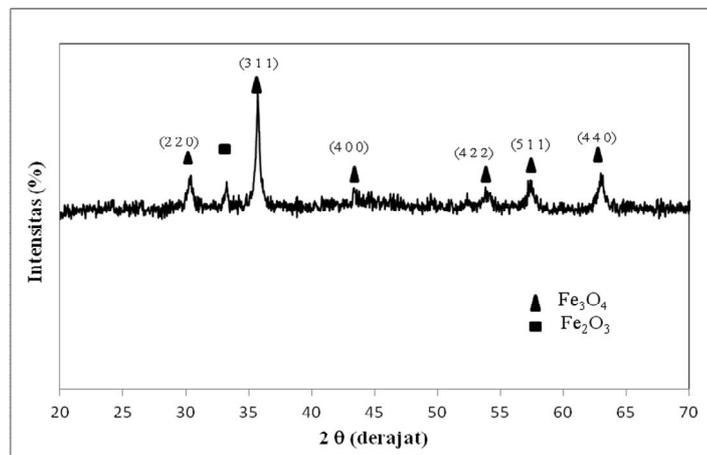
Gambar 3 menunjukkan pola difraksi dari sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:2. Pola difraksi yang terbentuk hampir seluruhnya merupakan pola difraksi dari Fe_3O_4 . Hasil ini menunjukkan bahwa proses sintesis yang dilakukan berhasil mendapatkan bahan Fe_3O_4 . Hasil yang sama juga didapatkan oleh peneliti lainnya dengan menggunakan templete PEG-1000 dan dengan menggunakan templete PEG-4000 [2] [10].



Gambar 3 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan penambahan PEG-2000 dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:2

Puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel yang sebagian besar mempunyai fasa Fe_3O_4 sesuai dengan indeks miller (220), (311), (422), (511), (440). Puncak maksimum yang diperoleh pada pola difraksi sampel dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 yaitu 1 : 2 adalah pada sudut $2\theta = 35.6676^\circ$. Hasil perhitungan ukuran Kristal pada sudut $2\theta = 35,6676^\circ$ yang sesuai dengan indeks miller (311) adalah sebesar 40,77 nm dan parameter kekisi adalah $a = 8,349 \text{ \AA}$.

Gambar 4 menunjukkan pola difraksi sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1 : 4. Pola difraksi dengan intensitas maksimum yang terbentuk untuk fasa Fe_3O_4 adalah pada sudut $2\theta = 35.6873^\circ$. Hasil perhitungan ukuran kristal pada indeks miller (311) adalah sebesar 65,29 nm dan parameter kekisi $a = 8,344 \text{ \AA}$.



Gambar 4 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan penambahan PEG-2000 pada perbandingan pasir besi dan PEG-2000 adalah 1:4

Dari Gambar 4 terlihat pola difraksi sampel yang cukup jelas. Dengan melakukan pencocokan pada data standar ICDD 01-075-0449 untuk fasa Fe_3O_4 dan data standar ICDD 00-024-0072 untuk fasa Fe_2O_3 teridentifikasi bahwa proses sintesis yang dilakukan berhasil mendapatkan bahan Fe_3O_4 . Hal ini dinyatakan oleh difraktogram yang menunjukkan bahwa hampir semua fasa yang terbentuk adalah fasa Fe_3O_4 yang sesuai dengan puncak-puncak difraksi dengan indeks miller (220), (311), (400), (422), (511), (440).

Dari hasil karakterisasi difraksi sinar-X pada keseluruhan sampel tidak ditemukan adanya fasa PEG di dalam sampel, yang mengindikasikan bahwa surfaktan PEG yang berguna untuk mengontrol ukuran partikel tidak ikut bereaksi dan hanya berfungsi sebagai templete yang membungkus partikel. Hasil perhitungan ukuran partikel sampel tanpa

penambahan PEG-2000 dan dengan variasi penambahan PEG-2000 dengan menggunakan XRD diperlihatkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Ukuran kristal sampel Fe_3O_4 tanpa penambahan dan dengan penambahan PEG-2000.

No.	Sampel	Ukuran kristal (nm) ($\pm 0,05$)	Parameter kekisi, a (Å) ($\pm 0,005$)	Volume (Å ³) ($\pm 0,05$)
1.	Fe_3O_4 tanpa PEG	108,62	8,364	585,12
2.	Fe_3O_4 dengan PEG 1:1	54,37	8,357	583,65
3.	Fe_3O_4 dengan PEG 1:2	40,77	8,349	581,97
4.	Fe_3O_4 dengan PEG 1:4	65,29	8,344	580,93

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa peningkatan konsentrasi PEG yang ditambahkan pada sampel menurunkan ukuran kristal Fe_3O_4 yang dihasilkan. Penurunan ukuran kristal berlaku pada penambahan PEG 1 : 1 dan 1 : 2 dari yang sebelumnya sampel tanpa diberi template PEG. Penambahan PEG 1 : 4 meningkatkan ukuran kristal dari sampel. Fenomena ini menunjukkan bahwa penambahan PEG mencapai konsentrasi optimum pada perbandingan PEG 1 : 2 untuk peningkatan partikel Fe_3O_4 pada penelitian ini. Hasil ini tidak jauh berbeda dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dengan menggunakan PEG-1000 [2]. Ukuran kristal menurun dengan adanya penambahan PEG sampai pada perbandingan PEG-2000 (1:2). Penurunan ukuran kristal ini berhubungan dengan berat molekul dari PEG-2000. PEG-2000 yang mempunyai berat molekul sebesar 2000 g/mol dan mempunyai derajat polimerisasi sebesar 46 menyebabkan jumlah rantai PEG yang melapisi permukaan partikel juga semakin banyak [11].

4. KESIMPULAN DAN PROSPEK

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dengan melihat pengaruh penambahan PEG-2000 terhadap ukuran kristal dan partikel Fe_3O_4 maka, didapat kesimpulan bahwa partikel Fe_3O_4 telah berhasil disintesis dari batuan besi yang berasal daerah Surian Kabupaten Solok provinsi Sumatera Barat dengan ukuran kristal 108,62 nm sampai dengan 40,77 nm. Variasi konsentrasi PEG-2000 sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 , dimana variasi optimum pasir besi dengan penambahan PEG-2000 dihasilkan pada perbandingan 1:2. Hasil XRD menunjukkan bahwa ukuran dari kristal sampel Fe_3O_4 dengan perbandingan pasir besi dan PEG-2000 berturut-turut 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:4 yaitu 108,62 nm, 54,37 nm, 40,77 nm, 65,29 nm. Berdasarkan hasil yang

diperoleh, maka batuan besi ini sangat berpotensi untuk dijadikan material dasar dalam mengembangkan material nanomagnetik.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas atas dukungan dana sehingga penelitian dapat terlaksana. Dana penelitian berasal dari Progam Penelitian Mandiri MIPA Tahun 2014.

6. DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Cullity BD. *Introduction to Magnetic Material*, Canada: Addison Wesley Publishing Company; 1972.
- [2]. Perdana FA. Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dengan Template PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetnya. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*. 2011; Vol. 01, No.01.
- [3]. Sumarni S. Karakterisasi Struktur Kristal Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4) Berbasis Pasir Alam Dengan Penambahan Variasi, *Skripsi* Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga. 2013.
- [4]. Xu CY, He K, Zhen L, Shao En-Z. Hydrothermal Synthesis and Chacterization of single Crystalline Fe_3O_4 Nanowires with High Aspect Radio and Uniformity. *Materials Letter*. 2007 Vol. 61.
- [5]. Iida H, Takayanagi K, Nakanishi T, Osaka T. Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles With Various Sizes and Magnetic Properties by Controlled Hydrolysis. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2007; 314: 274-280.
- [6]. Hong R, Li J, Wang J, Li H. Comparison of schemes for preparing magnetic Fe_3O_4 nanoparticles. *China Particuology*. 2007; 5 :186–191
- [7]. Cullity BD. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, INC, USA ;1967.
- [8]. Uskokovic V, Drogenik M, Ban I. The characterization of nanosized nickel-zinc ferrites synthesized within reverse micelles of CTAB/1-hexanol/water microemulsion. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2004; 284: 294-302.
- [9]. Suryanarayana C, Norton MG. *X-Ray Diffraction A Practical Approach*. New York: Plenum Press; 1998.

- [10].Nuzully S, Kato T, Iwata S, Suharyadi E. Pengaruh Konsentrasi Polyethylene Glycol (PEG) Pada Sifat Kemagnetan Nanopartikel Magnetik PEG-Coated Fe_3O_4 . *Jurnal Jurusan Fisika* 2013; Fakultas MIPA UGM.
- [11].Tirosh O, Barenholz Y, Katzhendler J, Prieval A. Hydration of Polyethylene Glycol-Grafted Liposomes, *Journal Biophysical*. 1998; Vol. 74.