

Pengaruh Doping Ion Aluminium pada Kurva Serapan FTIR dan Struktur Kristal Nanopartikel Kobalt Ferit Hasil Kopresipitasi

Anisa Khoiriah,* Utari, dan Budi Purnama
Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Sebelas Maret, Jl. Ir. Sutami 36A Kentingan Jebres, Surakarta, 57126

Intisari

Telah dipelajari pengaruh doping ion aluminium pada nanopartikel kobalt ferrite hasil fabrikasi metode kopresipitasi. Ion aluminium dipilih mengingat jari-jari kovalennya sebanding dengan jari-jari kobalt. Hasil analisis FTIR menunjukkan pada *tetrahedral site*, *force constant* berubah sebesar 0,23 N/m akibat doping ion aluminium. Berdasar analisis XRD pada puncak tertinggi, ukuran kristalit tanpa dan dengan doping aluminium adalah masing masing 57,75 nm menjadi 46,2 nm. Perubahan ukuran kristalit ini disinyalir akibat substitusi ion kobalt dengan ion aluminium dengan jari-jari kovalen aluminium lebih kecil dibanding ion kobalt.

ABSTRACT

It has been studied the aluminum doping effect on co-precipitated cobalt ferrite nanoparticles. Aluminum ion was chosen considering covalent radius comparable to the radius of cobalt. The analysis of FTIR results showed that the change of constant force without and with doping aluminum ion on tetrahedral site was 0.23 N / m. The calculated of crystallite size from the strongest peak of XRD pattern indicated that the crystallite size reduces from 57.75 to 46.20 nm after doped aluminum. The change of the crystallite size was presumably due to the substitution of cobalt ions with aluminum ions since the aluminum covalent radius was smaller than cobalt ions.

KATA KUNCI: cobalt ferrite, aluminum ion, co-precipitation
<http://dx.doi.org/10.12962/j24604682.v13i2.2298>

I. PENDAHULUAN

Dalam kurun waktu satu dasawarsa terakhir, nanopartikel magnetik menjadi salah satu objek kajian penelitian menarik mengingat karakteristik fisis yang unggul dibandingkan dari fase bulk [1, 2]. Kobalt ferrite (Co_2Fe_4) menjadi bahan kajian utama dari sekian banyak nano partikel magnetik, karena karakteristik magneik tidak hilang ketika nano partikel berukuran kurang dari 100 nm. Kehadiran domain magnetik tunggal pada sebuah nano partikel merupakan target para peneliti mengingat mampu membuka peluang aplikasi dibidang kedokteran, khususnya sebagai agen kontras pada MRI maupun pembawa obat pada sistem pengobatan kanker [3].

Kobalt ferrite tergolong spinel oksida, dengan ion Co^{2+} menempati di *octahedral site* dan ion Fe^{3+} menempati *tetrahedral site* dan *octahedral sites* [4]. Saat ini, ragam sintesis kobalt ferrite yang telah dikembangkan antara lain kopresipitasi [5], sol-gel, mikoemulsi, *autocombution* [6] dan *reverse kopresipitasi* [7]. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode yang banyak digunakan pada sintesis nanopartikel kobalt ferit [8]. Metode ini menghasilkan distribusi partikel yang relatif sama dan dapat dilakukan pada kondisi lingkun-

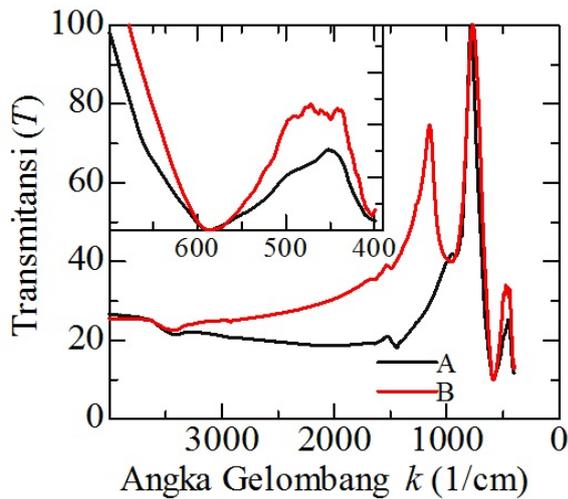
gan normal. Guna memodifikasi karakteristik fisis kobalt ferrite, telah banyak dilakukan penelitian tentang penambahan bahan atau doping pada sintesis nanopartikel kobalt ferrite seperti menggunakan ion logam transisi Ni, Al maupun logam tanah jarang Sr, Gd [9].

Dalam paper ini, studi pendahuluan sintesis nanopartikel kobalt ferrit dengan doping ion aluminium disajikan. Sampel disintesis menggunakan metode kopresipitasi dilanjutkan dengan anil. Sampel nano partikel yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Tahapan penelitian ini dibagi menjadi 3 tahap yaitu sintesis prekursor, anil dan karakterisasi hasil sintesis. Sintesis prekursor dimulai dengan perhitungan stokiometri $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,019 mol, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,01 mol dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0,001 mol. Kemudian ketiga bahan tersebut dilarutkan dalam 200 ml RO-des, larutan asam ini kemudian disebut larutan titrasi. Tahapan kemudian adalah pembuatan larutan basa yaitu NaOH 4,8 M. Selanjutnya, larutan logam diteteskan sedikit demi sedikit (dititrasi) ke dalam larutan NaOH yang dijaga pada temperatur 85°C. Proses titrasi berlangsung kurang lebih 2 jam dan selama titrasi distirrer 1500 rpm. Setelah dilakukan proses pengendapan selama 24 jam, hasil dicuci hingga bersih dengan alkohol dan RO-des. Proses hidrolisis pada oven temperatur

*E-MAIL: anisakhairiah1994@gmail.com



Gambar 1: Kurva karakterisasi spektrum FTIR skema A (cobalt ferrite tanpa doping aluminium) dan skema B (cobalt ferrite dengan aluminium 0,1 mol) temperatur annealing 1000°C.

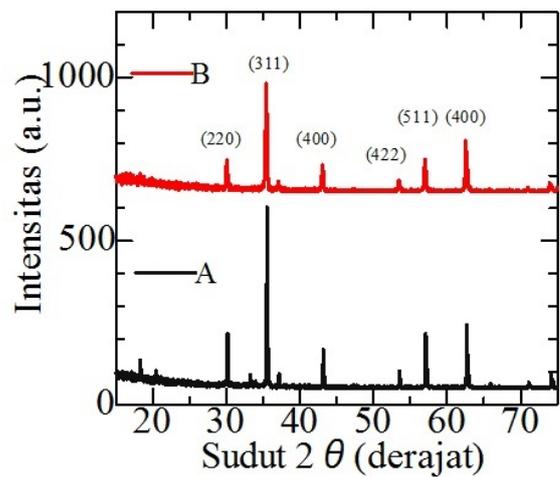
100°C selama 12 jam adalah prosedur selanjutnya, hasil ini disebut prekursor. Selanjutnya prekursor dilakukan proses annealing pada temperatur 1000°C selama 5 jam. Sampel cobalt ferrite yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR dan XRD.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis FTIR

Gambar 1 menunjukkan hasil spektrum FTIR dari sampel nanopartikel *cobalt ferrite*, yaitu spektrum A (tanpa doping Al) dan spektrum B (dengan doping Al sebesar 10% mol Co). Teramati dengan jelas dari Gambar 1 bahwa terdapat tipikal puncak serapan. Puncak serapan pertama teramati pada angka gelombang/wavenumber $k = 3418 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini menunjukkan keberadaan vibrasi bending H-O-H. Kemudian kurva FTIR memperlihatkan serapan pada wavenumber $k = 900\text{-}1400 \text{ cm}^{-1}$, puncak serapan ini menunjukkan keberadaan gugus C-O. Selanjutnya, kurva serapan, menunjukkan tipikal serapan yang tajam pada $586,89 \text{ cm}^{-1}$ dan $584,46 \text{ cm}^{-1}$ untuk masing-masing sampel A dan sampel B. Tipikal puncak serapan ini merupakan struktur oksida cobalt ferrite. Hasil ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilaporkan Safi *et al.* (2015) [4]. Angka gelombang hanya tereduksi sebesar 2,43 ($= 586,89\text{-}584,46$). Hal ini dapat diprediksi bahwa ion aluminium mengisi salah satu posisi ion cobalt pada struktur oksida ferit secara natural. Kesesuaian substitusi ion ini mengingat jari-jari kovalen atom aluminium (121 pm) dan cobalt adalah masing-masing 121 dan 126 pm.

Pergeseran puncak serapan pada spektrum FTIR di sekitar angka gelombang 600 cm^{-1} akibat tambahan doping ion aluminium mengindikasikan perubahan *force constant* pada tetrahedral site. Nilai *force constant* ini dapat dihitung menggunakan persamaan $k_t = 7,62 M_1 \times k_1^2 \times 10^{-7} \text{ N/m}$, den-



Gambar 2: Kurva karakterisasi spektral XRD pada cobalt ferrite tanpa doping aluminium(A) dan doping 0,1 mol (B) dengan temperatur annealing 1000°C.

TABEL I: Perbandingan ukuran kristalit, parameter α , dan densitas dari sampel skema A dan dan skema B.

Parameter	S a m p e l	
	A	B
Ukuran kristalit (nm)	57,75	46,2
Parameter sel (a)	8,37	8,38
Densitas (g/cm^3)	5,31	5,27

gan M_1 adalah massa molekul kation di tetrahedral site dan k_1 adalah angka gelombang. Hasil perhitungan *force constant* untuk sampel A sebesar 28,60 N/m dan sampel B sebesar 28,37 N/m, sehingga pada tetrahedral site besar *force constant* berubah sebesar 0,23 N/m ($= 28,60\text{-}28,37$). Perubahan yang kecil ini semakin menyakinkan bahwa ion aluminium dapat mengganti ion cobalt pada oksida cobalt ferit dengan baik.

Analisis XRD

Karakteristik spektral XRD dalam Gambar 2 ditunjukkan 6 puncak bersesuaian dengan sudut 2θ dari sampel cobalt ferrite tanpa doping atau dengan doping aluminium. Hasil ini bersesuaian dengan ICDD nomor 2210086 yang merupakan struktur (*inverse spinel*) *face center cubic* (fcc) cobalt ferrite yang sesuai dengan penelitian sebelumnya. Puncak tertinggi XRD diperoleh pada sudut $2\theta = 35,53^\circ$ untuk sampel A dan $2\theta = 35,43^\circ$ untuk sampel B. Kecilnya perubahan sudut puncak antara sampel tanpa dan dengan doping disinyalir bahwa ion aluminium dapat menggantikan posisi ion cobalt dalam struktur invers spinel.

Penggunaan data puncak tertinggi untuk menghitung ukuran kristalit dengan persamaan Scherer, sedangkan perhitungan parameter jarak antar kisi α dan densitas disajikan pada Tabel I.

Berdasarkan data indeks miller hkl didapatkan ukuran kristalit, parameter α , dan densitas dari sampel skema A dan B ditunjukkan pada Tabel I. Ukuran kristalit sampel A memiliki

nilai kristalit sebesar 57,75 nm dan sampel B memiliki nilai kristalit yang lebih kecil yaitu 46,2 nm. Perhitungan parameter α pada skema A lebih kecil daripada skema B yaitu 8,37 nm dan 8,38 nm. Densitas yang dihasilkan juga menyatakan bahwa skema A memiliki densitas yang lebih besar yaitu 5,31 nm. Hal ini semakin meyakinkan bahwa substitusi ion cobalt dengan ion aluminium terjadi pada sampel B.

Hasil FTIR menegaskan terjadi perubahan *force constant* pada *tetrahedral site*. Selanjutnya, berdasarkan hasil analisis XRD, penambahan doping ion aluminium menyebabkan perubahan ukuran kristal. Selanjutnya memodifikasi parameter kisi dan densitas sampel yang diperoleh.

IV. SIMPULAN

Studi pendahuluan pengaruh doping aluminium pada nanopartikel cobalt ferrite telah didiskusikan pada paper ini.

-
- [1] C. Buzea, I.P. Blandino, K. Robbie, *Biointerphases*, **2**(4), MR17- MR172 (2007).
 - [2] E.A. Velasquez, *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater.*, **348**, 154-159 (2013).
 - [3] A. Wirmanda, T. Dahlan, R. Nurlaela, *Sintesis dan penentuan sifat struktur cobalt ferrite (CoFe₂O₄) menggunakan metode kopresipitasi dengan memvariasikan dengan memvariasikan temperatur sintesis*, Program sarjana Universitas Hasanuddin. Makasar, 2015.
 - [4] R. Safi, A. Ghasemi, S. R. Razavi, M. Travousi, *J. Magn. Magn. Mater.*, **396**, 288-294 (2015).
 - [5] F. Huixia, *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater.*, **356**, 68-72, 2014.
 - [6] S.J. Kotnala, *Ferrite Materials: Nano to spintronic regime*, in *Handbook of Magnetic Materials* (ed. K.H.J. Buschow, vol. 23, New Delhi, India, 2015).
 - [7] K. Maaz, *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater.*, **321**, 1838-1842 (2009).
 - [8] E.A. Setiadi, *et al.*, *Indonesian Journal of Applied Physics*, **3**(1), 1-8 (2013).
 - [9] H.M. Zaki, *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater.*, **401**, 1027-1032 (2016).