

*Skripsi*

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIT ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )  
DARI CAMPURAN  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**IMELDA PONGLABBA**

**H311 12 026**



**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS HASANUDDIN**

**MAKASSAR**

**2016**

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIT (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)  
DARI CAMPURAN Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup> DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

*Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana sains*

Oleh :

**IMELDA PONGLABBA**

**H 311 12 026**



**MAKASSAR**

**2016**

**SKRIPSI**

**SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIT ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )  
DARI CAMPURAN  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  DENGAN METODE KOPRESIPITASI**

**Disusun dan diajukan oleh**

**IMELDA PONGLABBA**

**H 311 12 026**

**Skripsi ini telah diperiksa dan disetujui oleh :**

**Pembimbing Utama**



**Dr. Maming, M.Si**  
**NIP. 19631231 198903 1 031**

**Pembimbing Pertama**



**Dr. Paulina Taba, M.Phil**  
**NIP. 19571115 198810 2 001**

## HALAMAN PERSEMBAHAN

“TAKUT AKAN TUHAN ADALAH PERMULAAN  
PENGETAHUAN, TETAPI ORANG BODOH MENGHINA  
HIKMAT DAN DIDIKAN”

(AMSAL 1:7)

**OLEH SEBAB ITU,**

“BERSUKACITALAH DALAM PENGHARAPAN, SABARLAH  
DALAM KESESAKAN, DAN BERTEKULAH DALAM DOA!”

(ROMA 12:12)

**SEBAB**

“TUHAN ADALAH SETIA. IA AKAN MENGUATKAN HATIMU  
DAN MEMELIHARA KAMU TERHADAP YANG JAHAT”

(2 TESALONIKA 3:3)

**“KASIH KARUNIA DAN DAMAI SEJAHTERA TUHAN KITA  
YESUS KRISTUS, KIRANYA MENGARUNIAKAN & MENYERTAI  
KITA SEKALIAN”**

**“AMIN”**

## PRAKATA

Sgala puji dan syukur hanya kepada Tuhan Yesus Kristus sang pemilik kehidupan oleh karena berkat, rahmat, dan kasihNya selalu nyata dalam kehidupan kita, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul “**Sintesis Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dari Campuran  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  Dengan Metode Kopresipitasi.**

Dalam penyusunan tugas akhir ini begitu banyak halangan dan rintangan sehingga, penulis menyadari tugas akhir ini masih sangat jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu untuk kesempurnaan skripsi ini penulis mengharapkan kritikan dan saran yang bersifat membangun dari pembaca.

Skripsi ini penulis persembahkan khusus untuk kedua orang tua (**Alm.Soga Ponglabba & Reny Linggi' Allo**) yang dengan penuh cinta dan kasih sayang, dan kesabaran dalam membimbing, mendidik, dan mengarahkan penulis baik secara moril maupun material disertai dengan doa yang tulus yang mengantarkan penulis mencapai cita-cita. Buat saudaraku **Rey, Ita, Maya, Silva, Medi & Gilbert** yang selalu memberi inspirasi, motivasi, doa dan dukungan untuk tetap bertahan menghadapi setiap tantangan yang ada serta materi, thank you my beloved brother and sister, GBU.

Selama menyusun skripsi ini maupun dalam mengikuti kegiatan akademik lainnya, banyak pihak-pihak yang telah memberikan bantuan kepada penulis. Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan, dukungan, doa serta semangat yang sangat berarti. Ucapan terima kasih dengan tulus penulis sampaikan kepada yang terkasih dan terhormat:

1. **Bapak Dr. Eng. Amiruddin** selaku Dekan Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin serta jajarannya.
2. **Ibu Dr. Indah Raya, M.Si** sebagai Ketua Jurusan Kimia Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin serta Para dosen dan staf jurusan.
3. **Dr. Maming, M.Si** selaku pembimbing Utama dan **Dr. Paulina Taba, M.Ph, Ph.D** selaku pembimbing pertama yang selalu sabar dan setia dalam membimbing dalam penyelesaian tugas akhir.
4. **Prof. Dr. Ahyar Ahmad, Dr. Firdaus Zenta, MS** dan **Dr. Asmawati, MS** selaku penguji. Terima kasih atas saran dan kritikan yang membangun.
5. **Prof. Dr. Nunuk Hariani Soekamto, MS** selaku pembimbing akademik yang selalu sabar mendengar keluh kesah & selalu memberi nasehat dan motivasi dalam menjalani perkuliahan.
6. Ibu **Linda** selaku analis Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin. Terima kasih waktu, bimbingan ilmu baru, pengetahuan baru yang di dapat pada saat penelitian serta makan siang selama melakukan penelitian.
7. Kak **Tanto** yang mengarahkan, membantu serta menganalisis sampel dengan instrument XRD, terima kasih bantuannya
8. **Himpunan Mahasiswa Kimia** tempatku dibina dan ditempa.
9. Teman- teman **Mesomeri 2012** yang begitu luar biasa, selama lebih 4 tahun kebersamaan melewati suka duka kampus.
10. Saudara Seiman dan sepergerakan **Gerakan Mahasiswa Kristen Indonesia (GMKI) Komisariat FMIPA UNHAS (Kak Rian, Kak Adi, Kak Uthe, Vandy, Decong, dll)**. Terima kasih atas pelayanan, kasih sayang, canda tawa & kekeluargaan yang menghidupkan. Ut Omnes Unum Sint

11. Teman-teman angkatan 2012 Kimia, terima kasih untuk perkenalannya selama beberapa tahun, terima kasih sudah mau menjadi teman yang baik.
12. Untuk my best friend and my best partner **Yunita Parerombe**, thank you for all time we have done. Terima kasih untuk waktu, bantuan, baik dalam suka maupun duka dalam menjalani penelitian. GBU.
13. Teman-teman **KKN Gelombang 90 Desa CIPOTAKARI (Arham, Ikram, Ongki, Halid, IKA, Wanda)** untuk suka duka bersama kurang lebih 2 bulan dalam pengabdian kepada masyarakat
14. Big thank to Jesus Christ, sumber segala kekuatan, penghiburan, damai sejahtera, sumber pengetahuan dan sumber segala rahmat, Kemuliaan Hanya bagi Nama-Nya.

Akhir kata, penulis berharap skripsi ini dapat menjadi berkat dan bermanfaat bagi pembaca.

Makassar, November 2016

Penulis

## ABSTRAK

Nanopartikel magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah berhasil disintesis dari  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  menggunakan metode kopresipitasi dengan memvariasikan komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ , konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan penambahan pelapis PVA. Nanopartikel tersebut dikarakterisasi dengan difraksi sinar-x (XRD) untuk menentukan ukuran kristal dan FTIR untuk mengetahui keberhasilan pelapisan. Dengan menggunakan persamaan Scherrer dari data XRD, ukuran kristal yang paling kecil diperoleh untuk komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  1:2 yaitu 15,29nm, untuk konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  10% yaitu 16,50nm dan penambahan pelapis PVA 2% yaitu 13,80nm.

**Kata kunci:** Nanopartikel,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Kopresipitasi, PVA, XRD, FTIR



## ABSTRACT

Magnetite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles have been successfully synthesized from  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  using the coprecipitation method by varying the composition of the  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentration and the addition of PVA coating. The nanoparticles were characterized by the x-ray diffraction (XRD) method to determine the size of the crystal and FTIR to determine the success of the coating. By using Scherrer equation from XRD data, the smallest crystal size obtained for the composition of the  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  1: 2 is 15.29nm, for a concentration of 10%  $\text{NH}_4\text{OH}$  is 16.50nm and the addition of 2% PVA coating which is 13.80nm.

**Key words:** Nanoparticles,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Coprecipitation, PVA, XRD, FTIR

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iv
PRAKATA.....	v
ABSTRAK.....	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian.....	4
1.3.1 Maksud Penelitian.....	4
1.3.2 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Tinjauan Umum Nanopartikel.....	6
2.2 Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ).....	8

2.3 Metode Kopresipitasi .....	11
2.4 Pelapisan Nanopartikel dengan Polivinil Alkohol (PVA) .....	12
2.5 Karakterisasi Nanopartikel Magnetik (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) .....	13
<b>BAB III METODE PENELITIAN.....</b>	<b>17</b>
3.1 Alat Penelitian.....	17
3.2 Bahan Penelitian .....	17
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian .....	17
3.4 Prosedur Kerja .....	18
3.4.1. Pembuatan Larutan PVA 0,5 ; 1 ; 1,5 dan 2%.....	18
3.4.2. Pembuatan Larutan NH <sub>4</sub> OH 5M ; 10M dan 15M.....	18
3.4.3. Sintesis Nanopartikel Magnetit.....	18
3.4.4. Pengaruh Komposisi Fe <sup>2+</sup> /Fe <sup>3+</sup> terhadap Nanopartikel Magnetit	18
3.4.5. Pengaruh Konsentrasi NH <sub>4</sub> OH terhadap Nanopartikel Magnetit	18
3.4.6. Modifikasi Nanopartikel Magnetit.....	18
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>24</b>
4.1 Sintesis Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	24
4.1.1 Pengaruh Komposisi Fe <sup>2+</sup> /Fe <sup>3+</sup> .....	24
4.1.2 Pengaruh Konsentrasi NH <sub>4</sub> OH .....	27
4.1.3 Pengaruh Penambahan PVA .....	29
4.2 Analisis FTIR .....	30
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>33</b>
5.1 Kesimpulan .....	33
5.2 Saran .....	33
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>34</b>
<b>LAMPIRAN</b>	

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
2-1. Aplikasi nanopartikel dalam berbagai bidang .....	8
2-2. Hasil-hasil sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan metode kopresipitasi .....	11
4-1. Pengaruh Perbandingan Komposisi Fe <sup>2+</sup> /Fe <sup>3+</sup> terhadap ukuran magnetit .....	25
4-2. Pengaruh penambahan konsentrasi NH <sub>4</sub> OH terhadap ukuran magnetit.....	27
4-3. Pengaruh Penambahan PVA terhadap ukuran magnetit .....	29
4-4. Jenis gugus fungsi dan bilangan gelombang Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> +PVA .	31

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
2-1. Struktur polivinil alkohol (PVA).....	13
4-1. Pola XRD penambahan variasi komposisi Fe <sup>2+</sup> /Fe <sup>3+</sup>	
a) Perbandingan 1:2 b) perbandingan 1:1, c) perbandingan 2:1 .....	24
4-2. Pola XRD penambahan variasi konsentrasi NH <sub>4</sub> OH	
a) 15M, b) 10M, c) 5M.....	26
4-3. Pola XRD penambahan konsentrasi PVA a) 1%, b) 0,5%, c) 1,5%, d)2% .....	28
4-4. Spektra FTIR a) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan b) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> +PVA .....	30

## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
1. Bagan pembuatan larutan & prosedur penelitian.....	37
2. Penentuan ukuran partikel dengan menggunakan persamaan <i>Debye-Scherrer</i> .....	41
3. Data base JCPDS $\text{Fe}_3\text{O}_4$ & $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .....	48
4. Data hasil FTIR.....	49
5. Data hasil XRD.....	51

## DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

$2\theta$  : Sudut difraksi

pH : Derajat keasaman

PVA : Polivinil alkohol

PVP : Polivinil pirolidon

PEG : Polietilen glikol

XRD : *X-Ray Diffraction*

FTIR : *Fourier Transform Infrared*

FWHM : *Full Width at Half Maximum*

JCPDS : *Joint Committee on Powder Diffraction Standards*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Seiring perkembangan zaman, percepatan luar biasa terjadi dalam penerapan nanoteknologi di dunia. Negara-negara besar sedang mengembangkan suatu cabang baru teknologi yang disebut nanoteknologi. Nanoteknologi akan mempengaruhi berbagai industri seperti industri baja, industri polimer, industri kemasan, tekstil, keramik, transportasi, industri air, elektronika, industri farmasi dan kedokteran. Penguasaan nanoteknologi akan memungkinkan berbagai penemuan baru yang bukan sekedar memberikan nilai tambah terhadap suatu produk, bahkan menciptakan nilai bagi suatu produk. Salah satu nanoteknologi yang sangat menarik untuk dikembangkan saat ini adalah nanopartikel magnetik.

Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) merupakan salah satu jenis oksida besi yang paling umum dikenal dan terdapat cukup banyak di alam. Senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ( $\text{FeO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), berwarna hitam dengan struktur berbentuk inversi spinel dan mengandung ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  (Gubin, 2007). Sesuai namanya, senyawa ini bersifat magnet (magnet alam pertama yang ditemukan manusia). Magnetit merupakan salah satu oksida besi yang paling banyak dijumpai di alam, disamping maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Magnetit menunjukkan kemagnetan paling kuat di antara oksida-oksida logam transisi. Dengan sifat magnetis yang dimilikinya, magnetit telah dimanfaatkan secara luas di berbagai bidang antara lain dalam bidang tekstil, industri, elektronik, kesehatan dan biomedis.

Luasnya aplikasi dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ternyata tidak terlepas dari perkembangan kajian material nano yang menuntutnya berada dalam orde nanometer (nm).



Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah banyak digunakan dalam pemisahan mineral, transfer panas, pemisahan protein, terapi kanker, MR *contrast agents*, *sealing*, *drug delivery*, dan biosensor (Li dkk., 2009).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang berada dalam skala nanometer juga memiliki sifat yang bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, nano magnetik yang mempunyai ukuran di bawah 10nm akan bersifat superparamagnetik pada temperatur ruang, artinya bahwa energi termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah partikel nano tunggal (Aiguo, 2008) serta mudah diserap ke dalam sel.

Berbagai metode telah dilakukan untuk sintesis nanopartikel magnetit diantaranya metode hidrotermal, dekomposisi termal, mikroemulsi, sonokimia, sol gel dan kopresipitasi. Sintesis magnetit dengan metode hidrotermal dilakukan oleh Dong dkk., (2009), di mana pembuatan magnetit dilakukan dengan mencampurkan garam fero/feri, basa organik dan NaOH di bawah kondisi hidrotermal (suhu  $180^\circ\text{C}$  selama 20jam). Metode hidrotermal dapat mempengaruhi morfologi magnetit yang dihasilkan, namun pada metode ini dibutuhkan suhu yang relatif tinggi dan waktu yang relatif lama. Sun dkk., (2006) telah mensintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  melalui dekomposisi termal dari prekursor logam-oleat yang dibentuk dengan reaksi antara logam-klorida dan natrium oleat. Metode kopresipitasi merupakan metode yang paling banyak dikembangkan karena dapat dilakukan pada temperatur kamar, peralatan sederhana, relatif murah, tidak beracun, tidak memerlukan solven dengan titik didih yang tinggi dan memberikan rendamen yang memadai. Beberapa peneliti telah melakukan penelitian tentang sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi. Metode ini menggunakan campuran garam fero/feri dengan rasio molar 1:2 dengan larutan yang sangat basa pada temperatur ruang. Prekursor garam besi

(fero/feri) yang digunakan juga relatif murah dan tidak toksik. Oleh karena itu pada penelitian ini digunakan metode kopresipitasi.

Dalam sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi, karakteristik material magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditentukan oleh rasio perbandingan  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$ , konsentrasi larutan garam, jumlah larutan alkali, temperatur, kecepatan pengadukan dan waktu penyimpanan (Ling dkk., 2010). Liong (2005) telah melaporkan bahwa temperatur dan jenis pengendap berpengaruh terhadap ukuran magnetit yang dihasilkan. Dalam penelitian ini, pengaruh komposisi Fe pada proses sintesis dan konsentration jenis pengendap digunakan untuk memperoleh magnetit dengan kristalinitas tertinggi.

Magnetit memiliki beberapa kelemahan diantaranya sangat mudah teroksidasi dengan adanya oksigen bebas, mudah beragregasi, dan tidak stabil terhadap termal maupun asam. Hal ini juga mengakibatkan berkurangnya sifat kemagnetan yang dimiliki magnetit. Karena itu, material ini perlu dimodifikasi dengan pelapisan (*coating*) agar substansi menjadi biokompatibel, waktu pakai (*lifetime*) meningkat, korosi dihambat serta keseluruhan sifat fisikokimia dan biologis dari material dapat berubah (Caruso dkk., 2001), ketahanan terhadap oksidasi meningkat, sifat inert dan tidak beracun dimiliki oleh material tersebut, sehingga sering digunakan dalam bioteknologi dan biomedikal (Salehizadeh dkk., 2012).

Aglomerasi sering terjadi pada proses pembentukan endapan magnetit yang dapat dikendalikan dengan menggunakan beberapa surfaktan sebagai pelapis seperti polivinil pirolidon (PVP) dan polietilen glikol (PEG). Selain bahan polimer tersebut, sintesis nanopartikel juga dapat menggunakan polivinil alkohol (PVA) sebagai agen stabilisator (Apriandanu dkk., 2013). Polivinil alkohol (PVA)

digunakan karena polimer ini tidak berbau, tidak beracun, larut dalam air, dapat membentuk plastik film yang baik, memiliki kekuatan mekanik serta fleksibilitas yang baik (Zhang, 2009).

Dengan mengacu kepada beberapa penelitian, maka penelitian sintesis nanopartikel magnetit dilakukan dari ion  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  dengan metode kopresipitasi dan PVA sebagai penstabil. Pengaruh komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ , pengaruh konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan penambahan PVA terhadap sifat dan ukuran partikel magnetit dengan metode kopresipitasi juga dipelajari.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan beberapa masalah, yaitu:

1. bagaimana pengaruh komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  terhadap sifat dan ukuran partikel magnetit yang dihasilkan dalam sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi?
2. bagaimana pengaruh konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap sifat dan ukuran partikel magnetit yang dihasilkan dalam sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi?
3. bagaimana pengaruh penambahan PVA terhadap sifat dan ukuran partikel magnetit yang dihasilkan dalam sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi?

## **1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian**

### **1.3.1 Maksud Penelitian**

Maksud dilakukan penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ , mengetahui pengaruh konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan pengaruh penambahan PVA terhadap magnetit yang dihasilkan.

### **1.3.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah untuk:

1. menentukan pengaruh komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  terhadap sifat dan ukuran partikel magnetit yang dihasilkan dalam sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi.
2. menentukan pengaruh konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap sifat dan ukuran partikel magnetit yang dihasilkan dalam sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi.
3. menentukan pengaruh penambahan penstabil PVA terhadap sifat dan ukuran partikel magnetit yang dihasilkan dalam sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah informasi karakter magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dapat diperoleh melalui metode kopresipitasi dan memberikan informasi mengenai kajian modifikasi magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dengan PVA.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1. Tinjauan Umum Nanopartikel**

Teknologi yang semakin canggih dihasilkan dengan perkembangan zaman yang sangat pesat. Para ahli berusaha untuk menciptakan teknologi baru dan canggih untuk menyelesaikan berbagai persoalan yang terjadi. Sejak ditemukannya teknologi nano, dunia saat ini berada pada revolusi iptek yang akan sangat berpengaruh pada aspek kehidupan manusia (Poli, 2006). Nanopartikel merupakan bagian dari nanoteknologi yang sangat populer dan semakin pesat perkembangannya sejak awal tahun 2000. Hal ini disebabkan oleh manfaat dan dampaknya yang sangat luas dalam kehidupan manusia (Hasan, 2012).

Nanopartikel merupakan suatu partikel dengan ukuran nanometer, yaitu sekitar 1–100nm. Nanopartikel yang telah dikembangkan dapat berupa logam, oksida logam, semikonduktor, polimer, material karbon, atau senyawa organik (Handayani dkk., 2010).

Skala nanometer menjadi sangat penting karena sifat-sifat material yang meliputi sifat fisik, kimia, maupun biologi pada skala tersebut banyak mengalami perubahan. Perubahan-perubahan yang terjadi diharapkan dapat menjadi keunggulan nanopartikel dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran yang besar, yaitu karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Hal ini membuat

nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom pada permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain. (Witjaksono, 2011).

Proses sintesis nanopartikel dapat dilakukan dalam fasa padat, cair maupun gas. Proses pembuatan ini pun dapat terjadi secara fisika atau kimia. Proses secara fisika hanya memecahkan material besar menjadi material berukuran nanometer, atau penggabungan material berukuran sangat kecil. Proses sintesis secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (Suwarda dan Maarif, 2011). Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi ukuran partikel dalam sintesis adalah temperatur larutan, konsentrasi garam, agen pereduksi dan waktu reaksi (Apriandanu dkk., 2013).

Potensi teknologi nano digunakan dalam mengembangkan sistem pangan, pertanian, kesehatan, tekstil, material, teknologi informasi, komunikasi dan sektor energi telah diteliti di sejumlah negara berkembang. Tabel 1 menunjukkan aplikasi nanopartikel dalam berbagai bidang.

Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki sifat yang berbeda dibandingkan dengan material *bulk* nya. Nanopartikel magnetit memiliki sifat superparamagnetik yaitu sifat material yang memiliki magnetisasi tinggi ketika diberi magnet eksternal. Bahan supermagnetik timbul dari bahan ferromagnetik yang berukuran sangat kecil (nano) yang membentuk domain magnetik yang mempunyai derajat kebebasan tinggi. Magnetik berpotensi besar digunakan pada bidang biosensor yang berperan sebagai bahan aktif yang dapat mengimmobilisasi analit pada permukaan sensor sehingga dapat meningkatkan kinerja biosensor tersebut (Riyanto dkk., 2012).

**Tabel 1.** Aplikasi nanopartikel dalam berbagai bidang (Suwarda dan Maarif,2011)

No	Bidang	Aplikasi
1	Tekstil	Bahan anti noda, bahan penutup luka, bahan penghantar listrik, serat polimer alami/sintesis.
2	Kesehatan dan biomedis	Terapi kanker, biomarker, pengantar obat, pencitraan (MRI, IR) anti bakteri, pelepasan obat yang terkontrol, proteksi UV.
3	Industri	Katalis bahan kimia, pigmen nano, tinta nano, teknik rekraktif indeks.
4	Pangan dan pertanian	Nutrasitikal, fungisida, katalis pemroses makanan, sensor analisis keamanan pangan dan pengemas makanan.
5	Elektronik	Sensor dengan sensitivitas yang tinggi, <i>computer quantum</i> , sensor kimia, sensor gas, magnet berkekuatan tinggi, laser kuantum.
6	Lingkungan	Sensor pengawas polusi, katalis lingkungan, penangkap polutan, penanganan air limbah.
7	Energi	Katalis <i>fuel cell</i> , fotokatalis produksi hidrogen, katalis zat tambah bahan bakar.

## 2.2. Sintesis Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Mineral besi oksida merupakan komponen utama dari pasir besi yang tersedia melimpah di alam. Besi oksida terdiri atas besi(II) oksida ( $\text{FeO}$ ) atau dikenal sebagai wustit yang mudah meledak dan terbakar, besi(III) oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) atau dikenal dengan hematit (struktur alfa) atau maghemit (struktur gamma) dan besi(II,III) oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) atau dikenal sebagai magnetit atau magnet (Cornell & Schwertmann, 2003).

Nanopartikel magnetik yang banyak dipelajari adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit) merupakan salah satu fase dari oksida besi yang bersifat amfoter dan memiliki daya serap yang tinggi (Abdillah, 2013). Senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

( $\text{FeO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), berwarna hitam dengan struktur berbentuk inversi spinel dan mengandung ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  (Gubin, 2007).

Magnetit merupakan material yang dapat dipengaruhi oleh medan magnet eksternal. Magnetit dikenal karena memiliki sifat dapat ditarik oleh magnet dengan sangat kuat. Magnetit sebagai magnet alami yang lebih dikenal *lodestone* memiliki kekuatan magnet. Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) adalah ferit umum yang memiliki struktur invers spinel kubik. Sifat magnetik didasarkan pada transfer elektron antara  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  dalam bentuk geometri oktahedral. Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah banyak digunakan dalam pemisahan mineral, transfer panas, pemisahan protein, terapi kanker, MR *contrast agents*, *sealing*, *drug delivery*, dan biosensor (Li dkk., 2009).

Berbagai metode telah dilaporkan untuk sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , seperti hidrotermal, hidrolisis, dekomposisi termal, sintesis gelombang mikro, kopresipitasi kimia, mikroemulsi, elektron dan iradiasi USG (Li dkk., 2009). Sintesis magnetit dengan metode hidrotermal telah dilakukan oleh Dong dkk. (2009). Garam  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  dicampur dengan basa organik dan anorganik.

Dalam sintesis magnetit faktor-faktor seperti sumber  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$ , jenis pengendap, teknik pengadukan, waktu penyimpanan dan temperatur pemanasan akan mempengaruhi sifat fisik dan kimia magnetit (Angheluta dkk., 2012). Liang (2005) telah melaporkan bahwa temperatur dan jenis pengendap berpengaruh terhadap ukuran magnetit yang dihasilkan. Belum ada peneliti yang mengkaji tentang teknik pembuatan magnetit yang menghasilkan kristalinitas yang tinggi.

Magnetit memiliki beberapa kelemahan, diantaranya magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) akan teroksidasi di udara menjadi maghemit pada suhu sekitar  $200^\circ\text{C}$  yang



ditandai dengan perubahan warna dari hitam menjadi coklat kemerahan. Perubahan ini diikuti dengan menurunnya kemagnetan (Cornell & Schwertmann, 2003) dan menjadi  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  pada  $400^\circ\text{C}$  (Li dkk., 2009). Magnetit mudah teroksidasi apabila bereaksi dengan oksigen sehingga magnetit dalam bentuk fluida disimpan dalam keadaan vakum. Dalam larutan asam, magnetit akan larut menjadi larutan  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$ . Oksidasi magnetit menjadi maghemit melibatkan reaksi topotaktis yakni transformasi fasa tanpa disertai perubahan struktur kristal. Ini berarti bahwa magnetit dan maghemit memiliki struktur kristal yang sama. Perbedaannya adalah pada maghemit terjadi kekosongan kation  $\text{Fe}^{2+}$  (Cornell & Schwertmann, 2003).

Beberapa informasi yang dapat dikumpulkan dari survei tentang berbagai macam kondisi proses yang digunakan untuk mengontrol ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditunjukkan pada Tabel 2. Garam besi yang paling banyak digunakan adalah  $\text{FeCl}_2$  dan  $\text{FeCl}_3$ , dan agen presipitat pada umumnya adalah  $\text{NaOH}$  atau  $\text{NH}_4\text{OH}$ , tetapi ada juga yang menggunakan tetrametil amonium hidroksida (TMAOH). Temperatur reaksi yang digunakan berkisar antara suhu ruang sampai  $100^\circ\text{C}$  dengan diameter partikel nano yang dihasilkan berkisar antara 2nm sampai 51nm (Liong, 2005).

Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi dianggap sebagai metode yang paling sederhana, ekonomis dan paling efisien. Kesederhanaan metode ini menjadi salah satu teknik yang lebih disukai untuk membuat partikel nano (Yuliani dkk., 2013).

**Tabel 2.** Hasil-hasil sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan metode kopresipitasi (Liong, 2005).

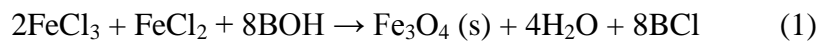
Sumber Fe <sup>2+</sup>	Sumber Fe <sup>3+</sup>	Presipitan	Suhu	Ukuran partikel (diameter)
FeCl <sub>2</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NaOH	Suhu kamar & 80°C	6nm & 12nm
FeCl <sub>2</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> OH	Suhu kamar	12nm
FeCl <sub>2</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> OH	80°C	3-15nm
FeCl <sub>2</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NaOH	-	8,5nm
FeCl <sub>2</sub>	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH	88°C	7nm
FeSO <sub>4</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> OH	-	7,5nm
-	-	NaOH	80°C	5,5nm & 12,5nm
FeCl <sub>2</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> OH	Suhu kamar	3-11nm
FeCl <sub>2</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> OH	30 - 90°C	8,4-51nm
FeSO <sub>4</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NaOH	dipanaskan	11,8nm
FeCl <sub>2</sub>	FeCl <sub>3</sub>	NaOH	70°C	-
FeCl <sub>2</sub>	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	NaOH NH <sub>4</sub> OH N(CH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> OH	25°C dan 45°C	2-12,5nm

### 2.3. Metode Kopresipitasi

Metode yang paling konvensional untuk sintesis magnetit adalah metode kopresipitasi, seperti yang telah dilakukan oleh Wu dkk.,(2008). Metode ini terdiri atas pencampuran garam fero/feri dengan rasio molar 1:2 dengan larutan yang sangat basa pada temperatur ruang. Metode ini merupakan reaksi yang mudah dilakukan pada temperatur ruang, tidak memerlukan solven dengan titik didih tinggi dan toksik. Prekursor garam besi (fero/feri) yang digunakan juga relatif ekonomis dan tidak toksik. Oleh karena itu, metode kopresipitasi digunakan pada

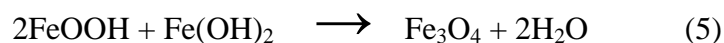
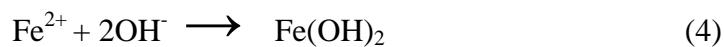
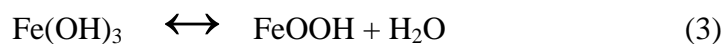
penelitian ini. Untuk memaksimalkan pembentukan kristal, sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi disertai dengan teknik sonikasi seperti yang telah dilakukan oleh Much dkk., (2008).

Dalam metode kopresipitasi, karakteristik material magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ditentukan oleh rasio molar Fe<sup>2+</sup> dan Fe<sup>3+</sup>, konsentrasi larutan garam, jumlah larutan alkali, temperatur, kecepatan pengadukan dan waktu penyimpanan (Ling dkk., 2010). Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> disintesis dalam kondisi basa menggunakan basa yang berbeda, BOH, dengan B = Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> atau (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>N<sup>+</sup> (Mascolo, 2013). Reaksi diberikan pada persamaan (1).



Produk kopresipitasi berupa serbuk berwarna hitam, larut dalam asam klorida tetapi tidak dapat larut dalam air dan etanol (Hawley, 1971).

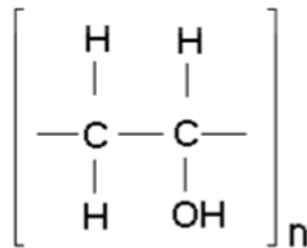
Reaksi pembentukan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara kopresipitasi dijabarkan pada persamaan (2), (3), (4), dan (5) (Sun dkk., 2006):



#### **2.4. Modifikasi Nanopartikel dengan Polivinil Alkohol (PVA)**

Menurut Haryono dan Harmami (2010), nanopartikel mempunyai karakteristik mudah mengalami aglomerasi antar partikel dan mudah teroksidasi sehingga pada umumnya pada proses pembentukan nanopartikel, zat tertentu ditambahkan untuk menstabilkan ukuran.

Senyawa yang biasa digunakan untuk menstabilkan ukuran nanopartikel adalah polimer. beberapa bahan polimer, seperti polivinil pirolidon (PVP), polietilen glikol (PEG), dan beberapa surfaktan digunakan sebagai stabilizer untuk mencegah aglomerasi nanopartikel. Selain bahan polimer diatas, sintesis nanopartikel juga dapat menggunakan polovinil alkohol (PVA) sebagai agen stabilisator (Apriandanu dkk., 2013). Penggunaan strategi pelapisan (*coating*) dibagi menjadi 2 yaitu pelapisan dengan bahan organik seperti surfaktan dan polimer serta pelapisan dengan bahan anorganik seperti silika, karbon atau logam mulia (Au, Ag) (Lu dkk, 2007).



Gambar 1. Struktur polivinil alkohol (PVA)

## 2.5. Karakterisasi Nanopartikel Magnetik (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

Riset nanomaterial tidak dapat lepas dari kegiatan karakterisasi atau pengukuran. Berdasarkan karakterisasi, keyakinan bahwa material yang disintesis telah diperoleh dan memenuhi kriteria bentuk nanostruktur. Karakterisasi juga memberikan informasi tentang sifat-sifat fisis maupun kimiawi nanomaterial tersebut (Abdullah dan Khairurrijal, 2009). Nanopartikel logam umumnya memiliki karakteristik yang unik, seperti spektrum absorbansinya yang spesifik untuk jenis nanopartikel logam tertentu. Peralatan yang bersifat mikroskopi digunakan untuk mengetahui bentuk, sebaran dan distribusi ukuran dari

nanopartikel. Sementara peralatan yang bersifat spektroskopi digunakan untuk mengetahui spektrum absorbansi dan interaksi dengan senyawa tertentu (Kumar dan Yadav, 2009).

Pada umumnya dari hasil spektrofotometer, semakin besar ukuran partikel maka puncak serapan akan bergeser ke arah panjang gelombang yang lebih besar, yang berarti bahwa spektrum absorbansi maksimum (nm) dapat memperkirakan ukuran nanopartikel yang dihasilkan (Bakir, 2011).

Difraktometri sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. XRD terdiri atas *slit* dan film serta monokromator. Difraktometer sinar-X merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi cuplikan berupa kristal dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Hasil yang diperoleh dari percobaan ini adalah intensitas relatif (I/II) dan sudut hamburan ( $2\theta$ ). Hamburan sinar-x berasal dari atom-atom yang membentuk bidang kisis kristal dari cuplikan yang diamati (Ghozali, 2010).

Metode XRD dalam penelitian ini digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran partikel magnetit yang terbentuk. Sudut hamburan yang digunakan yaitu pada  $2\theta = 10-70^\circ$  (El-kharrag dkk., 2011). Ada tidaknya pengotor dalam kristal dapat diamati dengan cara membandingkan difraktogram hasil analisis dengan file *Join Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Menurut JCPDS  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  standar no. 79-0419 puncak puncak yang muncul pada difraktogram muncul pada  $2\theta = 30,08; 35,43; 56,94$  dan  $62,52^\circ$  (Ghozali, 2012).

Untuk penentuan ukuran partikel dapat menggunakan metode DebyeScherrer, yaitu dengan menggunakan persamaan (Ghozali, 2012).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan:

D = Ukuran rata-rata partikel (nm)

K = Konstanta dimensi kristal (untuk dimensi kristal 3D=0,94)

$\beta$  = Lebar/puncak pada difraktogram

$\theta$  = Sudut difraksi

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-x ( 0,15418nm)

*Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merupakan suatu metode spektroskopi inframerah yang dapat mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam sampel. Pada spektroskopi IR, radiasi IR dilewatkan pada sampel. Sebagian dari radiasi IR diserap oleh sampel dan sebagian lainnya diteruskan. Jika frekuensi dari suatu vibrasi spesifik sama dari frekuensi radiasi IR yang langsung menuju molekul, molekul akan menyerap radiasi tersebut. (Kencana, 2009).

Metode spektroskopi FTIR dalam penelitian ini digunakan untuk menentukan karakteristik dan gugus fungsi dari magnetit hasil sintesis yang terbentuk. Komponen penyusun magnetit hasil sintesis dapat dianalisis secara kualitatif menggunakan metode spektroskopi infra merah pada bilangan gelombang 4000-300cm<sup>-1</sup> kemudian dicocokkan dengan peak standar dari senyawa magnetit. Spektra FTIR senyawa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ditunjukkan dengan adanya peak yang lebar pada pada bilangan gelombang 570-580cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan ikatan Fe-O (Maity dan Agrawal, 2007).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck), akuades, akuabides, etanol 96%,  $\text{NH}_3$  32% (Merck), polivinil alkohol (sigma aldrich), *pH specialized indicator* (kisaran pH 1-14), *tissue*, *cling wrab* dan *aluminium foil*.

#### **3.2. Alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium kimia, timbangan analitik (*Ohaus*), *hotplate stirrer* (*Thermo Scientific*), Oven model *Spnisosfd*, sentrifugasi (*Fisher*), botol sentrifugasi, cawan petri, *X-Ray Diffraction* (XRD) (*Shimadzu maxima-7000*), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (*Shimadzu IRPrestige-21*)

#### **3.3. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada Bulan Mei – Juli, di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin Makassar. Analisis sampel di lakukan dilaboratorium Kimia Terpadu Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin Makassar, dan Laboratorium Penelitian dan Pengembangan Sains FMIPA Universitas Hasanuddin Makassar

### **3.4. Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1. Pembuatan Larutan PVA 0,5 ; 1 ; 1,5 dan 2%**

Larutan PVA 0,5 ; 1; 1,5 dan 2% berturut-turut dibuat dengan melarutkan 0,25; 0,5; 0,75 dan 1gram PVA dalam akuabides 50mL. Selanjutnya, masing-masing larutan *distirrer* sambil dipanaskan sampai mendidih. Setelah mencapai suhu ruang, larutan PVA dapat digunakan untuk proses modifikasi.

#### **3.4.2. Pembuatan Larutan NH<sub>4</sub>OH 5M ; 10M dan 15M**

Larutan NH<sub>4</sub>OH 5M ; 10M dan 15M berturut-turut dibuat dengan memipet ke dalam labu ukur 100ml sebanyak 30mL ; 60mL ; 90mL NH<sub>3</sub> 32%. Kemudian diimpitkan dengan akuabides hingga tanda batas, dan dikocok hingga homogen.

#### **3.4.3. Sintesis Nanopartikel Magnetit**

Sintesis nanopartikel magnetit dilakukan dengan mencampur larutan Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup> dan OH<sup>-</sup>.

**Sampel:** Garam FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides dan diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* dan ditambahkan secara perlahan larutan NH<sub>4</sub>OH sambil terus *distirrer*. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama. Selanjutnya dilakukan karakterisasi.



#### 3.4.4. Pengaruh Komposisi $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ terhadap Nanopartikel Magnetit

Dalam penelitian ini, mengetahui pengaruh komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  terhadap nanopartikel magnetit dilakukan dengan penambahan  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  perbandingan berat 1:1, 1:2 dan 2:1 . Ada 3 macam sampel yang berbeda, yaitu:

**Sampel A:** Sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 2gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu  $80^\circ\text{C}$  dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3 kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada suhu  $78^\circ\text{C}$ . Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

**Sampel B:** Ditimbang sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 4gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu  $80^\circ\text{C}$  dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada

suhu 78°C. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

**Sampel C:** Sebanyak 4gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 2gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu 80°C dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada suhu 78°C. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

#### **3.4.5. Pengaruh Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$ terhadap Nanopartikel Magnetit**

Dalam penelitian ini, mengetahui pengaruh konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap nanopartikel magnetit dilakukan dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  5M, 10M dan 15M setelah  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dibiarkan bereaksi. Ada 3 macam sampel yang berbeda, yaitu:

**Sampel D:** Sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 4gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu 80°C dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  5M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang

diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada suhu 78°C. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

**Sampel E:** Sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 4gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu 80°C dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  15M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada suhu 78°C. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

#### **3.4.6. Modifikasi Nanopartikel Magnetit**

Dalam penelitian ini, modifikasi nanopartikel magnetit dilakukan dengan penambahan PVA 0,5 ; 1; 1,5 dan 2%. Ada 4 macam sampel yang berbeda, yaitu:

**Sampel F:** Sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 4gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml kemudian ditambahkan 15ml PVA 0,5% dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu 80°C dan

ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3 kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada suhu  $78^\circ\text{C}$ . Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

**Sampel G:** Sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 4gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml kemudian ditambahkan 15ml PVA 1% dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu  $80^\circ\text{C}$  dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada suhu  $78^\circ\text{C}$ . Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

**Sampel H:** Sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 4gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml kemudian ditambahkan 15ml PVA 1,5% dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu  $80^\circ\text{C}$  dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada

1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3 kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1 jam pada suhu 78°C. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD dan FTIR terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

**Sampel I:** Sebanyak 2gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 4gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dicampurkan ke dalam Erlenmeyer 100ml secara bersama kemudian dilarutkan dengan akuabides sebanyak 30ml kemudian ditambahkan 15ml PVA 2% dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 20$ menit hingga homogen. Campuran kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu 80°C dan ditambahkan secara perlahan 60ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10M sambil terus diaduk selama 60menit. Endapan hitam yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada 1000rpm, kemudian endapan dicuci dengan etanol 96% sebanyak 3kali hingga pH netral. Endapan kemudian dipindahkan ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven selama 1jam pada suhu 78°C. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD terhadap serbuk hitam yang diperoleh.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

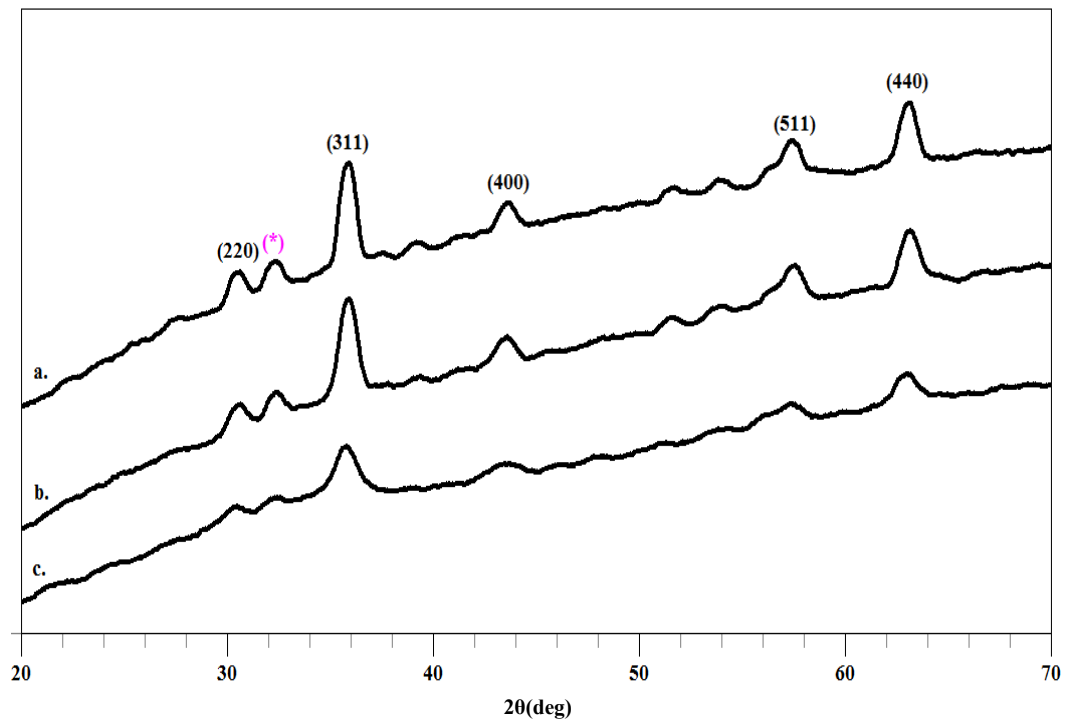
#### 4.1 Sintesis Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Sintesis nanopartikel magnetit, berbagai indikator dapat mempengaruhi pembentukan magnetit seperti rasio perbandingan Fe<sup>2+</sup> dan Fe<sup>3+</sup>, konsentrasi larutan basa, dan penambahan bahan pelapis. Sintesis nanopartikel magnetit ini dilakukan melalui pengendapan dengan menggunakan basa NH<sub>4</sub>OH dan polivinil alkohol sebagai bahan pelapis. Pengaruh rasio Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>, konsentrasi NH<sub>4</sub>OH dan konsentrasi PVA terhadap ukuran partikel dipelajari dalam penelitian ini.

##### 4.1.1 Pengaruh Komposisi Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>

Pembentukan ukuran magnetit tidak hanya bergantung pada konsentrasi larutan basa melainkan konsentrasi larutan garam klorida besi ikut berperan. Dalam metode kopresipitasi, karakteristik material magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ditentukan oleh rasio molar Fe<sup>2+</sup> dan Fe<sup>3+</sup>. Menurut Aji (2008) Ukuran magnetit kecil diperoleh pada larutan garam klorida besi dengan konsentrasi tinggi. Hal tersebut ditunjukkan dengan pembentukan magnetit lebih cepat.

Magnetit hasil sintesis dianalisis dengan menggunakan XRD. Dari data XRD yang diperoleh, identifikasi puncak-puncak XRD dilakukan dengan cara mencocokkan pola difraksi dengan standar JCPDS (*Joint Commite on Powder Diffraction Standards*) serta didukung dari hasil penelitian sebelumnya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel yang disintesis adalah Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hal ini terbukti dengan adanya puncak difraksi utama dari data hasil XRD yaitu dengan indeks miller (220), (221\*), (311), (400), (511) dan (440).



**Gambar 1.** Pola XRD Penambahan Variasi Komposisi Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>

a) Perbandingan 2:1, b) Perbandingan 1:1, c) Perbandingan 1:2

Puncak difraksi (221) untuk sampel yang merupakan indeks hkl untuk  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hematite) yang ditunjukkan dengan simbol (\*) juga terdeteksi dengan XRD. Hal ini menunjukkan bahwa pada setiap proses sintesis, proses oksidasi terjadi dan menghasilkan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Secara kualitatif, dapat dilihat bahwa fasa  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di dalam sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terdapat dalam jumlah yang relatif kecil dibandingkan dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimana puncak difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> jauh lebih banyak dan sampel yang diperoleh berwarna hitam, sedangkan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki warna coklat. Ukuran sampel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) diperoleh dengan menggunakan persamaan Scherrer yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Ukuran magnetit bertambah dengan bertambahnya rasio Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>. Hal ini menunjukkan bahwa ada sebagian Fe(II) yang teroksidasi menjadi Fe(III) sehingga pada komposisi stoikiometris akan menurunkan mol Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan

meningkatkan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  yang terbentuk. Pada tahap awal penambahan Fe(II) (sampel 1:1), kelebihan mol Fe(II) pada perbandingan ini dapat menyetimbangkan reaksi oksidasi yang terjadi. Namun, penambahan Fe(II) selanjutnya lebih cenderung meningkatkan pembentukan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Selain itu juga terlihat bahwa makin tinggi mol Fe(II), makin tajam puncak difraksi yang mengakibatkan ukuran partikel semakin besar. Hal ini disebabkan semakin tinggi mol Fe(II), waktu reaksi relatif lebih lama karena jumlah mol bahan yang bereaksi dengan basa lebih banyak, sehingga terjadi pertumbuhan kristal yang lebih baik.

Tabel 1. Pengaruh Perbandingan Komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  terhadap ukuran magnetit

Komposisi $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$	Ukuran (nm)
1 : 2	15,29
1 : 1	21,75
2 : 1	29,52

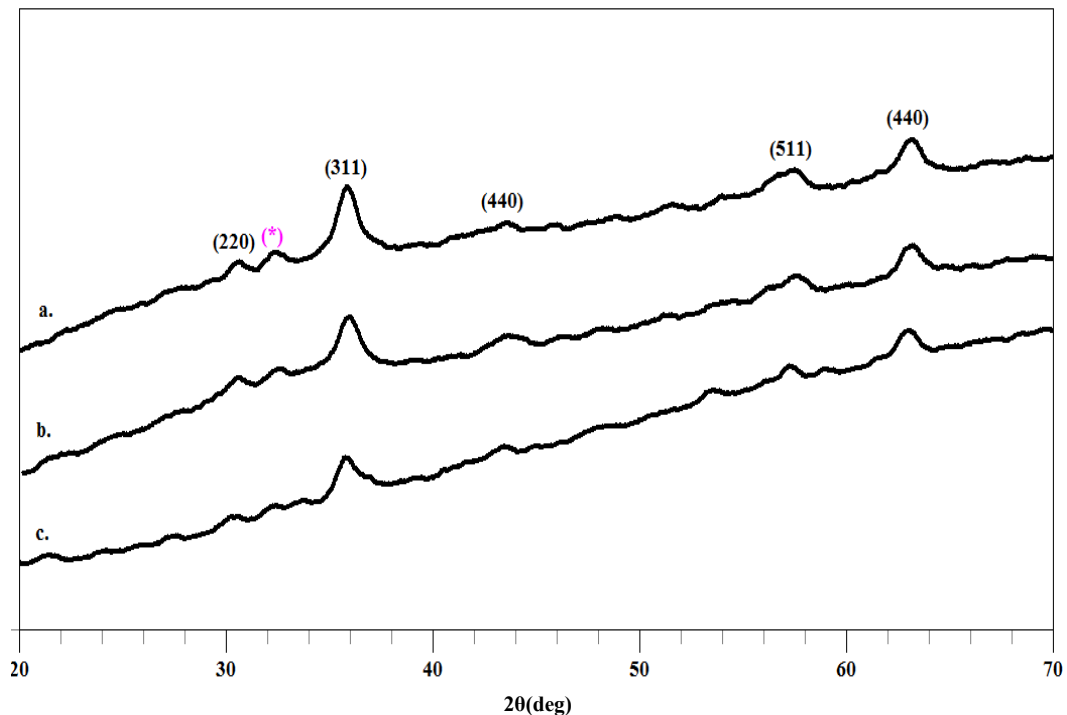
Dari hasil sintesis yang dilakukan Sulungbudi (2006), diperoleh bahwa penambahan Fe(II) dapat mengimbangi proses oksidasi Fe(II) menjadi Fe(III). Namun penambahan Fe(II) cenderung meningkatkan derajat kristalinitas dan ukuran karena reaksi presipitasi berjalan lebih lambat. Dari keseluruhan hasil yang diperoleh, sampel dengan perbandingan Fe(II)/Fe(III) 2 : 2 atau 1 : 1 memberikan partikel oksida besi dengan kombinasi ukuran butir dan sifat magnetik terbaik yaitu ukuran butir 12nm.

#### 4.1.2 Pengaruh Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$

Dalam sintesis nanopartikel magnetit jumlah dan jenis pengendap berpengaruh terhadap ukuran magnetit yang dihasilkan (Liong, 2005).



Konsentrasi larutan basa sangat mempengaruhi pembentukan ukuran magnetit. Hal ini disebabkan konsentrasi larutan basa menentukan kecepatan reaksi pengendapan. Sintesis nanopartikel magnetit ini dilakukan dengan cara pengendapan dengan menggunakan basa  $\text{NH}_4\text{OH}$  karena dapat dikaitkan dengan efek halangan sterik yang lebih besar dalam ukuran, yang menghambat aglomerasi di antara nanopartikel (Mascolo, 2013).



**Gambar 2.** Pola XRD Penambahan Variasi Konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  a) 15M, b) 10M, c) 5M.

Dari data XRD yang diperoleh, hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel yang disintesis adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hal ini terbukti dengan adanya puncak difraksi utama dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dari data hasil XRD yaitu dengan indeks miller (220), (221\*), (311), (400), (511) dan (440). Puncak difraksi (221) untuk sampel yang merupakan indeks hkl untuk  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (hematit) yang ditunjukkan dengan simbol (\*) juga terdeteksi dengan XRD. Hal ini menunjukkan bahwa pada setiap proses sintesis proses oksidasi terjadi dan menghasilkan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Pola XRD

sebagai fungsi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  ditunjukkan pada Gambar 2. Ukuran magnetit pada berbagai konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan menggunakan persamaan Scherrer dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Pengaruh Konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap Ukuran magnetit

Konsentrasi $\text{NH}_4\text{OH}$ (M)	Ukuran (nm)
5	19,52
10	16,50
15	19,81

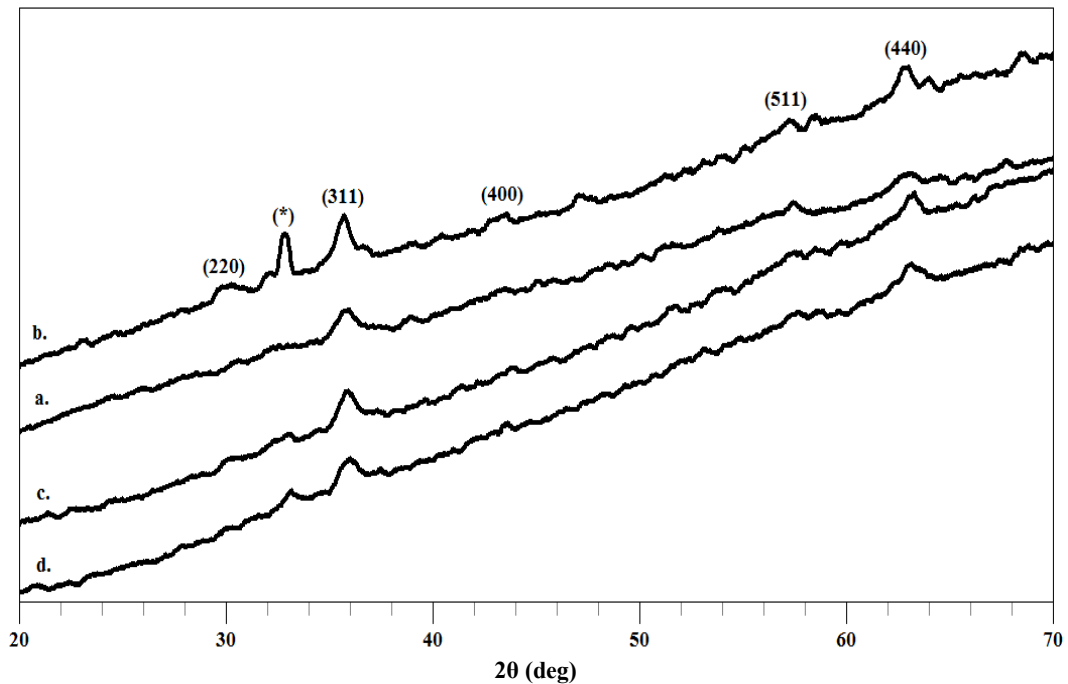
Tabel 2 menunjukkan jumlah  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang ditambahkan mempengaruhi ukuran dari suatu kristal magnetit, tetapi ukuran yang dihasilkan tidak beraturan atau tidak linear seiring peningkatan konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang di sintesis dengan berbagai variasi konsentrasi basa tidak memberikan pengaruh yang signifikan (Abdillah, 2013) dan pada konsentrasi 10M memiliki ukuran kristal paling kecil yaitu 16,50nm. Sebelumnya pernah dilakukan sintesis *Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles* (SPIONs)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan memvariasikan konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Pada variasi konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  4%, 6%, dan 10% didapatkan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berturut-turut 11,7nm, 15,7nm, dan 11,4nm (Wati, 2012).

Menurut Aji (2008) penggunaan larutan basa konsentrasi tinggi akan menghasilkan ukuran magnetit yang lebih kecil. Proses penumbuhan ukuran magnetit analog dengan proses pembentukan batuan ekstrusif dengan

pendinginan/pembekuan cepat yang menghasilkan magnetit dengan ukuran yang lebih kecil jika dibandingkan batuan intrusif yang mengalami pembekuan lebih lambat akan memiliki ukuran magnetit yang lebih besar.

#### 4.1.3 Pengaruh Penambahan PVA

Fungsionalisasi dengan cara pelapisan (*coating*) merupakan salah satu cara untuk melindungi magnetit nanopartikel, dalam hal ini  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dilindungi terhadap oksidasi serta dapat mengurangi gaya tarik magnetit dipolar antar partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , sehingga terbentuk partikel yang mudah terdispersi di media cair dan melindungi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari pelarutan dalam kondisi asam. Gambar 3 menunjukkan pola difraksi pada berbagai konsentrasi PVA.



**Gambar 3.** Pola XRD Penambahan Konsentrasi PVA a) 1%, b) 0,5%, c) 1,5%, d) 2%.

Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa terbentuk puncak yang memiliki lebar tak beraturan dengan variasi konsentrasi penambahan PVA yang mengindikasikan ukuran kristal tidak beraturan. Analisa Gambar 3 menghasilkan

ukuran sampel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang berbeda dengan penambahan konsentrasi PVA yang berbeda. Ukuran magnetit sebagai fungsi konsentrasi PVA yang digunakan diberikan pada Tabel 3.

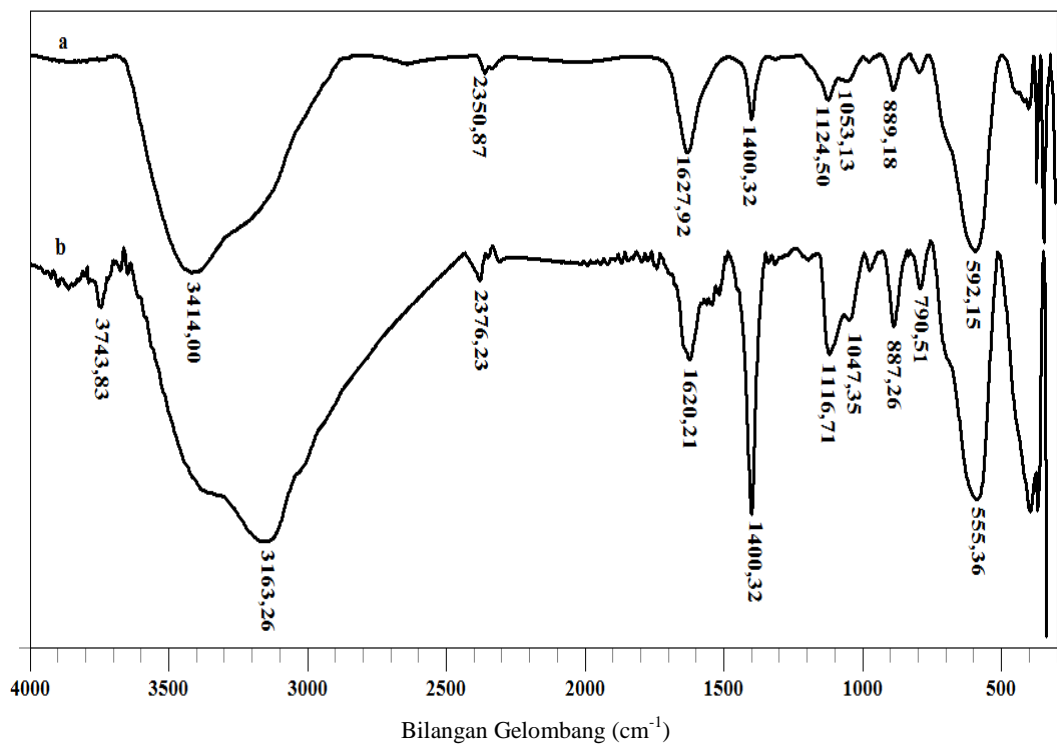
**Tabel 3.** Pengaruh Penambahan PVA terhadap ukuran magnetit

Konsentrasi PVA (%)	Ukuran (nm)
0,5	15,01
1	19,81
1,5	16,62
2	13,80

Variasi konsentrasi PVA mempengaruhi ukuran dari suatu kristal, dan pada konsentrasi paling tinggi, ukuran kristal paling kecil yaitu 13,80nm. Meskipun partikel magnetit dapat terstabilkan di dalam matriks PVA, namun dispersi magnetit di dalam matriks tidak bisa merata karena adanya perbedaan muatan antara gugus pada PVA dengan magnetit (Lan dan Lin, 2011).

#### 4.2 Analisis FTIR

Analisis menggunakan spektrofotometri inframerah digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa. Interpretasi spektra IR dalam penelitian ini difokuskan pada daerah dengan bilangan gelombang  $300\text{-}1200\text{cm}^{-1}$  yang merupakan daerah penyerapan radiasi infrared pada mineral oksida besi pada umumnya. Gambar 4 menunjukkan spektrum FTIR nanopartikel besi oksida dilapisi PVA dan tanpa pelapisan. Karakteristik serapan IR dirangkum secara rinci pada Tabel 4 dan hanya serapan yang menonjol dibahas.



**Gambar 4.** Spektra FTIR a)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dan b)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA

Pada gambar tersebut disajikan dua buah sampel untuk memperlihatkan terjadinya ikatan gugus fungsi antara nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan PVA. Dalam hal ini besi oksida tanpa pelapisan, pada serapan  $3414,00\text{cm}^{-1}$  menunjukkan peregangan ( $\nu$ ) O-H, getaran pada serapan  $1627,92\text{cm}^{-1}$  menunjukkan penekukan ( $\delta$ )H-O-H karena air teradsorpsi pada permukaan nanopartikel besi oksida. Serapan diamati pada  $592,15\text{cm}^{-1}$  sesuai dengan getaran peregangan dari  $\text{Fe}_{\text{Th}}\text{-O-Fe}_{\text{Oh}}$ , di mana  $\text{Fe}_{\text{Th}}$  dan  $\text{Fe}_{\text{Oh}}$  sesuai dengan besi masing-masing menduduki posisi tetrahedral dan oktahedral. Pergeseran dari karakteristik peregangan penyerapan untuk nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /PVA ini disebabkan oleh ikatan hidrogen antara kelompok-kelompok hidroksil dalam PVA dan terprotonasi permukaan magnetit (Kayal dan Ramanujan, 2010).

Dalam pelapisan nanopartikel besi oksida dengan PVA, peregangan  $\text{Fe}_{\text{Th}}\text{-O-Fe}_{\text{Oh}}$  terjadi pada serapan  $555,36\text{cm}^{-1}$ . Peregangan grup alkohol yaitu O-H

diamati pada serapan  $3163,26\text{cm}^{-1}$ . Serapan tambahan di  $1400,32\text{cm}^{-1}$  sesuai dengan peregangan getaran C-C, di  $1116,71\text{cm}^{-1}$  disebabkan peregangan getaran Fe-O-C dan pada  $887,26\text{cm}^{-1}$  sesuai dengan goyangan dari  $\text{CH}_2$  yang dilihat dari pelapisan nanopartikel besi oksida dengan PVA.

Tabel 4. Jenis gugus fungsi dan bilangan gelombang  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4+\text{PVA}$

Sampel	Bilangan Gelombang IR (cm-1)	Deskripsi
$\text{Fe}_3\text{O}_4$ tanpa pelapisan	3414,00	O-H
	1627,92	H-O-H
	592,15	$\text{Fe}_{\text{Th}}\text{-O-Fe}_{\text{Oh}}$
$\text{Fe}_3\text{O}_4$ dengan pelapisan PVA	3163,26	O-H
	1620,21	H-O-H
	1400,32	C-C
	1116,71	Fe-O-C
	887,26	$\text{CH}_2$
	555,36	$\text{Fe}_{\text{Th}}\text{-O-Fe}_{\text{Oh}}$

Serapan utama yang muncul pada bilangan gelombang  $592,15\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentang dari Fe-O pada magnetit. Selain itu muncul serapan yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang  $794\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk Fe-OH dari geotit. Pita serapan yang tajam pada bilangan gelombang  $395,41\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi Fe-O dari maghemit.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  berpengaruh terhadap ukuran suatu magnetit. Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terkecil yakni 15,29nm diperoleh pada komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  1:2.
2. Konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  berpengaruh terhadap ukuran magnetit dan konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang menghasilkan ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terkecil yakni 16,50nm adalah 10M.
3. Penambahan PVA berpengaruh terhadap ukuran partikel. Ukuran Kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terkecil yakni 13,30nm diperoleh dengan konsentrasi pelapis PVA 2%.

#### **5.2 Saran**

Untuk penelitian selanjutnya peneliti diharapkan lebih teliti lagi terutama dalam melakukan sintesis nanopartikel magnetit karena oksidasi sulit terkontrol dalam suhu kamar, mencoba pelapisan diatas 2%, juga penggunaan pelapis yang lain sebaiknya dicoba dan aplikasi nanopartikel magnetit dilakukan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdillah, G., 2013, Sintesis Karakterisasi dan Uji Stabilitas Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Asam Karbonat, Skripsi, Fakultas sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga, Yogyakarta
- Abdullah, M., dan Khairurrijalah., 2009, Karakterisasi Nanomaterial, *Jurnal Nanosains dan nanoteknologi*, **2** (1): 1-9.
- Aiguo, Yan., 2008., Solvothermal synthesis and characterization of size-controlled Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles , *J. Alloys and Compound* 458 : 487 – 491.
- Aji, M., P., 2008, Kajian Sifat Magnetik Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Hasil Penumbuhan Dengan Metode Presipitasi Berbahan Dasar Pasir Besi. Tesis. Program Studi Fisika. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Angheluta, A. D., Pinteala, M., dan Simionescu, B., 2012, Tailored and Functionalized Magnetite Particles for Biomedical and Industrial Applications, *Mater. Sci. Technol.*, ISBN 978-953-51-0193-2
- Apriandanu, D., Wahyuni, S., Hadisaputro, S., Harjono., 2013, Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Metode Poliol Dengan Agen Stabilisator Polovinil Alkohol (PVA), *Jurnal MIPA*, **36** (2): 157-168.
- Bakir., 2011, *Pengembangan Biointesis Nanopartikel Perak Menggunakan Air Rebusan Daun Bisbul (*Diospyros blancoi*) Untuk Deteksi Ion Tembaga Cu (II) dengan Metode Kolorimetri*, Skripsi tidak diterbitkan, Program Studi Fisika FMIPA Universitas Indonesia, Depok.
- Caruso, R. A. Dan Antonietti, M., 2001, Sol-Gel Nanocoating: An Approach to the Preparation of Structured Materials, *J. Chem. Mater.*, **13**, 3272-3282.
- Cornell, R.M., & Schwertmann, U., 2003, *The Iron Oxides*, Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA.
- Dong, Q., Kumada, N., Yonesaki, Y., Takei, T., dan Kinomura, N., 2009, Hydrothermal Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Particles With Various Shape, *J. Cer. Soc. Jp.*, **117** (8), 881-886
- El-Kharrag, R., Amin, A., dan Greish, Y.E., 2011, Low Temperature Syntesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles, *J. Ceramic*, **38**, 627-634.
- Ghozali, A. I., 2010, *Fotodegradasi Zat Warna Remazol Red Menggunakan Katalis  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Core Shel Nanostruktur*, Skripsi, Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.



- Gubin, S. F., 2007, *Magnetic Nanoparticles*, Russian Academy of Sciences, Wiley-VCH Verlag GmBH , Co.KgaA, 30 - 54 .
- Handayani, W., Bakir, Imawan, C., Purbaningsih, S., 2010, Potensi Ekstrak Beberapa Jenis Tumbuhan Sebagai Agen Pereduksi Untuk Biosintesis Nanopartikel Perak, *Seminar Nasional Biologi*, Fakultas Biologi UGM, Yogyakarta, 558-567.
- Haryono, A dan S.B. Harmami. 2010. Aplikasi Nanopartikel Perak pada Serat Katun sebagai Produk Jadi Tekstil Antimikroba. *Jurnal Kimia Indonesia*, **5**(1): 1-6.
- Hasan, M. I., 2012, *Modifikasi Nanopartikel Perak dengan Polivinil Alkohol Untuk Meningkatkan Selektivitas dan Stabilitas Indikator Logam Tembaga (Cu): Uji Coba Pada Makro Alga Merah (Kappaphycus alvarezii)*, Skripsi diterbitkan, Program Studi Farmasi FMIPA Universitas Indonesia, Depok.
- Hawley, G. G., 1971, *The Condensed Chemical Dictionary*, New York: Van Nostrand Reinhold Company.
- Kencana, A.,L., 2009, *Perlakuan Sonikasi Terhadap Kitosan: Viskositas dan Bobot Molekul Kitosan*, Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Khopkar, S.M. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press.
- Kumar, V., & Yasav, S. K., 2009, Plant-mediated synthesis of Silver and Gold Nanoparticles and Their Applications, *J. Chem. Technol. Biotechnol*, **84**,151-157
- Lan, Y.F., Lin, J.J., 2011, Clay-assisted Dispersion of Organic Pigments in Water, *Dyes Pigm.*, **90**, 21-27.
- Li, J. H., Honga, R. Y., Li, H. Z., Ding, J., Zhenge, Y., dan Weif, D. G., 2009, Simple synthesis and magnetic properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/BaSO<sub>4</sub> multi-core/shell particles, *Mater. Chem. Phys.*, **113**,140–144
- Ling, L. J., Cai, L. D., Lan, Z. S., Chao, C. H. and Cui, W., 2010, Analysis of the Factors Affecting the Magnetic Characteristics of Nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Particles, *J. Mater. Sci.*, **8**, 803-810.
- Liong, Sylvia, 2005, *A Multifunctional Approach to Development, Fabrication, and Characterizations of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Composite*, Disertasi, Gorgia Institute of Technology.

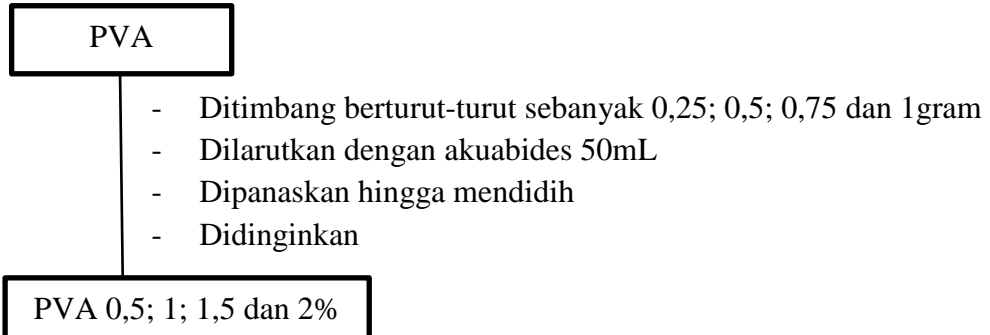
- Maity, D., and D.C. Agrawal. 2007. Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Under Oxidizing Environment and Their Stabilization In Aqueous and Nonaqueous Media. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **308**(1):46- 55.
- Mascolo, M. C., Pei, Y., Ring, T. A., 2013, Room Temperature Co-Precipitation Synthesis of Magnetite Nanoparticles in a Large pH Window with Different Bases, *j. mater*, **6**, 5549-5567
- Much, R. A. Dan Gedanken, A., 2007, Sonochemical Synthesis under a Magnetic Field: Structuring Magnetite Nanoparticles and the Destabilization of a Colloidal Magnetic Aqueous Solution under a Magnetic Field, *J. Phys. Chem*, **112**, 35-42.
- Poli, M. E., 2006, Teknologi Masa Depan “Nanoteknologi”, *Makalah Karya Ilmiah*, Fakultas Teknik Universitas Sam Ratulangi, Manado.
- Riyanto A., D. Listiawati, E. Suharyadi, dan K., Abraha, 2012, Analisis Struktur Kristal dan Sifat Magnetik pada Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sebagai Bahan Aktif Biosensor Surface Plasmon Resonance (SPR), *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI Jateng & DIY*, Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- Salehizadeh, H., Hekmatian, E., Sadeghi, N., dan Kennedy, K., 2012, Synthesis and Characterization of core-shell  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -gold-chitosan nanostructure, *J. Nanobiotechnol.*, **10**, 1-7.
- Sun, J., Zhou, S., Hou, Y., Yang, Y., Weng, J., Li, X. dan Li, M., 2006, Synthesis and Characterization of Biocompatible  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Nanoparticles, *J. Biomed. Mater. Res.*, **80A**, 333-341.
- Suwarda, R., dan Maarif, M. S., 2011, Pengembangan Inovasi Nanopartikel Berbasis Pati Untuk Menciptakan Produk yang Berdaya Saing, *Jurnal Teknik Industri*, 104-122.
- Wati, D.L., 2012, Fabrikasi Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles (SPIONs) Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dengan Metode Kopresipitasi, Skripsi, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Witjaksono, A., 2011, *Karakterisasi Nanokristalin ZnO Hasil Presipitasi Dengan Perlakuan Pengeringan, Anil dan Pasca-Hidrotermal*, Tesis diterbitkan, Fakultas Teknik UI, Depok.
- Wu, W., He, Q., and Jiang, C., 2008, “Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis and surface functionalization strategies,” *Nano Res. Lett.* **3**(11), 397-415.

Yuliani, N.R., S. Arief, dan U. Septiani, 2013, Penggunaan Reduktor Organik dan Anorganik pada Proses Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan Metode Kopersipitasi. *Jurnal Kimia Unand*, **2**(1):93-97.

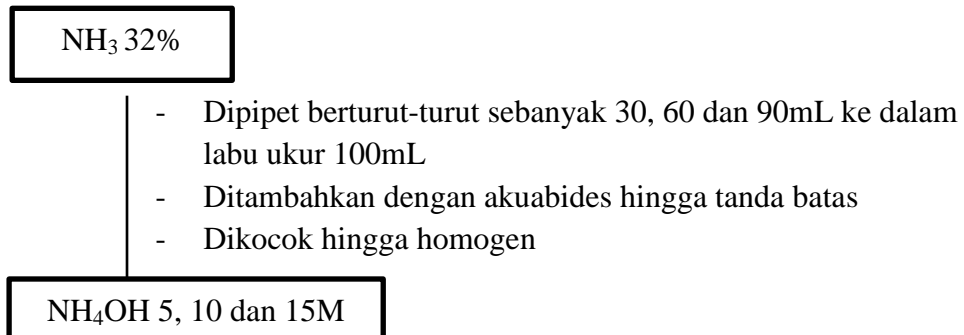
Zhang, Q. G., Liu, Q. L., Zhu, A. M., Xiong, Y., dan Ren, L., 2009, Pervaporation Performance of Quaternized Poly(vinyl alcohol) and Its Crosslinked Membranes for The Dehydration of Ethanol, *J. Membr. Sci.*, **335**, 68-75.

## Lampiran 1. Pembuatan Larutan & Prosedur Penelitian

- Pembuatan Larutan PVA 0,5; 1; 1,5 dan 2%

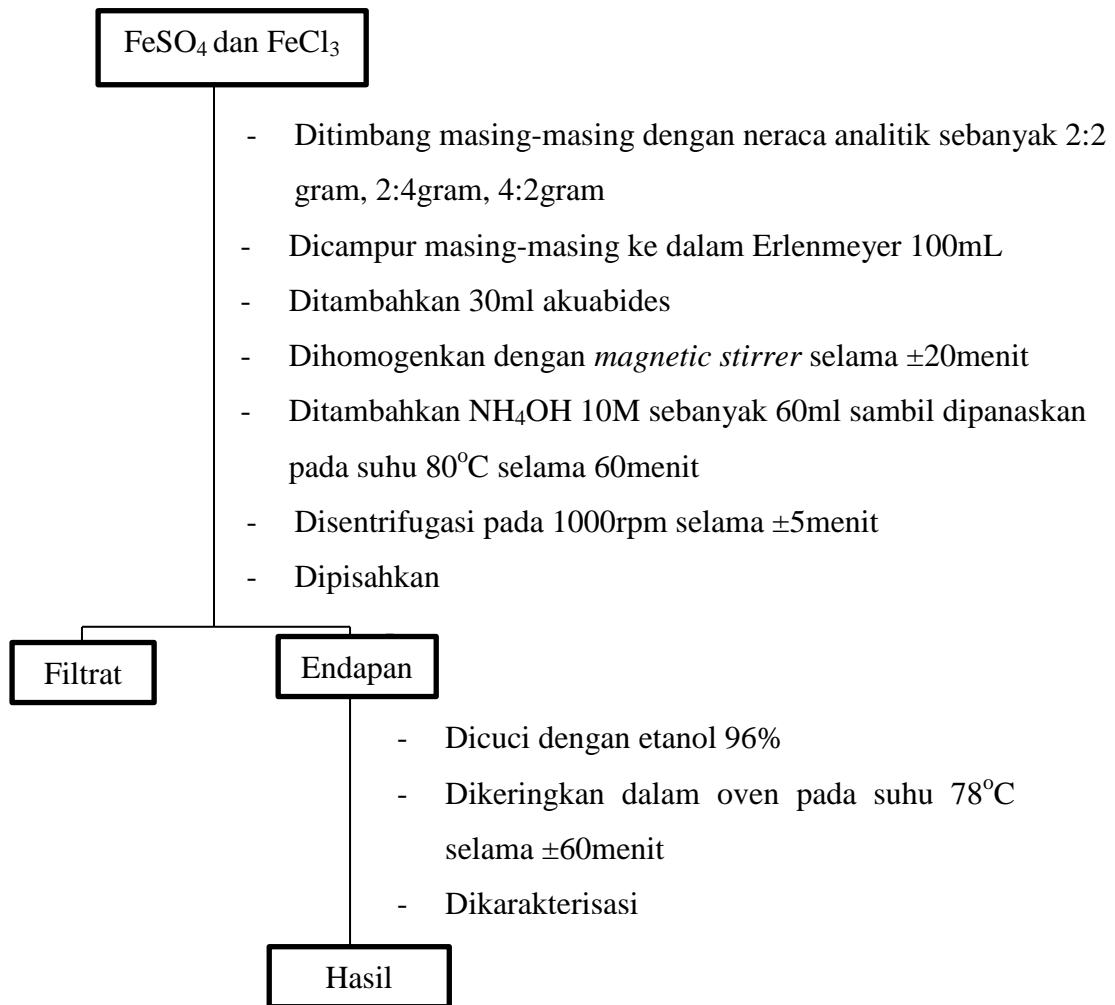


- Pembuatan 100mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  5, 10 dan 15M

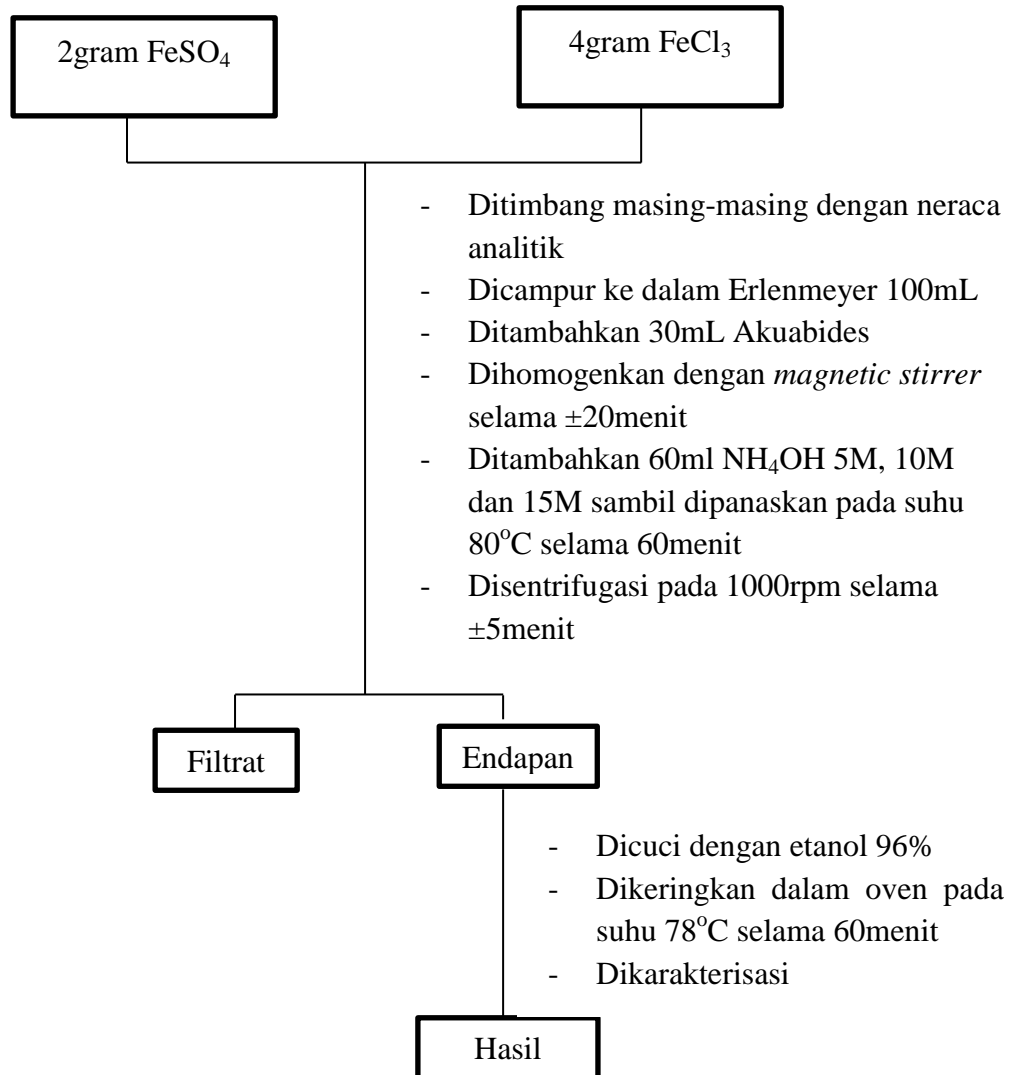


## Sintesis Nanopartikel Magnetit

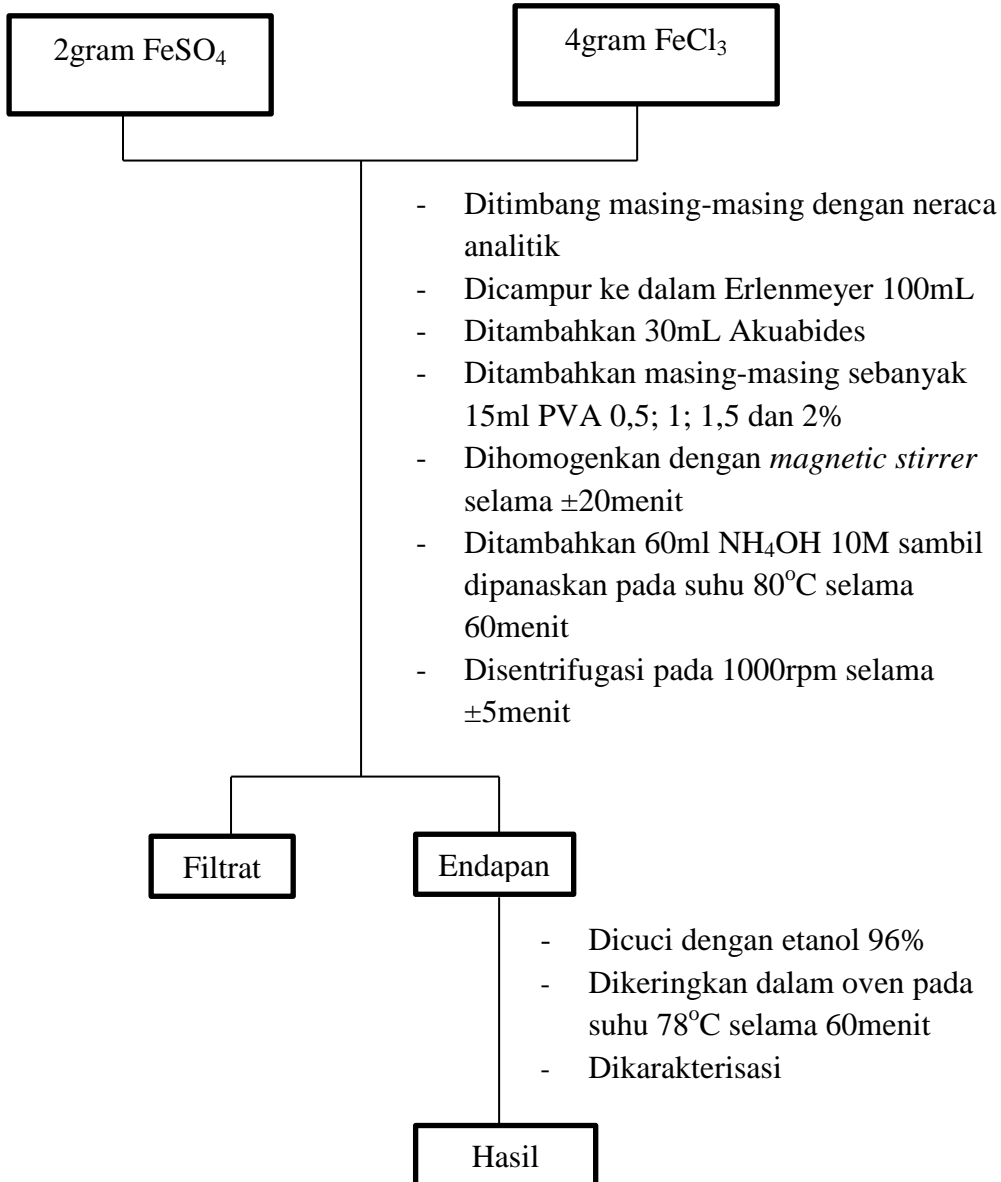
- Pengaruh komposisi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  (1:1, 1:2, 2:1) terhadap nanopartikel magnetit.



- Pengaruh  $\text{NH}_4\text{OH}$  terhadap nanopartikel magnetit



➤ Pengaruh penambahan PVA terhadap nanopartikel magnetit



**Lampiran 2. Penentuan ukuran partikel dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer**

Ukuran nanopartikel dari hasil analisis menggunakan XRD dapat dihitung dengan persamaan dibawah ini :

1. Sampel A

$$\triangleright 2\theta = 35,7000$$

$$\theta = \frac{35,7000}{2}$$

$$\theta = 17,85$$

$$\cos \theta = 0,9518622608$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{1,08000/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,54}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,00942 \text{ rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,00942 \times 0,9518622608}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,008966542}$$

$$D = 15,29\text{nm}$$

2. Sampel B

$$\triangleright 2\theta = 35,8477$$

$$\theta = \frac{35,8477}{2}$$

$$\theta = 17,92385$$



$$\cos \Theta = 0,9514663809$$

$$\beta (\text{FWHM}) = \frac{0,75940/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta (\text{FWHM}) = \frac{0,3797}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,0066236556\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0066236556 \times 0,9514663809}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0063021856}$$

$$D = 21,75\text{nm}$$

### 3. Sampel C

$$\triangleright 2\Theta = 35,7203$$

$$\Theta = \frac{35,7203}{2}$$

$$\Theta = 17,86015$$

$$\cos \Theta = 0,9518079444$$

$$\beta (\text{FWHM}) = \frac{0,55940/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta (\text{FWHM}) = \frac{0,2797}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,0048792111 \text{ rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0048792111 \times 0,9518079444}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0046440719}$$

$$D = 29,52\text{nm}$$

#### 4. Sampel D

$$\triangleright 2\Theta = 35,7596$$

$$\Theta = \frac{35,7596}{2}$$

$$\Theta = 17,8798$$

$$\text{Cos } \Theta = 0,9517027053$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,84580/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,4229}{180\text{rad}} \cdot 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,0073772556\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0073772556 \times 0,9517027053}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0070209541}$$

$$D = 19,52\text{nm}$$

#### 5. Sampel E

$$\triangleright 2\Theta = 35,8451$$

$$\Theta = \frac{35,8451}{2}$$

$$\Theta = 17,92255$$

$$\cos \Theta = 0,9514733633$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{1,00110/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,50055}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,0087318167\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0087318167 \times 0,9514733633}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,008308091}$$

$$D = 16,5\text{nm}$$

## 6. Sampel F

$$\triangleright 2\Theta = 35,6433$$

$$\Theta = \frac{35,6433}{2}$$

$$\Theta = 17,82165$$

$$\cos \Theta = 0,9520138136$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,83330/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,41665}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,0072682278\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0072682278 \times 0,9520138136}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0069194533}$$

$$D = 19,81\text{nm}$$

## 7. Sampel G

$$\blacktriangleright 2\Theta = 63,1916$$

$$\Theta = \frac{63,1916}{2}$$

$$\Theta = 31,5958$$

$$\text{Cos } \Theta = 0,851765342$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{1,33670/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,66835}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,0116589944\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0116589944 \times 0,851765342}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0099307274}$$

$$D = 13,8\text{nm}$$

### 8. Sampel I

$$\triangleright 2\theta = 35,7500$$

$$\theta = \frac{35,7500}{2}$$

$$\theta = 17,875$$

$$\cos \theta = 0,9517284229$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{1,10000/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,55}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,0095944444\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0095944444 \times 0,9517284229}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0091313055}$$

$$D = 15,01\text{nm}$$

### 9. Sampel J

$$\triangleright 2\theta = 35,8100$$

$$\theta = \frac{35,8100}{2}$$

$$\theta = 17,905$$

$$\cos \theta = 0,9515675783$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,98000/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,49}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,0085477778\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0085477778 \times 0,9515675783}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0081337882}$$

$$D = 16,85\text{nm}$$

$$\cos \Theta = 0,8767267557$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,80000/2}{180\text{rad}} \pi$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = \frac{0,4}{180\text{rad}} 3,14$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,0069777778\text{rad}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

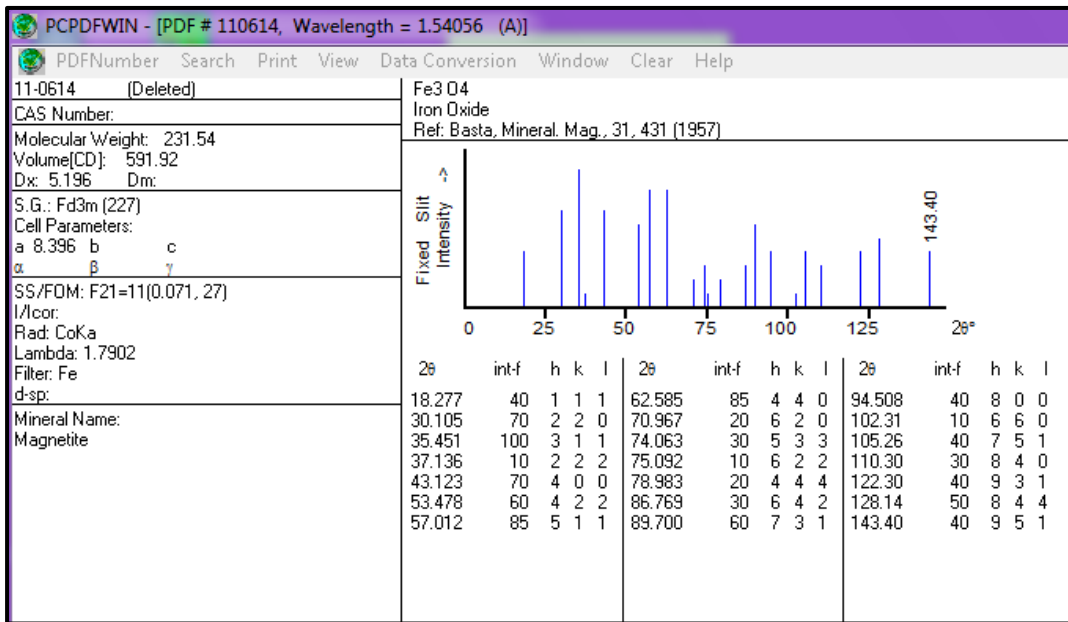
$$D = \frac{0,89 \times 0,154056}{0,0069777778 \times 0,8767267557}$$

$$D = \frac{0,13710984}{0,0061176045}$$

$$D = 22,41\text{nm}$$

### Lampiran 3. Data base JCPDS $\text{Fe}_3\text{O}_4$ & $\text{Fe}_2\text{O}_3$

#### Data base JCPDS $\text{Fe}_3\text{O}_4$



#### Lampiran data base JCPDS $\text{Fe}_2\text{O}_3$

