



TUGAS AKHIR - SF 141501

# SINTESIS NANOPARTIKEL $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (MAGNETIT) DARI BATU BESI MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DENGAN VARIASI pH

MOHAMMAD SULTHONUL ADHIM  
NRP 011114 40000 068

Dosen Pembimbing  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

DEPARTEMEN FISIKA  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2018



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS NANOPARTIKEL  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (MAGNETIT)  
DARI BATU BESI MENGGUNAKAN METODE  
KOPRESIPITASI DENGAN VARIASI pH**

MOHAMMAD SULTHONUL ADHIM  
NRP 011114 40000 068

Dosen Pembimbing  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

DEPARTEMEN FISIKA  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2018



FINAL PROJECT - SF 141501

**SYNTHESIS OF  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (MAGNETITE)  
NANOPARTICLES FROM IRON STONE USING  
CO-PRECIPIATION METHOD WITH pH  
VARIATION**

MOHAMMAD SULTHONUL ADHIM  
NRP 011114 40000 068

Supervisor  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

DEPARTMENT OF PHYSICS  
Faculty of Science  
Institute of Technology Sepuluh Nopember  
Surabaya 2018

## LEMBAR PENGESAHAN

### SINTESIS NANOPARTIKEL $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (MAGNETIT) DARI BATU BESI MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DENGAN VARIASI pH

#### TUGAS AKHIR

Disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh  
gelar Sarjana Sains

pada

Bidang Studi Material

Program Studi S-1 Departemen Fisika

Fakultas Ilmu Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

MOHAMMAD SULTHONUL ADHIM

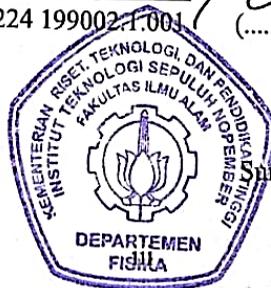
NRP. 011114 40000 068

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:

Prof. Suminar Pratapa, Ph.D

NIP. 1966 0224 199002 1 001

  
(.....)



Surabaya, Juli 2018

# SINTESIS NANOPARTIKEL $Fe_3O_4$ (MAGNETIT) DARI BATU BESI MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DENGAN VARIASI pH

**Nama** : Mohammad Sulthonul Adhim  
**NRP** : 011114 40000 068  
**Departemen** : Fisika FIA-ITS  
**Pembimbing** : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

## ABSTRAK

*Sintesis nanopartikel  $Fe_3O_4$  (Magnetit) dari bahan dasar batu besi Tanah Laut, Kalimantan telah dilakukan dengan metode kopresipitasi variasi pH. Sintesis dilakukan dengan 3 variasi pH pengendapan, yaitu 9,06; 10; dan 11. Serbuk nanopartikel  $Fe_3O_4$  hasil endapan dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan fase yang terbentuk, Particle Size Analyzer (PSA) untuk mengetahui distribusi ukuran partikelnya, Transmission Electron Microscopy (TEM) untuk mengetahui mikrostrukturnya, dan Vibrating Sample Magnetometer (VSM) untuk mengetahui sifat magnetiknya. Hasil analisis menunjukkan bahwa fase tunggal magnetit telah terbentuk untuk semua sampel variasi pH pengendapan. Sementara itu, ukuran kristal nanopartikel  $Fe_3O_4$  yang dihasilkan cenderung semakin kecil seiring dengan meningkatnya pH pengendapan (10 nm s.d. 7 nm). Sedangkan nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) dari nanopartikel  $Fe_3O_4$  yang dihasilkan semakin tinggi seiring dengan meningkatnya pH pengendapan (51,6 emu/gram s.d. 77,9 emu/gram) dikarenakan nanopartikel  $Fe_3O_4$  yang dihasilkan bersifat superparamagnetik parsial.*

**Kata kunci:** *batu besi, magnetit, metode kopresipitasi, nanopartikel, dan variasi pH.*

**SYNTHESIS OF Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (MAGNETITE)  
NANOPARTICLES FROM IRON STONE USING  
CO-PRECIPIATION METHOD WITH pH  
VARIATION**

**Student name: Mohammad Sulthonul Adhim**  
**NRP : 011114 40000 068**  
**Department : Physics FIA-ITS**  
**Supervisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**ABSTRACT**

*Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Magnetite) nanoparticles from iron stone of Tanah Laut, Kalimantan has been carried out by co-precipitation method with pH variation. The synthesis was carried out with 3 variations of pH precipitation, ie 9,06; 10; and 11. The synthesized powder were characterized using X-Ray Diffractometer (XRD) to determine the formed phase as well as the crystal size Particle Size Analyzer (PSA) to know the particle size distribution, Transmission Electron Microscopy (TEM) to reveal its microstructure, and Vibrating Sample Magnetometer (VSM) to know its magnetic properties. The results showed that a single phase of magnetite has been formed for all samples from different pH. Meanwhile, the crystal size of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tended to decrease with increasing pH, 10 to 7 nm. The magnetic saturation value (M<sub>s</sub>) of the samples increased from 51,6 to 77,9 emu/gram.*

**Keywords:** *iron stone, magnetite, co-precipitation method, nanoparticles, and pH variation.*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kehadiran Allah yang Maha Esa atas limpahan rahmat-Nya. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW. Laporan Tugas Akhir ini disusun sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar sarjana Departemen Fisika FIA ITS dengan judul:

***“Sintesis nanopartikel  $Fe_3O_4$  (Magnetit) dari batu besi menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi pH”***

Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama penelitian dan penyusunan laporan Tugas Akhir, yaitu:

1. Bapak Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir.
2. Bapak Husain, M.Si. dan Saudara Budi Hariyanto, S.Pd. selaku anggota Tim *Core-Shell*.
3. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono, M.Eng. selaku Kepala Departemen Fisika FIA-ITS.
4. Anggota Grup Bahan Alam yang telah memberikan dukungan penuh kepada Penulis.
5. Kedua orang tua yang telah mendoakan Penulis.
6. Bapak Sholih selaku Asisten Laboratorium Fisika Zat Padat yang telah membantu selama pengujian sampel.
7. Teman-teman Antares 2014 yang telah memberikan semangat dan dukungan penuh kepada Penulis.

Penulis menyadari bahwa laporan Tugas Akhir ini masih terdapat kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran sangat diperlukan untuk menyempurnakan laporan ini

Surabaya, Juli 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	ii
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .. Error! Bookmark not defined.	
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Batasan Masalah .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
1.6 Sistematika Penulisan .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Bijih Besi .....	5
2.2 Besi Oksida .....	7
2.3 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (Magnetit) .....	8
2.4 Derajat Keasaman (pH) .....	10
2.5 Kurva Histerisis Magnet .....	12
2.6 Metode Kopresipitasi .....	14
<b>BAB III METODOLOGI</b> .....	17
3.1 Prosedur Sintesis .....	17

3.1.1	Preparasi sampel.....	17
3.1.2	Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan metode <i>co-precipitation</i> ...	17
3.2	Karakterisasi Sampel .....	19
3.2.1	<i>X-ray Diffractometer (XRD)</i> .....	19
3.2.2	<i>Particle Size Analyzer (PSA)</i> .....	20
3.2.3	<i>Transmission Electron Microscopy (TEM)</i> .....	20
3.2.4	<i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM)</i> .....	21
3.3	Diagram Alir Penelitian.....	23
<b>BAB IV</b>	<b>ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>25</b>
4.1	Hasil Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	25
4.2	Hasil Karakterisasi XRD .....	27
4.3	Hasil Karakterisasi PSA.....	29
4.4	Hasil Karakterisasi TEM .....	32
4.5	Hasil Karakterisasi VSM .....	33
<b>BAB V</b>	<b>KESIMPULAN</b> .....	<b>39</b>
	<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>41</b>
	<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>47</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Grafik sumber daya bijih besi di wilayah Sumatera, Kalimantan, Nusa Tenggara dan Sulawesi .....	6
Gambar 2.2 Spin magnetik material ferrimagnetik.....	9
Gambar 2.3 Struktur kristal magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).....	10
Gambar 2.4 Kurva histerisis.....	13
Gambar 2.5 Perbedaan kurva histerisis material <i>soft magnetic</i> dan <i>hard magnetic</i> .....	14
Gambar 3.1 Instrumen XRD.....	19
Gambar 3.2 Instrumen PSA.....	20
Gambar 3.3 Instrumen TEM.....	21
Gambar 3.4 Instrumen VSM.....	22
Gambar 3.5 Diagram alir penelitian.....	23
Gambar 4.1 Bahan dasar batu besi Tanah Laut.....	25
Gambar 4.2 Batu besi setelah proses separasi magnet dan <i>ultrasonic cleaning</i> .....	26
Gambar 4.3 (a) Serbuk hasil sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pH 9,06; (b) Serbuk hasil sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pH 10; (c) Serbuk hasil sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pH 11.....	26
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-x ( $\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$ ) sampel serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4$ variasi pH.....	28
Gambar 4.5 Distribusi ukuran partikel sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4$ variasi pH.....	30
Gambar 4.6 Hasil TEM sampel serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pH 11.....	32
Gambar 4.7 Kurva histerisis sampel serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4$ variasi pH.....	34

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Bijih besi yang bernilai ekonomis.....	6
Tabel 4.1 Hasil uji XRF batu besi.....	25
Tabel 4.2 Ukuran kristal serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4$ variasi pH dengan metode Scherrer.....	29
Tabel 4.3 Ukuran partikel rata-rata sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4$ variasi pH .....	30
Tabel 4.4 Magnetisasi sampel serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4$ variasi pH.....	34

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit) merupakan bahan yang saat ini banyak dikembangkan di berbagai bidang karena keunggulan karakteristiknya. Sebagai bahan yang mempunyai sifat-sifat magnet, optik, dan katalitik yang unik, magnetit banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, di antaranya: *magnetic drug delivery system* (MDDS) (Dobson, 2006), *magnetic resonance imaging* (MRI) (Haw dkk., 2010), pemisah logam berat untuk keperluan pemurnian air (Lakshmanan, 2013), *hyperthermia therapy system* (Thiesen dan Jordan, 2008), dan pembuatan otot buatan (Ramanujan dan Lao, 2006).

Partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  merupakan salah satu material yang mempunyai sifat magnetik yang unik ketika diberikan medan luar ( $H$ ) yang ditunjukkan dalam bentuk kurva histerisis (Mardiansyah, 2014). Penelitian Sunaryono, dkk. (2015) menyebutkan bahwa kekuatan magnetik paling tinggi diperoleh dari partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang berukuran 12,5 nm. Berdasarkan penelitian Sunaryono tersebut menunjukkan bahwa partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berukuran lebih besar dalam area *single domain* mempunyai medan koersifitas ( $H_c$ ), remanensi magnetik ( $M_r$ ), dan saturasi magnetik ( $M_s$ ) yang lebih tinggi dibandingkan dengan partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan ukuran yang lebih kecil.

Selama ini, sebagian penelitian sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bersumber dari bahan komersial dengan kemurnian tinggi dan sebagian yang lain menggunakan bahan dasar berupa pasir besi dari alam. Bahan alam yang berpotensi digunakan untuk sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bukan hanya pasir besi saja, melainkan juga bisa berupa batu besi. Batu besi merupakan bahan yang ketersediaannya cukup melimpah di alam Indonesia.

Terdapat beberapa metode yang bisa digunakan untuk mensintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , di antaranya adalah kopresipitasi (*co-precipitation*) (Gong dan Lin, 2003), *ball milling* (Meng dkk., 2005), *hydrogels* (Goiti dkk., 2007), dan *thermal decomposition* (Maity dkk., 2009). Sintesis tersebut berguna untuk mengubah karakteristik dan ukuran partikel/kristal dari magnetit yang dihasilkan (Darminto dkk., 2011). Adapun metode sintesis dengan kopresipitasi merupakan metode yang mudah dilakukan untuk memperoleh serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari bahan dasar pasir besi dengan biaya yang murah. Sintesis yang dilakukan dengan metode kopresipitasi biasanya menggunakan variasi pH, temperatur saat reaksi (*reaction temperature*), maupun laju pengadukan (*stirring rate*) (Sunaryono dkk., 2015).

Sejauh pengetahuan penulis, penelitian tentang sintesis nanokristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berbahan dasar batu besi dengan variasi pengontrolan pH belum ditemukan di literatur. Oleh karena itu dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari bahan dasar berupa batu besi dengan metode kopresipitasi dalam variasi pengontrolan pH.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini meliputi:

1. Bagaimana efektivitas metode kopresipitasi dalam sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari bahan dasar batu besi dengan variasi pH?
2. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap struktur kristal dan sifat magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dengan metode kopresipitasi?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui efektivitas sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari bahan dasar batu besi dengan metode kopresipitasi dalam variasi pH.
2. Mengetahui pengaruh variasi pH terhadap struktur kristal dan sifat magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang disintesis dengan metode kopresipitasi.

### 1.4 Batasan Masalah

Batasan dalam penelitian ini adalah sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari bahan dasar batu besi menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi pH, analisis struktur kristal dan mikrostruktur masing-masing dengan menggunakan XRD dan TEM. Sifat fisis berupa karakteristik magnet akan dianalisis dengan menggunakan data *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan pemahaman tentang proses sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari bahan dasar batu besi dengan metode kopresipitasi dengan variasi pH dan menjadi salah satu referensi untuk perkembangan penelitian selanjutnya yang berkaitan tentang sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari bahan alam.

### 1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika dalam penulisan Tugas Akhir ini meliputi: abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian yang dilakukan, Bab I (Pendahuluan) yang terdiri dari latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan

sistematika penulisan, Bab II (Tinjauan Pustaka) berisi tentang dasar-dasar teori yang menunjang penelitian ini, Bab III berisi tentang metodologi penelitian, Bab IV berisi tentang hasil penelitian dan pembahasan, dan Bab V merupakan kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

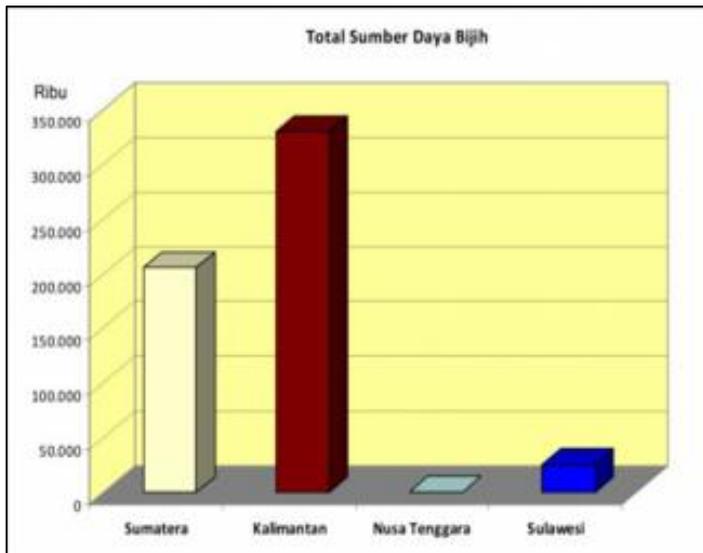
#### **2.1 Bijih Besi**

Besi merupakan unsur logam terbanyak kedua di bumi. Bijih besi dapat ditemukan di alam baik berupa endapan logam yang berdiri sendiri maupun bercampur dengan mineral logam lainnya. Besi yang terkandung sebagai logam tanah (residual) biasanya mempunyai nilai ekonomis yang rendah. Pada umumnya endapan besi yang mempunyai nilai ekonomis dapat ditemukan dalam bentuk magnetit, hematit, limonit, dan siderit. Akan tetapi ada juga yang berupa mineral seperti pirit, pirhotit, markasit, dan chamosit (Prabowo, 2011).

Bijih besi dapat digolongkan menjadi tiga jenis berdasarkan asal-usul terbentuknya, yaitu besi primer yang terbentuk akibat proses hidrotermal, besi laterit terbentuk akibat proses pelapukan, dan pasir besi yang terbentuk akibat proses rombakan dan sedimenasi secara fisika dan kimia. Dari sekian banyak mineral bijih besi yang ada di alam, magnetit mempunyai kandungan Fe yang paling tinggi, tetapi hanya tersedia dalam jumlah kecil. Pada Tabel 2.1 dapat dilihat prosentase kandungan Fe dari mineral-mineral bijih besi yang bernilai ekonomis. Sementara itu, jumlah bijih besi di alam Indonesia cukup melimpah dan tersebar di beberapa wilayah yang dapat dilihat pada Gambar 2.1.

**Tabel 2.1** Bijih besi yang bernilai ekonomis (Bateman dan Jensen, 1981)

Mineral	Rumus kimia	Kandungan Fe (%)	Klasifikasi komersial
Magnetit	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	72,4	Magnetik atau bijih hitam
Hematit	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	70,0	Bijih merah
Limonit	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	59-63	Bijih coklat
Siderit	$\text{FeCO}_3$	48,2	<i>Spathic, black band, clay ironstone</i>



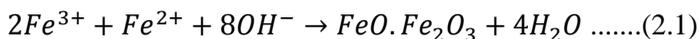
**Gambar 2.1** Grafik sumber daya bijih besi di wilayah Sumatera, Kalimantan, Nusa Tenggara dan Sulawesi (“Pusat Sumber Daya Mineral Batubara dan Panas Bumi - Badan Geologi”, 2010)

## 2.2 Besi Oksida

Besi merupakan komponen dari kerak bumi dengan prosentase sekitar 5%. Bentuk murni besi biasanya berwarna gelap atau abu-abu keperakan dengan kilap logam. Besi sangat mudah bereaksi dan teroksidasi membentuk karat. Karakteristik besi mempunyai sifat magnetik sangat kuat dan mudah ditempa (Prabowo, 2011).

Besi oksida merupakan senyawa kimia yang terdiri dari unsur besi dan oksigen. Biasanya logam ini diperoleh di alam berupa mineral oksida besi magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), dan maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Berbagai fasa oksida besi juga dapat dihasilkan dari perbedaan suhu kalsinasi, yaitu magnetit pada suhu ruang, hematit pada suhu kalsinasi  $300\text{ }^\circ\text{C} - 600\text{ }^\circ\text{C}$ , dan maghemit pada suhu kalsinasi  $200\text{ }^\circ\text{C}$  (Aji dkk., 2007; Chirita dan Grozescu, 2009).

Pembentukan besi oksida dari ion logam besi dipengaruhi beberapa faktor, antara lain konsentrasi ion logam besi dalam larutan dan pH reaksi. Reaksi pembentukan besi oksida dapat berasal dari ion logam  $\text{Fe}^{2+}$  maupun ion logam  $\text{Fe}^{3+}$ . Endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berwarna hitam dapat terbentuk setelah mencampurkan larutan basa besi dan larutan dasar dengan perbandingan molaritas ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  (1:2) dengan Persamaan reaksi (2.1)



Larutan yang hanya mengandung ion  $\text{Fe}^{2+}$  dapat membentuk endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada suasana basa melalui reaksi ikatan dengan ion  $\text{OH}^-$  menjadi  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  berwarna hijau pekat (*dark green*). Reaksi ini dapat dilihat pada Persamaan (2.2).



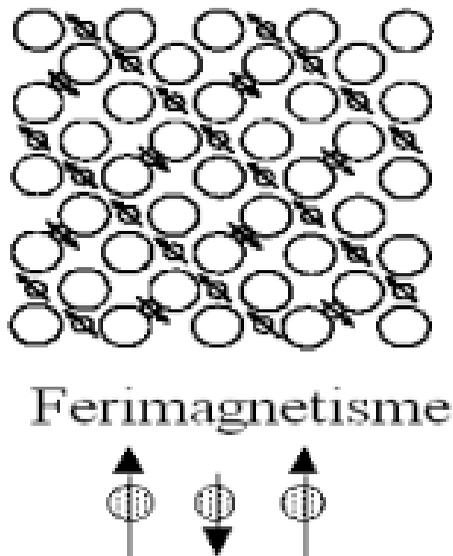
Endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada larutan tersebut secara berkala akan berubah menjadi hitam seiring dengan bertambahnya pH larutan. Sedangkan pada suasana asam reaksi pembentukan besi oksida hanya dapat terjadi melalui larutan yang mengandung ion logam  $\text{Fe}^{3+}$ . Jumlah ion  $\text{Fe}^{2+}$  maupun ion  $\text{Fe}^{3+}$  dalam larutan yang membentuk besi oksida bergantung pada kemampuan ion logam besi tersebut bereaksi dengan ion  $\text{OH}^-$  dalam larutan. Semakin pekat konsentrasi larutan maka semakin besar kemampuan ion-ion tersebut untuk bereaksi. Ion  $\text{Fe}^{2+}$  mampu memberikan efek yang berbeda dalam pembentukan besi oksida pada suasana asam, netral, ataupun basa (Darminto dkk., 2011).

### 2.3 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (Magnetit)

Magnetit mempunyai rumus kimia  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  atau ( $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Magnetit merupakan salah satu senyawa besi oksida yang mempunyai nilai ekonomis yang tinggi. Partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  merupakan salah satu material yang banyak dikembangkan karena memiliki potensi aplikasi yang besar di bidang farmasi, biomedis, alutsista, dan lain-lain (Sunaryono dkk., 2015).

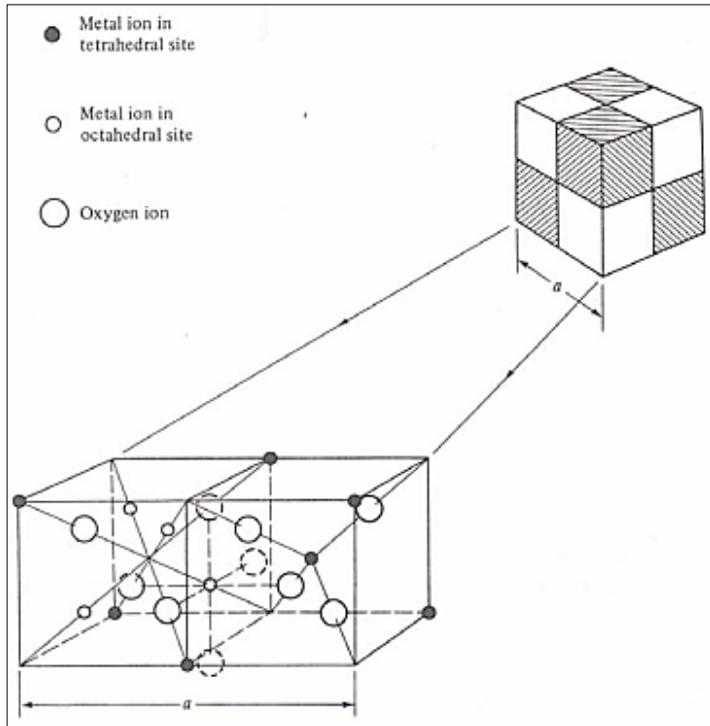
Magnetit merupakan salah satu pembawa magnetisasi remanen alami (NRM) yang paling stabil pada batuan sedimen (Kirschvink dan Chang, 1984). Magnetit mempunyai karakteristik yang unik karena merupakan material ferimagnetik dan dapat menghantarkan listrik seperti logam pada umumnya, sehingga dapat berinteraksi kuat dengan medan magnet dan medan listrik. Magnetit banyak dikembangkan mulai dari kebutuhan industri sampai pada pembuatan jaringan tiruan tubuh manusia dengan memanfaatkan sifat elektromagnetik dari material tersebut (Kirschvink, 1981). Pada awalnya, magnetit digolongkan sebagai material feromagnetik, akan tetapi pada tahun 1940-an, Neel memunculkan teori tentang material ferimagnetik dimana material ini mempunyai

senyawa ionik dan struktur kristal yang kompleks. Sebagai material ferimagnetik tentunya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mempunyai spin magnetik yang secara sederhana dapat direpresentasikan pada Gambar 2.2



**Gambar 2.2** Spin magnetik material ferrimagnetik  
(Moskowitz, 1991)

Magnetit mempunyai struktur spinel, dimana atom-atom oksigen yang lebih besar membentuk struktur kubik, sedangkan atom Fe yang lebih kecil mengisi situs tetrahedral dan oktahedral. Pada situs tetrahedral, atom Fe dikelilingi oleh 4 atom oksigen, sedangkan pada situs oktahedral atom Fe dikelilingi oleh 6 atom oksigen. Magnetit tergolong ke dalam *Space Group* no. 227 ( $Fd\bar{3}m$ ) dengan parameter kisi ( $a = b = c = 8,3122 \text{ \AA}$ ) dan sudut ( $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ) seperti Gambar 2.3.



**Gambar 2.3** Struktur kristal magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) (Cullity dan Graham, 2009)

Material feromagnetik seperti  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mempunyai sifat tertentu, seperti rapuh, keras, tahan panas, dan tahanan jenis listrik yang tinggi. Material feromagnetik dapat termagnetisasi secara spontan pada temperatur Currie dan berubah menjadi paramagnetik pada temperatur di atas temperatur Currie (Chrismant, 1988).

## 2.4 Derajat Keasaman (pH)

pH merupakan derajat keasaman yang menyatakan tingkat keasaman atau kebasaan suatu larutan. Nilai pH mempunyai rentang mulai dari 0 sampai dengan 14. pH netral mempunyai

nilai 7, sedangkan pH di bawah 7 menunjukkan bahwa larutan tersebut bersifat asam dan pH di atas 7 menunjukkan bahwa larutan tersebut bersifat basa. Sifat asam dan basa suatu larutan akan semakin kuat saat nilai pH jauh dari 7 (*Wikipedia ensiklopedia bebas*, 2017).

Senyawa asam dapat melepas ion hidrogen ( $H^+$ ) saat dilarutkan dalam air, sedangkan senyawa basa dapat melepas ion hidroksida ( $OH^-$ ) saat dilarutkan dalam air. Berdasarkan teori yang dikemukakan oleh Lewis menyatakan bahwa senyawa asam dapat menerima pasangan elektron bebas dari senyawa lain, sedangkan senyawa asam dapat memberikan pasangan elektron bebas terhadap senyawa lain. Indikator sederhana untuk mengetahui senyawa asam dan basa adalah dengan kertas lakmus, dimana senyawa asam akan merubah kertas lakmus menjadi merah dan senyawa basa akan merubah kertas lakmus menjadi biru. Akan tetapi untuk mengetahui nilai pH secara akurat biasanya digunakan pH meter. Nilai pH juga dapat diketahui melalui perhitungan teoritis pada Persamaan (2.3)

$$pH = -\log_{10}[H^+] \dots\dots\dots (2.3)$$

Persamaan (2.3) menyatakan bahwa nilai pH merupakan minus logaritma dari aktivitas ion  $H^+$  yang terlarut dalam air (Chang dan Overby, 2011).

Adapun fase, ukuran, dan morfologi produk hasil sintesis dipengaruhi oleh berbagai faktor dalam pembentukan kristal, seperti pH larutan, temperatur reaksi, konsentrasi larutan, dan lama waktu sintesis (Saidah, 2012). Penelitian yang telah dilakukan oleh Darminto dkk. (2011) berhasil mensintesis partikel nano  $Fe_3O_4$  dengan metode kopresipitasi dalam variasi pH berbeda. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin besar pH reaksi, ukuran kristal  $Fe_3O_4$  yang terbentuk semakin

kecil. Hal ini berarti ada hubungan keterbalikan antara pH reaksi dengan ukuran kristal.

## 2.5 Kurva Histerisis Magnet

Secara umum material magnetik dikelompokkan menjadi 2 jenis, yaitu magnet keras (*hard magnetic material*) dan magnet lunak (*soft magnetic material*). Ciri-ciri dari magnet keras biasanya mempunyai sifat magnet yang permanen (tidak mudah dimagnetisasi). Sedangkan magnet lunak biasanya mudah dimagnetisasi dan didemagnetisasi. Medan magnet dapat dihasilkan melalui mekanisme elektromagnetik, yaitu dengan mengalirkan arus listrik melalui suatu konduktor dan memenuhi Persamaan (2.4) yang menyatakan kuat medan magnet.

$$H = \frac{0,4 \pi N.I}{l} \dots\dots\dots (2.4)$$

dengan  $H$  adalah kuat medan magnet (A/m),  $N$  adalah jumlah lilitan,  $I$  adalah arus (A), dan  $l$  adalah panjang kumparan (m). Sedangkan hubungan antara kuat medan magnet ( $H$ ) dengan induksi magnetik ( $B$ ) dapat dinyatakan melalui Persamaan (2.5).

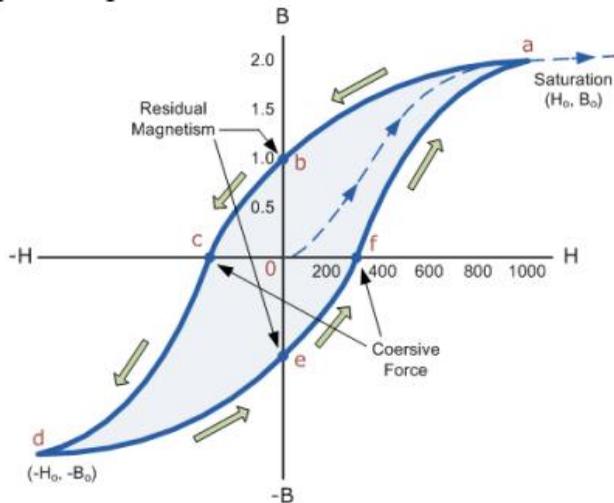
$$B = \mu_0(H + M) \dots\dots\dots (2.5)$$

dengan  $M$  adalah magnetisasi dan  $\mu_0$  adalah permeabilitas ruang hampa ( $4\pi \times 10^{-7}$  T.m/A) (Smith, 1990).

Saat arus listrik dialirkan melalui suatu kumparan, maka akan timbul medan magnet di sekitar kumparan tersebut. Jika arus tersebut dinaikkan maka medan magnet semakin meningkat sampai pada titik konstan. Hal ini menunjukkan

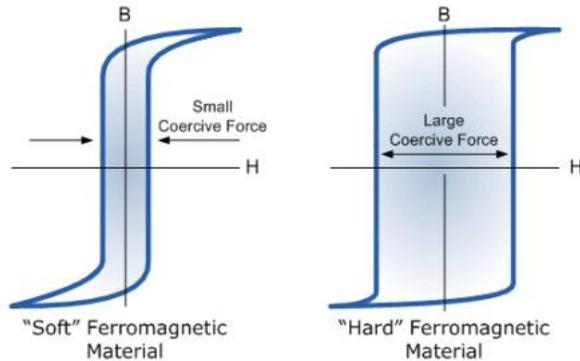
bahwa inti bahan feromagnetik telah mencapai titik jenuh dan rapat fluks maksimal.

Ketika arus diputus, maka fluks magnet tidak hilang sepenuhnya dikarenakan inti bahan feromagnetik yang masih mempertahankan sifat kemagnetannya. Kemampuan bahan untuk mempertahankan sifat kemagnetannya biasa disebut dengan *retentivity*, sedangkan jumlah fluks magnetik yang tersisa disebut dengan *magnetisme residual*. Saat fluks magnetik mencapai titik maksimal (titik jenuh) dan arus listrik diturunkan maka terjadi pelebaran nilai H (*coersive force*) sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 2.4.



**Gambar 2.4** Kurva histerisis (“[electronicstutorials.ws](http://electronicstutorials.ws)”, 2011)

Material yang tergolong *hard magnetic* mempunyai *retentivity* yang tinggi, sedangkan material *soft magnetic* mempunyai *retentivity* yang rendah. Kurva histerisis material biasanya diperoleh dari uji *vibrating sample magnetor (VSM)*. Perbedaan kurva histerisis material *soft magnetic* dengan material *hard magnetic* dapat dilihat pada Gambar 2.5



**Gambar 2.5** Perbedaan kurva histerisis material *soft magnetic* dan *hard magnetic* (“electronicstutorials.ws”, 2011)

## 2.6 Metode Kopresipitasi

Kopresipitasi merupakan presipitasi simultan dari komponen yang biasanya larut dengan komponen makro dari larutan yang sama dengan pembentukan kristal campuran, dengan adsorpsi, oklusi, atau jebakan mekanis. Kopresipitasi sangat sesuai untuk menghasilkan distribusi komponen katalis yang homogen, atau untuk pembuatan prekursor dengan perhitungan stoikiometri sebelumnya, yang dapat dengan mudah dikonversi menjadi katalis aktif (Schuth dkk., 2008).

Kopresipitasi merupakan metode sintesis *bottom up* yang digunakan untuk memperoleh partikel berukuran nanometrik. Metode *bottom up* berarti partikel yang terbentuk mengalami proses pertumbuhan butir (*grain growth*) (Sau dan Rogach, 2012). Metode kopresipitasi dapat digunakan untuk menghasilkan material berbentuk padatan (*solid*) dari presipitatnya yang berupa cairan (*aqueous*) (Zhu dkk., 2005). Metode kopresipitasi sangat sesuai untuk diterapkan pada proses sintesis material logam seperti besi (Fe), seng (Zn), dan titanium (Ti) (Castro dkk., 2008; Ningtyas, 2010).

Mekanisme kopresipitasi terbagi menjadi tiga proses, yaitu inklusi, okluasi dan absorpsi. Inklusi merupakan proses ketika impuritas menyusup ke dalam kisi kristal tanpa mengubah struktur kristal aslinya. Jumlah kristal yang tercampur bergantung pada jumlah impuritasnya. Setelah itu dilanjutkan dengan proses okluasi dimana terjadi penyerapan impuritas di dalam kristal yang sedang tumbuh sehingga muncul ketidaksempurnaan kristal. Dalam keadaan ini absorpsi menjadi faktor penentu dari jumlah okluasi. Terakhir adalah proses absorpsi permukaan oleh presipitat setelah terbentuk. Hal ini dapat terjadi jika presipitat mempunyai luas permukaan yang besar. Permukaan presipitat bersifat aktif, dimana ion-ion pada permukaan kristal belum stabil sehingga dapat mempengaruhi ion lain yang berlawanan dalam larutan. Jika presipitat mempunyai sifat kristal mikroskopik maka jumlah kopresipitasi bukan disebabkan oleh absorpsi permukaan (Kolthoff, 1932).

Metode kopresipitasi mempunyai beberapa keunggulan, diantaranya dapat menghasilkan produk dengan tingkat kemurnian yang tinggi, proses pengendapan yang sangat sederhana, waktu sintesis lebih cepat dengan biaya yang murah. Metode kopresipitasi memungkinkan untuk memperoleh hasil serbuk dengan ukuran kristal berskala nanometrik (Sunaryono dkk., 2015).

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

Penelitian tugas akhir ini bertujuan untuk mensintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan tingkat kemurnian tinggi yang berasal dari batu besi daerah Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Sintesis ini menggunakan metode *co-precipitation* dengan variasi pengontrolan pH. Berikut langkah kerja dari penelitian yang dilakukan.

#### **3.1 Prosedur Sintesis**

Adapun langkah-langkah yang harus dilakukan untuk sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada penelitian tugas akhir ini adalah:

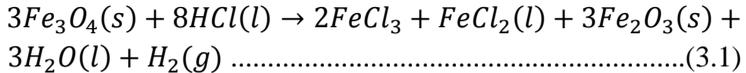
##### **3.1.1 Preparasi sampel**

Langkah pertama adalah menghancurkan batu besi yang berukuran cukup besar dengan penumbuk besi sampai berukuran kerikil kecil. Bijih besi yang berupa kerikil kecil tersebut kemudian dilakukan separasi menggunakan magnet permanen, dicuci dengan aquades beberapa kali dan terakhir dengan alkohol serta dilakukan *ultrasonic cleaning* guna memisahkan bijih besi dari pengotornya. Sebelumnya bijih besi telah dilakukan uji XRF guna mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam batu besi tersebut.

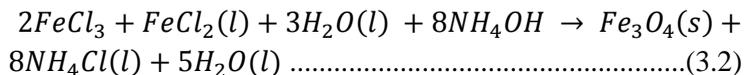
##### **3.1.2 Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$ dengan metode *co-precipitation***

Sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diawali dengan menimbang batu besi yang berukuran sekitar  $\pm 0,5$  cm sebanyak 12 gram. Selanjutnya larutan HCl 37% dituangkan ke dalam tabung ukur sebanyak 160 ml. Kedua bahan tersebut kemudian dicampurkan ke dalam gelas beker dengan perbandingan setiap 3 gram batu besi dilarutkan dengan HCl sebanyak 40 ml. Kedua bahan yang telah

dicampurkan tersebut kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* di atas *hot plate* selama 1 jam dengan temperatur 70 °C dan kecepatan putaran 5 mod. Setelah itu, larutan disaring dengan menggunakan kertas saring sebanyak 2 kali penyaringan. Persamaan reaksi kimia yang terjadi dapat dilihat pada Persamaan (3.1).



Larutan yang telah lolos proses penyaringan kemudian dilakukan titrasi dengan menambahkan larutan ammonia (NH<sub>4</sub>OH) 25% menggunakan pipet tetes sambil diaduk oleh *magnetic stirrer* di atas *hot plate* dengan temperatur 70 °C untuk memperoleh pH yang diinginkan, yaitu pH 9,06; 10; dan 11. Setelah diperoleh pH yang diinginkan, larutan tersebut kemudian dibiarkan berada di atas *hot plate* dan dilakukan *stirring* selama setengah jam. Selanjutnya larutan hasil proses kopresipitasi dicuci dengan aquades beberapa kali guna menghilangkan basa (pH netral) dan endapannya dikeringkan di atas *hot plate* dengan temperatur 150 °C sampai kering dan menjadi serbuk. Adapun persamaan reaksi kimia sampai terbentuknya endapan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dilihat pada Persamaan (3.2) berikut.



Serbuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dihasilkan kemudian disimpan di dalam botol kaca berukuran kecil yang ditutup rapat guna dilakukan karakterisasi berikutnya.

## 3.2 Karakterisasi Sampel

### 3.2.1 X-ray Diffractometer (XRD)

*X-Ray Diffractometer (XRD)* merupakan teknik umum yang dipakai untuk mengetahui karakteristik kristalografi suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul (Wahyuni dan Hastuti, 2010).

Instrumen XRD yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini bertipe *Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer)* yang terdapat di Laboratorium Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS, Surabaya. Pengujian sampel dilakukan pada jangkauan sudut  $2\theta$   $15^\circ$  sampai dengan  $65^\circ$  dengan Cu sebagai sumber sinar-x ( $\lambda = 1.541874 \text{ \AA}$ ). Data XRD yang dihasilkan kemudian dilakukan identifikasi fasa secara kualitatif menggunakan *software Match!*. Sedangkan ukuran kristal dianalisis secara kuantitatif menggunakan persamaan Scherrer.



**Gambar 3.1** Instrumen XRD

### 3.2.2 *Particle Size Analyzer (PSA)*

Pengujian sampel serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan PSA dilakukan di Laboratorium Zat Padat, Departemen Fisika ITS, Surabaya. Sampel yang akan diuji dilarutkan terlebih dahulu dalam medium akuades dan dijadikan sampel koloid. Setelah itu, sampel dimasukkan ke dalam sepertiga *cuvet* dan diuji. Alat uji PSA yang digunakan bertipe *Malvern Zeta Nanosizer* dengan prinsip gerak Brownian. Dengan karakterisasi PSA akan diperoleh hasil berupa ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  beserta distribusi ukurannya. Adapun instrumen PSA sendiri dapat dilihat pada Gambar 3.2.



**Gambar 3.2** Instrumen PSA

### 3.2.3 *Transmission Electron Microscopy (TEM)*

Pengujian sampel dengan TEM dilakukan di *Research Center for Nanosciences and Nanotechnology*, ITB, Bandung. Karakterisasi TEM digunakan untuk melihat mikrostruktur dari sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam skala nanometrik.

Kelebihan yang dimiliki oleh TEM adalah resolusinya yang sangat tinggi, yaitu berkisar antara 0,1~0,2 nm. Pada uji TEM, sampel yang disiapkan harus setipis mungkin agar dapat

ditembus oleh elektron yang kemudian hasil dari tembusan elektron tersebut diolah menjadi gambar. Secara singkat, prinsip kerja TEM adalah sinar elektron mengiluminasi spesimen dan menghasilkan sebuah gambar di atas layar pospor.



**Gambar 3.3** Instrumen TEM

### ***3.2.4 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)***

Karakterisasi VSM dilakukan di PSTBM-BATAN Serpong, Tangerang Selatan. Uji VSM dilakukan untuk mengukur sifat magnetik dari sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah disintesis.

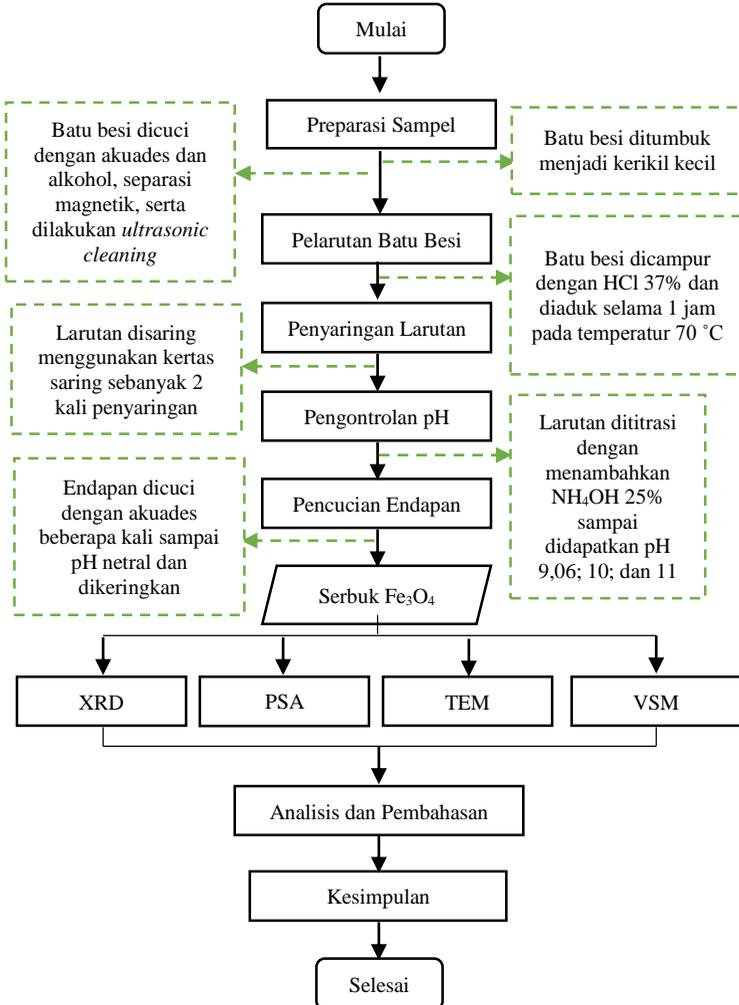
VSM bekerja dengan menggunakan hukum Induksi Faraday dengan mengubah medan magnet menjadi medan listrik. Besarnya medan listrik tersebut dapat diukur dan memberikan informasi tentang besarnya perubahan medan

magnet. Secara prinsip, pada pengukuran sifat magnetik dengan VSM, sampel akan digetarkan dengan arah vertikal pada sekitar titik tengah sistem koil pembaca tegangan dengan amplitudo tertentu. Tegangan yang terinduksi pada sistem koil akan sebanding dengan momen magnetik sampel yang diuji. Informasi yang diperoleh dari uji VSM ditampilkan dalam bentuk kurva histerisis



**Gambar 3.4** Instrumen VSM

### 3.3 Diagram Alir Penelitian



**Gambar 3.5** Diagram alir penelitian

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

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

Hasil dari setiap tahapan sintesis yang dilakukan pada Bab III dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1 sampai dengan Gambar 4.3. Gambar 4.1 merupakan hasil dari penumbukan bongkahan besar batu besi menjadi bongkahan yang lebih kecil. Sedangkan hasil uji XRF dari batu besi dapat dilihat pada Tabel 4.1.



**Gambar 4.1** Bahan dasar batu besi Tanah Laut

**Tabel 4.1** Hasil uji XRF batu besi (Nailazzulfa, 2015)

Unsur	Wt (%)
Fe	74,78
Cu	12,53
S	6,97
Ca	3,30
Mn	1,20
Ti	0,836
P	0,193
Zn	0,156
Nb	0,0162
In	0,0077
Sn	0,0070

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa batu besi yang telah dilakukan separasi magnet dan *ultrasonic cleaning* berubah warna menjadi hitam pekat sehingga mengindikasikan bahwa kemurniannya meningkat dibandingkan sebelumnya. Sedangkan Gambar 4.3 menunjukkan hasil sintesis berupa serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan variasi pH 9,06; 10; dan 11. Serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan mempunyai warna yang hampir sama untuk semua variasi pH yang digunakan.



**Gambar 4.2** Batu besi setelah proses separasi magnet dan *ultrasonic cleaning*.



(a)

(b)

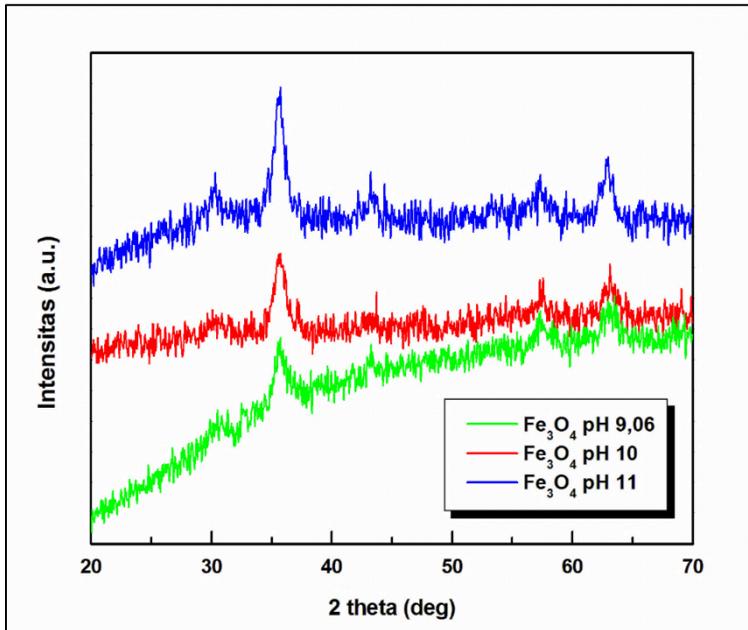
(c)

**Gambar 4.3** (a) Serbuk hasil sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 9,06; (b) Serbuk hasil sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 10; (c) Serbuk hasil sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 11.

## 4.2 Hasil Karakterisasi XRD

Pola-pola difraksi sinar-x sampel-sampel serbuk yang disintesis dengan metode kopresipitasi dengan variasi pH dapat dilihat pada Gambar 4.4. Pola difraksi semua sampel serbuk telah menunjukkan fase tunggal magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) berdasarkan kecocokan dengan *database* PDF no. 75-449. Puncak-puncak khas dari fase magnetit telah teridentifikasi dengan baik, yaitu pada posisi  $2\theta \approx 30,43^\circ$ ;  $35,84^\circ$ ; dan  $63,31^\circ$ . Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan dari masing-masing pH, dapat dilihat bahwa sampel pH 9,06 mempunyai pola yang unik yaitu dengan latar yang cenderung naik terhadap sudut pengukuran dan berbeda dengan pH lainnya, akan tetapi posisi puncak-puncaknya tetap sama dengan pH lainnya. Pada semua variasi pH, pola difraksi yang dihasilkan cenderung mempunyai intensitas puncak yang rendah. Hal ini dikarenakan sumber sinar-x yang digunakan untuk karakterisasi XRD adalah sinar Cu, di mana sinar tersebut akan cenderung diserap oleh bahan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Zevin, 2012) sehingga puncak-puncak yang dihasilkan mempunyai intensitas yang rendah dengan *background noise* yang cukup tinggi.

Pada Gambar 4.4, dapat juga dilihat bahwa puncak-puncak difraksi sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mengalami pelebaran dan peningkatan intensitas seiring dengan meningkatnya pH variasi yang digunakan. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin meningkat pH sampel maka ukuran kristalnya semakin kecil.



**Gambar 4.4** Pola difraksi sinar-x ( $\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$ ) sampel serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  variasi pH

Selanjutnya untuk menghitung ukuran kristal serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berdasarkan data XRD, maka digunakan formula yang dirumuskan oleh Scherrer pada Persamaan (4.1):

$$D = \frac{K \lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots (4.1)$$

dengan  $D$  adalah ukuran kristal,  $K$  adalah konstanta untuk magnetit (0,89),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar Cu  $K\alpha$  yang digunakan,  $B$  adalah *full-width at half-maximum (FWHM)* yang sudah dikoreksi efek pelebaran puncak instrumen, dan  $2\theta$  adalah sudut dari puncak difraksi tertinggi (Morel, dkk., 2013). Hasil perhitungan ukuran kristal menggunakan Persamaan (4.1) untuk semua sampel dapat dilihat pada Tabel 4.2.

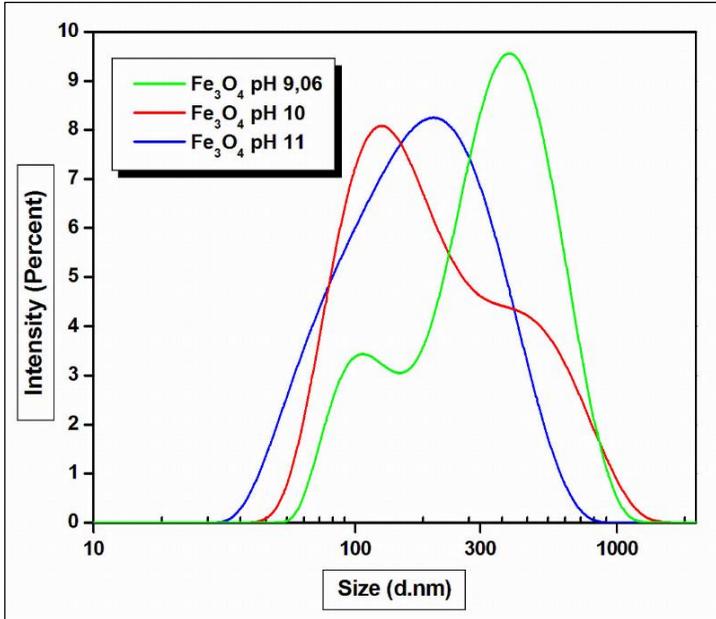
**Tabel 4.2** Ukuran kristal serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  variasi pH dengan metode Scherrer

Serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4$	Ukuran Kristal (nm)
pH 9,06	10
pH 10	8
pH 11	7

Ukuran kristal yang dihasilkan dari perhitungan menggunakan formula Scherrer sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 4.2 mempunyai kecenderungan menurun seiring dengan meningkatnya pH reaksi.

### 4.3 Hasil Karakterisasi PSA

Sampel serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  variasi pH yang telah dihasilkan kemudian dijadikan koloid untuk dilakukan uji PSA sehingga diperoleh distribusi ukuran partikelnya sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 4.5. Ukuran partikel yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 menyatakan bahwa sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 11 mempunyai distribusi nilai pada rentang ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 9,06 dan pH 10. Fenomena tersebut mengindikasikan bahwa sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 11 mempunyai ukuran rata-rata partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan sampel pH 9,06 dan pH 10.



**Gambar 4.5** Distribusi ukuran partikel sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> variasi pH

Sementara itu ukuran partikel rata-rata dari masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3** Ukuran partikel rata-rata sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> variasi pH

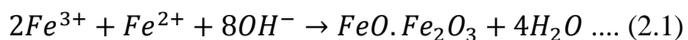
Sampel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Ukuran Partikel (nm)
pH 9,06	315
pH 10	190
pH 11	153

Pada Tabel 4.3 dapat dilihat bahwa ukuran partikel sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> cenderung menurun seiring dengan meningkatnya pH reaksi. Hasil PSA ini mempunyai tren yang sama dengan hasil

perhitungan sebelumnya menggunakan formula Scherrer sebagaimana telah ditunjukkan pada Tabel 4.2, yaitu semakin tinggi nilai pH akan menurunkan ukuran partikelnya. Fenomena tersebut juga telah dilaporkan oleh penelitian Darminto, dkk. (2011) yang menyatakan bahwa ukuran nanopartikel  $Fe_3O_4$  yang disintesis dengan variasi pH 7,37 – 10,55 cenderung menurun seiring dengan naiknya pH larutan, yaitu rentang ukuran 18 – 55 nm. Hal senada juga diungkapkan pada penelitian yang dilakukan oleh Sun, dkk. (2007) tentang sintesis nanopartikel  $Fe_3O_4$  dengan variasi pH 9 – 11.

Fenomena menurunnya ukuran partikel seiring dengan meningkatnya pH larutan terjadi karena beberapa faktor. Faktor utamanya adalah adanya pengaruh dari tegangan antar muka dan kekuatan ionik selama proses pelarutan dan rekristalisasi yang mengarah pada peningkatan pertumbuhan partikel atau penurunan spesifik luas permukaan. Ion berlebih dalam larutan menyebabkan tegangan antar muka menurun sehingga pertumbuhan partikel menjadi lambat (Darminto dkk., 2011). Oleh karena itu, sampel  $Fe_3O_4$  pH 11 mempunyai ukuran partikel yang lebih kecil di antara sampel lainnya dikarenakan pH 11 mempunyai kekuatan ionik yang lebih tinggi.

Valensi garam besi yang digunakan dalam sintesis juga berperan penting dalam menentukan ukuran nanopartikel  $Fe_3O_4$ . Dalam metode kopresipitasi, umumnya endapan hitam nanopartikel  $Fe_3O_4$  terbentuk setelah mencampur larutan garam besi dengan larutan basa dan bereaksi seperti yang ditunjukkan pada Bab II dalam Persamaan (2.1).



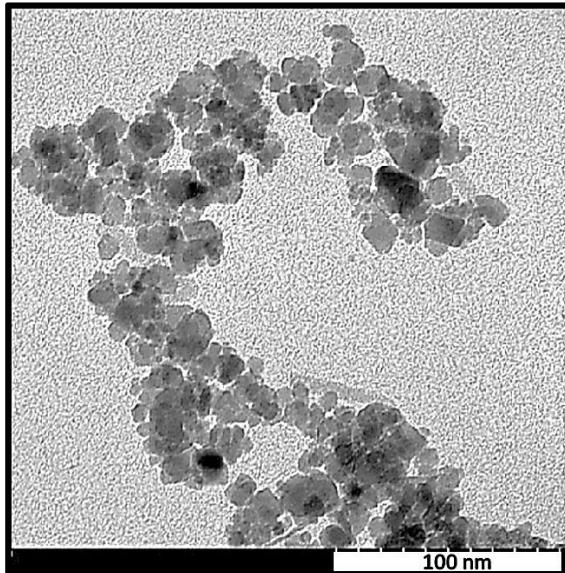
Pada peningkatan pH yang cepat, ion  $Fe^{3+}$  akan segera diendapkan pada pH 3 sebagai bentuk ferrihidrit yang sangat larut dan kemudian bereaksi dengan ion  $Fe^{2+}$  yang ada dalam

larutan untuk membentuk magnetit (Liong, 2005). Pembentukan endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  melibatkan proses pelarutan dan rekristalisasi, yaitu ion  $\text{Fe}^{2+}$  teradsorpsi ke dalam besi hidroksida yang kemudian diikuti dengan penataan ulang struktural karena transfer elektron  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  melalui tumpang tindih d-orbital (Darminto dkk., 2011).

Sementara itu, hasil uji PSA pada Tabel 4.3 juga menunjukkan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang cukup besar ( $>100$  nm). Hal ini kemungkinan disebabkan oleh rendahnya tingkat dispersitas serbuk nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  di dalam medium akuades yang digunakan untuk pembuatan koloid, sehingga partikel yang terukur menjadi cukup besar.

#### 4.4 Hasil Karakterisasi TEM

Hasil karakterisasi TEM dari sampel serbuk nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diwakili oleh variasi pH 11 sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 4.6.



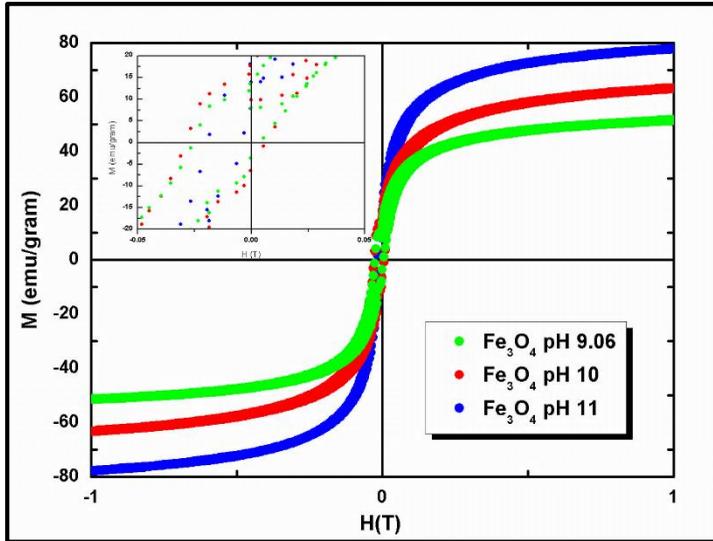
**Gambar 4.6** Hasil TEM sampel serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 11

Pada Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa diameter kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terukur berada pada kisaran di bawah 15 nm. Hasil tersebut hampir mendekati hasil perhitungan yang dilakukan dengan formula Scherrer sebagaimana telah ditampilkan pada Tabel 4.2. Sedangkan penampang kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terlihat dari hasil TEM pada Gambar 4.6 berbentuk kotak cenderung bulat (*spherical cubic*). Hal ini juga telah dilaporkan oleh beberapa penelitian tentang sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , di antaranya yaitu Sunaryono, dkk. (2015), Permana, dkk. (2017), Darminto, dkk. (2011), Morel dkk. (2013), dan Guo, dkk. (2015). Selain itu, bentuk penampang kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terlihat pada Gambar 4.6 sesuai dengan *datasheet* yang menyatakan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit) mempunyai struktur kristal kubik spinel ( $Fd\bar{3}m$ ).

#### 4.5 Hasil Karakterisasi VSM

Sifat magnetik serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah disintesis dengan metode kopresipitasi diukur dengan menggunakan VSM pada temperatur ruang ( $300^\circ\text{K}$ ) sehingga dihasilkan kurva histerisis seperti Gambar 4.7.

Pada Gambar 4.7 dapat dilihat bahwa sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pH 11 mempunyai saturasi magnetik ( $M_s$ ) paling tinggi di antara yang lainnya. Selain itu, kurva histerisis yang ditampilkan juga mempunyai tren yaitu semakin tinggi pH reaksi, nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) yang dihasilkan juga semakin tinggi.



**Gambar 4.7** Kurva histeresis sampel serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  variasi pH

Sementara itu, data kuantitatif hasil magnetisasi sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  variasi pH dapat dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4** Magnetisasi sampel serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  variasi pH

Sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4$	$M_s$ pada 1 T (emu/gram)	$H_c$ (T)
pH 9,06	51,6	0,0158
pH 10	63,3	0,0155
pH 11	77,9	0,0138

Data pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa medan koersivitas ( $H_c$ ) sampel nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  semakin menurun seiring dengan meningkatnya pH reaksi. Selain itu nilai  $H_c$  dari semua sampel juga mendekati 0 yang mengindikasikan bahwa sampel nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada penelitian ini mempunyai sifat superparamagnetik (Liong, 2005).

Jika dikorelasikan dengan data ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  hasil perhitungan dengan formula Scherrer (Tabel 4.2), maka dapat dikatakan bahwa semakin besar ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berdampak pada turunnya nilai saturasi magnetiknya ( $M_s$ ). Hasil tersebut bertolak belakang dengan beberapa penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Sunaryono dkk. (2015), Sun dkk. (2007), Basith dkk. (2012), Saxena dan Singh (2017), dan Xu dkk. (2007) yang menyatakan bahwa semakin besar ukuran nanopartikel bahan magnetik, maka nilai saturasi magnetiknya ( $M_s$ ) juga semakin besar. Akan tetapi, penelitian yang dilakukan oleh Oliveira dkk. (2018) justru memperoleh hasil yang sama dengan penelitian ini, yaitu nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) yang meningkat (6,4 emu/gram s.d. 13,7 emu/gram) seiring dengan ukuran nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang semakin kecil (6,9 nm s.d. 5,0 nm).

Nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) yang diperoleh pada penelitian ini lebih rendah dari nilai bulk magnetit ( $\cong 92$  emu/g) (Caruntu dkk., 2007). Akan tetapi dengan metode sintesis yang sama, nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) yang diperoleh pada penelitian ini dua kali lipat lebih besar dibandingkan dengan nilai  $M_s$  yang dihasilkan pada penelitian Sunaryono dkk. (2015) berupa sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berbahan dasar pasir besi.

Secara umum, partikel magnetik yang berukuran di bawah 100 nm akan berubah menjadi karakteristik *single domain*. Akan tetapi batasan ukuran *single domain* tersebut berbeda-beda di setiap literatur (Liong, 2005). Partikel-partikel yang terletak di daerah *single domain* memiliki momen magnetik tertentu dengan arah yang berbeda dari setiap *domain*. Ketika partikel-partikel diberikan medan magnet eksternal, momen magnetik akan mencoba untuk memperbaiki arah garis-garis gaya magnet dari luar. Semakin banyak momen magnetik yang tidak berorientasi oleh medan eksternal, energi yang dibutuhkan untuk magnetisasi akan lebih besar (Sunaryono dkk., 2015).

Ketika ukuran partikel semakin kecil, maka koersivitas ( $H_c$ ) akan berkurang hingga mencapai nilai 0. Sementara itu, ketika ukuran partikel magnetik berada di bawah 20 nm, maka partikel tersebut akan cenderung mempunyai sifat superparamagnetik (Liong, 2005).

Nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) dan parameter-parameter magnetik dari partikel dipengaruhi oleh banyak faktor termasuk metode sintesis, struktur kristal, sifat permukaan, dan lain-lain (Saxena dan Singh, 2017). Penurunan nilai  $M_s$  sering dikaitkan dengan penurunan pada permukaan di dalam ukuran partikel yang berkorelasi dengan kontribusi spin permukaan, deviasi stoikiometri, dan cacat permukaan (Oliveira dkk., 2018). Bahkan, cacat pada permukaan dapat menurunkan koersivitas sistem nanopartikel dan meningkatkan anisotropi magnetik (Mazo-Zuluaga dkk., 2008). Senyawa ionik secara umum mempunyai momen lokal yang terdefinisi dengan baik pada setiap ion magnetik, tetapi orientasi dari setiap momen dapat diubah. Hal ini terjadi karena persaingan saat interaksi pertukaran ion-ion permukaan yang tidak lengkap dalam koordinasi kulit luarnya, sehingga menghasilkan konfigurasi spin yang tidak teratur di dekat permukaan. Dengan demikian, rata-rata *net moment* berkurang dibandingkan dengan material bulk (Oliveira dkk., 2018).

Secara teoritis, dalam area *single domain*, perubahan magnetisasi dipengaruhi oleh medan magnet sebagaimana dirumuskan pada Persamaan (4.1).

$$M = M_s \left[ \coth \left( \frac{\mu H}{k_B T} - \frac{k_B T}{\mu H} \right) \right] \dots\dots\dots (4.1)$$

di mana  $M$  adalah magnetisasi (emu/gram),  $M_s$  adalah saturasi magnetik (emu/gram),  $\mu$  adalah momen magnetik partikel,  $H$  adalah medan magnet yang digunakan, dan  $k_B$  adalah konstanta

Boltzman. Dengan menggunakan persamaan hubungan antara momen magnetik ( $\mu$ ) dan diameter partikel rata-rata ( $D$ ), persamaan momen magnetik dapat ditulis sebagaimana Persamaan (4.2).

$$\mu = \frac{M_s \pi \rho D^3}{6} \dots\dots\dots (4.2)$$

di mana  $\rho$  adalah densitas magnetit ( $\text{g/cm}^3$ ). Persamaan (4.1) dapat dijelaskan dengan menggunakan persamaan Langevin (Chantrell dkk., 1978). Persamaan ini menciptakan kurva hubungan antara medan magnet dan magnetisasi, yaitu magnetisasi magnetit meningkat seiring dengan meningkatnya medan magnet (Sunaryono dkk., 2015).

Selanjutnya, kecocokan hasil dipenuhi oleh dua kontribusi, yaitu fungsi Langevin sebagai kontribusi non-linier dari  $M(H)$ , dan  $M = \chi H$  sebagai kontribusi linier. Respon linier ini mencirikan keadaan paramagnetik yang dapat dikaitkan dengan cacat pada permukaan nanopartikel. Dengan demikian, fenomena turunnya saturasi magnetik ( $M_s$ ) seiring dengan meningkatnya ukuran nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada penelitian ini dapat disebabkan karena nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tersebut merupakan superparamagnetik parsial, yaitu nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan mempunyai inti dengan karakteristik ferrimagnetik dan dikelilingi oleh *shell* bersifat paramagnetik. Di sisi lain, fenomena tersebut juga kemungkinan dapat disebabkan oleh adanya material lain yang bersifat non-magnetik yang menempel pada permukaan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sehingga mengurangi interaksi magnetik di antara partikel-partikelnya (Oliveira dkk., 2018).

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil analisis data yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Metode kopresipitasi telah berhasil digunakan untuk mensintesis fasa tunggal nano magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dari bahan dasar batu besi.
2. Ukuran kristal nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan semakin kecil seiring dengan meningkatnya pH pengendapan, yaitu sekitar 10 nm untuk pH 9,06; sekitar 8 nm untuk pH 10; dan sekitar 7 nm untuk pH 11.
3. Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan bersifat superparamagnetik parsial.
4. Nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) dari nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan semakin tinggi seiring dengan meningkatnya pH pengendapan, yaitu 51,6 emu/gram untuk pH 9,06; 63,3 emu/gram untuk pH 10; dan 77,9 emu/gram untuk pH 11.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## DAFTAR PUSTAKA

- Aji, M.P., Yulianto, A. dan Bijaksana, S. (2007), “Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal”, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, pp. 106–108.
- Basith, A., Taufiq, A., Sunaryono, S. dan Darminto, D. (2012), “Pengaruh Pemanasan pada Struktur Kristal dan Sifat Kemagnetan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari Pasir Besi”, *Jurnal Fisika Dan Aplikasinya*, Vol. 8 No. 2, p. 120205.
- Bateman, A.M. dan Jensen, M.L. (1981), *Economic Mineral Deposit*, 3rd ed., John Wiley & Sons, New York.
- Caruntu, D., Caruntu, G. dan O’Connor, C.J. (2007), “Magnetic properties of variable-sized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles synthesized from non-aqueous homogeneous solutions of polyols”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 40 No. 19, pp. 5801–5809.
- Castro, A.L., Nunes, M.R., Carvalho, A.P., Costa, F.M. dan Florêncio, M.H. (2008), “Synthesis of Anatase TiO<sub>2</sub> Nanoparticles with High Temperature Stability and Photocatalytic Activity”, *Solid State Sciences*, Vol. 10 No. 5, pp. 602–606.
- Chang, R. dan Overby, J. (2011), *General Chemistry: The Essential Concepts*, 6th ed., McGraw Hill, New York.
- Chantrell, R., Popplewell, J. dan Charles, S. (1978), “Measurements of particle size distribution parameters in ferrofluids”, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 14 No. 5, pp. 975–977.
- Chirita, M. dan Grozescu, I. (2009), “Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Nanoparticle, Physical Properties and Their Photochemical and Photoelectrochemical Applications”, *Chem. Bull.*, Vol. 54 No. 68, pp. 1–8.
- Chrismant, J.R. (1988), *Fundamental of Solid State Physics*, John Wiley & Sons, Canada.

- Cullity, B.D. dan Graham, C.D. (2009), *Introduction to Magnetic Materials*, 2<sup>nd</sup> ed., IEEE/Wiley, Hoboken, N.J.
- Darminto, Cholishoh, M.N., Perdana, F.A., Baqiya, M.A., Mashuri, Cahyono, Y., Triwikantoro, dkk. (2011), “Preparing Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles from Fe<sup>2+</sup> Ions Source by Co-precipitation Process in Various pH”, pp. 234–237.
- Dobson, J. (2006), “Magnetic Nanoparticles for Drug Delivery”, *Drug Development Research*, Vol. 67 No. 1, pp. 55–60.
- “electronicstutorials.ws”.<http://www.electronicstutorials.ws/electromagnetism/electromagneticinduction.html>.
- Goiti, E., Salinas, M.M., Arias, G., Puglia, D., Kenny, J.M. dan Mijangos, C. (2007), “Effect of Magnetic Nanoparticles on The Thermal Properties of Some Hydrogels”, *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 92 No. 12, pp. 2198–2205.
- Gong, J. dan Lin, X. (2003), “Facilitated Electron Transfer of Hemoglobin Embedded in Nanosized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Matrix Based on Paraffin Impregnated Graphite Electrode and Electrochemical Catalysis for Trichloroacetic acid”, *Microchemical Journal*, Vol. 75 No. 1, pp. 51–57.
- Guo, T., Bian, X. dan Yang, C. (2015), “A new method to prepare water based Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ferrofluid with high stabilization”, *Physica A: Statistical Mechanics and Its Applications*, Vol. 438, pp. 560–567.
- Haw, C.Y., Mohamed, F., Chia, C.H., Radiman, S., Zakaria, S., Huang, N.M. dan Lim, H.N. (2010), “Hydrothermal Synthesis of Magnetite Nanoparticles as MRI Contrast Agents”, *Ceramics International*, Vol. 36 No. 4, pp. 1417–1422.

- Kirschvink, J.L. (1981), “Ferromagnetic Crystals (magnetite) in Human Tissue”, *Journal of Experimental Biology*, Vol. 92 No. 1, pp. 333–335.
- Kirschvink, J.L. dan Chang, S.-B.R. (1984), “Ultrafine-grained Magnetite in Deep-sea Sediments: Possible Bacterial Magnetofossils”, *Geology*, Vol. 12 No. 9, pp. 559–562.
- Kolthoff, I.M. (1932), “Theory of Coprecipitation. The Formation and Properties of Crystalline Precipitates”, *The Journal of Physical Chemistry*, Vol. 36 No. 3, pp. 860–881.
- Lakshmanan, R. (2013), *Application of Magnetic Nanoparticles and Reactive Filter Materials for Wastewater Treatment*, PhD Thesis, KTH Royal Institute of Technology.
- Liong, S. (2005), *A Multifunctional Approach to Development, Fabrication, and Characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Composites*, Dissertation, Georgia Institute of Technology.
- Maity, D., Kale, S.N., Kaul-Ghanekar, R., Xue, J.-M. dan Ding, J. (2009), “Studies of Magnetite Nanoparticles Synthesized by Thermal Decomposition of Iron (III) Acetylacetonate in Tri(ethylene glycol)”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 321 No. 19, pp. 3093–3098.
- Mardiansyah, D. (2014), “Analisa Sifat Ferromagnetik Material Menggunakan Metode Monte Carlo”, *Edu Research*, Vol. 2 No. 2, pp. 65–74.
- Mazo-Zuluaga, J., Restrepo, J. dan Mejía-López, J. (2008), “Effect of surface anisotropy on the magnetic properties of magnetite nanoparticles: A Heisenberg–Monte Carlo study”, *Journal of Applied Physics*, Vol. 103 No. 11, p. 113906.

- Meng, J., Yang, G., Yan, L. dan Wang, X. (2005), “Synthesis and Characterization of Magnetic Nanometer Pigment  $Fe_3O_4$ ”, *Dyes and Pigments*, Vol. 66 No. 2, pp. 109–113.
- Morel, M., Martínez, F. dan Mosquera, E. (2013), “Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles from mineral magnetite”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 343, pp. 76–81.
- Moskowitz, B.M. (1991), “Classes of Magnetic Materials”, [http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m\\_b/hg2m\\_b.html](http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m_b/hg2m_b.html) (accessed 28 February 2018).
- Nailazzulfa, K. (2015), *Sintesis Nanopartikel  $Fe_2O_3$  dari Batu Besi dengan Metode Kopresipitasi dalam pH Bervariasi*, Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Ningtyas, S.A. (2010), “Sintesis Partikel Nano  $ZnCo_2O_2$  dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Struktur magneto Dielektrisitasnya”, *library.um.ac.id*.
- Oliveira, P.N., Bini, R.D., Dias, G.S., Alcouffe, P., Santos, I.A., David, L. dan Cótica, L.F. (2018), “Magnetite nanoparticles with controlled sizes via thermal degradation of optimized PVA/Fe(III) complexes”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 460, pp. 381–390.
- Permana, B., Saragi, T., Saputri, M., Safriani, L. dan Rahayu, I. (2017), “Sintesis Nanopartikel Magnetik dengan Metode Kopresipitasi”, *Jurnal Material dan Energi Indonesia*, Vol. 07 No. 02, pp. 17–20.
- Prabowo, H. (2011), *Bijih Besi*, Makalah, Universitas Negeri Padang, Sumatera Barat.
- “Pusat Sumber Daya Mineral Batubara dan Panas Bumi - Badan Geologi”. (2010), <http://psdg.bgl.esdm.go.id>.

- Ramanujan, R.V. dan Lao, L.L. (2006), "The Mechanical Behavior of Smart Magnet–Hydrogel Composites", *Smart Materials and Structures*, Vol. 15 No. 4, pp. 952–956.
- Saidah, I.N. (2012), *Pengaruh Variasi pH Pelarut HCl pada Sintesis Barium M-Heksaferrit dengan Doping Zn (BaFe<sub>11,4</sub>Zn<sub>0,6</sub>O<sub>19</sub>) menggunakan Metode Kopresipitasi*, Tugas Akhir, Departemen Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Sau, T.K. dan Rogach, A.L. (Eds.). (2012), *Complex-Shaped Metal Nanoparticles: Bottom-Up Syntheses and Applications*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Germany.
- Saxena, N. dan Singh, M. (2017), "Efficient synthesis of superparamagnetic magnetite nanoparticles under air for biomedical applications", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 429, pp. 166–176.
- Schuth, F., Hesse, M. dan Unger, K.K. (2008), "Precipitation and Coprecipitation", *Handbook of Heterogeneous Catalysis*, John Wiley & Sons, New Jersey, pp. 100–119.
- Smith, W.F. (1990), *Principle of Material Science and Engineering*, McGraw-Hill, New York.
- Sun, J., Zhou, S., Hou, P., Yang, Y., Weng, J., Li, X. dan Li, M. (2007), "Synthesis and characterization of biocompatible Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles", *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, Vol. 80A No. 2, pp. 333–341.
- Sunaryono, Taufiq, A., Mashuri, Pratapa, S., Zainuri, M., Triwikantoro dan Darminto. (2015), "Various Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles Synthesized from Iron-Sands by Coprecipitation

- Method at Room Temperature”, *Materials Science Forum*, Vol. 827, pp. 229–234.
- Thiesen, B. dan Jordan, A. (2008), “Clinical Applications of Magnetic Nanoparticles for Hyperthermia”, *International Journal of Hyperthermia*, Vol. 24 No. 6, pp. 467–474.
- Wahyuni, M.S. dan Hastuti, E. (2010), “Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan XRD dan X-Ray Physics Basic Unit”, *Jurnal Neutrino*, Vol. 3 No. 1, pp. 32–43.
- Wikipedia ensiklopedia bebas*. (2017), “pH”, 31 December, <https://id.wikipedia.org/w/index.php?title=PH&oldid=13487310> (diakses pada 27 Februari 2018).
- Xu, J., Yang, H., Fu, W., Du, K., Sui, Y., Chen, J., Zeng, Y., dkk. (2007), “Preparation and magnetic properties of magnetite nanoparticles by sol–gel method”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 309 No. 2, pp. 307–311.
- Zevin, L.S. (2012), *Quantitative X-Ray Diffractometry*, Springer-Verlag, New York.
- Zhu, K.-R., Zhang, M.-S., Hong, J.-M. dan Yin, Z. (2005), “Size Effect on Phase Transition Sequence of TiO<sub>2</sub> Nanocrystal”, *Materials Science & Engineering A*, Vol. 1–2 No. 403, pp. 87–93.

## LAMPIRAN

### A. Perhitungan ukuran kristal nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan formula Scherrer

pH	2θ	FWHM sampel	θ	cos θ	FWHM instrumen	K	λ (nm)	π/180
9,06	35,67	1,020	17,835	0,952	0,154	0,89	0,1542	0,0174
10	35,67	1,249	17,835	0,952	0,154	0,89	0,1542	0,0174
11	35,67	1,378	17,835	0,952	0,154	0,89	0,1542	0,0174

Dengan menggunakan formula Scherrer pada Persamaan (4.1)

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

Maka diperoleh:

1. Ukuran kristal sampel nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pH 9,06

$$D = \frac{(0,89) \cdot (0,1542)}{(1,020 - 0,154) \cdot (0,0174) \cdot (0,952)}$$

$$D = \frac{0,137}{0,014} = \mathbf{9,57 \text{ nm}} \text{ atau } \mathbf{10 \text{ nm}} \text{ (pembulatan)}$$

2. Ukuran kristal sampel nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pH 10

$$D = \frac{(0,89) \cdot (0,1542)}{(1,249 - 0,154) \cdot (0,0174) \cdot (0,952)}$$

$$D = \frac{0,137}{0,018} = \mathbf{7,57 \text{ nm}} \text{ atau } \mathbf{8 \text{ nm}} \text{ (pembulatan)}$$

3. Ukuran kristal sampel nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pH 11

$$D = \frac{(0,89) \cdot (0,1542)}{(1,378 - 0,154) \cdot (0,0174) \cdot (0,952)}$$

$$D = \frac{0,137}{0,020} = \mathbf{6,77 \text{ nm}} \text{ atau } \mathbf{7 \text{ nm}} \text{ (pembulatan)}$$

## B. Biodata Penulis



Penulis lahir di Gresik, 02 Mei 1996 dari pasangan Bapak Khoirul Anam dan Ibu Siti Farichah. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis bertempat tinggal di Jl. Timur Pasar no. 09 RT 02 RW 02 Mriyunan Tengah, Sidayu-Gresik. Pendidikan formal yang telah ditempuh yaitu SDNU Kanjeng Sepuh Sidayu (2002-2008), MTs. Kanjeng Sepuh Sidayu (2008-2011), dan MA Kanjeng Sepuh Sidayu (2011-2014). Penulis kemudian melanjutkan pendidikan tinggi di Departemen Fisika FIA-ITS pada tahun 2014 melalui jalur SBMPTN Bidikmisi. Selama masa perkuliahan, Penulis aktif di berbagai organisasi, di antaranya adalah FOSIF ITS, BPU JMMI ITS, dan IQS MTQ ITS. Penulis juga pernah mengikuti PKM Pengabdian Masyarakat yang didanai oleh Kemenristekdikti pada tahun 2017. Penulis bergabung menjadi salah satu anggota Tim *Advanced Material* di bawah bimbingan Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D. sejak semester 7 hingga selesai menjalani tugas akhir (TA) pada tahun 2018. Penulis mempunyai motto hidup untuk selalu dapat bermanfaat bagi orang-orang sekitar. Adapun kritik dan saran dapat dikirimkan melalui *e-mail*: [sulthonuladhim@yahoo.com](mailto:sulthonuladhim@yahoo.com).