

Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ Core Shell Berbasis Bahan Alam

Novi Wahyu Ningseh

Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya

Email: noviwahyu192@gmail.com

Munasir, S.Si., M.Si.

Dosen Fisika, FMIPA, UNESA, E-mail : munasir_physics@unesa.ac.id

Abstrak

Sintesis nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ telah dilakukan melalui dua tahapan. Pertama, sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dan SiO_2 dari bahan alam pasir besi Lumajang dan pasir bancar Tuban menggunakan metode kopresipitasi. Kedua, sintesis nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ dengan cara mencairkan PEG 4000, kemudian ditambahkan Fe_3O_4 dan SiO_2 . Hasil sintesis nanokomposit tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, Suseptibilitas magnetik dan TEM. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa struktur fasa dari nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ berhasil terbentuk. Hal tersebut didukung oleh data hasil FTIR berupa pola serapan gelombang yang teridentifikasi memiliki ikatan Fe-O-Fe dan ikatan Si-O-Si yang menyatakan bahwa modifikasi permukaan Fe_3O_4 telah berhasil dilakukan dengan menggunakan SiO_2 . Selain itu, hasil karakterisasi suseptibilitas magnetik menunjukkan bahwa nilai suseptibilitas magnetik menurun dengan penambahan silika dan sampel termasuk dalam jenis bahan ferromagnetik dengan nilai χ_{fd} (%) kategori sedang yang menunjukkan campuran superparamagnetik (SP) atau bulir kasar bukan SP atau SP bulir $<0.005 \mu\text{m}$ dan hasil karakterisasi TEM menunjukkan bahwa nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ telah berhasil terbentuk formasi *core-shell*.

Kata kunci : nanokomposit, metode kopresipitasi, struktur fasa, modifikasi permukaan, suseptibilitas dan *core shell*.

Abstract

Synthesis of $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ nanocomposite has been completed via two steps. First, synthesis of Fe_3O_4 and SiO_2 nanoparticles each for Lumajang's iron sand and bancar Tuban sand as the raw materials by using coprecipitation method. Second, synthesis of $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ nanocomposite by melting PEG 4000 powder and mixed the two nanopowder into the melted PEG. The result of synthesis nanocomposite were examined in this work. XRD, FTIR, magnetic susceptibility and TEM characteristics were reported. XRD characteristic shows that the structure of $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ nanocomposite successfully formed. This result was supported by FTIR data by the existence of Fe-O-Fe and Si-O-Si bonds. This bonds reveals Fe_3O_4 surface modification has been successfully formed using by SiO_2 . In addition, the magnetic susceptibility characteristic indicates that the magnetic susceptibility value decreases with the addition of silica and the sample are categorized as ferromagnetic materials with χ_{fd} (%) in medium category which shows that the nanocomposite superparamagnetic alloy (SP) or grains not included as (SP) or SP grains $<0.005 \mu\text{m}$ and the TEM characterization results shows that $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ core-shell nanocomposite successfully formed.

Keyword : nanocomposite, coprecipitation method, structure phase, surface modification, susceptibility, core shell.

PENDAHULUAN

Potensi pasir besi yang melimpah telah banyak dimanfaatkan pada berbagai industri seperti industri baja, semen dan beton. Pasir besi memiliki kandungan utama yaitu besi oksida (Fe) meliputi Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 dan Si serta unsur-unsur lain dalam kadar yang kecil seperti Ca, K, Ni dan Ti (Himando dan Pintuwantoro, 2013). Nanopartikel Fe_3O_4 merupakan salah satu partikel magnetik memiliki karakteristik yang menarik seperti sifat kemagnetan, optis dan katalitiknya, banyak digunakan dalam berbagai aplikasi antara lain *drug delivery system* (DDS) (Dobson, 2006), *magnetic resonance imaging* (MRI) (Haw et al., 2010), pemisah logam berat untuk pemurnian air (Lakshmanan, 2013)

dan *hypertemia therapy system* (Thiesen and Jordan, 2008).

Luasnya aplikasi nanopartikel magnetik dalam bidang sains dan teknologi tersebut, mengharuskan pentingnya pengembangan material ini dari berbagai sisi. Nanopartikel magnetik telah dikembangkan melalui beragam metode sintesis (Larumbe et al., 2012). Selain pengembangan metode sintesis, karakteristik dari nanopartikel magnetik juga harus diperbaiki seperti sifat mudah teroksidasi dan kecenderungan membentuk aglomerasi pasca sintesis. Untuk memperbaiki karakteristik dari nanopartikel magnetik tersebut maka perlu dilakukan modifikasi terhadap permukaannya dengan tujuan untuk menambah stabilitas kimia, biokompatibilitas, menyeragamkan ukuran dan bentuk

partikel. Modifikasi permukaan tersebut dapat dilakukan dengan cara melapiskan bahan non magnetik pada bahan magnetik (Buzea et al., 2007).

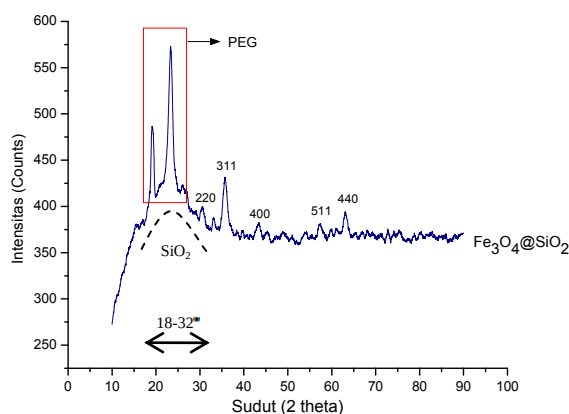
Nanopartikel *core shell* telah menjadi perhatian karena memiliki potensi yang tinggi dalam modifikasi permukaan bahan. Karakteristik suatu bahan dapat dibuat dengan modifikasi *core* dan *shell* dengan bahan dan rasio yang berbeda. (Ghosh Chaudhuri and Paria, 2012). Penelitian sebelumnya, sintesis dan karakterisasi nanopartikel komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ *core-shell* telah dilakukan oleh beberapa peneliti (Gao et al., 2011; Munasir, et.al, 2017) sebagai material superparamagnetik. Berdasarkan salah satu hasil *x-ray diffraction* (XRD) dengan menggunakan variasi volume TEOS sebesar 1 ml, 2 ml, 3 ml, 5 ml dan 8 ml menunjukkan hasil bahwa semakin bertambah volume TEOS yang digunakan maka intensitas dari SiO_2 semakin meningkat. Kemudian, Merdekani (2013) juga melakukan karakterisasi suseptibilitas magnetik terhadap nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ yang menunjukkan hasil bahwa semakin besar kandungan silika maka sifat kemagnetan akan semakin menurun. Lalu Ahangaran et al., (2013) melakukan penelitian tentang modifikasi permukaan komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$. Hasil karakterisasi *transmission electron microscopy* (TEM) menunjukkan bahwa bentuk partikel adalah *spherical* dengan permukaan yang halus.

METODE

Nanopartikel Fe_3O_4 dan SiO_2 disiapkan dari bahan alam pasir besi Lumajang dan pasir Bancar Tuban dengan menggunakan metode kopresipitasi. Hasil sintesis kedua nanopartikel tersebut kemudian dicampur dengan binder PEG 4000. Hasil kombinasi dua nanopartikel tersebut akan diperoleh nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ yang siap dikarakterisasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

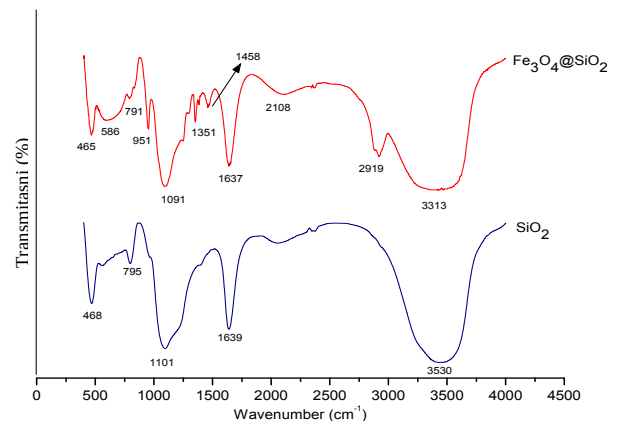
A. Hasil Karakterisasi XRD



Gambar 1. Hasil uji XRD nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$

Gambar 1 menunjukkan bahwa pola difraksi dari nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ menunjukkan pola difraksi Fe_3O_4 bersesuaian dengan masing-masing bidang kristal dan SiO_2 pada posisi posisi $2\theta = 18-32^\circ$ dengan struktur amorf. Pola difraksi tersebut masih disertai dengan puncak-puncak difraksi PEG pada posisi $2\theta = 19^\circ$ dan 23° . Keberadaan dari kedua puncak PEG tersebut telah teridentifikasi berdasarkan pola PEG 8000 (Barron et al., 2003). Berdasarkan hasil yang diperoleh tersebut menunjukkan bahwa nanokomposit telah berhasil terbentuk yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak karakteristik Fe_3O_4 dan SiO_2 .

B. Hasil Karakterisasi FTIR



Gambar 2. Hasil uji FTIR nanopartikel SiO_2 dan nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$

Gambar 2 menunjukkan hasil bahwa sintesis nanopartikel SiO_2 dan nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ menyatakan pola serapan gelombang yang khas dari keduanya. Vibrasi gugus Fe-O-Fe yang terdapat pada bilangan gelombang 587 cm^{-1} terjadi pada bilangan gelombang 586 cm^{-1} menyatakan adanya indikasi nanopartikel Fe_3O_4 dan ikatan Si-O-Si pada bilangan gelombang 1092 cm^{-1} terjadi pada bilangan gelombang 1091 cm^{-1} menyatakan bahwa modifikasi permukaan Fe_3O_4 telah berhasil dilakukan dengan menggunakan silika (Jian et al., 2012). Selain itu, bilangan gelombang 2956 cm^{-1} menyatakan bahwa polimerisasi atau proses pelapisan partikel dengan partikel lain telah berhasil terjadi di luar inti nanopartikel Fe_3O_4 (Deng et al., 2016).

C. Hasil Karakterisasi Suseptibilitas Magnetik

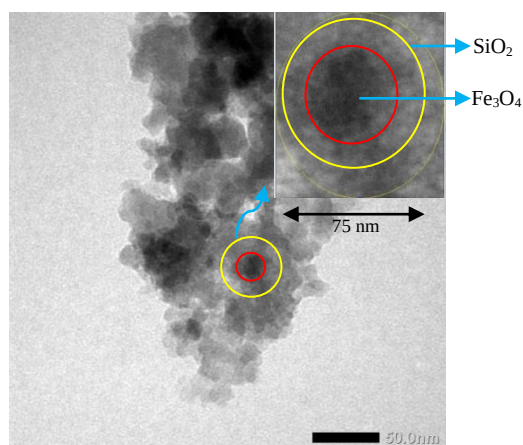
Uji suseptibilitas magnetik bertujuan untuk identifikasi sifat magnetik suatu material. Berdasarkan uji suseptibilitas tersebut didapatkan hasil sebagai berikut :

Tabel 1. Hasil uji suseptibilitas magnetik

Nama Sampel	χ_{lf} ($\times 10^5$)	χ_{lf} ($\times 10^{-6}$ m^3/kg)	χ_{hf} ($\times 10^{-5}$)	χ_{hf} ($\times 10^{-6}$ m^3/kg)	Nilai χ_{fd} (%)
Fe_3O_4	7663	543	7355	521	4.0238
$\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$	3985	277	3837	267	3.7233

Pengukuran suseptibilitas magnetik bekerja pada dua frekuensi. Pengukuran tersebut dimaksudkan untuk mengetahui nilai suseptibilitas magnetik yang bergantung frekuensi (χ_{fd} %). Hasil nilai suseptibilitas magnetik nanokomposit menunjukkan bahwa penambahan silika dalam nanokomposit mempengaruhi nilai suseptibilitas. Nilai suseptibilitas menurun dengan penambahan silika dalam nanokomposit. Hasil tersebut sesuai dengan persamaan $\mathbf{M} = \chi \cdot \mathbf{H}$ dengan nilai suseptibilitas magnetik yang diperoleh yaitu $\chi \gg 1$, artinya sampel termasuk dalam jenis bahan ferromagnetik (Najah dkk., 2011). Selain itu, nilai χ_{fd} (%) tersebut termasuk dalam klasifikasi nilai χ_{fd} (%) sedang yang menunjukkan campuran superparamagnetik (SP) atau bulir kasar bukan SP atau SP bulir $< 0.005 \mu\text{m}$.

D. Hasil Karakterisasi TEM

**Gambar 3.** Hasil uji TEM nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$

Gambar 3 hasil uji TEM nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ terlihat bahwa partikel Fe_3O_4 berwarna hitam dan partikel SiO_2 berwarna abu-abu terang (Munasir, dkk, 2013; Munasir, dkk, 2015) terlihat menyelimuti secara keseluruhan partikel Fe_3O_4 . Selain itu, partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ terlihat berbentuk bulat dan terjadi aglomerasi antar partikel lain. Ukuran partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ sebesar $\sim 75 \text{ nm}$ dengan ukuran inti (*core*) sebesar $\sim 35 \text{ nm}$ dan ketebalan lapisan luar (*shell*) sebesar $\sim 20 \text{ nm}$. Sehingga dengan demikian hasil TEM eksperimen yang diperoleh terbentuk struktur formasi *core shell*.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan yang telah dilakukan diperoleh simpulan bahwa karakteristik nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ berdasarkan analisis struktur kristal dengan XRD menunjukkan bahwa nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ telah terbentuk pola difraksi, analisis FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi Fe-O-Fe dan Si-O-Si, analisis suseptibilitas magnetik menunjukkan bahwa nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ termasuk dalam bahan magnetik jenis ferromagnetik dan analisis TEM membuktikan bahwa nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ telah membentuk stuktur *core shell*.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahangaran, F., Hassanzadeh, A., Nouri, S., 2013. Surface modification of $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ microsphere by silane coupling agent. *Int. Nano Lett.* 3, 23. doi:10.1186/2228-5326-3-23
- Barron, M.K., Young, T.J., Johnston, K.P., Williams, R.O., 2003. Investigation of processing parameters of spray freezing into liquid to prepare polyethylene glycol polymeric particles for drug delivery. *AAPS PharmSciTech* 4, 1–13. doi:10.1208/pt040212
- Buzea, C., Pacheco, I.I., Robbie, K., 2007. Nanomaterials and nanoparticles: Sources and toxicity. *Biointerphases* 2, MR17-MR71. doi:10.1116/1.2815690
- Deng, Z., Hu, K., Bi, L., Yuan, H., Chen, Y., Zhao, S., Du, H., Yuan, X., Huang, Y., Zhang, S., 2016. Selective removal of IgG from the urine of patients with proteinuria using a polymer coated core-shell magnetic nanoparticle. *RSC Adv* 6, 107732–107738. doi:10.1039/C6RA24560A
- Dobson, J., 2006. Magnetic nanoparticles for drug delivery. *Drug Dev. Res.* 67, 55–60. doi:10.1002/ddr.20067
- Gao, M., Li, W., Dong, J., Zhang, Z., Yang, B., 2011. Synthesis and Characterization of Superparamagnetic Core-Shell Composite Nanoparticles. *World J. Condens. Matter Phys.* 01, 49–54. doi:10.4236/wjcmp.2011.12008
- Ghosh Chaudhuri, R., Paria, S., 2012. Core/Shell Nanoparticles: Classes, Properties, Synthesis Mechanisms, Characterization, and Applications. *Chem. Rev.* 112, 2373–2433. doi:10.1021/cr100449n
- Haw, C.Y., Mohamed, F., Chia, C.H., Radiman, S., Zakaria, S., Huang, N.M., Lim, H.N., 2010. Hydrothermal synthesis of magnetite nanoparticles as MRI contrast agents. *Ceram. Int.* 36, 1417–1422. doi:10.1016/j.ceramint.2010.02.005
- Himando, A.I., Pintuwantoro, S., 2013. Studi Reduksi Rutile (TiO_2) Dari Pasir Besi Menggunakan

- Gelombang Mikro Dengan Variabel Waktu Penyinaran Gelombang Mikro. J. Tek. POMTIS 2.
- Jian, G., Liu, Y., He, X., Chen, L., Zhang, Y., 2012. Click chemistry: a new facile and efficient strategy for the preparation of Fe_3O_4 nanoparticles covalently functionalized with IDA-Cu and their application in the depletion of abundant protein in blood samples. *Nanoscale* 4, 6336. doi:10.1039/c2nr31430d
- Lakshmanan, R., 2013. Application of magnetic nanoparticles and reactive filter materials for wastewater treatment. Biotechnology, KTH Royal Institute of Technology, Stockholm.
- Larumbe, S., Gómez-Polo, C., Pérez-Landazábal, J.I., Pastor, J.M., 2012. Effect of a SiO_2 coating on the magnetic properties of Fe_3O_4 nanoparticles. *J. Phys. Condens. Matter* 24, 266007. doi:10.1088/0953-8984/24/26/266007
- Munasir, A S Dewanto, A Yulianingsih, I K F Saadah, Z A I Supardi, A Mufid, dan A Taufiq, 2017. *Composites of $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ from Natural Material Synthesized by Co-Precipitation Method*. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering **202** (2017) 012057 doi:10.1088/1757-899X/202/1/012057
- Merdekani, S., 2013. Sintesis Partikel Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ dengan Metode Koprepsipitasi. Pros. Semin. Nas. Sains Dan Teknol. Nukl. PTNBR-BATAN.
- Munasir, Triwikantoro, Zainuri M and Darminto 2015 Synthesis of SiO_2 nanopowders containing quartz and cristobalite phases from silica sands *Mater. Sci.-Pol.* **33** 47–55.
- Munasir, Sulton A, Triwikantoro, Zainuri M and Darminto 2013 Synthesis of silica nanopowder produced from Indonesian natural sand via alkalifussion route *AIP Conference Proceedings International Conference On Theoretical And Applied Physics (LCTAP 2012)*, vol 1555(AIP Publishing)pp 28–31.
- Najah, A., Mufti, N., Fuad, A., 2011. Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Kadar Nickel Pada Proses Leaching Pada Mineral Goethit Dan Karakterisasi Suseptibilitas Magnetiknya.
- Thiesen, B., Jordan, A., 2008. Clinical applications of magnetic nanoparticles for hyperthermia. *Int. J. Hyperthermia* 24, 467–474. doi:10.1080/02656730802104757.