

Sintesis Fe_3O_4 dari Pasir Mineral Tulungagung Menggunakan Metode Kopresipitasi

¹⁾Ajeng Hefdea, ²⁾Lydia Rohmawati

¹⁾ Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, e-mail: ajenghefdea16030224032@mhs.unesa.ac.id

²⁾ Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: lydiarohmawati@unesa.ac.id

Abstrak

Fe_3O_4 adalah material magnetik dan termasuk dalam kelompok besi oksida. Fasa yang terbentuk pada material yaitu magnetit serta memiliki potensi dalam berbagai bidang seperti kedokteran dan industri, potensi tersebut muncul apabila material berukuran nano yaitu 1-100 nm. Tujuan dari penelitian ini adalah (1)menganalisis fasa yang terbentuk pada sampel menggunakan *software match!* dan (2)menganalisis ukuran kristal Fe_3O_4 menggunakan persamaan *Scherrer*. Pasir mineral wilayah Tulungagung, Jawa Timur merupakan salah satu bahan alam yang dapat digunakan dalam sintesis Fe_3O_4 karena memiliki komposisi unsur besi 86%. Namun pengetahuan masyarakat yang kurang mengenai manfaat pasir mineral menyebabkan bahan tersebut kurang dimanfaatkan secara maksimal sehingga berdampak pada harga jual yang rendah. Dalam kondisi tersebut mendorong peneliti untuk memanfaatkan bahan alam tersebut menjadi material multifungsi seperti Fe_3O_4 . Kopresipitasi merupakan contoh metode yang digunakan dalam sintesis Fe_3O_4 , keunggulan dari metode tersebut diantaranya tidak membutuhkan waktu yang lama, menggunakan suhu ruang dalam percobaan dan biaya operasional relatif terjangkau. Hasil uji *X-Ray Diffraction* (XRD) yaitu didapatkan sudut 2 theta optimum sebesar $35,42^\circ$ dengan orientasi kristal (311), sudut tersebut menunjukkan material memiliki fasa magnetit karena sesuai dengan data *Join Committee On Powder Diffraction Standard* (JCPDS) no. 19-0629 dan diketahui telah terbentuk ukuran nanopartikel yang dihitung dengan persamaan *Scherrer* sebesar 8,57 nm.

Kata Kunci: Pasir mineral, Fe_3O_4 , metode kopresipitasi.

Abstract

Fe_3O_4 is a magnetic material and belongs to the iron oxide group. The phase formed in the material is magnetite and has potential in various fields such as medicine and industry, the potential arises when the material is nano-sized which is 1-100 nm. The purpose of this study is (1)to analyze the phases formed in the sample using *match!* and (2)analyzing Fe_3O_4 crystal size using the Scherrer equation. mineral sand Tulungagung region, East Java is one of the natural materials that can be used in the synthesis of Fe_3O_4 because it has an 86% iron element composition. However, the lack of public knowledge about the benefits of mineral sand causes the material to be underutilized to the maximum, resulting in a low selling price. These conditions encourage researchers to utilize these natural ingredients into multifunctional materials such as Fe_3O_4 . Coprecipitation is an example of the method used in the synthesis of Fe_3O_4 , the advantages of this method include not requiring a long time, using room temperature in the experiment and relatively affordable operational costs. The X-Ray Diffraction (XRD) test results obtained an optimal theta angle of 35.42° with a crystal orientation (311), the angle indicates the material has a magnetite phase because according to the Committee to Join the Powder Diffraction Standard (JCPDS) number 19-0629 and it is known that the size of the nanoparticles calculated by the Scherrer equation is 8.57 nm.

Keywords: Mineral sand, Fe_3O_4 , coprecipitation method.

PENDAHULUAN

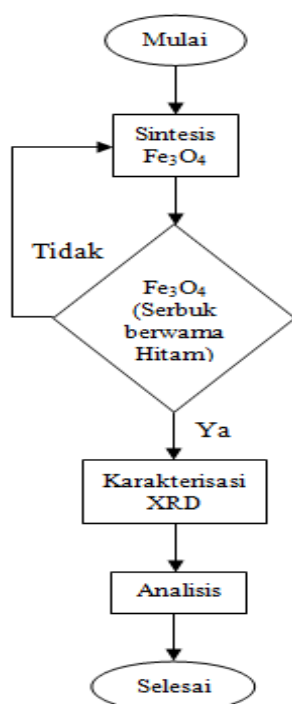
Indonesia memiliki bahan magnetik alam yang melimpah diantaranya terdapat di dalam pasir mineral (Rahmawati & Nita., 2013). Pasir mineral umumnya memiliki komposisi senyawa seperti Fe_2O_3 , Fe_3O_4 dan silikon (SiO_2) serta unsur seperti Fe, Mg, Ti, Ca dan Zn (Jalil *et al.*, 2017). Namun, dikalangan masyarakat pasir tersebut belum dikelola secara maksimal seperti ditemukan di wilayah Tulungagung, Jawa Timur (Siswoyo., 2009). Hal ini disebabkan oleh faktor kurangnya pengetahuan mengenai kandungan dan manfaat pasir mineral sehingga bahan tersebut dijual dengan harga murah (Yulianingsih & Munasir., 2016). Berdasarkan karakterisasi komposisi yang dilakukan istiqomah dkk (2019) membuktikan bahwa pasir besi wilayah Tulungagung, Jawa Timur dapat diekstraksi menjadi Fe_3O_4 karena memiliki unsur Fe sebesar 86%.

Fe_3O_4 merupakan material magnetik yang termasuk dalam kelompok besi oksida dan memiliki fasa magnetit (Mahmoudi *et al.*, 2011; Simamora., 2015; Saragi., 2018). Material tersebut memiliki struktur kimia $\text{FeO-Fe}_2\text{O}_3$ berbentuk kubik tersusun oleh ion oksigen, Fe^{2+} dan Fe^{3+} (Taufiq dkk., 2012; Rani & Varma., 2015). Mahdavi *et al* (2013); Agnestisia dkk (2017) dan Fatimah *et al* (2018) melaporkan pada ukuran nano (1-100 nm) material dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti dalam bidang medis yaitu antibakteri, bidang industri yaitu sensor dan penyaring air yang memiliki daya serap logam berat. Menurut Abbas *et al* (2013) dalam ukuran tersebut material tidak beracun. Namun material tersebut memiliki kekurangan seperti tidak tahan terhadap suhu tinggi (Heriansyah dkk., 2015). Fe_3O_4 berbentuk padatan warna hitam yang telah dihaluskan (Sholihah., 2010).

Berbagai macam jenis metode telah banyak digunakan untuk sintesis Fe₃O₄ seperti metode hidrolisis, sol gel, mikroemulsi dan kopresipitasi (Saragi *et al.*, 2017). Namun menurut Wu *et al* (2011) dan Prasdiantika & Susanto (2017) metode hidrolisis, sol gel dan mikroemulsi merupakan metode yang membutuhkan prekursor sehingga meningkatkan biaya operasional sedangkan menurut B.Permana dkk (2017) metode kopresipitasi tidak. Keunggulan lain dari metode kopresipitasi adalah menggunakan suhu ruang dan membutuhkan waktu yang singkat dalam percobaan (Setiaadi *et al.*, 2016). Berdasarkan penelitian diatas mendorong peneliti untuk melakukan sintesis Fe₃O₄ dari pasir mineral Tulungagung, Jawa Timur menggunakan metode kopresipitasi ditinjau dari penelitian Taufiq dkk (2012). Hasil sintesis akan diuji *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa yang dianalisis menggunakan *software match!* serta mengetahui ukuran diameter kristal material menggunakan persamaan *Scherrer*.

METODE

Metode dalam penelitian termasuk eksperimen Laboratorium untuk mengelola pasir mineral menjadi Fe₃O₄. Penelitian dilakukan sesuai diagram alir (Gambar 1).



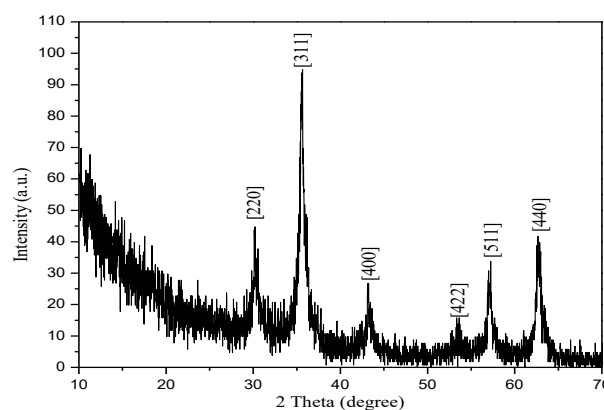
Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

Kopresipitasi merupakan metode yang digunakan dalam sintesis Fe₃O₄. Perlengkapan yang diperlukan yaitu pasir mineral sebagai bahan utama, HCl 37% sebagai pelarut dan NaOH 12M sebagai pengendap (Gunanto *et al.*, 2018). Langkah yang dilakukan yaitu pasir besi yang telah diberi perlakuan (dicuci dan dimagnetisasi

menggunakan magnet batang) sebanyak 20 gram dilarutkan HCl 37% dengan suhu 70°C sebanyak 53 ml. Larutan yang terbentuk didinginkan dan dititrasi dengan NaOH 12M pada suhu 70°C sebanyak 48 ml sampai terdapat sebuah endapan. Endapan yang terbentuk dihilangkan kadar airnya menggunakan oven 100°C selama 3 jam (Taufiq dkk., 2012).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil uji XRD (*X-Ray Diffraction*) didapatkan grafik dengan pola difraksi (Gambar 2) sebagai berikut:



Gambar 2. Pola difraksi Fe₃O₄

Berdasarkan pola difraksi yang terbentuk (Gambar 2) didapatkan intensitas, sudut difraksi dan orientasi kristal. Orientasi kristal yang terbentuk terdapat pada data *Join Committee On Powder Diffraction Standard* (JCPDS) Fe₃O₄ fasa magnetit nomer 19-0629. Intensitas tertinggi yang didapatkan terletak pada sudut 35,42° dengan orientasi kristal (311). Hasil tersebut seperti hasil percobaan El Ghandoor *et al* (2012) dan Nugraha *et al* (2018). Sudut lain yang terbentuk juga mengidentifikasi terbentuknya fasa magnetit yang sesuai penelitian terdahulu (Tabel 1).

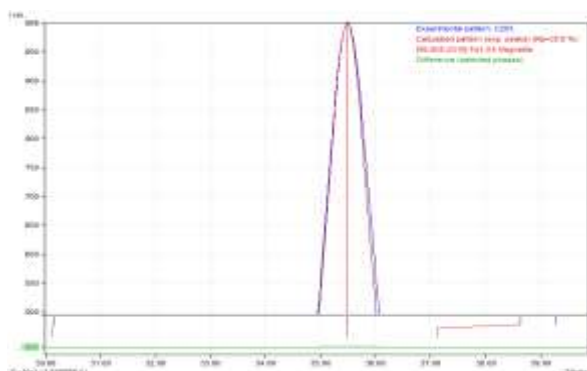
Tabel 1. Sudut dan orientasi kristal fasa magnetit

Hasil Penelitian		Referensi
Sudut difraksi (2θ)	Orientasi Kristal (hkl)	
30,09	(220)	Pachla <i>et al</i> (2016) Wan Nor <i>et al</i> (2018) Zhang <i>et al</i> (2019)
43,05	(400)	
53,39	(422)	
56,94	(511)	
62,51	(440)	

Ukuran kristal dapat diketahui dari persamaan *Scherrer* seperti berikut:

$$D = \frac{k \times \lambda}{B \times \cos \theta}$$

Keterangan dari persamaan yaitu K merupakan konstanta Scherrer (0,89), λ merupakan panjang gelombang dalam karakterisasi (nm), B merupakan FWHM (radian) dan θ merupakan sudut dari intensitas maksimum $2\theta/2$ (θ) (Bukit dkk., 2015). Pada hasil penelitian didapatkan besaran (lebar dan sudut intensitas maksimum) yang di analisis menggunakan *Match!* (Gambar 3).



Gambar 3. Lebar dan sudut intensitas maksimum

Berdasarkan nilai lebar dan sudut intensitas maksimal (Gambar 3) yang telah dihitung dalam persamaan, didapatkan ukuran kristal sebesar 8,57 nm menunjukkan partikel telah berukuran nano (Indrayana dkk., 2019).

PENUTUP

A. Simpulan

Pada penelitian didapatkan peak hasil karakterisasi XRD yang sesuai *Join Committee On Powder Diffraction Standard* (JCPDS) Fe₃O₄ magnetit no. 19-0629. Berdasarkan persamaan Scherrer diketahui ukuran butir Fe₃O₄ yang terbentuk sebesar 8,57 nm, ukuran tersebut telah tergolong nanopartikel.

B. Saran

Berdasarkan penelitian dan hasil yang telah didapatkan, peneliti mengharapkan untuk mengembangkan penelitian dalam penerapan aplikasi Fe₃O₄ dari pasir mineral Tulungagung, Jawa Timur guna memanfaatkan Sumber Daya Alam dan mengurangi penggunaan bahan kimia.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, M., Rao, B. P., Naga, S. M., Takahashi, M., & Kim, C. (2013). Synthesis of high magnetization hydrophilic magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles in single reaction — Surfactantless polyol process. *Ceramics International*, 39(7), 7605–7611.
- Agnestisia, R. (2017). SINTESIS DAN KARAKTERISASI MAGNETIT (Fe₃O₄) SERTA APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN. *Sains Dan Terapan Kimia*, 11(2), 61–70.

- B. PERMANA, T. SARAGI, M. SAPUTRI, L. SAFRIANI, I. RAHAYU, R. (2017). Sintesis Nanopartikel Magnetik Dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Teknik POMITS*, 07(02), 1–7.
- Bukit, N., Frida, E., & Sinaga, P. S. T. (2015). Analisis Difraksi Nanopartikel Fe₃O₄ Metode Kopresipitasi Dengan Polietilen Glikol 6000. *Prosiding Seminar Nasional Fisika*, 4(7), 163–166.
- El Ghandoor, H., Zidan, H. M., Khalil, M. M. H., & Ismail, M. I. M. (2012). Synthesis and some physical properties of magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles. *International Journal of Electrochemical Science*, 7(6), 5734–5745.
- Fatima, H., Lee, D. W., Yun, H. J., & Kim, K. S. (2018). Shape-controlled synthesis of magnetic Fe₃O₄ nanoparticles with different iron precursors and capping agents. *RSC Advances*, 8(41), 1–7.
- Gunanto, Y., Izaak, M. P., & Jobiliong, E. (2018). High Purity Fe₃O₄ from local Iron Sand Extraction. *Journal of Physics: Conference Series*, 1091(1), 1–7.
- Heriansyah, Mustawarman, & Suharyadi, E. (2015). Kajian Sifat Dielektrik pada Nanopartikel Magnetite (Fe₃O₄) yang Dienkapsulasi Polymer Polyethylene Glycol (PEG-4000). *Jurnal Fisika Dan Aplikasinya*, 16(3), 50–55.
- Indrayana, I. P. T. (2019). REVIEW Fe₃O₄ DARI PASIR BESI: SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN FUNGSIONALISASI HINGGA APLIKASINYA DALAM BIDANG NANOTEKNOLOGI MAJU. *Jurnal UNIERA*, 8(2), 65–75.
- Istiqomah, I., Putri, A., Patmawati, T., Rohmawati, L., & Setyarsih, W. (2019). Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO₂) Anatase Menggunakan Metode Leaching dari Pasir Mineral Tulungagung. *Akta Kimia Indonesia*, 4(2), 145.
- Mahdavi, M., Ahmad, M. Bin, Haron, M. J., Namvar, F., Nadi, B., Ab Rahman, M. Z., & Amin, J. (2013). Synthesis, surface modification and characterisation of biocompatible magnetic iron oxide nanoparticles for biomedical applications. *Molecules*, 18(7), 7533–7548.
- Mahmoudi, M., Sant, S., Wang, B., Laurent, S., & Sen, T. (2011). Superparamagnetic iron oxide nanoparticles (SPIONs): Development, surface modification and applications in chemotherapy. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 63(1–2), 24–46.
- Nugraha, A. D., Wulandari, I. O., Hutami Rahayu, L. B., Riva'I, I., Santojo, D. J. D. H., & Sabarudin, A. (2018). One-pot Synthesis and Surface Modification of Fe₃O₄ Nanoparticles Using Polyvinyl Alcohol by Coprecipitation and Ultrasonication Methods. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 299(1).

- Pachla, A., Lendzion, Z., Mosynski, D., Markowska, A., & Al, E. (2016). Synthesis and antibacterial properties of Fe₃O₄. *Polish Journal of Chemical Technology*, 40(4), 3015–3017.
- Prasdiatika, R., & Susanto, S. (2017). Preparasi Dan Penentuan Jenis Oksida Besi Pada Material Magnetik Pasir Besi Lansilowo. *Jurnal Teknosains*, 6(1), 7.
- Rahmawati, R., & Nita, H. (2013). Fabrikasi Ferrogel Berbahan Dasar Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄) Dari Hasil Sintesis Pasir Besi Pantai Utara Jawa dan Sifat Magneto Elstatis. *Jurnal Neutrino*, 5(2), 95–104.
- Rani, S., & Varma, G. D. (2015). Superparamagnetism and metamagnetic transition in Fe₃O₄ nanoparticles synthesized via co-precipitation method at different pH. *Physica B: Condensed Matter*, 472, 66–77.
- Saragi, T. (2018). Karakteristik Optik dan Kristal Nanopartikel Magnetit. *Jurnal Ilmu Dan Inovasi Fisika*, 2(1), 53–56.
- Saragi, T., Santika, A. S., Permana, B., Syakir, N., Kartawidjaja, M., & Risdiana. (2017). Synthesis and Properties of Iron Oxide Particles Prepared by Hydrothermal Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 196(1), 2–6.
- Setiadi, E. A., Sebayang, P., Ginting, M., Sari, A. Y., Kurniawan, C., Saragih, C. S., & Simamora, P. (2016). The synthesization of Fe₃O₄ magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co-precipitation method for the used of the adsorption of Cu and Pb ions. *International Conference on Physics and Its Application (ICOPIA)*, 776(1), 1–7.
- Sholihah, L. K. (2010). Sintesis Dan Karakterisasi Partikel Nano Fe₃O₄ Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan Fe₃o₄ Bahan Komersial (Aldrich). *Institute Teknologi Sepuluh November*, 2–15.
- Simamora, P. (2015). SINTESIS DAN KARAKTERISASI SIFAT MAGNETIK NANOKOMPOSIT Fe₃O₄ – MONTMORILONIT BERDASARKAN VARIASI SUHU. *Prosiding Seminar Nasional Fisika*, 4, 1–6.
- Siswoyo, M. P. (2009). Pasir Pantai Selatan Jawa Timur Dalam Mortar. *Jurnal Teknik Sipil Dan Perencanaan*, 11(2), 109–120.
- Taufiq, A., Darminto, D., & Sunaryono, S. (2012). Pengaruh Pemanasan pada Struktur Kristal dan Sifat Kemagnetan Fe₃O₄ dari Pasir Besi. *Jurnal Fisika Dan Aplikasinya*, 8(2), 1–3.
- Wan Nor, W. F. K., Soh, S. K. C., Azmi, A. A. A. R., Yusof, M. S. M., & Shamsuddin, M. (2018). Synthesis and physicochemical properties of magnetite nanoparticles (Fe₃O₄) as potential solid support for homogeneous catalysts. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 22(5), 768–774.
- Wu, S., Sun, A., Zhai, F., Wang, J., Xu, W., Zhang, Q., & Volinsky, A. A. (2011). Fe₃O₄ magnetic nanoparticles synthesis from tailings by ultrasonic chemical. *Materials Letters*, 65(12), 1–3.
- Yulianingsih, A., & Munasir. (2016). Analisis Komposit Fe₃O₄/c-SiO₂ Dari Pasir Talaud Dan Pasir Lumajang. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, 5(2), 5–8.
- Zhang, J., Fan, S., Lu, B., & Cai, Q. (2019). Photodegradation of naphthalene over Fe₃O₄ under visible light irradiation. *Royal Society of Chemistry*, 1–14.
- Mahmoudi, M., Sant, S., Wang, B., Laurent, S., & Sen, T. (2011). Superparamagnetic iron oxide nanoparticles (SPIONs): Development, surface modification and applications in chemotherapy. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 63(1–2), 24–46.