

Pengaruh *Two Step Annealing* pada Struktur Kristal Nanopartikel Cobalt Ferrite Hasil Ko-presipitasi

Chomsatin Amalia,* Suharyana, dan Budi Purnama†
Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir. Sutami No.36 A Ketingan, Surakarta 57126

Intisari

Pengaruh *two step annealing* terhadap struktur kristal nanopartikel cobalt ferit hasil ko-presipitasi telah dikaji pada penelitian ini. Hasil FTIR menunjukkan bahwa cobalt ferit berstruktur spinel terbentuk pada sekitar daerah $k = 590 \text{ cm}^{-1}$. Perlakuan temperatur *pre-heating* pada skema *two step annealing* menurunkan transmitansi namun tidak menggeser angka gelombang terbentuknya cobalt ferit. Konfirmasi struktur kristal menggunakan XRD menegaskan bahwa cobalt ferit terbentuk berstruktur kubus fcc dengan intensitas puncak maksimum terjadi pada sudut $2\theta = 35,7^\circ$. Hasil analisis Scherrer menunjukkan bahwa perlakuan *pre-heating* pada skema *two step annealing* dapat memodifikasi ukuran butiran kristalin sampel cobalt ferit yang dihasilkan.

Abstract

Two step annealing dependence on crystal structure in co-precipitated cobalt ferrite nanoparticles have been examined. The FTIR results showed that the cobalt ferrite spinel structure was observed at $k = 590 \text{ cm}^{-1}$. Treatment of pre-heating temperature has lowered transmittance and has not shifted wave numbers of cobalt ferrite vibration. Confirmation of crystalline structure using XRD indicated that fcc cobalt ferrite was seen at diffraction peak of $2\theta = 35,7^\circ$. Scherrer analysis showed that pre heating treatment can modify crystal size of cobalt ferrite sample.

KATA KUNCI: Co-precipitation, CoFe_2O_4 , crystallite size, nanoparticle

I. PENDAHULUAN

Nanopartikel ferrite merupakan material magnetik yang memiliki peran penting dengan sifat magnetik dan elektriknya yang khusus [1, 2]. Cobalt ferrite (CoFe_2O_4) nanopartikel secara khusus menarik karena anisotropi yang tinggi, koersivitas tinggi, magnetisasi saturasi moderat, kestabilan kimia dan struktural yang baik pada temperatur tinggi [3–5]. CoFe_2O_4 ini juga dapat dihadirkan dalam ukuran butiran kristalit orde nanometer sehingga seringkali disebut dengan istilah nanopartikel cobalt ferrite [6]. Keunggulan karakteristik ini membuat nanopartikel CoFe_2O_4 berpotensi untuk aplikasi elektronika yaitu media perekaman magnetik dengan kerapatan tinggi [7].

Banyak ragam metode preparasi yang dikembangkan dalam mensintesis nanopartikel magnetik, antara lain sol-gel [8, 9], hydrothermal synthesis [10], ball milling [11], chemical precipitation [12] dan citrate-gel method [13], thermolysis [14], solvothermal [15], combustion [16], microemulsion [17] and citrate methods [18]. Ragam metode ini menghasilkan distribusi ukuran butiran kristalit yang relatif sempit jika dilakukan pada kondisi lingkungan normal [19]. Terlebih, ketergantungan temperatur pengendapan terhadap dis-

tribusi ukuran butirnya nanopartikel CoFe_2O_4 pada metode ko-presipitasi juga telah dilaporkan [20].

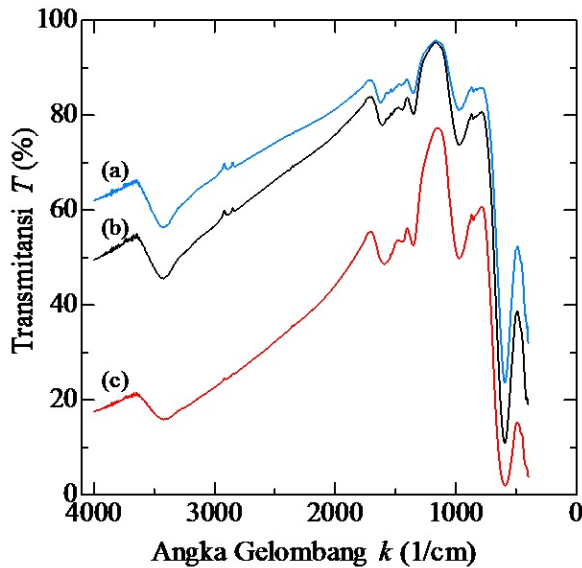
Pada penelitian ini, nanopartikel cobalt ferrite disintesis dengan teknik ko-presipitasi. Perlakuan *pre-heating* pada prosedur *two step annealing* diharapkan dapat memvariasi ukuran butiran kristalit. Kemudian sampel dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengamati frekuensi resonansi terbentuknya gugus oksida cobalt ferrite. Akhirnya, struktur kristal sampel yang terbentuk dikonfirmasi dengan menggunakan xrd.

II. METODE EKSPERIMEN

Sintesis nanopartikel CoFe_2O_4 dibuat menggunakan metode ko-presipitasi. Bahan utamanya adalah $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,002 mol dan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 mol sebagai penyedia ion Co^{2+} dan Fe^{3+} . Sintesis dilakukan dengan mencampurkan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ dalam aquades (200 ml) dan diaduk hingga larutan menjadi homogen. Kemudian larutan tersebut dititrasi kedalam larutan NaOH (4,8 M) sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer (1000 rpm) dengan temperatur 95°C . Setelah larutan terbentuk, dilakukan proses pengendapan didalam gelas beker yang kemudian hasil endapan ini disebut precursor. Langkah berikutnya adalah pencucian precursor menggunakan aquades dan acetone secara berulang-ulang hingga

*E-MAIL: chomsatin13@gmail.com

†E-MAIL: bpurnama@mipa.uns.ac.id



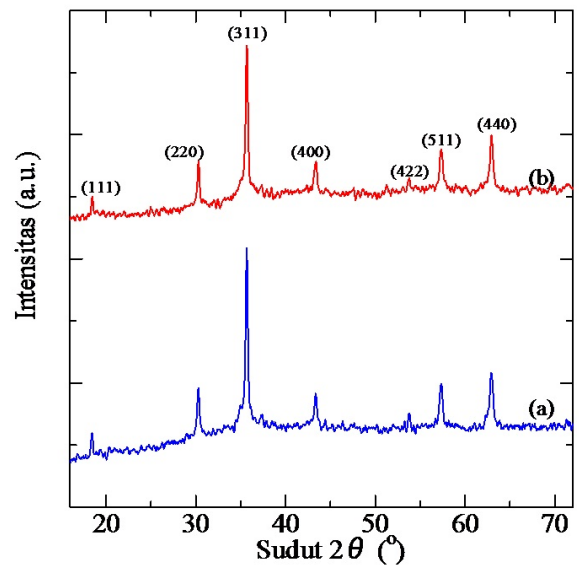
Gambar 1: Hasil karakteristik FTIR sampel CoFe_2O_4 untuk annealing pada temperatur (a) 600°C selama 4 jam dan dengan didahului variasi temperatur *pre-heating* (2 jam) berturut-turut (b) 200°C dan (c) 400°C .

bersih. Hasil endapan precursor ini kemudian dikeringkan dalam oven temperatur 100°C selama 12 jam sehingga didapat sampel cobalt ferrite CoFe_2O_4 .

Untuk memodifikasi ukuran butiran kristalit, maka dilakukan perlakuan *two step annealing*. Prosedur dimulai dengan *pre-heating* selama 2 jam kemudian dilanjutkan annealing pada temperatur 600°C selama 4 jam pada keadaan atmosfer. *pre-heating* dimodifikasi temperatur 200 dan 400°C serta satu sampel tanpa melalui prosedur ini sebagai sampel kendali. Sampel CoFe_2O_4 yang dihasilkan berupa serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan *fourier transform infra red* (FTIR) dan x-ray diffraction (XRD).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1 menunjukkan hasil karakterisasi FTIR sampel cobalt ferrite hasil ko-presipitasi. Teramati dengan jelas pada gambar terdapat karakteristik serapan bersesuaian dengan bilangan gelombang k. Karakteristik spektral FTIR pada $k = 3400$ dan 1521 cm^{-1} adalah mode rentangan dan vibrasi ikatan H-O-H bebas, yaitu molekul air terserap pada angka gelombang ini [21]. Selebihnya, terlihat jelas bahwa pada angka gelombang kecil (pita frekuensi lebih tinggi) yaitu sekitar 600 cm^{-1} dan angka gelombang lebih kecil lagi adalah sekitar 400 cm^{-1} terdapat karakteristik puncak serapan yang dihubungkan salah satunya dengan intrinsic stretching vibrations pada bagian tetrahedral dan logam octahedral pada angka gelombang lebih kecil lagi [21, 22]. Pita serapan yang diamati pada batas pembentukan struktur spinel ini disinyalir sebagai cobalt ferrite yaitu terbentuk pada $k = 590 \text{ cm}^{-1}$. Perlakuan *pre-heating* pada perlakuan *two step annealing* sampel



Gambar 2: Karakteristik spektral XRD sampel CoFe_2O_4 pada annealing (a) 600°C 4 jam dan two step annealing 400°C (2 jam) - 600°C (4 jam).

tidak menggeser puncak karakterisasi serapan, namun menurunkan prosentasi transmitansi sampel. Saat sampel tidak ada perlakuan *pre-heating*, transmitansi sampel sekitar 60,0% diperoleh saat $k = 4000 \text{ cm}^{-1}$. Kemudian nilai transmitansi pada angka gelombang yang sama berturut-turut turun menjadi 49,5% untuk temperatur *pre-heating* 200°C dan tinggal 17,6% untuk temperatur *pre-heating* 400°C .

Untuk konfirmasi realisasi cobalt ferrite yang terbentuk, maka sampel dikarakterisasi struktur kristalnya dengan XRD. Sedangkan ukuran butiran sampel CoFe_2O_4 dihitung menggunakan rumus Scherrer dari puncak tertinggi

$$t = \frac{k\lambda}{D\cos\theta} \tag{1}$$

dengan t adalah ukuran butir kristalit, k adalah konstanta Scherrer (0,9), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ adalah sudut Bragg, D adalah lebar setengah puncak (*Full Width at Half Maximum* FWHM) dalam radian. Hasil spektrum XRD sampel CoFe_2O_4 hasil sintesis ko-presipitasi ditampilkan pada Gambar 2. Kesesuaian puncak spektral dengan indeks Miller dianalisis menggunakan ICDD nomor 221086. Sampel a adalah sampel hasil annealing temperatur 600°C selama 4 jam tanpa perlakuan *pre-heating* dan sampel b adalah hasil *two step annealing* dengan *pre-heating* temperatur 400°C selama 2 jam dilanjutkan annealing temperatur 600°C selama 4 jam. Oksida lain tidak hadir sebagai puncak baru akibat *pre-heating*. Demikian juga halnya tidak terjadi pergeseran puncak spektrum. Namun *two step annealing* hanya mempengaruhi tinggi karakteristik puncak spektrum. Lebih lanjut, jika tinggi puncak tertinggi digunakan untuk identifikasi kristalinitas, maka ukuran butiran dapat dihitung menggunakan Pers.(1) berdasar kesesuaian sudut puncak tertinggi. Hasil perhitungan menghasilkan ukuran butiran sebesar

25,3 nm jika sampel cobalt ferrite di-annealing pada temperatur 600°C selama 4 jam. Ukuran butiran kristalinit menjadi 30,4 nm jika sampel dilakukan perlakuan *two step annealing*. Untuk menjadi perhatian bahwa perhitungan dengan analisis Scherrer ini dengan asumsi sumbangan pelebaran spektral XRD didominasi oleh sebaran butiran kristalinit sampel dengan mengabaikan sumbangan dari slit sumber XRD.

IV. SIMPULAN

Analisis efek *two step annealing* terhadap struktur nanopartikel cobalt ferit hasil ko-presipitasi telah dilaporkan pada

penelitian ini. Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa cobalt ferit berstruktur spinel terbentuk pada sekitar daerah $k = 590 \text{ cm}^{-1}$. Perlakuan temperatur pre-annealing pada skema *two step annealing* menurunkan transmitansi FTIR namun tidak menggeser angka gelombang terbentuknya cobalt ferit. Konfirmasi struktur kristal menggunakan xrd menegaskan bahwa cobalt ferit terbentuk berstruktur kubus fcc dengan intensitas puncak maksimum terjadi pada sudut $2\theta = 35,7^\circ$. Hasil analisis Scherer menunjukkan bahwa perlakuan *pre-heating* pada skema *two step annealing* dapat memodifikasi ukuran butiran kristalin sampel cobalt ferit yang dihasilkan.

-
- [1] E.A. Setiadi, *dkk.*, Indonesian Journal of Applied Physics, **3**(1), 55-62 (2013).
- [2] H. Kumar, *et al.*, International Journal of Electrical and Electronics Engineering, **2**, 59-66 (2013).
- [3] N. Moumen, P. Bonville, M.P. Pileni, J. Phys. Chem. **100**, 14410-14416 (1996).
- [4] S.J. Stewart, *et al.*, Phys. Rev., **B 75**, 073408 (2007).
- [5] S. Ayyappan, J. Philip, B. Raj, J. Phys. Chem., **C 113**, 590-596 (2009).
- [6] K. Maaz, *et al.*, Journal of Magnetism and Magnetic, **321**, 1838-1842 (2009).
- [7] R Skomski, J. Phys: Condens. Matter, **15**, 1-56, (2003).
- [8] H. Cui, Y. Jia, W. Ren, W. Wang, J. Sol-Gel Sci. Technol., **55**, 36-40 (2010).
- [9] E. Veena Gopalan, *et al.*, J. Alloys Comp., **485**, 711-717 (2009).
- [10] S.C. Goh, *et al.*, Mater. Chem. Phys., **120**, 31-35 (2010).
- [11] P.M. Richard, *et al.*, Mater. Char., **61**, 1317-1320 (2010).
- [12] J. Wang, *et al.*, J. Alloys Comp., **450**, 532-539 (2008).
- [13] R.S. Turtelli, *et al.*, J. Magn. Magn. Mater., **320**, 2445-2457 (2008).
- [14] P. Ravindranathan, K.C. Patil, Am. Ceram. Soc. Bull., **66**, 688-692 (1987).
- [15] S. Sun, *et al.*, J. Am. Chem. Soc., **126**, 273-279 (2004).
- [16] N. Bao, *et al.*, J. Am. Chem. Soc., **129**, 12374-12375 (2007).
- [17] K. Maaz, *et al.*, J. Magn. Magn. Mater., **308**, 289-295 (2007).
- [18] L. Cabrera, *et al.*, Electrochim. Acta, **53**, 3436-3441 (2008).
- [19] A.H. Lu, E.L. Salabas, and F. Schth, *Magnetic Nanoparticles; Synthesis, Protection, Functionalization and Application* (Angew. Chem. Int. Ed., Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, **46**, 1222-1244, 2007).
- [20] Y.I. Kim, D. Kim, and C.S. Lee, Physica B, **337**, 42-51 (2003).
- [21] Y. Köseöglu, *et al.*, Journal of Nanoparticle Research, **13**, 2235-2244 (2010).
- [22] R.D.D. Waldron, Physical Review, **99**, 1727-1735 (1955).