

# Pengaruh Pemanasan pada Struktur Kristal dan Sifat Kemagnetan $Fe_3O_4$ dari Pasir Besi

Abd Basith, Achmad Taufiq, Sunaryono, dan Darminto\*  
Jurusan Fisika-FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 61111

## Intisari

Nano partikel magnetit telah disintesis dari pasir besi dengan menggunakan metode kopresitasi pada temperatur ruang dan dipanaskan. Struktur kristal, ukuran partikel dan sifat kemagnetan dikarakterisasi dengan XRD dan VSM. Hasil dari analisis didapatkan magnetit mengalami transisi fasa dan struktur pada temperatur  $500^\circ\text{C}$ , parameter kisi bernilai (3,34 - 3,38) Å, ukuran partikel magnetite bernilai (11,48 - 13,45) nm dan nilai dari magnetik saturasi untuk sampel dengan temperatur sintering  $100^\circ\text{C}$  dan  $400^\circ\text{C}$  berturut-turut adalah 35 emu/g dan 65 emu/g.

KATA KUNCI: ferrimagnetik, magnetite, sifat kemagnetan, sintering

## I. PENDAHULUAN

Magnetit (*magnetite*),  $Fe_3O_4$ , merupakan bahan ferrimagnetik yang berstruktur kubik invers-spinel dan termasuk dalam bahan ferrimagnetik yang sangat penting, karena dari magnetit tinjauan teori bahan ferrimagnetik dapat dipahami [1]. Dalam ukuran nano partikel, magnetit bersifat superparamagnetik, memiliki nilai medan koersivitas yang tinggi dan temperatur Curie yang rendah [2]. Didukung dengan sifat-sifat yang lain, seperti sifatnya yang tak beracun (*non-toxin*) dan tak adanya penolakan dalam tubuh (*biocompatible*). Magnetit dapat digunakan sebagai sistem pengangkutan obat-obatan [3], agen pencerah pada MRI (*magnetic resonance imaging*) [4] dan agen pelokalisir dalam kemoterapi [5]. Magnetit yang dicampurkan pada bahan dapat meningkatkan kualitas dari bahan, biosensor, pelapisan magnetite yang dicampur dengan glukosa oksida pada biosensor dapat meningkatkan sensitifitas dari sensor dan meningkatkan resistifitasnya [6] sedangkan magnetite cair (*ferrofluid*) yang ditambahkan pada minyak oli dapat menurunkan temperatur dan tekanan pada mesin [7].

Sifat-sifat magnetit terutama ukuran partikel, penyebaran partikel dan respon terhadap medan magnet sangatlah mempengaruhi dari aplikasi magnetite. Sehingga beberapa metode telah dilakukan untuk membuat magnetite nano partikel seperti mereduksi hematite ( $Fe_2O_3$ ) dengan senyawa karbon oksida ( $CO/CO_2$ ) [8] atau helium  $H_2$  [9], hidrothermal [10], kopresitasi [11] dan teknik sol-gel [12]. Dalam metode kopresitasi biasanya sumber ion besi (Fe) berasal dari  $FeCl_2$ ,  $FeCl_3$  atau  $FeSO_4$ , akan tetapi ada pula yang menggunakan pasir besi [13]. Hasil akhir magnetit dengan menggunakan metode kopresitasi ditentukan beberapa parameter, beberapa variasi parameter yang telah dilakukan adalah pH [14], lama pengadukan [15] dan temperatur dan lama pemanasan [16, 17].

Dalam penelitian ini digunakan parameter-parameter kon-

stan dengan nilai parameter tersebut didapat dari penelitian pendahuluan dan temperatur pada saat kopresitasi adalah temperatur ruang sedangkan parameter yang divariasikan hanyalah temperatur sintering untuk mengetahui struktur kristal, ukuran partikel dan sifat kemagnetan magnetite nano partikel.

## II. METODOLOGI PENELITIAN

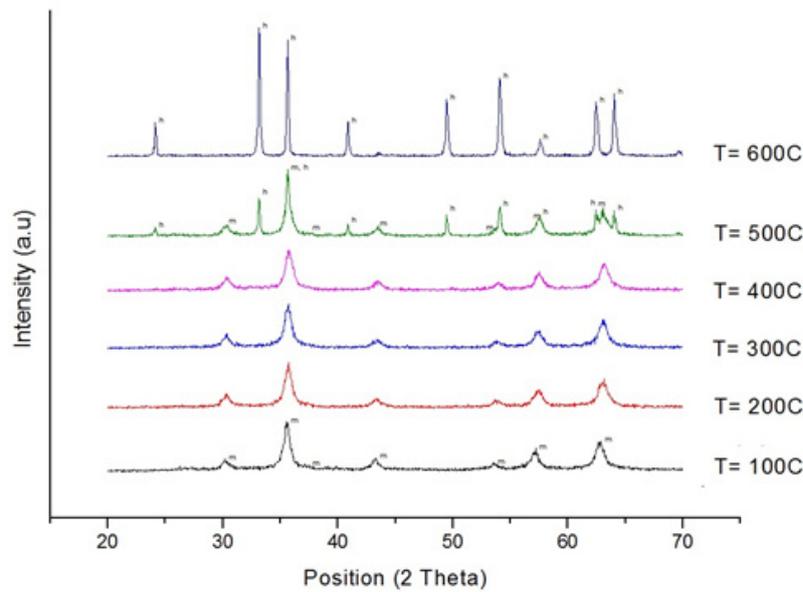
Bahan utama dalam penelitian adalah pasir besi dari pantai Sine Tulungagung, HCl, NaOH dan aquades. Pasir besi dilarutkan kedalam HCl saring dengan kertas saring, diambil larutan hasil penyaringan kemudian dititrasi dengan NaOH secara perlahan. Dipisahkan endapan dengan sisa titrasi dengan aquades dan endapan dikeringkan menggunakan magnetik-striler. Setelah mengering magnetite disintering dengan temperatur 100, 200, 300, 400, 500 dan  $600^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

Karakterisasi komposisi fasa dan struktur kristal menggunakan XRD (*X-ray diffraction*) PHilips X-Pert Multi Purpose Diffractometer System (JEOL-3530 Shimadzu). Sifat kemagnetan menggunakan VSM (*vibrating sample magnetometer*).

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Data hasil penelitian diperoleh dari data uji XRD dan VSM. Data hasil uji XRD dianalisis menggunakan perangkat lunak *X'pert High Score Plus* untuk mengetahui kandungan fasa, sedangkan untuk mengetahui parameter kisi dan ukuran kristal dianalisis menggunakan perangkat lunak MAUD. Data dari hasil uji VSM dianalisis menggunakan perangkat lunak *origin* untuk membuat kurva histerisis dan mengetahui besaran-besaran kemagnetan dari bahan, seperti magnetisasi saturasi (Ms), magnetisasi remanen (Mr) dan medan koersivitas (Hc). Pola difraksi hasil pengujian sampel  $Fe_3O_4$  dengan XRD ditunjukkan pada Gambar 1.

\*E-MAIL: darminto@physics.its.ac.id



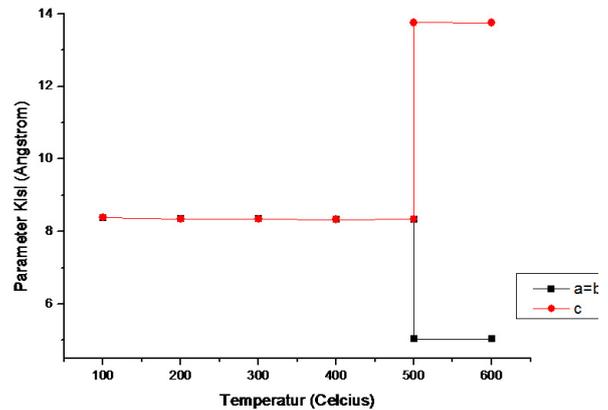
Gambar 1: Pola difraksi serbuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dipanaskan.

Analisis *match* menggunakan perangkat lunak *X'pert High Score Plus* untuk semua sampel menghasilkan pola difraksi yang sama dengan pola difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) no. 19-0629, kecuali pada pemanasan 500°C yang ditemukan adanya pola difraksi tambahan yang terdaftar pada JCPDS dengan no. 24-0072 milik  $\alpha - Fe_2O_3$ , sedangkan pada temperatur 600°C sampel hanya mempunyai pola difraksi milik  $\alpha - Fe_2O_3$ .

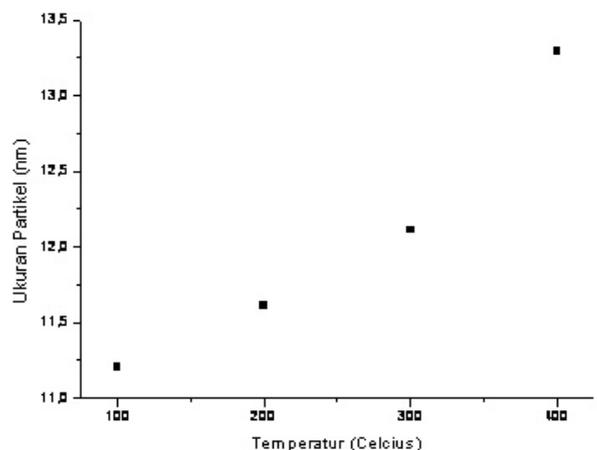
Hasil refinement data XRD dengan software *MAUD* dapat dilihat pada Gambar 2 dan 3. Dari analisis *MAUD* pada temperatur pemanasan antara 100 - 400°C kita dapatkan hasil magnetit berstruktur kubik spinel invers dengan nilai parameter kisi a = 8,356 Å dengan ralat nilai antara 0.01 - 0.02 Å, hasil ini bersesuaian dengan literatur yang telah ada sebelumnya [10, 11]. Pada temperatur pemanasan 500 C memiliki parameter kisi a = 8,372 Å dan sebagian sampel telah bertransisi menjadi hematit berstruktur kristal trigonal dengan parameter kisi a = b = 5,214 Å dan c = 13,867 Å. Sedangkan pada temperatur pemanasan 600°C parameter kisi a = b = 5,221 Å dan c = 13,877 Å.

Ukuran partikel pada sampel magnetit mengalami pertumbuhan seiring dengan bertambahnya temperatur pemanasan, hal ini seperti yang kita perkirakan dengan bertambahnya temperatur juga akan meningkatkan energi difusi pada atom-atom sehingga terjadi pertumbuhan partikel. Secara teori pertumbuhan partikel berbanding lurus terhadap temperatur secara eksponensial [18]. Ukuran terkecil pada bahan magnetit adalah 11,48 nm dan terbesar 13,45 nm, sedangkan pada bahan hematite adalah 93,35 nm pada pemanasan 500°C dan 116,47 nm pada pemanasan 600°C.

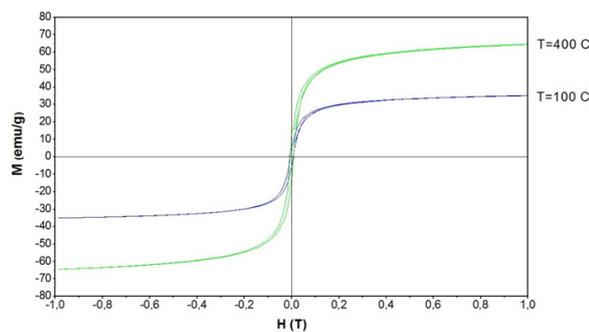
Hasil pengujian sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan VSM ditunjukkan pada Gambar 4, kurva histeresis berbentuk simetri dan mengalami saturasi yang menandakan bahan ferrimagnetik [19]. Nilai medan koersivitas hampir nol pada sampel pemanasan



Gambar 2: Parameter kisi serbuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dipanaskan



Gambar 3: Ukuran partikel serbuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dipanaskan



Gambar 4: Grafik histeresis serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dipanaskan

$100^\circ\text{C}$ , yang merupakan sifat dari bahan superparamagnetik. Hal ini bersesuaian dengan teori magnetik domain tunggal, pada saat bahan berdomain tunggal dan berukuran antara 3-11 nm akan bersifat superparamagnetik [2].

Nilai saturasi untuk sampel dengan pemanasan  $100^\circ\text{C}$  dan  $400^\circ\text{C}$  berturut-turut adalah 35 emu/g dan 65 emu/g, hasil ini lebih kecil dibandingkan dengan metode kopresitasi dengan modifair (50,61 emu/g) [19] dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bulk (90,0 emu/g) [20]. Sedangkan bila kita bandingkan dengan penelitian metode kopresitasi dengan bahan dasar pasir besi (4,5 emu/g) [13], kita dapatkan hasil yang lebih besar 8 kalinya.

Bila dibandingkan hasil pada sampel dengan  $100^\circ\text{C}$  dan  $400^\circ\text{C}$ , maka didapatkan berbanding lurus antara besar ukuran kristal dengan nilai saturasinya, akan tetapi hubungan ukuran partikel dengan nilai saturasinya belum dapat di kalkulasi secara tepat. Untuk bahan domain tunggal dapat didekati dalam matematis sederhana dengan menambahkan suatu konstanta dalam persamaan nilai saturasi dengan ukuran kristal [1]. Pada sampel dengan pemanasan  $100^\circ\text{C}$  dengan ukuran partikel 11,48 nm nilai saturasi bernilai 35 emu/g. sampel dengan pemanasan  $400^\circ\text{C}$  dengan ukuran partikel 13,45 nm, naik 1,5% dari sampel dengan pemanasan  $100^\circ\text{C}$  mengalami kenaikan nilai saturasi hampir 200% menjadi 65 emu/g.

#### IV. SIMPULAN

1. Magnetit mengalami transisi fasa dan struktur bila disintering pada temperatur  $500^\circ\text{C}$ .
2. Nilai saturasi pada magnetit yang dipanaskan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  dan  $400^\circ\text{C}$  berturut-turut adalah 35 emu/g dan 65 emu/g.
3. Nilai saturasi akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur sintering.

- 
- [1] B.D. Cullity, C.D. Graham, *Introduction to Magnetic Materials* (2nd Edition, Wiley and Sons, Inc, 2008)
- [2] J.M.D. Coey, *Magnetism and Magnetic Materials* (Cambridge University Press, New York, 2009)
- [3] Q. Li, *et al.*, *Exp Therm Fluid Sci*, **30**, 109 (2005).
- [4] J.Q. Cao, *et al.*, *J. Magn Magn Mate*, **277**, 165 (2004).
- [5] A. Jordan, *et al.*, *J. Magn Magn Mate*, **194**, 185 (1999).
- [6] B.W. Lu, W.C. Chen, *J. Magn Magn Mate*, **304**, e400 (2006).
- [7] Y.S. Kim, Y.H. Kim, *J. Magn Magn Mate*, **267**, 105 (2003).
- [8] L.S. Darken, R.W. Gurry, *J. Am. Chem. Soc.*, **68**, 798 (1946).
- [9] V. Oosterhout, *Magnetic Oxides* (in: D.S. Craik (Ed.), John Wiley & Sons, New York, 1975, pp. 700).
- [10] R. Fana, *et al.*, *Material Research Bulletin*, **35**, 497 (2001).
- [11] G. Visalakshi, *et al.*, *Mater. Res. Bull.* **28**, 829(1993).
- [12] Y.T. Qian, *et al.*, *Mater. Res. Bull.*, **29**, 953 (1994).
- [13] A. Taufiq, *Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano  $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{O}_4$  Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2008.
- [14] M.N. Cholishoh, *Sintesis partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan metode kopresipitasi dalam pH bervariasi*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2011.
- [15] D. Prasetia, *Efek pengadukan dan variasi PH pada sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari pasir besi dengan metode koresitasi*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2011.
- [16] M. Ghufron, *Pengaruh suhu dan waktu pemanasan pada pembentukan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$* , Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2010.
- [17] N. Masruroh, *Sintesis dan karakterisasi struktur komposit nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$* , Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2009.
- [18] Chiang, *et al.*, *Physical ceramics* (John Wiley & sons, Inc., New York, 1997)
- [19] Y. Wei, *et al.*, *Procedia engineering*, **27**, 632 (2012).
- [20] K. Tao, *et al.*, *Colloids Surf*, **320**, 115 (2008).