

## PREPARASI NANO PARTIKEL $\text{Fe}_3\text{O}_4$ DARI PASIR BESI DAN PELAPISANNYA PADA LOGAM NON MAGNETIK

Malik A. Baqiya, M. Anwar, Dimos Kurniawan, Tommy Hariyanto dan Darminto

Jurusan Fisika, FMIPA-ITS

Kampus ITS Keputih Sukolilo, Surabaya 60111

### ABSTRAK

**PREPARASI NANO PARTIKEL  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  DARI PASIR BESI DAN PELAPISANNYA PADA LOGAM NON MAGNETIK.** Telah berhasil disintesis partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan metode ko-presipitasi dengan dan tanpa menggunakan poli-etilen-glikon (PEG)-400 sebagai *template* dalam pelarut HCl dan pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Hasil sintesis tanpa *template* menunjukkan ukuran kristal dari partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4 < 10$  nm yang berbentuk *sferis*, sedangkan penggunaan PEG-400 meningkatkan ukuran kristal hingga  $> 10$  nm. Proses pelapisan partikel dilakukan dengan cara *spin-coating* pada permukaan aluminium setelah sebelumnya partikel dilarutkan di dalam surfaktan *tetra-metil-amonium-hidroksida (TMAH)*. Dipelajari hasil pelapisan dengan menggunakan foto SEM dan AFM/MFM, yang mencakup aspek-aspek homogenitas penyebaran partikel dan morfologinya serta faktor korosi oleh surfaktan TMAH.

**Kata kunci :**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Nano Partikel, PEG-400, *Spin-Coating*

### ABSTRACT

**PREPARATION OF  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  NANO-PARTICLES AND THE APPLICATION FOR COATING OF NON MAGNETIC METALS.**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  particles have been synthesized using co-precipitation method with and without poly-ethylene-glycol (PEG)-400 as template in HCl/ $\text{NH}_4\text{OH}$  as dissolving/precipitating agents. The particles synthesized without template have the crystal size  $< 10$  nm with spherical shape. Further, the use of PEG-400 increases the crystal size up to  $> 10$  nm. After the particles were solved in tetra-methyl-ammoniumhydroxide (TMAH) surfactant, those were then spin-coated onto an aluminium substrate. The result of coating is characterized by SEM and AFM/MFM, covering studies on distribution aspects particles, the morphologies, and corrosion factor because of TMAH surfactant.

**Key words :**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Nano-particles, PEG-400, Spin Coating

### PENDAHULUAN

Dalam beberapa tahun terakhir ini, sintesis material magnetit telah menghasilkan fluida magnet atau ferrofluida yang mempunyai sifat fisik seperti cairan dan sifat magnet seperti bahan padat. Ferrofluida merupakan larutan suspensi koloid yang mengandung partikel magnetit berukuran sangat kecil ( $\sim 10$  nm) di dalam media pengangkutnya (biasanya air atau hidrokarbon). Surfaktan digunakan untuk melapisi partikel magnetit yang berguna untuk mencegah aglomerasi antar partikel magnetit karena adanya gaya *Van der Waals*.

Nano partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit) dihasilkan dengan cara mencampurkan larutan garam besi (II) dan besi (III) menjadi satu dengan larutan amonium hidroksida sehingga dihasilkan reaksi pengendapan. Metode semacam ini disebut metode kopresipitasi. Sintesis nano partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan bahan dasar pasir besi yang dilarutkan dalam asam klorida untuk

mendapatkan larutan  $\text{FeCl}_3$  dan  $\text{FeCl}_2$  menghasilkan ukuran partikel magnetit berkisar antara 17,8 nm hingga 53,6 nm [1].

Salah satu metode yang digunakan untuk mendapatkan nano partikel dengan tingkat polidispersifitas yang tinggi adalah menggunakan *template* sebagai media pencetak nano partikel dengan ukuran yang seragam. Penggunaan *template* seperti polietilen glikol telah menghasilkan nano partikel dengan bentuk memanjang seperti jarum dengan tingkat polidispersifitas yang tinggi [2]. Telah berhasil mensintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  *nanorods* melalui penambahan Poli-Etilen-Glikol (PEG)-1000 sebagai *template* dengan diameter *rod* rata-rata  $\sim 80$  nm dan panjangnya  $\sim 2 \mu\text{m}$  [3].

Salah satu aplikasi pemanfaatan ferrofluida adalah menjadikan bahan nonmagnetik memiliki sifat magnet dengan cara melapisinya dengan ferrofluida, sehingga dengan mudah didapatkan sifat magnetik pada setiap

sembarang bahan. Pelapisan ferrofluida pada bahan nonmagnetik seperti aluminium, polimer dan kaca dengan metode *spin coating* menghasilkan nilai magnetisasi berturut-turut sebesar 98 G/cm<sup>2</sup>, 83 G/cm<sup>2</sup> hingga 293 G/cm<sup>2</sup> dan 48 G/cm<sup>2</sup> hingga 115 G/cm<sup>2</sup> [4].

Dalam makalah ini, disampaikan hasil penelitian pelapisan ferrofluida yang disintesis dengan *template* maupun tanpa *template* pada bahan logam nonmagnetik, yakni aluminium. Homogenitas penyebaran partikel dan morfologinya serta faktor korosi oleh surfaktan *Tetrametil-Amonium-Hidroksida (TMAH)* dipelajari dengan menggunakan *SEM* dan *Atomic/Magnetic Force Microscope (AFM/MFM)*.

## METODE PERCOBAAN

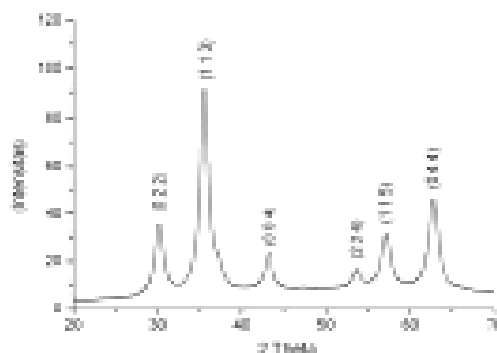
Pasir besi alam dipakai sebagai bahan dasar pembuatan nano partikel  $Fe_3O_4$  (*magnetite*), di mana sebelumnya telah dilakukan ekstraksi dengan magnet permanen. Ferrofluida berbasis  $Fe_3O_4$  tersebut diperoleh melalui metode kopresipitasi dengan cara melarutkan pasir besi hasil ekstraksi (diambil 20 g) dengan larutan HCl (sebanyak 38 mL). Kepada larutan yang diperoleh, ditambahkan PEG-400 dan selanjutnya ditambahkan 24 mL  $NH_4OH$  sambil diaduk dengan pengaduk magnetik pada suhu sekitar 70 °C. Endapan yang diperoleh dicuci berulang-ulang dengan *aquadest* sampai lima kali.

Endapan diambil 5 g dan ditambahkan surfaktan *TMAH* untuk dijadikan ferrofluida. Ferrofluida ini digunakan untuk melapisi logam aluminium dengan metode *spin-coating* (kecepatan putar 3000 rpm). Permukaan logam diampas dan dipoles terlebih dahulu supaya didapatkan permukaan yang rata dan halus. Sisa endapan yang terbentuk hasil sintesis dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C untuk diuji difraksi sinar-X (*XRD*) dan *SEM*. Hasil pelapisan pada logam diamati pula dengan *SEM* dan *AFM/MFM*.

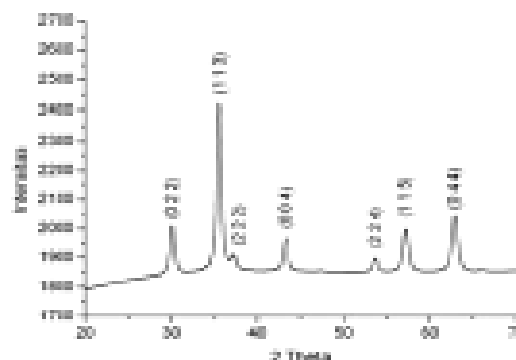
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Hasil Sintesis

Pengujian *XRD* digunakan untuk mengetahui fasa-fasa apa saja yang ada pada sampel. Data *XRD* untuk sampel tanpa dan dengan PEG-400 ditunjukkan dalam Gambar 1 dan Gambar 2. Hasil *XRD* menunjukkan bahwa terdapat fasa  $Fe_3O_4$  dan tidak ditemukan fasa lain. Partikel magnetit  $Fe_3O_4$  tanpa PEG-400 yang disintesis melalui metode kopresipitasi diperoleh ukuran kristal sekitar 8,3 nm. Penggunaan PEG-400 dalam sintesis sampel menjadikan partikel  $Fe_3O_4$  memiliki ukuran kristal rata-rata sekitar 11,5 nm. Semua puncak pola difraksi teridentifikasi sebagai fasa  $Fe_3O_4$  berstruktur kubik, dengan konstanta kisi  $a = 8,37 \text{ \AA}$  dan  $8,36 \text{ \AA}$  berturut-turut untuk  $Fe_3O_4$  tanpa dan dengan PEG 400, yang mendekati dengan data ICSD No. 50271 ( $a = 8,39 \text{ \AA}$ ). Penentuan ukuran tersebut dilakukan



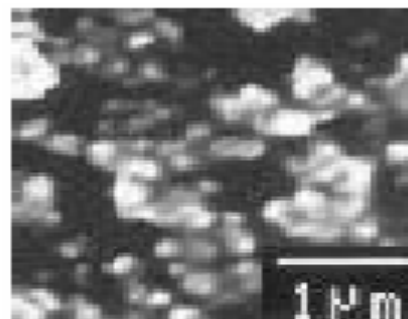
Gambar 1. Pola hasil XRD pada serbuk  $Fe_3O_4$  tanpa PEG-400



Gambar 2. Pola XRD dari sampel  $Fe_3O_4$  dengan PEG-400

dengan memakai persamaan *Debye-Scherrer*, dengan FWHM rerata  $\sim 0,83^\circ$ .

Ukuran kristal akan sama dengan ukuran partikel jika partikelnya merupakan partikel primer yang terdiri dari kristal tunggal. Namun, partikel  $Fe_3O_4$  umumnya berupa partikel sekunder yang terdiri dari sejumlah butir/kristal, sehingga ukuran partikel lebih besar dan mencapai  $\leq 100 \text{ nm}$  seperti ditunjukkan oleh Gambar 3. Secara sepintas nampak pada Gambar 3 bahwa distribusi ukuran partikel untuk sampel tanpa PEG-400 tidak merata, sehingga diperlukan cetakan untuk mempersempit distribusi ukuran partikel yang terbentuk.



Gambar 3. Struktur mikro dari magnetit ( $Fe_3O_4$ ) menggunakan *SEM* dengan perbesaran 10000 x

### Pengaruh Penambahan PEG-400

PEG-400 merupakan material polimer berstruktur rantai pendek yang seragam dan sangat mudah terserap

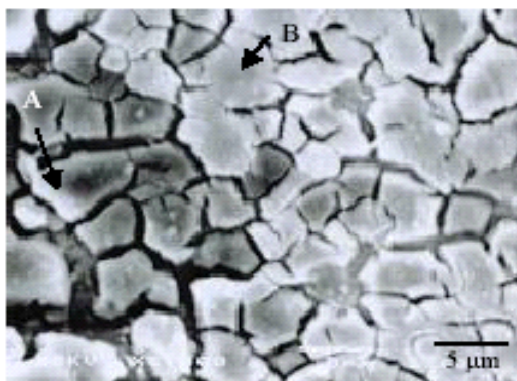
pada permukaan koloid logam oksida [2], dalam hal ini  $Fe_3O_4$ . PEG memegang peranan penting dalam mencegah agregasi nano partikel dan secara kinetik mengontrol laju pertumbuhan kristalografik ke arah bidang kristal tertentu [5]. Partikel magnetit yang ditempeli oleh PEG mengakibatkan menurunnya aktivitas partikel koloid sehingga pertumbuhannya terhambat pada sisi-sisi/bidang yang terlapsi PEG. Partikel cenderung tumbuh pada daerah yang tidak tertempeli PEG dan menghasilkan partikel berbentuk memanjang.

Pada Gambar 2 terlihat puncak-puncak difraksi hasil sintesis dengan PEG-400 cenderung lebih tajam daripada puncak-puncak yang terjadi pada  $Fe_3O_4$  tanpa PEG-400. Hal ini menggambarkan ukuran kristal yang lebih besar. Selain itu, penambahan PEG menghasilkan pertumbuhan partikel yang anisotropik dan menjadikan ukuran partikel lebih memanjang (membentuk *nanorods*). Meskipun ukuran kristalnya lebih besar, partikel  $Fe_3O_4$  yang disintesis dengan PEG-400 menunjukkan keseragaman ukuran yang lebih baik [1].

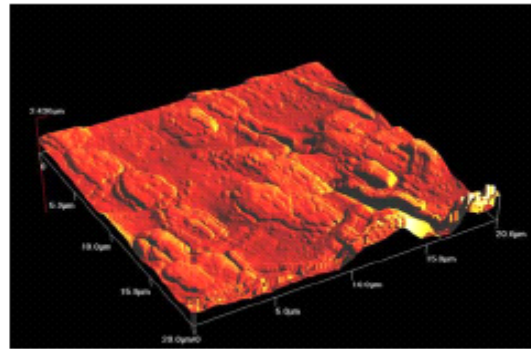
### Karakterisasi Hasil Pelapisan dengan $Fe_3O_4$

Gambar SEM dengan pelapisan ferrofluida tanpa PEG-400 pada logam aluminium ditampilkan dalam Gambar 4. Ferrofluida yang dilapiskan melalui teknik *spin-coating* dapat menempel pada permukaan logam dikarenakan adanya gaya *Van Der Waals* antara partikel magnetit dengan substratnya.

Gambar 4 menunjukkan partikel magnetit yang menempel sebagian besar mengikuti bentuk dari batas-batas butir aluminium. Diperkirakan bahwa surfaktan *TMAH* menguap dan yang tersisa adalah partikel magnetit saja yang menempati pada permukaan aluminium. Arah panah A dan panah B yang diperlihatkan pada Gambar 4 terdapat lapisan berwarna putih bercampur hitam. Diduga bahwa lapisan tersebut berupa produk korosi, mengingat surfaktan *TMAH* bersifat korosif [6]. Surfaktan ini bereaksi dengan aluminium dan selanjutnya bercampur dengan partikel magnetit melapisi permukaan aluminium. Hal ini diperkuat oleh hasil pengamatan oleh *AFM* pada Gambar 5,



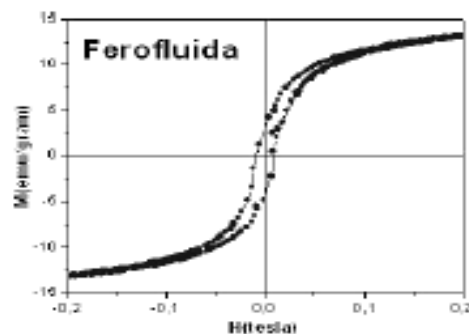
Gambar 4. Struktur mikro permukaan aluminium 6063 dengan pelapisan ferrofluida + *TMAH* menggunakan SEM dengan perbesaran 3500 kali



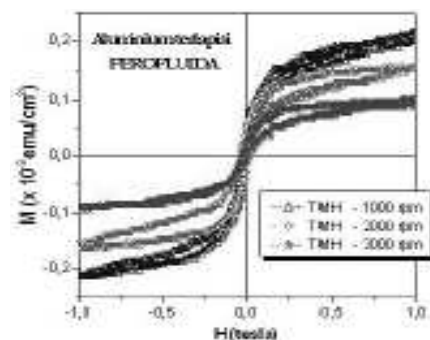
Gambar 5. Struktur permukaan aluminium 6063 dengan pelapisan ferrofluida menggunakan SEM

di mana struktur menyerupai butir (*grain*) tampak dengan ukuran  $5 \mu m$  hingga  $10 \mu m$ .

Sifat kemagnetan dari ferrofluida berbasis  $Fe_3O_4$  dan pelapisannya pada logam aluminium diukur dengan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*. Hasil *VSM* untuk sampel ferrofluida tanpa PEG 400 dan pelapisannya diperlihatkan pada Gambar 6 dan Gambar 7. Tampak pada Gambar 7, nilai remanen dan koersivitasnya lebih kecil dari Gambar 6. Hal ini dipengaruhi oleh banyak sedikitnya partikel magnetit yang menempel pada permukaan logam. Munculnya kurva histeresis pada logam nonmagnetik ini membuktikan bahwa pelapisan partikel  $Fe_3O_4$  dapat mengubah logam Al tersebut menjadi bersifat magnetik tanpa harus mengubah struktur dari logam yang dilapisi.



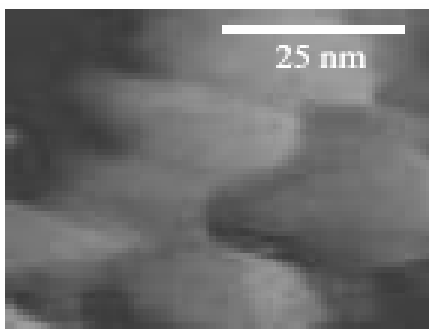
Gambar 6. Kurva histeresis untuk ferrofluida dengan  $Fe_3O_4$  tanpa PEG-400



Gambar 7. Kurva histeresis untuk pelapisan ferrofluida pada Aluminium 6063

Gambar 4 menunjukkan ketidakhomogenan partikel magnetit yang melapisi permukaan aluminium.

Hal ini dapat dilihat dari bercak-bercak hitam yang tidak merata. Ketidakhomogenan penyebaran ini dapat disebabkan oleh pengaruh kecepatan dan lamanya proses *spin-coating* dan kekentalan ferrofluida. Penyebaran partikel magnetit ini juga dapat dilihat melalui hasil *AFM* dari permukaan aluminium dengan ferrofluida tanpa PEG-400 pada Gambar 5. Terlihat bahwa partikel magnetit berkumpul membentuk bercak-bercak menempel pada permukaan.



**Gambar 8.** Struktur permukaan aluminium 6063 dengan pelapisan ferrofluida + TMAH menggunakan MFM.

Gambar 8 memperlihatkan struktur permukaan aluminium dengan menggunakan *Magnetic Force Microscope (MFM)*. Hasil pengujian *MFM* memberikan ukuran partikel sebesar 15 nm hingga 50 nm. Hasil ini memberikan gambaran lebih rinci tentang bentuk dan ukuran partikel yang diperoleh melalui analisis foto *SEM* pada Gambar 3.

## KESIMPULAN

Hasil sintesis pasir besi melalui metode kopresipitasi menghasilkan partikel  $Fe_3O_4$  dengan ukuran kristal  $< 10$  nm, dan ukuran partikel  $< 100$  nm yang selanjutnya dapat difabrikasi menjadi ferrofluida. Pelapisan ferrofluida  $Fe_3O_4$  pada logam aluminium dengan metode *spin coating* memperlihatkan bahwa partikel menempel dengan sempurna pada permukaan logam. Pelapisan pada logam non magnetik ini dapat mengubah secara signifikan sifat kemagnetan bahan tanpa mengubah komposisi dan struktur internal bahan terlapisi.

## DAFTARACUAN

- [1]. ANI S.A., Analisis Ukuran Dan Korelasi Nanopartikel  $Fe_3O_4$  Dalam Fluida Magnetik Dengan Teknik Hamburan Neutron Sudut Kecil, *Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS*, (2007)
- [2]. D.E. ZHANG, X.J. ZHANG, X.M. NI, H.G. ZHENG and D.D. YANG, *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, **292** (2005) 79-82
- [3]. S. LIAN, Z. KANG, E. WANG, M. JIANG, C. HU and L. XU, *Solid State Communications*, **127** (2003) 605-608

- [4]. HARIYANTO T, Pelapisan Bahan Non-Magnetik dengan Ferrofluida, *Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS*, (2006)
- [5]. JIN DU, YONGQIAN GAO, LANLAN CHAI, GUIFU ZOU, YUE LI and YITAI QIAN, Institute Of Physics Publishing, *Nanotechnology*, **17** (2006) 4923-4928
- [6]. BERGER P., ADELMAN, N. B., BECKMAN, K. J., CAMPBELL, D. J., ELLIS, A. B. and LISENSKY, G. C., *J. Of Chemical Education* 1999, **76** (1999) 943-948