

STUDI RESPON IMPEDANSI TERHADAP FREKUENSI PADA NANOARTIKEL MAGNETITE (Fe_3O_4) YANG DILAPISI POLYMER PEG (POLYETHYLENE GLYCOL)

Heriansyah

Pendidikan Fisika, Universitas Islam Negeri Raden Fatah Palembang, Palembang, Indonesia

heriansyah@radenfatah.ac.id

Abstrak

Paper ini mempelajari respon impedansi terhadap frekuensi pada nanopartikel magnetite (Fe_3O_4) yang dilapisi polymer polyethylene glycol (PEG). Respon impedansi berkaitan langsung dengan mekanisme konduksi pada material. Nanopartikel magnetite dilapisi PEG dengan perbandingan massa Fe_3O_4 dan PEG mulai dari 1:0; 4:1; 2:1; 1:1; dan 1:4. Jangkauan frekuensi yang digunakan adalah 10-120 kHz. Respon impedansi nanopartikel Fe_3O_4 yang dilapisi PEG menunjukkan ketergantungan kepada frekuensi. Tingginya impedansi pada frekuensi rendah diakibatkan oleh dominasi batas butir yang memiliki resistivitas yang tinggi. Impedansi berkurang dengan menurunnya frekuensi. Impedansi meningkat dengan bertambahnya jumlah massa PEG pada perbandingan massa antara Fe_3O_4 dan PEG. Terlihat pada frekuensi 10 kHz impedansi sampel E (1:4) bernilai 285,9 k Ω sedangkan sampel A (1:0) bernilai 200 k Ω . Jumlah massa PEG yang lebih banyak pada pelapisan diprediksi akan meningkatkan batas butir karena PEG bersifat insulator dan memberikan kontribusi resistivitas pada batas butir. Hasil pengukuran impedansi menunjukkan tingkat resistivitas yang tinggi ada pada nanopartikel Fe_3O_4 yang dilapisi PEG dengan perbandingan lebih banyak massa PEG.

Kata Kunci : Impedansi, Fe_3O_4 , Polyethylene Glycol (PEG), Frekuensi

PENDAHULUAN

Nanopartikel magnetite (Fe_3O_4) adalah salah satu material magnetik dari spinel ferrit yang cukup populer diteliti pada beberapa dekade ini. Salah satunya dikarenakan sifat superparamagnetik yang dimiliki nanopartikel magnetite pada saat ukuran kurang dari 20 nm (Lu, Salabas, & Schuth, 2007). Selain itu, spinel ferrit sendiri memiliki karakteristik resistivitas listrik konstanta dielektrik dan permeabilitas yang tinggi (Goldman, 2006). Keunggulan-keunggulan yang dimiliki oleh nanopartikel Fe_3O_4 memberikan ruang aplikasi yang cukup luas mulai penerapannya pada *ferrofluids*, *High gradient magnetic separation* sebagai teknik purifikasi, *magnetic tomography (MRT)*, biosensor *Surface Plasmon resonance (SPR)*, dan *Electromagnetic Interference (EMI) Shielding*. (Blanley, 2007); (Dhawan, Ohlan, & Singh, 2011); (Husain, Megasari, Suharyadi, & Abraha, 2012). Nanopartikel Fe_3O_4 juga dikenal sebagai material *filler* saat dikombinasikan dengan polymer. Kombinasi Fe_3O_4 dengan polymer sering ditemukan dalam aplikasi media perekaman magnetik dan medis (Yang, Wu, & hou, 2011).

Nanopartikel Fe_3O_4 yang memiliki struktur invers spinel kubik yang terdiri dari

kation Fe^{3+} dan Fe^{2+} pada posisi masing-masing tetrahedral dan oktahedral. Kation Fe^{2+} merupakan bagian yang mempengaruhi sifat kelistrikan pada Fe_3O_4 , hal ini disebabkan terjadinya pertukaran $\text{Fe}^{2+} \leftrightarrow \text{Fe}^{3+}$ yang akan meningkatkan polarisasi (Mohan, Ravinder, Reddy, & Boyanov, 1999). Sifat kelistrikan Fe_3O_4 seperti sifat dielektrik menunjukkan penurunan konstanta dielektrik dengan bertambahnya frekuensi, selain itu sifat dielektrik ferrit didominasi oleh polarisasi batas butir. Sifat konduktifitas listrik nanopartikel Fe_3O_4 cenderung meningkat dengan bertambahnya frekuensi (Radon, Lukowicz, Kremzer, Mikula, & Wlodarczyk, 2018). Berbeda lagi dengan sifat dielektrik pada Fe_3O_4 yang dienkapsulasi/*coating* dengan polymer (Polyethylene Glycol) yang memiliki kecenderungan menurun dengan bertambahnya konsentrasi polymer PEG yang melapisi nanopartikel Fe_3O_4 . (Heriansyah, Mustawarman, & Suharyadi, 2015). Untuk kalangan ferrit sendiri kajian mengenai sifat listrik (MgFe_2O_4 dan MnFe_2O_4) menunjukkan adanya pengaruh dominan efek batas butir, dimana menurunnya resistansi batas butir mengaktifkan mekanisme konduksi (Sekulic, Lazarevic, & Jovalekic, 2016)

Bagaimanapun sifat kelistrikan dari ferrit terutama dari Fe_3O_4 cukup menarik untuk

diteliti karena hubungan sifat kelistrikan dengan frekuensi berkaitan langsung dengan kemungkinan digunakannya Fe_3O_4 untuk berbagai aplikasi elektronik yang dipengaruhi oleh frekuensi. Tetapi respon impedansi dari Fe_3O_4 yang dilapisi polymer masih jarang diteliti. Sedangkan respon impedansi berkaitan langsung dengan mekanisme konduksi pada material. Oleh karena itu untuk memahami sifat kelistrikan pada Fe_3O_4 yang dilapisi Polymer (PEG) serta mekanisme konduksi yang terjadi terhadap penambahan frekuensi maka dilakukan studi respon impedansi terhadap frekuensi pada nanopartikel magnetite (Fe_3O_4) yang dilapisi polymer PEG (Polyethylene Glycol) dengan menggunakan spektroskopi impedansi.

METODE PENELITIAN

Nanopartikel magnetite (Fe_3O_4) didapatkan melalui proses sintesis dengan metode kopresipitasi. Senyawa prekursor yang digunakan adalah senyawa hidrat $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ dan $FeSO_4 \cdot 7H_2O$. Kedua senyawa dilarutkan pada 30 ml aquades dengan perbandingan molar 2:1. $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ merupakan senyawa yang menyediakan kation Fe^{3+} sedangkan $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ sebagai penyedia kation Fe^{2+} . Larutan campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen dan ditambahkan larutan kopresipitan yaitu NH_4OH (10%) sebanyak 60 ml. penambahan kopresipitan diteteskan perlahan-lahan dengan kecepatan pengadukan ± 450 rpm pada suhu 60° selama 90 menit.

Setelah selesai, hasil larutan dicuci menggunakan aquades berkali-kali (7 kali) untuk meminimalisir jumlah garam terlarut yang tersisa. Kemudian dilakukan proses pengendapan untuk memperoleh endapan Fe_3O_4 yang nantinya dipanaskan pada suhu 80° selama 2 jam. Setelah kering endapan dihancurkan hingga berbentuk serbuk.

PEG yang digunakan adalah PEG-4000 dalam bentuk padat, sehingga perlu dilarutkan sebelumnya. Pelapisan diperoleh dengan cara mencampurkan serbuk Fe_3O_4 dengan larutan PEG, yang kemudian diaduk dengan kecepatan 1000 rpm pada suhu ruang selama 30 menit. Sampel dikeringkan tanpa pemanasan dengan cara mengendapkan selama 1 minggu. Jika sudah kering sampel kembali dihancurkan

hingga berbentuk serbuk. Adapun sampel yang dibuat untuk perbandingan adalah dengan perbandingan massa.

Tabel 1. Preparasi sampel dengan perbandingan massa Fe_3O_4 dengan PEG

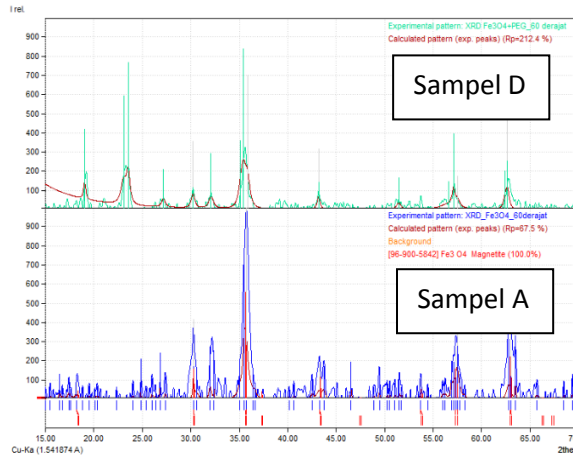
Kode Sampel	Massa Fe_3O_4	Massa PEG	Perbandiang massa
Sampel A	1,5	0	1:0 (tanpa PEG)
Sampel B	1,5	0,375	4:1
Sampel C	1,5	0,75	2:1
Sampel D	1,5	1,5	1:1
Sampel E	1,5	4,5	1:3

Selanjutnya beberapa sampel dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (shimadzu Model XD-3H), dengan tabung $CuK\alpha$ (panjang gelombang 1,5406 Å) digunakan untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam sampel. Selanjutnya menggunakan *Infra Red Spectroscopy* (Shimadzu Prestige-21) untuk mengentahui ikatan gugus fungsi yang muncul pada sampel. Impedansi diperoleh menggunakan spektroskopi Impedansi dengan rangkaian RC. Rentang frekuensi yang digunakan adalah 10 -120 kHz. Sampel dibuat keping berdiameter 1,23 cm secara kompaksi dengan tekanan 50.000 N.

HASIL DAN PEMBAHASAN

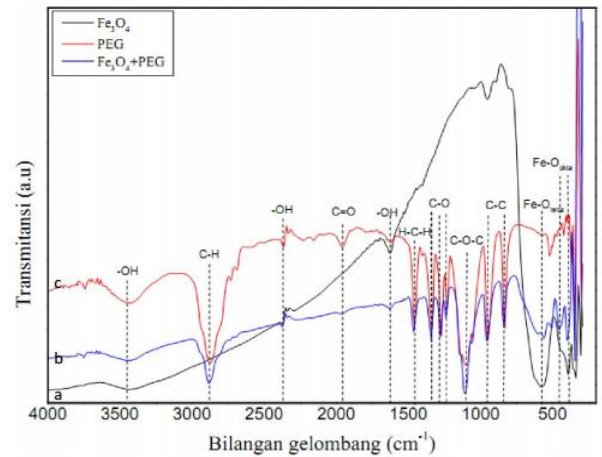
Fase kritical yang diperoleh melalui karakterisasi XRD pada dua sampel menunjukkan 2 pola spektrum yang hampir serupa. pola spektrum ditunjukkan pada gambar 1. Kedua sempel yang dikarakterisasi adalah sampel A (perbandingan 1:0) dan sampel D (perbandingan 1:1). Pada sampel A fasa yang muncul adalah puncak-puncak yang dimiliki oleh Fe_3O_4 (sesuai JCPDS#19-0629) dengan representasi indeks bidang (220), (311), (400), (511), dan (440). Selain fasa Fe_3O_4 juga terdapat puncak yang teridentifikasi sebagai fasa hematit ($\alpha-Fe_2O_3$). Kemunculan fasa hematit pada sampel diprediksi akibat dari proses oksidasi Fe_3O_4 (Riyanto, 2012). Pada sampel B ditemukan tambahan fasa pada sudut $2\theta = 23,4^\circ$ dan $27,2^\circ$ yang masing-masing diidentifikasi sebagai $\alpha-FeO(OH)$ dan $\gamma-$

FeO(OH). Kemunculan dua fasa baru pada sampel B menunjukkan bahwa proses pelapisan yang berhasil, dimana menunjukkan adanya interaksi dari atom-atom Fe^{3+} dengan gugus hidroksil dari polymer PEG.



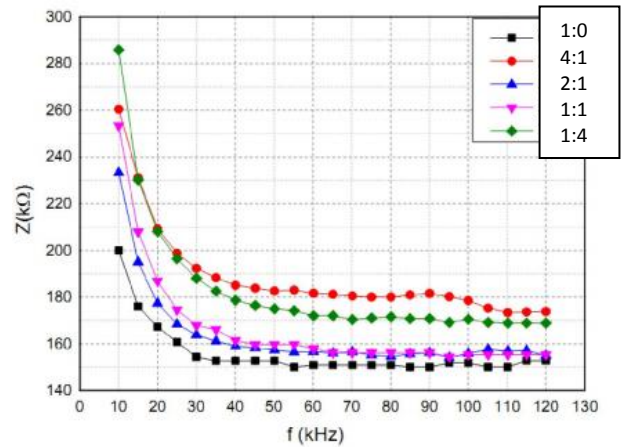
Gambar 1. Pola spektrum XRD dari sampel A dan sampel D

Karakterisasi FTIR sampel A dan sampel D ditunjukkan pada gambar 2. Hasil FTIR pada sampel A menunjukkan adanya puncak serapan pada $3448,7\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan *stretching vibration* dari gugus $-OH$. Hal tersebut diprediksi adanya ikatan dari gugus hidroksil molekul air dengan permukaan nanopartikel Fe_3O_4 . Modifikasi permukaan dengan pelapisan polymer PEG akan memutuskan gugus $-OH$ dan menggantinya dengan rantai PEG. Untuk sampel D terdapat puncak pada $2885,8\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya *stretching vibration* dari C-H yang ada pada PEG. Selain itu juga muncul vibrasi gugus C-O, H-C-H, C-C yang juga menandakan keberadaan PEG pada sampel D. Hasil tersebut menandakan bahwa proses pelapisan nanopartikel Fe_3O_4 telah berhasil dilakukan.



Gambar 2. Sektrum FTIR sampel A, sampel B dan PEG

Respon Impedansi dari 5 sampel dengan variasi perbandingan massa Fe_3O_4 dan PEG diperoleh melalui spektroskopi impedansi. Hubungan Impedansi terhadap frekuensi ditunjukkan pada gambar 3. Hasil yang diperoleh yaitu nilai impedansi cenderung mengalami penurunan dengan bertambahnya frekuensi.



Gambar 3. Grafik impedansi terhadap frekuensi pada variasi perbandingan massa Fe_3O_4 dan PEG

Impedansi merupakan konsep umum dari resistansi. Semakin kecil impedansi suatu bahan maka semakin kecil pula resistansi yang dimiliki bahan tersebut. Besarnya impedansi pada frekuensi rendah disebabkan oleh dominasi resistansi dari batas butir yang bersifat isolator, sehingga energi yang dihasilkan oleh arus bolak-balik terhambat oleh batas butir yang lebih isolator (konduktif lemah). Meningkatnya frekuensi menunjukkan terjadinya penurunan resistivitas pada bahan, hal ini

disebabkan energi dapat melewati batas butir dan mudah mempengaruhi butir konduktif yang berada pada butir nanopartikel Fe_3O_4 . Pada frekuensi rendah, konduktivitas listrik akan berhubungan dengan mobilitas elektron *long-range* serta batas butir yang memiliki hambatan/resistansi yang besar. Sedangkan pada frekuensi tinggi, konduktivitas ditentukan oleh mobilitas elektron *short-range* serta butir yang konduktivitasnya tinggi (Radon, Lukowiec, Kremzer, Mikula, & Wlodarczyk, 2018)

Pengaruh lapisan PEG pada impedansi nanopartikel Fe_3O_4 dapat dilihat dari tabel 2. Dengan mencuplik frekuensi 10 kHz, 50 kHz dan 100 kHz. Pengaruh PEG sendiri secara umum menunjukkan kenaikan terhadap peningkatan perbandingan massa Fe_3O_4 dan PEG.

Tabel 2. Impedansi pada sampel A, B, C, D, dan E untuk frekuensi frekuensi 10 kHz, 50 kHz dan 100 kHz.

Nama sampel	Z (kΩ)		
	10 kHz	50 kHz	100kHz
Sampel A	200	152,6	151,8
Sampel B	260,4	182,6	178,5
Sampel C	233,3	157,3	155,9
Sampel D	253,3	159,7	155,4
Sampel E	285,9	175	170,5

Sampel E menunjukkan impedansi paling besar kemudian impedansi menurun berurutan dari sampel D, C, dan A. sampel E adalah sampel dengan perbandingan jumlah massa PEG lebih banyak. Sampel A adalah sampel yang perbandingan jumlah massanya paling sedikit atau 0. Tingginya impedansi pada sampel E diprediksi adanya pengaruh dominan batas butir. Pada sampel E diprediksi memiliki batas butir yang lebih tebal akibat dari pelapisan polymer yang bersifat isolator. Fluktuasi pada sampel B diprediksi akibat pengaruh fasa lain yang dominan akibat oksidasi atau cacat pada batas butir (Heriansyah, Mustawarman, & Suharyadi, 2015).

KESIMPULAN

Respon impedansi atau sifat resistivitas dari nanopartikel Fe_3O_4 yang dilapisi PEG

menunjukkan ketergantungan kepada frekuensi. tingginya impedansi pada frekuensi rendah diakibatkan oleh dominasi batas butir yang memiliki resistivitas yang tinggi. Menurunnya impedansi dengan berkurangnya frekuensi diakibatkan kemampuan dari batas butir berkurang dan impedansi didominasi oleh butir yang lebih konduktif. Impedansi meningkat dengan meningkatnya jumlah maasa PEG pada perbandingan massa antara Fe_3O_4 dan PEG. Hal tersebut dikarenakan adanya pengaruh batas butir yang mendominasi ketika jumlah PEG lebih banyak. Jumlah massa PEG yang lebih banyak pada pelapisan diprediksi akan meningkatkan batas butir karena PEG bersifat insulator dan memberikan kontribusi resistivitas pada batas butir.

DAFTAR PUSTAKA

- Blanley, L. (2007). Magnetite (Fe_3O_4): Properties, Synthesis, and Applications. *Lehigh Review*, 40, 33-81.
- Dhawan, S. K., Ohlan, A., & Singh, K. (2011). *Designing of Nano Composites of Conducting Polymers for EMI Shielding Advances in Nanocomposites-Synthesis, Characterization and Industrial Applications*, Dr. Boreddy Reddy (Ed). -: ISBN: 978-953-307-168-7, InTech.
- Goldman, A. (2006). *Modern Ferrite Technology*. Newyork: Springer.
- Heriansyah, Mustawarman, & Suharyadi, E. (2015). Kajian Sifat Dielektrik Pada Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4) yang dienkapsulasi Polimer Polyethylene Glycol (PEG-4000). *Spektra: jurnal Fisika dan Aplikasinya*, 16 (3), 50-55.

- Husain, S., Megasari, K., Suharyadi, E., & Abraha, K. (2012). Deteksi Biomolekul pada Fenomena Surface Plasmon Resonance (SPR) Terlapisi Nanopartikel Magnetik Fe₃O₄. *Pertemuan Ilmiah HFI* (hal. 1-4). Jawa Tengah: HFI- Jateng & DIY.
- Lu, A. H., Salabas, E. L., & Schuth, F. (2007). Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application. *Angew. Chem. Int. Ed*, 46, 1222-1244.
- Mohan, G. R., Ravinder, D., Reddy, A. V., & Boyanov, B. S. (1999). Dielectric Properties of Polycrystalline Mixed Nickel-Zinc Ferrites. *Material letters*, 40,39-45.
- Radon, A., Lukowicz, D., Kremzer, M., Mikula, J., & Wlodarczyk, P. (2018). Electrical Conduction Mechanism and Dielectric Properties of Spherical Shaped Fe₃O₄ nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation Method. *Material (Basel)*, 11 (5), 735.
- Riyanto, A. (2012). *Sintesis nanopartikel Fe₃O₄ (magnetit) dan potensinya sebagaimaterial aktif pada permukaan sensing biosensor berbasis surface plasmon resonance (SPR) (doctoral dissertation,[Yogyakarta]:Universitas Gadjah Mada).*
- Sekulic, D. L., Lazarevic, Z. Z., & Jovalekic, C. D. (2016). Impedance Spectroscopy of Nanocrystalline MgFe₂O₄ and MnFe₂O₄ Ferrite Ceramic: Effect of Grain Boundaries On The Electrical Properties. *Science of Sintering*, 48, 17-28.
- Yang, C., Wu, J., & hou, Y. (2011). Fe₃O₄ nanostructure : Synthesis, Growth, Mechanism, properties and Applications. *Chemical Communications*, 47, 5130-5141.