



## Synthesis of Magnetite ( $Fe_3O_4$ ) Nanoparticles from Iron Ore with the Addition of Lauric Acid

### Sintesis Nanopartikel Magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dari Bijih Besi dengan Penambahan Asam Laurat

Siska Febriyani<sup>1\*</sup>, Syamsi Aini<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Departemen Kimia, Universitas Negeri Padang, Indonesia

\*[siskafebriyani100@gmail.com](mailto:siskafebriyani100@gmail.com)

Article History	Received : 08 02 2023	Revised : 15 02 2023	Accepted : 17 03 2023
-----------------	-----------------------	----------------------	-----------------------

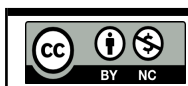
**Abstract:** Nagari Aie Dingin, Solok Regency is one of the areas in West Sumatra which is rich in iron ore minerals. Characteristics of iron ore in the area can be used as a raw material in the synthesis of  $Fe_3O_4$  nanoparticles. The variation of the addition of lauric acid in synthesizing  $Fe_3O_4$  nanoparticles in this study aims to determine and analyze the effect of lauric acid on the crystal structure and particle size of  $Fe_3O_4$ . The use of lauric acid can inhibit particle growth and prevent oxidation of  $Fe_3O_4$ . The method used was coprecipitation by dissolving using 12 M HCl and precipitation using 6.5 M  $NH_4OH$ . Characterization tests were carried out using XRF to determine the elemental composition present in iron ore and XRD to determine the phase and crystal size of the sample. From the XRF test of iron ore before and after being synthesized, it was found that the percentage of Fe elements in iron ore increased from 70.782% to 95.747%. Based on the Scherrer-Debye equation, the optimum crystal size was obtained by adding 2.5 grams of lauric acid with a crystal size of 18.1 nm. The optimum yield of  $Fe_3O_4$  nanoparticles can be used as a brightening agent in MRI because it has a crystal size below 20 nm.

**Keywords:** Iron ore; Coprecipitation; Magnetite Nanoparticles; Lauric Acid.

**Abstrak:** Nagari Aie Dingin Kabupaten Solok menjadi salah satu daerah di Sumatera Barat yang kaya dengan mineral bijih besi. Karakteristik bijih besi di daerah tersebut dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam sintesis nanopartikel  $Fe_3O_4$ . Variasi penambahan asam laurat dalam mensintesis nanopartikel  $Fe_3O_4$  pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui dan menganalisis pengaruh asam laurat terhadap struktur kristal dan ukuran partikel  $Fe_3O_4$ . Penggunaan asam laurat mampu menghambat pertumbuhan partikel dan mencegah terjadinya oksidasi dari  $Fe_3O_4$ . Metode yang digunakan yaitu kopresipitasi dengan pelarutan menggunakan HCl 12 M dan pengendapan menggunakan  $NH_4OH$  6,5 M. Uji karakterisasi dilakukan menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi unsur yang ada pada bijih besi dan XRD untuk menentukan fasa dan ukuran kristal sampel. Dari uji XRF bijih besi sebelum dan setelah disintesis didapatkan kenaikan persentase unsur Fe dalam bijih besi dari 70,782% menjadi 95,747%. Berdasarkan persamaan Scherrer-Debye, didapatkan ukuran kristal optimum pada penambahan 2,5 gram asam laurat dengan ukuran kristal 18,1 nm. Hasil nanopartikel  $Fe_3O_4$  yang optimum ini dapat digunakan sebagai agen pencerah pada MRI karena memiliki ukuran kristal dibawah 20 nm

**Kata Kunci:** Bijih Besi; Kopresipitasi; Nanopartikel Magnetit; Asam Laurat.

**How to cite:** Febriyani, Siska. 2023. Sintesis Nanopartikel Magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dari Bijih Besi dengan Penambahan Asam Laurat. Natural Science: Jurnal Penelitian Bidang IPA dan Pendidikan IPA, 9(1): 57-69.



Licensees may copy, distribute, display and perform the work and make derivative and remixes based on it only if they give the author or licensor the credits (attribution) in the manner specified by these. Licensees may copy, distribute, display, and perform the work and make derivative works and remixes based on it only for non-commercial purposes

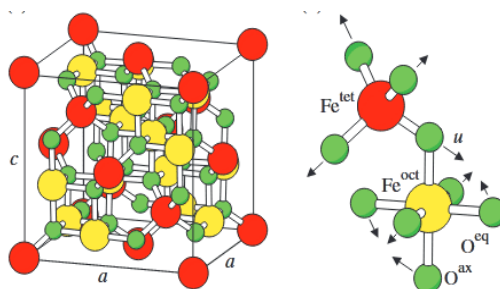
## A. Pendahuluan

Indonesia, khususnya Sumatera Barat menjadi provinsi dengan titik tambang yang banyak seperti salah satunya tambang bijih besi. Kadar bijih besi di setiap titik pada suatu wilayah mempunyai persentase yang berbeda-beda tergantung kondisi geografisnya (Ratnawulan, 2014). Dari Dinas Perindustrian dan Perdagangan Provinsi Sumatera Barat pada tahun 2013 tercatat bahwa data ekspor bijih besi dari Sumbar sebesar 422.214,88 ton dengan harga US\$18.414.052,93 atau sekitar US\$43,61 per ton. Bijih besi umumnya mengandung mineral magnetit ( $Fe_3O_4$ ), hematit ( $\alpha-Fe_2O_3$ ) dan maghemite ( $\gamma-Fe_2O_3$ ). Endapan bijih besi diklasifikasikan menjadi tiga jenis menurut proses pembentukannya: yaitu endapan bijih besi primer, endapan bijih besi laterit dan endapan pasir besi. Bijih besi yang terdapat di daerah perbukitan umumnya merupakan jenis bijih besi laterit (Prabowo, 2011). Salah satu bijih besi laterit seperti bijih besi daerah Jorong Aie Abu, Nagari Aie Dingin, Kec. Lembah Gumanti, Kab. Solok. Bijih besi daerah ini memiliki warna yang hitam dan kaya dengan mineral magnetik. Namun sejak 2014 tambang bijih besi ini tidak lagi beroperasi, sehingga sisa dari penambangan sebelumnya dibiarkan begitu saja. Padahal bijih besi ini memiliki potensi untuk digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) sehingga dapat meningkatkan nilai jual bijih besi tersebut.



**Gambar 1.** Peta tambang bijih besi Aie Dingin Kabupaten Solok.

Bijih besi banyak digunakan dalam industri baja dan sebagian besar di ekspor dari Indonesia ke Cina. Bijih besi di Indonesia sering dijumpai pada metasomatik kontak, dimana secara tidak sengaja tertimbun dan tergalikan dalam bentuk batuan besar (Nailazzulfa, 2014). Bijih besi terdiri dari unsur oksigen dan unsur besi yang saling berikatan membentuk molekul. Bijih besi umumnya dominan dengan besi oksida dan warnanya bervariasi dari hitam, abu-abu, kuning cerah, ungu gelap, ada juga warna merah berkarat (Rahmadani, 2011). Memanfaatkan bijih besi dalam pembuatan nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dapat dijadikan sebagai jalan untuk menaikkan harga jual bijih besi. Nanopartikel magnetit adalah partikel magnetit dengan ukuran nanometer, yaitu kurang lebih 1-100 nm (Bukit et al., 2015). Nanopartikel magnetit menjadi bahan yang menarik untuk dikembangkan karena sifat kemagnetannya yang kuat dan potensi yang besar dalam aplikasi di berbagai bidang. Di dalam magnetit terdapat ion  $Fe^{2+}$  dan  $Fe^{3+}$  yang juga sering dirumuskan sebagai  $FeO.Fe_2O_3$ .



**Gambar 2.** Struktur kristal  $Fe_3O_4$  (Friák et al., 2007).

Magnetit memiliki rumus molekul berupa  $Fe_3O_4$  dengan massa jenis  $5,18 \text{ g/cm}^3$  dan titik leleh  $1583\text{-}1597^\circ\text{C}$ . Struktur kristal dari magnetit berupa kubik dengan tipe struktur spinel terbalik. Ion  $Fe^{3+}$  pada magnetit sebagian berada pada titik tetrahedron dan sebagian yang lainnya berada pada titik oktahedron dan untuk semua ion  $Fe^{2+}$  terdapat pada titik oktahedron pada bentuk struktur kristal logam tatanan kubus rapat muka (fcc) (Sugiarto, 2003). Magnetit adalah bahan superparamagnetik berskala nano, berwarna hitam, biokompatibel dan tidak beracun. Sifat kemagnetan yang terdapat pada magnetit ( $Fe_3O_4$ ) lebih kuat dibandingkan mineral oksida besi lainnya, sehingga banyak digunakan dalam berbagai aplikasi seperti di bidang industri sebagai zat warna (Wahyuni & Aini, 2021), katalis (Yoesepha et al., 2016), dan absorben (Fisli et al., 2018).

Pada bidang biomedis nanopartikel magnetit juga diaplikasikan sebagai *drug delivery* yaitu memberikan senyawa obat langsung ke target terapi. Prinsipnya adalah mengikat obat ke nanopartikel magnetit sebagai pembawa obat dan kemudian menyuntikkannya ke vena. Selain itu, magnetit digunakan sebagai agen kontras untuk diagnosis penyakit menggunakan *Magnetic Resonance Imaging* (Rahimah et al., 2019). Menurut (Permana dkk., 2017) nanopartikel magnetit dengan ukuran kecil dari 20 nm dapat diaplikasikan di bidang biomedis salah satunya sebagai agen pencerah untuk gambar yang dihasilkan dari *magnetic resonance imaging* (MRI) sehingga dapat menghasilkan citra gambar yang lebih jelas.

Untuk mengikuti permintaan pasar global, perkembangan penelitian terkait nanopartikel magnetit perlu ditingkatkan kualitas dan kuantitasnya. Akhir-akhir ini terjadi peningkatan permintaan *global market* mengenai pembuatan nanopartikel sehingga para peneliti berusaha mensintesis berbagai nanopartikel (Nursa et al., 2016), seperti nanopartikel magnetite ( $Fe_3O_4$ ). Beberapa metode yang sudah pernah dicoba dalam upaya mendapatkan nanopartikel ( $Fe_3O_4$ ) dengan kualitas yang bagus yaitu seperti metode kopresipitasi (Andi Mutia Fitri, 2018), elektrokimia (Pratama & Izzati, 2017) dan hidrotermal (Sari et al., 2019).

Dalam pembuatan nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) yang bahan dasarnya dari alam seperti salah satunya bijih besi sangat cocok menggunakan metode kopresipitasi karena bahan yang digunakan berupa padatan atau serbuk. Dalam pembentukan produk, proses kopresipitasi meliputi kontrol pH, temperatur dan kecepatan pengadukan (Ningsih, 2016). Kopresipitasi adalah proses yang digunakan untuk memproduksi bahan nanopartikel. Pada metode kopresipitasi diperoleh endapan dari

pencampuran garam logam dengan menambahkan basa sebagai pengendap. Penggunaan asam dan basa memberikan pengaruh terhadap hasil sintesis. Untuk melarutkan digunakan asam dan untuk mengendapkan digunakan basa.

Larutan asam yang digunakan dalam presipitasi yaitu larutan HCl. Dengan larutan HCl bijih besi akan cepat bereaksi membentuk ion  $Fe^{3+}$  dan  $Fe^{2+}$ . Untuk menghasilkan presipitasi perlu ditambahkan larutan pengendap. Salah satu larutan pengendap yang bisa digunakan yaitu amonium hidroksida ( $NH_4OH$ ).  $NH_4OH$  yang akan memberikan suasana basa dalam larutan (Rahimah et al., 2019). Dimana keadaan basa tersebut mendukung terbentuknya endapan. Produk samping yang dihasilkan dari pengendapan dengan  $NH_4OH$  dapat dihilangkan dengan jalan pemanasan (Merdekani, 2013). Untuk mengontrol ukuran partikel yang didapatkan dari metode kopresipitasi perlu adanya penambahan surfaktan. Salah satu surfaktan yang bisa digunakan yaitu asam laurat (Mairoza & Astuti, 2016), (Atase Fard et al., 2014). Asam laurat merupakan jenis asam yang termasuk lemak jenuh dengan jumlah atom C penyusunnya 12. Rumus kimia dari asam laurat yaitu  $CH_3(CH_2)_{10}COOH$ , berat molekul 200,3 g/mol, massa jenis 0.880 g/cm<sup>3</sup>, titik leleh 43,2°C, dan titik didih 298.9°C (Hakim, 2008). Asam laurat berperan sebagai agen pelapis pada permukaan  $Fe_3O_4$ . Penambahan asam laurat pada sintesis nanopartikel magnetit  $Fe_3O_4$  dapat memperkecil ukuran partikel dan dapat menghasilkan distribusi partikel  $Fe_3O_4$  yang seragam serta dapat mencegah terjadinya oksidasi dari  $Fe_3O_4$  (Mairoza & Astuti, 2016).

Mairoza dan Astuti (2016) sebelumnya telah melakukan penelitian mengenai sintesis nanopartikel  $Fe_3O_4$  menggunakan batuan besi daerah Surian Kabupaten Solok dengan variasi penambahan asam laurat. Didapatkan kondisi optimum pada variasi penambahan asam laurat sebanyak 30 g dengan distribusi partikel yang seragam dan ukuran partikel yang didapatkan 58-77 nm. Ataeefard dkk., (2014) juga telah melakukan penelitian mengenai efek ukuran mikro dan nano dari  $Fe_3O_4$  dengan variasi penambahan asam laurat. Kondisi optimum didapatkan pada penambahan surfaktan asam laurat sebanyak 218 gr/L dengan ukuran kristal yang didapatkan 11 nm. Dari beberapa penelitian tersebut didapatkan hasil yang berbeda-beda karena bahan dasar yang berbeda akan membutuhkan kondisi reaksi yang berbeda dalam sintesis nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ).

Pada penelitian ini variasi massa bijih besi perlu dilakukan untuk mendapatkan persentase kelarutan besi oksida tertinggi dan variasi massa asam laurat untuk menentukan dan menganalisis pengaruhnya terhadap fasa, struktur kristal dan ukuran kristal  $Fe_3O_4$  yang dihasilkan. Dalam mengidentifikasi sampel dilakukan pengujian menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung di dalam sampel dan XRD untuk memberikan informasi mengenai fasa, struktur kristal dan ukuran kristal sampel. Sehingga penelitian ini bertujuan untuk menentukan pengaruh asam laurat terhadap struktur kristal dan ukuran partikel  $Fe_3O_4$ .

## B. Metode Penelitian

### 1. Alat dan Bahan

Beberapa alat yang dibutuhkan untuk penelitian ini yaitu; magnet permanen, lumpang dan alu, ayakan 80 mesh, cawan penguap, cawan crucible, neraca analitik, kaca arloji, erlenmeyer, sumbat gabus, gelas kimia, pipet tetes, batang pengaduk, spatula, magnetic stirrer, corong buchner, botol vial, pipet volume, pipet pump, spinbar, oven, desikator, furnace dan karakterisasi menggunakan XRF XRF Merk PANalytical Type Epsilon 4 dan XRD Merk PANalytical Type Expert Pro.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu; bijih besi Aie Dingin, HCl 37% Merck, NH<sub>4</sub>OH 25% dan asam laurat dari Pudak Scientific, kertas saring whatman no. 42, aquades, plastik wrap dan aluminium foil.

### 2. Prosedur Kerja

#### a. Persiapan Bahan Baku

Bijih besi diambil dari bekas tambang bijih besi Aie Dingin Kabupaten Solok. Kemudian bijih besi dihancurkan hingga menjadi serbuk dan dicuci untuk memisahkan antara serbuk bijih besi dengan campuran tanah yang terdapat didalamnya. Serbuk bijih besi kemudian dikeringkan dan dipisahkan dari material non magnetik menggunakan magnet permanen. Untuk menghomogenkan ukuran serbuk bijih besi digunakan ayakan 80 mesh (Karbeka et al., 2020).

#### b. Sintesis Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

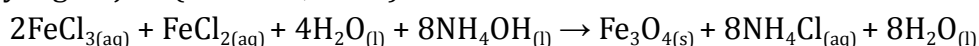
Serbuk bijih besi seberat 8 g, 10 g, 12 g, 14 g, dan 16 g direaksikan dengan 20 mL larutan HCl 12 M dengan cara mendiamkan campuran bijih besi dan HCl selama 24 jam. Tahap selanjutnya dilakukan pemanasan menggunakan magnetic stirrer pada temperatur 90°C selang waktu 60 menit dengan kecepatan 350 rpm. Kemudian larutan disaring sehingga didapatkan filtrat berwarna kuning kecoklatan (Kurniawan et al., 2017). Untuk serbuk yang tidak ikut larut saat proses reaksi akan di timbang.

Reaksi yang terjadi (Sholihah, 2010):



Serbuk bijih besi yang paling banyak larut pada pelarutan dengan HCl 12 M dilanjutkan pada proses pengendapan dengan NH<sub>4</sub>OH 6,5 M. Pengendapan dilakukan dengan meneteskan filtrat (FeCl<sub>3</sub>, FeCl<sub>2</sub>) yang telah disaring menggunakan pipet tetes ke dalam gelas beaker yang sebelumnya telah diisi campuran 25 mL larutan NH<sub>4</sub>OH 6,5 M dan asam laurat dengan variasi 0 g, 1,25 g, 2,5 g, 3,75 g dan 5g (pencampuran amonia dengan asam laurat dilakukan pada suhu 60°C selama 30 menit). Agar mendapatkan endapan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara sempurna dan warna yang dihasilkan hitam maka endapan yang terbentuk didiamkan selama 30 menit (Kurniawan et al., 2017). Setelah itu dilakukan pemisahan antara endapan dan larutannya. Selanjutnya dicuci menggunakan aquades sampai pH 7.

Reaksi yang terjadi (Sholihah, 2010):



Endapan dimasukkan ke dalam cawan crucible kemudian di oven pada temperatur 115°C sampai kering untuk menghilangkan kadar air yang ada pada hasil

endapan. Selanjutnya dilakukan kalsinasi pada temperatur 400°C selama 1 jam (Fahlepy et al., 2018). Serbuk didinginkan dalam desikator. Hasil sintesis diperoleh dalam bentuk serbuk, dengan variasi massa asam laurat 0 g, 1,25 g, 2,5 g, 3,75 g dan 5g yang diberi label  $M_{AD}\cdot AL_0$ ,  $M_{AD}\cdot AL_{1,25}$ ,  $M_{AD}\cdot AL_{2,5}$ ,  $M_{AD}\cdot AL_{3,75}$ , dan  $M_{AD}\cdot AL_5$ .

c. Karakterisasi Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Instrumen yang digunakan dalam karakterisasi yaitu XRF untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung di dalam sampel dan XRD untuk memperoleh analisis berupa fasa yang terbentuk pada sampel serta struktur dan ukuran kristal yang didapatkan. Untuk menghitung ukuran kristal yang didapatkan berdasarkan data XRD, maka digunakan formula yang dirumuskan oleh *Scherrer-Debye* dengan persamaan:

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

Dimana  $D$  adalah ukuran kristal (nm),  $k$  adalah konstanta suatu bahan yang bernilai (0,9),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm),  $B$  adalah *Full Width of Half Maximum* (FWHM) yang dinyatakan dalam (°) dan  $\theta$  setengah dari sudut posisi puncak  $2\theta$  (°).

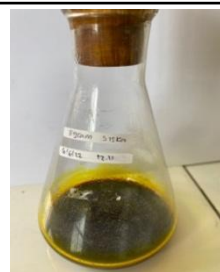
### C. Hasil dan Pembahasan

1. Sintesis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan variasi asam laurat

Sintesis nanopartikel magnetit pada penelitian ini dimulai dari penghalusan bongkahan bijih besi menjadi serbuk bijih besi. Tahap pembuatan sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dilakukan dengan cara presipitasi yaitu pelarutan bijih besi dengan larutan asam klorida (HCl) dan dilanjutkan ke proses pengendapan menggunakan basa natrium hidroksida (NH<sub>4</sub>OH). Pelarutan bijih besi menggunakan HCl pekat bertujuan agar kandungan logam besi dalam bijih besi bereaksi cepat dengan asam klorida menghasilkan ion Fe<sup>3+</sup> dan Fe<sup>2+</sup>. Dari proses pengendapan didapatkan endapan berwarna hitam yang kemudian dicuci menggunakan aquades hingga bersih sampai pH 7. Proses pemisahan endapan dengan larutannya dilakukan secara dekantasi. Endapan yang telah memiliki pH netral dikeringkan ke dalam oven kemudian dikalsinasi selama 60 menit pada suhu 400°C sehingga diperoleh hasil berupa serbuk.



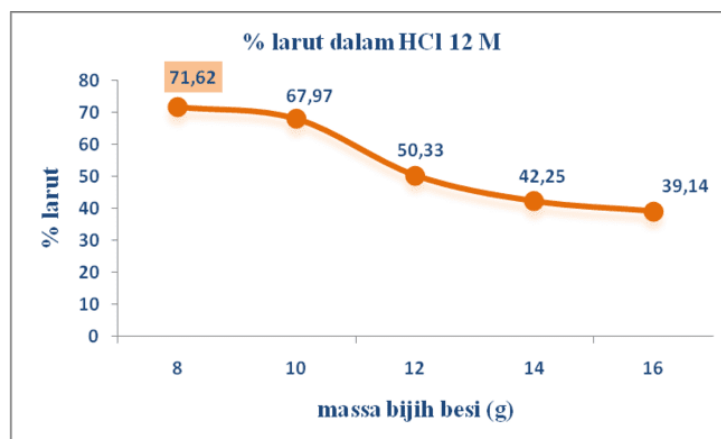
**Gambar 3.** Bijih besi dalam bentuk bongkahan dan bentuk serbuk.



**Gambar 4.** Pelarutan bijih besi dengan HCl menghasilkan filtrat (FeCl<sub>3</sub> dan FeCl<sub>2</sub>)

Untuk mendapatkan persentase besi oksida terlarut paling tinggi dilakukan dengan cara memvariasikan massa serbuk bijih besi yang direaksikan ke dalam

larutan HCl 12 M. Filtrat ( $FeCl_3$ ,  $FeCl_2$ ) didapatkan dari melakukan sintesis bijih besi dengan larutan HCl 12 M pada volume yang sama yaitu masing-masing 20 mL.



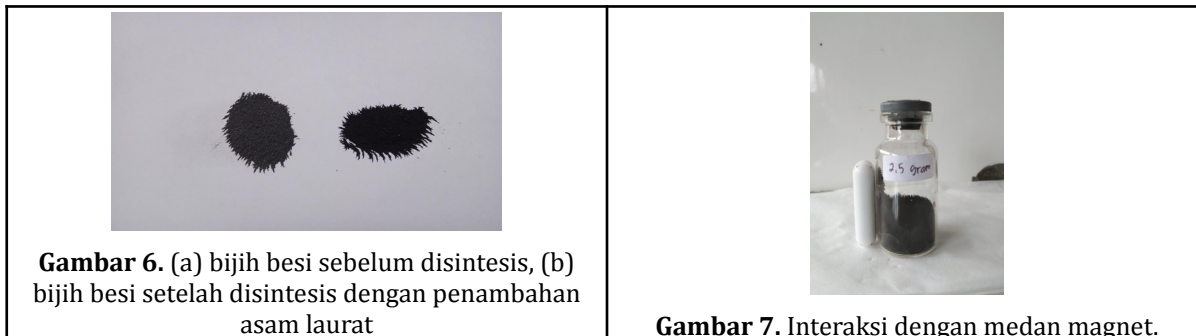
**Gambar 5.** Persentase kelarutan bijih besi

Pada **Gambar 5.** dapat dilihat persentase kelarutan besi oksida tertinggi didapatkan pada penambahan massa bijih besi 8 gram yaitu 71,62%. Persentase kelarutan besi oksida akan semakin tinggi tingkat kemurniannya pada saat direaksikan dengan larutan yang konsentrasinya tinggi. Jika dilihat dari persentase unsur Fe yang ada pada bijih besi berdasarkan uji XRF yaitu 70,782%, maka pada variasi massa bijih besi 8 gram ini unsur Fe telah larut seluruhnya. Adapun persentase kelarutan besi oksida pada variasi bijih besi 8 gram ini lebih tinggi sedikit dibandingkan persentase unsur Fe pada bijih besi disebabkan ada unsur-unsur logam lainnya (pengotor yang terdapat pada bijih besi) yang juga dapat larut dalam HCl pekat.

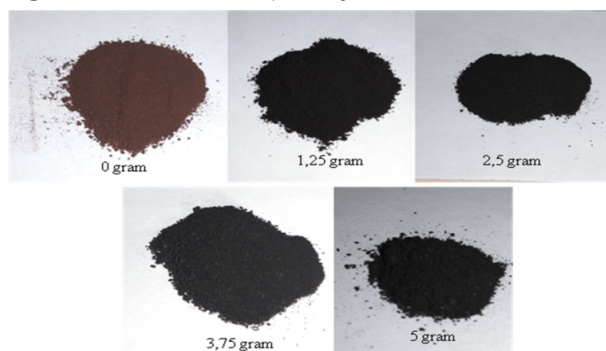
Filtrat dari bijih besi yang memiliki persentase kelarutan paling tinggi dilanjutkan ke proses pengendapan dengan  $NH_4OH$  6,5 M dengan penambahan asam laurat. Penambahan asam laurat berfungsi untuk mencegah terjadinya oksidasi dan menghalangi interaksi antar partikel  $Fe_3O_4$  yang akan membentuk aglomerasi. Sebab nanopartikel  $Fe_3O_4$  memiliki kestabilan yang rendah sehingga cenderung mengalami aglomerasi dan mudah mengalami oksidasi. Pembentukan aglomerat ini dipengaruhi adanya gaya Van der Waals dan tarik menarik dipol-dipol magnetik (Wulandari dkk., 2021). Dengan adanya surfaktan asam laurat dapat menstabilkan nanopartikel magnetit dengan cara membentuk ikatan melalui interaksi gugus karboksilnya ( $-COOH$ ) dengan nanopartikel magnetit ( $Fe^{+3}$ ,  $Fe^{+2}$ ) (Mamani dkk., 2013). Penggunaan asam laurat sebagai surfaktan untuk nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) lebih efektif dibandingkan penggunaan polietilen glikol (PEG). Untuk dapat berfungsi secara efektif sebagai agen pelapis tidak perlu membutuhkan asam laurat dalam jumlah yang banyak sedangkan untuk PEG perlu ditambahkan dalam jumlah yang besar bahkan mencapai 2:1 dari bahan dasarnya agar PEG tersebut berfungsi dengan baik sebagai agen pelapis.

Berdasarkan pengamatan secara langsung dapat dilihat bahwa bijih besi sebelum disintesis dan setelah disintesis menunjukkan adanya perbedaan. Mineral

magnetit hasil sintesis dengan penambahan asam laurat tampak lebih hitam pekat dibandingkan sebelumnya yang mengindikasikan terbentuknya nanopartikel oksida besi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dilihat pada **Gambar 6**. Selain berwarna hitam, untuk membuktikan hasil serbuk sintesis ini merupakan magnetit dilakukan dengan cara memberikan interaksi dengan medan magnet dapat dilihat pada **Gambar 7**.



Hasil serbuk sintesis untuk seluruh sampel dapat dilihat pada **Gambar 8**. Diperoleh hasil untuk penambahan asam laurat dengan variasi massa yang digunakan 1,25 g, 2,5 g, 3,75 g, dan 5g didapatkan serbuk hasil sintesis berwarna hitam pekat. Sedangkan hasil serbuk sintesis tanpa penambahan asam laurat didapatkan warna merah kecoklatan yang menandakan terjadinya oksidasi.



**Gambar 8.** Serbuk hasil sintesis dengan variasi asam laurat.

## 2. Karakterisasi menggunakan X-ray Fluorescence (XRF)

<b>Tabel 1.</b> Hasil uji XRF bijih besi Aie Dingin sebelum disintesis.		<b>Tabel 2.</b> Hasil uji XRF bijih besi Aie Dingin setelah disintesis.	
Unsur	Kadar Komposisi (%)	Unsur	Kadar Komposisi (%)
Fe	70,782	Fe	95,747
S	16,49	Al	0,918
Si	5,492	Ca	0,604
Al	2,446	P	0,598
Ag	1,368	Cl	0,406
Ca	1,591	Si	0,362
P	0,859	Eu	0,325
Eu	0,272	Ag	0,321
Mn	0,239	Cd	0,291

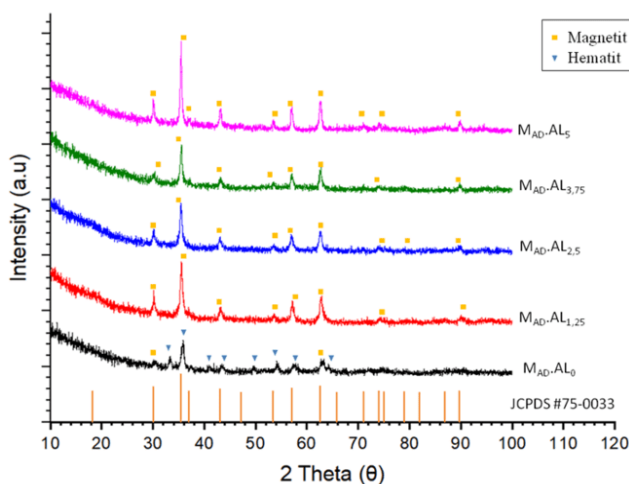


K	0,14	Mn	0,284
Cu	0,163	Zn	0,069
Zn	0,073	V	0,014
Ni	0,031	W	0,018
Rb	0,021	Cu	0,04
Pb	0,019	Pt	0,003
V	0,014		

Dari hasil uji XRF bijih besi pada **Tabel 1.** dan **Tabel 2.** diatas didapatkan kandungan Fe sebesar 95,747%. Terdapat peningkatan dari sebelumnya yang menunjukkan meningkatnya kemurnian dari bijih besi Aie Dingin setelah disintesis. Adapun pengotor di dalam sampel tersebut tidak terlalu mempengaruhi karena persentasenya yang sangat kecil (Husain dkk., 2016).

### 3. Karakterisasi menggunakan X-ray Diffraction (XRD)

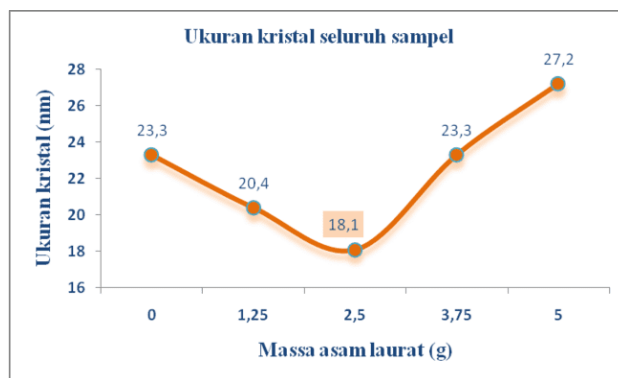
Analisis yang diperoleh dari *software X'pert High Score Plus* untuk seluruh sampel menunjukkan pola difraktogram yang sama dengan pola difraktogram dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> JCPDS no. 75-0033, kecuali pada sampel tanpa penambahan asam laurat yang didominasi oleh pola difraktogram dari α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilihat dari kesamaan pola yang muncul dengan JCPDS no. 79-1741.



**Gambar 9.** Hasil uji XRD serbuk hasil sintesis Fe3O4 dengan variasi penambahan massa asam laurat.

Dominannya pola hematit pada sampel tanpa penambahan asam laurat ini ditandai dengan perubahan warna sampel menjadi merah kecoklatan. Munculnya fasa hematit disebabkan pada sampel tidak ditambahkan asam laurat sebagai agen pelapis yang dapat berfungsi untuk mencegah terjadinya oksidasi. Puncak-puncak difraktogram hasil serbuk sintesis seluruh sampel digabungkan menggunakan *software Origin 2019b* yang dapat dilihat pada Gambar 9. Berdasarkan hasil XRD untuk seluruh sampel nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dapat dikatakan bahwa penambahan massa asam laurat sangat mempengaruhi ukuran kristal serbuk hasil sintesis. Hal itu dapat dilihat dari FWHM dan intensitas pada masing-masing sampel yang ada pada **Gambar 9.**

Ukuran sampel dapat diidentifikasi dengan lebar setengah puncak maksimum (FWHM) pada puncak dengan intensitas tertinggi. Ukuran kristal dipengaruhi oleh FWHM. Sampel dengan FWHM yang lebih lebar memiliki ukuran kristal yang lebih kecil. Di sisi lain, sampel dengan FWHM sempit memiliki ukuran kristal yang lebih besar. Dapat dilihat pada **Gambar 10**, bahwa ukuran kristal dari nanopartikel  $Fe_3O_4$  dapat diperkecil dengan penambahan surfaktan asam laurat yang sesuai. Namun penambahan asam laurat yang berlebihan membuat ukuran kristal dari nanopartikel  $Fe_3O_4$  meningkat. Hal ini dikarenakan penambahan asam laurat yang berlebihan akan sulit untuk terdispersi atau terdistribusi secara merata dalam larutan sehingga menyebabkan penumpukan atau penggumpalan di beberapa bagian. Penggumpalan inilah yang membuat ukuran kristal dari nanopartikel  $Fe_3O_4$  menjadi meningkat. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ataefard, dkk (2014) mengenai efek ukuran mikro dan nano dari  $Fe_3O_4$  dengan variasi penambahan asam laurat.



**Gambar 10.** Ukuran kristal seluruh sampel.

Berdasarkan **Gambar 10**, terbukti bahwa ukuran kristal dapat diketahui dari lebar puncak difraktogram. Dapat dilihat bahwa tanpa penambahan asam laurat serbuk hasil sintesis yang didapatkan teroksidasi membentuk fasa hematit. Hal ini disebabkan tidak adanya surfaktan sebagai reagen pelapis yang melapisi permukaan  $Fe_3O_4$  sehingga terjadinya gaya tarik magnet antara nanopartikel yang menyebabkan partikel-partikel  $Fe_3O_4$  saling bertumpuk membentuk gumpalan atau aglomerat. Sedangkan pada sampel dengan penambahan asam laurat memberikan hasil yang bagus dalam pembentukan fasa tunggal magnetit. Penambahan surfaktan asam laurat yang tepat dapat memperkecil ukuran kristal dari nanopartikel  $Fe_3O_4$  karena dengan adanya asam laurat yang melapisi permukaan nanopartikel dapat mencegah interaksi antar nanopartikel dan kemudian menjaga pertumbuhan kristal nanopartikel secara merata. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ataefard, dkk (2014) serta Mairoza dan Astuti (2016) yang juga menggunakan surfaktan asam laurat sebagai agen pelapis permukaan nanopartikel magnetit.

Pada penambahan asam laurat 2,5 gram memberikan hasil yang efektif yang disebut sebagai kondisi optimum dalam memperkecil ukuran kristal dari  $Fe_3O_4$  dengan ukuran kristal yang diperoleh yaitu 18,1 nm. Pada penambahan asam laurat 3,75 dan 5 gram ukuran kristal yang dihasilkan kembali naik karena penambahan asam laurat

yang berlebihan akan memperbesar ukuran kristal disebabkan terjadinya pertumbuhan kristal dari nanopartikel  $Fe_3O_4$ . Hal tersebut dapat terjadi karena asam laurat tidak terdistribusi secara merata diakibatkan jumlahnya yang berlebihan sehingga terjadi penumpukan di beberapa bagian. Menurut (Permana dkk., 2017) nanopartikel magnetit dengan ukuran kecil dari 20 nm dapat diaplikasikan di bidang biomedis salah satunya sebagai agen pencerah untuk gambar yang dihasilkan dari *magnetic resonance imaging* (MRI) sehingga dapat menghasilkan citra gambar yang lebih jelas.

#### D. Simpulan

Persentase kelarutan besi oksida tertinggi diperoleh pada penambahan 8 gram bijih besi dengan persentase sebanyak 71,62%. Penambahan asam laurat memberikan pengaruh terhadap hasil sintesis dimana didapatkan struktur kristal kubik dengan fasa tunggal magnetit. Penambahan asam laurat yang sesuai dapat memperkecil ukuran dari kristal  $Fe_3O_4$ , namun penambahan asam laurat yang berlebihan dapat meningkatkan ukuran kristal  $Fe_3O_4$ . Kondisi optimum penambahan asam laurat didapatkan pada massa asam laurat 2,5 gram dengan ukuran kristal yang diperoleh 18,1 nm.

Saran untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan penelitian dengan variasi variabel yang lain, seperti menggunakan surfaktan alami sebagai agen pelapisnya dalam pembuatan nanopartikel  $Fe_3O_4$  dan perlu dilakukan uji karakterisasi menggunakan instrumen yang lainnya untuk mendapatkan informasi yang lebih lengkap dari hasil sintesis nanopartikel  $Fe_3O_4$ .

#### Ucapan Terimaka Kasih

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada Bapak/Ibu beserta staf Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang atas bimbingan dan masukannya.

#### Daftar Pustaka

- Andimutiafitri. (2018). Synthesis of Magnetite Based Iron Sand by Using Coprecipitation method. *IOSR Journal of Applied Physics*, 10(3), 40–42. <https://doi.org/10.9790/4861-1003034042>
- Ataeefard, M., Ghasemi, E., & Ebadi, M. (2014). Effect of micro- and nanomagnetite on printing toner properties. *The Scientific World Journal*, 2014(April). <https://doi.org/10.1155/2014/706367>
- Bukit, N., Frida, E., Simamora, P., & Sinaga, T. (2015). Synthesis Of  $Fe_3O_4$  Nanoparticles Of Iron Sand Coprecipitation Method With Polyethylene Glycol 6000. *Chemistry and Materials Research*, 7(7), 110–115. <http://dx.doi.org/10.1007/s40089-015-0141-z>
- Fahlepy, M. R., Tiwow, V. A., & Subaer. (2018). Characterization of magnetite ( $Fe_3O_4$ ) minerals from natural iron sand of Bonto Kanang Village Takalar for ink powder

- (toner) application. *Journal of Physics: Conference Series*, 997(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/997/1/012036>
- Fisli, A., Safitri, R. D., Nurhasni, N., & Deswita, D. (2018). Analisis Struktur dan Porositas Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Karbon Aktif dari Limbah Kertas sebagai Adsorben Magnetik. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 19(4), 179–187. <https://doi.org/10.17146/jsmi.2018.19.4.4886>
- Friák, M., Schindlmayr, A., & Scheffler, M. (2007). Ab initio study of the half-metal to metal transition in strained magnetite. *New Journal of Physics*, 9(1), 1–16. <https://doi.org/10.1088/1367-2630/9/1/005>
- Hakim, L. (2008). *Kontrol Ukuran dan Dispersitas Nanopartikel Besi Oksida*. Universitas Indonesia.
- Husain, S., Suarso, E., Maddu, A., & Sugianto. (2016). Karakterisasi Kandungan Bijih Besi Alam Sebagai Bahan Baku Magnetit Nanopartikel. *Simposium Fisika Nasional, November*, 146–150.
- Karbeka, M., Koly, F. V. L., & Tellu, N. M. (2020). Karakterisasi Sifat Kemagnetan Pasir Besi Pantai Puntaru Kabupaten Alor-NTT. *Lantanida Journal*, 8(2), 108–116.
- Kurniawan, R. A., Astuti, & Muldarisnur. (2017). Pengaruh Penambahan Asam Laurat Terhadap Sifat Fisis dan Magnetik Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. 6(4), 362–367.
- Mairoza, A., & Astuti, A. (2016). Sintesis Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari Batuan Besi Menggunakan Asam Laurat sebagai Zat Aditif. *Jurnal Fisika Unand*, 5(3), 283–286. <https://doi.org/10.25077/jfu.5.3.283-286.2016>
- Mamani, J. B., Costa-filho, A. J., Cornejo, D. R., Vieira, E. D., Gamarra, L. F., Filosofia, F. De, Ribeirão, L. De, Paulo, U. D. S., & Preto, R. (2013). Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles coated with lauric acid. *Materials Characterization*, 81, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.04.001>
- Merdekani, S. (2013). Sintesis Partikel Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> dengan Metode Kopresipitasi. *Pemanfaatan Sains Dan Teknologi Nuklir Serta Peranan MIPA Di Bidang Kesehatan, Lingkungan Dan Industri Untuk Pembangunan Berkelanjutan*, 472–477.
- Nailazzulfa, K. (2014). Sintesis Nanopartikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dari Batu Besi Dengan Metode Kopresipitasi Dalam pH Bervariasi. In *Thesis*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Ningsih, S. K. W. (2016). *Sintesis Anorganik*. UNP Press.
- Nursa, I., Puryanti, D., & Budiman, A. (2016). Pengaruh Polietilen Glikol (PEG) terhadap Ukuran Partikel Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang Disintesis dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 5(3), 209–213.
- Permana, B., Saragi, T., Saputri, M., Safriani, L., Rahayu, I., & Risdiana. (2017). Sintesis Nanopartikel Magnetit dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Material Dan Energi Indonesia*, 07(02), 17–20.
- Prabowo, H. (2011). *Makalah Bijih besi*. UNP Press.
- Pratama, O. I., & Izzati, rizkiyah F. (2017). *Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan Metode Elektrokimia sebagai Elektrokatalis pada Metal-Air Batteries*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rahimah, Fadli, A., Yelmida, Nurfajriani, & Zakwan. (2019). Synthesis and Characterization Nanomagnetite by Co-precipitation. *Indonesian Journal of Chemistry Science and Technology*, 02(2), 90–96.
- Rahmadani, M. (2011). *Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Berbasis Batuan Besi*. Universitas Andalas.
- Ratnawulan. (2014). Karakterisasi Bijih Besi Alam Sebagai Bahan Baku Magnetit Pada

- Tinta Kering. *Program Studi Fisika Universitas Negeri Padang*, 1, 3–6.
- Sari, E. O., Fadli, A., & Amri, A. (2019). Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi terhadap Pembentukan Nanopartikel Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) secara Hidrotermal. *Jurnal Sains Dan Teknologi*, 18(1), 8–13.
- Sholihah, L. K. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Bahan Komersial (Aldrich). *Institute Teknologi Sepuluh November*, 2–15.
- Sugiarto, U. (2003). *Proses Oksidasi Magnetit dan Karakterisasi Hasil-Hasilnya Dari Pasir Besi Pantai Bayuran Jepara Jawa Tengah*. UNNES.
- Wahyuni, M., & Aini, S. (2021). Sintesis Zat Warna Prussian Blue (Fe<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]<sub>3</sub>) Berbahan Pasir Besi Alam. *Periodic Chemistry Journal of Universitas Negeri Padang*, 10(1), 73–76. <https://doi.org/10.22437/jop.v3i2.5730>
- Wulandari, I. O., Rahayu, L. B., Riva'i, I., Sulistyarti, H., & Sabarudin, A. (2021). Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> termodifikasi Biokompatibel Polimer serta Potensinya sebagai Penghantar Obat. *The Indonesian Green Technology Journal*, 1–8. <https://doi.org/10.21776/ub.igtj.2021.010.01.01>
- Yoeseptha, W., Helwani, Z., Saputra, E., Jurusan, D., Kimia, T., Teknik, F., & Riau, U. (2016). Produksi Biodiesel dari Minyak Sawit Off Grade Menggunakan Katalis Na<sub>2</sub>O/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Pada Tahap Transesterifikasi. *Jom FTEKNIK*, 3(2), 1–8. <https://www.neliti.com/publications/184792/produksi-biodiesel-dari-minyak-sawit-off-grade-menggunakan-katalis-na2ofe3o4-pad><https://media.neliti.com/media/publications/184792-ID-produksi-biodiesel-dari-minyak-sawit-off.pdf>.