

ANALISIS STRUKTUR MIKRO *CORE SHELL* Fe₃O₄@SiO₂ BERBASIS MATERIAL ALAM

Ika Kurnia Fina Sa'adah¹⁾, Munasir²⁾

¹⁾Program Studi S1 Fisika, FMIPA, UNESA, E-mail ikasaadah@mhs.unesa.ac.id

²⁾Dosen Fisika, FMIPA, UNESA, E-mail munasir_physics@unesa.ac.id

Abstrak.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui bentuk struktur mikro dan *core shell* dari nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah berbasis material alam yaitu Fe₃O₄ dari pasir besi Lumajang, SiO₂ dari pasir Bancar Tuban dan Pasir Talaud, PEG 4000. Penelitian ini dilakukan dengan cara mencairkan PEG 4000, kemudian ditambahkan a-SiO₂ dari pasir Bancar dan Fe₃O₄ dengan komposisi masing-masing. Mengulangi langkah tersebut dengan SiO₂ yang berbeda yaitu c-SiO₂ dari pasir Talaud. Setelah itu dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan TEM. Hasil *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa dengan SiO₂ yang berbeda tidak mempengaruhi struktur kubik dari partikel Fe₃O₄. Hasil *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) didapatkan puncak-puncak yang menunjukkan adanya puncak a-SiO₂ dan magnetik (Fe₃O₄) yaitu ikatan Si-O-Fe pada bilangan gelombang 555-568 cm⁻¹. Sedangkan hasil dari *Transmission Electron Microscope* (TEM) didapatkan bentuk *core shell* Fe₃O₄@SiO₂ dengan ukuran partikel sebesar ~25 nm dan ketebalan silika ~ 9nm, dimana partikel Fe₃O₄ terselimuti oleh partikel SiO₂. Hal ini menunjukkan bahwa nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂ berbasis material alam telah berhasil diformasikan sebagai *core shell* Fe₃O₄@SiO₂.

Kata kunci: *core shell*, nanokomposit, silika, dan magnetik.

Abstract

This research aims to know the microstructure shape of the shell and core shell of nanocomposite Fe₃O₄@SiO₂. The material that used is a natural based material which is Fe₃O₄ from Lumajang iron sand, SiO₂ from Bancar Tuban sand and Talaud sand, PEG 4000. This research is done by melting PEG 4000, then added a-SiO₂ from Bancar sand and Fe₃O₄ with each composition. Repeating that step by using different type of SiO₂ which is c-SiO₂ from Talaud sand. After that the result is characterized with XRD, FTIR, and TEM. The outcome of *X-Ray Diffraction* (XRD) shows that different SiO₂ does not influence the cubic structure of Fe₃O₄ particle. The result of *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) obtained many peaks that shows the peak of SiO₂ particle and magnetic particle (Fe₃O₄) which is the bound of Si-O-Fe on 555-568 cm⁻¹ wavenumber. While the result of *Transmission Electron Microscope* (TEM) obtained the shape of core shell Fe₃O₄@SiO₂ with the particle size about ~25 nm and the silica thickness is about ~9nm where the Fe₃O₄ particle is covered by the SiO₂ particle. This shows that the nanocomposite Fe₃O₄@SiO₂ based on natural material has managed to formed as core shell of Fe₃O₄@SiO₂.

Kata kunci: *core shell*, nanocomposite, silica, and magnetic.

PENDAHULUAN

Teknologi nanopartikel akhir-akhir ini telah berkembang pesat untuk diaplikasikan dalam bidang kesehatan dan industri. Partikel Fe₃O₄ merupakan material berukuran nano yang mempunyai sifat magnetic. Pemanfaatan nanopartikel magnetit Fe₃O₄ antara lain sebagai toner, media pencatat magnetik, untuk bahan diagnose, dan terapi kanker (Berkovsky, 1993; dan Hilberti, dkk., 1997). Material Fe₃O₄ mempunyai sifat

magnetik yang sangat baik karena memiliki keunggulan dibanding senyawa mineral lain. Sifat magnetik Fe₃O₄ memberikan keunggulan dalam merespon medan magnet luar sehingga magnetit memiliki hubungan kuat dalam medan magnet dibandingkan senyawa besi oksida lainnya. Magnetit merupakan senyawa kimia dalam bentuk besi oksida yang terdapat dalam mineral pasir selain kandungan pasir besi seperti maghemit (γ-Fe₂O₃) dan hematite (α-Fe₂O₃). Pasir tersebut biasa disebut pasir besi (*iron sands*) atau pasir hitam (*black sands*) (Berkovsky, 1993).

Di Indonesia, sumber daya alam bahan galian berupa pasir sangat melimpah. Keberadaan pasir ini menarik untuk diteliti potensi pasirnya. Salah satu daerah yang terdapat pasir besi adalah Kabupaten Lumajang. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan digunakan pasir besi dengan sampel pasir besi dari Kabupaten Lumajang. Berbagai metode sintesis telah dikembangkan, maka diperlukan pengembangan metode agar reaksi berlangsung lebih efisien. Sintesis material adalah reaksi antara dua zat atau lebih dengan menggunakan alat tertentu untuk membentuk zat baru. Sintesis ini dilakukan untuk memperoleh produk baru dan sifat fisis yang berbeda dari penyusun material tersebut.

Sintesis partikel Fe₃O₄, pada umumnya menggunakan metode kopresipitasi. Namun teknologi yang paling efektif dan ekonomis adalah metode adsorpsi tanpa degradasi kimia (Merdekani, 2013). Salah satu bahan adsorpsi yang telah banyak digunakan adalah silika. Bahan silika memiliki beberapa keuntungan diantaranya bahan murninya dapat dengan mudah disintesis dalam skala besar dan memiliki kapasitas pertukaran kation yang tinggi. Hal ini menjadikan silika berguna dalam perkembangan berbagai jenis teknologi nanokomposit, yaitu kombinasi antara dua material atau lebih yang masing-masing material penyusun (matrik dan filler) memiliki sejumlah sifat berbeda.

Pada penelitian sebelumnya, metode yang digunakan untuk mensintesis nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂ adalah sol gel dan kopresipitasi. Dengan metode sol gel, telah berhasil disintesis nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂ dengan ukuran partikel 30 nm menggunakan bahan utama TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*) (G.H.Du, 2006). Pada penelitian Suryani dengan metode kopresipitasi, ukuran partikel nanokomposit Fe₃O₄ dengan penambahan konsentrasi silika 5% sebesar 11,45 nm dan 20% sebesar 12,37 nm. Bahan utama yang digunakan oleh Suryani adalah FeSO₄, 7H₂O, FeCl₃·6H₂O, dan larutan *Sodium Silicate Solution* (Na₂SiO₃) (Suryani, 2015).

Berdasarkan uraian diatas, peneliti tertarik dengan penelitian yang berkaitan dengan nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂, namun dari bahan yang berbeda yaitu berbasis material alam, sintesis Fe₃O₄ dari pasir besi Lumajang sedangkan Sintesis SiO₂ dari pasir Bancar Tuban dan pasir Talaud. Dalam proses nanokomposit dengan penambahan material lain seperti silika (SiO₂) berfungsi untuk mengontrol ukuran dan struktur pori Fe₃O₄. Pencampuran Fe₃O₄ dan SiO₂ nantinya membentuk formasi *core shell* Fe₃O₄@SiO₂ (Farzad Zamani, 2014).

METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas kimia, gelas ukur, *magnetic stirrer*, kertas saring, neraca digital, spatula, pH meter, pipet, stopwatch,

spatula, corong, crucible, mortal dan alu, magnet permanen, kardus dan lampu 60 watt. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pasir Bancar Tuban, pasir Talaud, pasir besi Lumajang, NaOH, HCl 2M, NH₄OH, PEG 4000, dan aquades.

B. Variabel Operasional Penelitian

Variabel operasional yang digunakan dalam penelitian ini meliputi variabel manipulasi adalah jenis silika(a-SiO₂/c-SiO₂). Variabel kontrol adalah massa Fe₃O₄. Sedangkan variabel respon adalah bentuk *core shell* Fe₃O₄@SiO₂.

C. Prosedur Penelitian

Pembentukan nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂, Pertama dengan mencairkan serbuk PEG dengan diaduk diatas stirer pada suhu 60°C selama 10 menit. Setelah itu menambahkan serbuk a-SiO₂ dengan diaduk sampai merata. Memasukkan serbuk Fe₃O₄ kedalam campuran tersebut selama 5 menit sampai Fe₃O₄ memutar dengan sendirinya. Nanopartikel Fe₃O₄ divariasikan dengan jenis SiO₂ dan massa PEG yang berbeda-beda. Endapan yang dihasilkan dikeringkan pada suhu ruang. Mengulangi langkah tersebut dengan SiO₂ yang berbeda yaitu c-SiO₂.

Tabel 1. Komposisi komposit Fe₃O₄ @SiO₂

Sampel	Massa(gram)			
	Fe ₃ O ₄	a-SiO ₂	c-SiO ₂	PEG
1	0.5	0.75	-	0.75
2	0.5	-	0.75	0.75

Tahap Karakterisasi Fe₃O₄@SiO₂.

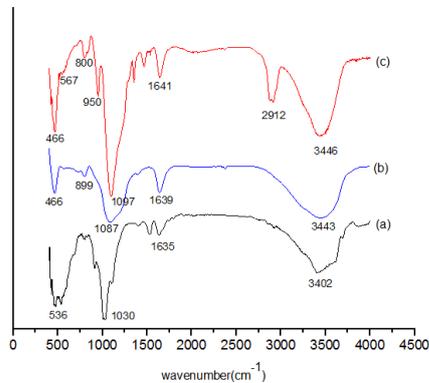
Nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂ dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui terjadinya komposit antara keduanya yaitu Fe₃O₄ dan SiO₂. FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang dimiliki oleh sampel Fe₃O₄@SiO₂. Selain itu dikarakterisasi juga dengan TEM untuk mengetahui morfologi dan bentuk *core shell* Fe₃O₄@SiO₂.

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂

Difraktogram hasil XRD menunjukkan pola difraksi dari silika amorf dan Fe₃O₄. Berdasarkan hasil XRD, puncak difraksi nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂ terjadi pada 2θ = 30.07°, 35.46°, 43.17°, 53.55°, 56.97° yang menunjukkan peak dari partikel Fe₃O₄ tidak berubah, dengan bidang kristal masing-masing (220), (311), (400), (422), dan (511).

Setelah diuji XRD, hasil sintesis nanopartikel Fe₃O₄@a-SiO₂ dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari sampel nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂. Gambar 1 merupakan hasil pengujian FTIR dari sintesis nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂.

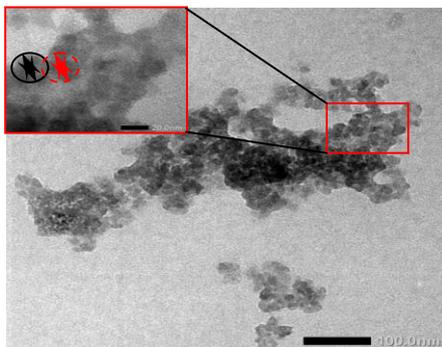


Gambar 1. Hasil uji FTIR (a) nanopartikel Fe₃O₄, (b) nanopartikel a-SiO₂, dan (c) nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂

Berdasarkan hasil uji FTIR pada Gambar 1, pada bilangan gelombang 468 cm⁻¹ adanya vibrasi bending ikatan Si-O-Si or O-Si-O. Pada bilangan gelombang 567 cm⁻¹ merupakan karakteristik pita serapan dari ikatan Fe-O, sehingga diidentifikasi adanya nanopartikel Fe₃O₄. Sedangkan pada bilangan gelombang 950 dan 1097 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi asimetri dan simetri stretching dari ikatan Si-O-Si di dalam oksigen pada silika, sehingga partikel Fe₃O₄ berhasil dilapisi oleh lapisan a-SiO₂ (Farzad Zamani et al, 2014). Pada bilangan gelombang 1641-3464 cm⁻¹ merupakan vibrasi *stretching* dan *bending* ikatan H-O-H. Gugus-gugus fungsi tersebut memiliki kemiripan dengan karakteristik gugus fungsi nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂ yang diperoleh dari referensi.

B. TEM Fe₃O₄@a-SiO₂

Uji TEM dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi dari sampel. Pada penelitian ini yang diuji TEM adalah nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂ yang diformasikan sebagai *core shell* Fe₃O₄@a-SiO₂.



Gambar 2. Estimasi ukuran partikel nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂

Berdasarkan hasil TEM pada Gambar 2 terlihat bahwa bentuk partikel Fe₃O₄@a-SiO₂ berbentuk bulat seperti bola dengan permukaan yang halus. Rata-rata ukuran partikel Fe₃O₄@a-SiO₂ sebesar ~25 nm dan terjadi aglomerasi (penggumpalan) partikel Fe₃O₄ di dalam bulatan kecil sehingga permukaan SiO₂ tumbuh di atas atau melapisi partikel Fe₃O₄. Bentuk *core shell* Fe₃O₄@a-SiO₂ menunjukkan bahwa partikel Fe₃O₄ berwarna hitam kemudian terselimuti oleh partikel SiO₂ yang berwarna abu-abu agak terang. Dengan demikian, hal ini menunjukkan bahwa nanokomposit Fe₃O₄@a-SiO₂ telah berhasil yang diformasikan sebagai *core shell* Fe₃O₄@a-SiO₂.

SIMPULAN DAN SARAN

A. SIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan yang telah dilakukan dalam penelitian ini, maka dapat diambil kesimpulan antara lain:

1. Partikel silika dari pasir Bancar memiliki struktur amorf (a-SiO₂) dan dari pasir Talaud memiliki struktur kristal quartz (c-SiO₂).
2. Dari hasil XRD dapat teramati bahwa puncak nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂ mirip dengan struktur nanopartikel Fe₃O₄ karena lapisan dari a-SiO₂ merupakan lapisan tidak mengubah struktur nanopartikel Fe₃O₄ meskipun SiO₂ memiliki struktur yang berbeda. Sedangkan hasil dari FTIR didapatkan puncak-puncak yang menunjukkan adanya puncak SiO₂ (Si-O-Si) dan -OH, gugus fungsi dari magnetik Fe₃O₄ terdapat ikatan Fe-O, sedangkan nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂ terdapat gugus fungsi Si-O-Fe.
3. Berdasarkan analisis TEM membuktikan bahwa sintesis nanokomposit Fe₃O₄@SiO₂ telah berhasil membentuk *core shell* yang ditandai dengan partikel ferromagnetik Fe₃O₄ terselimuti dalam rongga partikel SiO₂ dengan rata-rata ukuran partikel sebesar ~25 nm dan ketebalan silika sebesar ~9nm.

B. SARAN

Dalam penelitian ini disarankan sebelum melakukan komposit Fe₃O₄@a-SiO₂, pastikan bahwa partikel Fe₃O₄ dan SiO₂ itu benar-benar sampel Fe₃O₄ dan SiO₂ yang berukuran nanometer. Selain itu, Sebelum karakterisasi TEM, sebaiknya dipastikan dulu sampel yang akan diuji TEM dan saat pengujian TEM kita harus melihat hasilnya secara langsung agar hasil gambarnya sesuai dengan harapan.

DAFTAR PUSTAKA

- Hilberty *et al.* 1997. *Invest Radiol.* 32 (1997)705.
- Abbas, Mohamed. 2014. Fe₃O₄/SiO₂ Core/Shell Nanocubes:Novel Coating Approach with Tunable Silica Thickness and Enhancement in Stability and Biocompatibility. 5:6.
- Ahangaran *et al.* 2013. *Surface modification of Fe₃O₄ @ SiO₂ microsphere by silane coupling agent.* Jurnal International Nano Letters.
- Alizadeh, Abdolhamid *et al.* 2012. *Biguanide-Functionalized Fe₃O₄/SiO₂ Magnetic Nanoparticles: An Efficient Heterogeneous Organosuperbase Catalyst for Various Organic Transformations in Aqueous Media.* Bull Korean Chem.Vol.33, No.8.
- Berkovsky.*et.al.* 1993. *Magnetic Fluids: Engineering Application.* Oxford: Oxford University Press.
- Du,G.H *et al.* 2006. *Characterization and application of Fe₃O₄/SiO₂ nanocomposite.* J Sol-Gel Sci Techn. 39:285–291 DOI 10.1007/s10971-006-7780-5.
- Merdekani,Sera. 2013. *Sintesis Partikel Nanokomposit Fe₃O₄/SiO₂ dengan Metode Koprinsipitasi.* Prosiding seminar nasional Sains dan Teknologi Nuklir. UNPAD.
- Suryani,dkk. 2015. *Sintesis Nanopartikel Magnetite (Fe₃O₄) dengan Template silika (SiO₂) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya.* Universitas Gadjah Mada.
- Zamani, Farzad. 2014. *Polyvinyl amine coated Fe₃O₄@SiO₂ magnetic microspheres for Knoevenagel condensation.* Dalian Institute of Chemical Physics. Chinese academy.