

Analisis XRD Nanopartikel Fe_3O_4 Dengan Variasi Suhu Sintesis

Amanda Febriliani^{1)*}, Yus Rama Denny¹⁾, Ganesha Antarnusa¹⁾

¹⁾Pendidikan Fisika, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Kota Serang, 95618, Indonesia

*E-mail: amandafebriliani1802@gmail.com

Diterima 5 Februari 2025 Disetujui 3 Maret 2025

ABSTRAK

Nanopartikel Fe_3O_4 disintesis menggunakan metode kopresipitasi, yang menghasilkan material berukuran nano dengan potensi yang dapat diaplikasikan dalam berbagai jenis bidang. Bahan dasar yang digunakan dalam sintesis ini yaitu $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, larutan NH_4OH , dan aquades. Nanopartikel Fe_3O_4 dikarakterisasi dengan Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) yang digunakan untuk menganalisis besar ukuran kristalit dan besar parameter kisi dari nanopartikel yang disintesis dengan dua suhu yang berbeda. Dari hasil analisis XRD menunjukkan bahwa ukuran kristalit pada Fe_3O_4 yang disintesis dengan suhu 40° sebesar 7,82 nm dan besar nilai parameter kisi 8,18 Å. Sedangkan Fe_3O_4 dengan besar suhu sintesis 60° memiliki ukuran kristal sebesar 8,99 nm dan besar nilai parameter kisi 8,17 Å. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan ini, menunjukkan bahwa pertumbuhan ukuran kristalit nanopartikel Fe_3O_4 akan meningkat sesuai dengan peningkatan suhu reaksi T_R dari 40°C menjadi 60°C .

Kata kunci : Nanopartikel Fe_3O_4 , Metode Kopresipitasi, X-Ray Diffraction (XRD), Suhu Sintesis

ABSTRACT

The Fe_3O_4 nanoparticles were synthesized using the co-precipitation method, which produces nano-sized materials with potential applications in various fields. The raw materials used in this synthesis include $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, NH_4OH solution, distilled water, and NaOH. The characterization of the nanoparticles was performed using X-Ray Diffraction (XRD), which is used to analyze the crystallite size and lattice parameter of the synthesized nanoparticles at two different temperatures. The XRD analysis results showed that the crystallite size of Fe_3O_4 synthesized at 40°C was 7.82 nm, with a lattice parameter value of 8.18. Meanwhile, Fe_3O_4 synthesized at 60°C had a crystallite size of 8.99 nm and a lattice parameter value of 8.17. The results of this study indicate that the crystallite size of Fe_3O_4 nanoparticles increases with the rise in the reaction temperature (T_R) from 40°C to 60°C .

Keywords : Fe_3O_4 nanoparticles, Co-precipitation Method, X-Ray Diffraction (XRD), Synthesis Temperature

1. PENDAHULUAN

Dalam perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi saat ini, nanopartikel memiliki daya tarik bagi para peneliti. (Khaira et al., 2020). Nanopartikel merupakan jenis material yang memiliki ukuran partikel sekitar 1 – 100 nm, serta memiliki sifat kimia atau fisika yang lebih unggul dari material yang berukuran besar. (Bukit et al., 2015).

Nanopartikel Fe_3O_4 merupakan salah satu material yang banyak dikembangkan karena memberikan manfaat yang baik serta memiliki peran aplikasi yang luas dalam berbagai bidang. Nanopartikel Fe_3O_4 memiliki magnetisasi remanen alami yang paling stabil pada batuan

sedimen, serta memiliki karakteristik yang unik karena merupakan material bersifat feromagnetik dan dapat menghantarkan listrik seperti logam pada umumnya. (Adhim, 2018)

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan oleh para peneliti sebelumnya, dalam menghasilkan ukuran butir nanopartikel Fe_3O_4 yang halus dan homogen dapat dilakukan dengan berbagai cara metode sintesis. Metode ini diantaranya seperti dengan menggunakan metode kopresipitasi, sol-gel, solid state, Hidrotermal, aerosol dan elektrokimia. (Sari, 2020). Berbagai metode sintesis tersebut pastinya memiliki kelebihan dan kekurangannya tersendiri. Namun sintesis

nanopartikel dengan menggunakan metode kopresipitasi merupakan metode yang sederhana dan cukup efektif bila dibandingkan dengan metode yang lain. Dari metode kopresipitasi ini dapat menghasilkan distribusi ukuran butir partikel yang relatif sama serta dapat dilakukan pada kondisi lingkungan yang normal. (Tahir et al., 2010)

Penelitian kali ini, dalam menghasilkan nanopartikel Fe_3O_4 digunakan metode kopresipitasi dengan memvariasikan besar suhu sintesis sebesar 40°C dan 60°C . Pada umumnya sifat magnetik nanopartikel sangat bergantung pada besar ukuran partikel serta besar parameter kisi yang terdapat pada nanopartikel. Oleh sebab itu, dalam menghasilkan besar nilai tersebut dapat dilakukan dengan Uji X-Ray Diffraction (XRD) pada sampel yang telah berhasil di sintesis sebelumnya. Sehingga dari hasil penelitian yang telah dilakukan ini dapat memberikan pengetahuan mengenai bagaimana pengaruh variasi suhu sintesis terhadap besar ukuran kristalit dan besar parameter kisi pada nanopartikel Fe_3O_4 .

2. KAJIAN LITERATUR

Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4)

Nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) merupakan salah satu jenis dari nanopartikel berbahan dasar mineral golongan besi oksida yang memiliki sifat magnet paling kuat (Prasetyowati et al., 2021). Nanopartikel magnetit memiliki partikel berbentuk koloid yang berukuran sangat kecil kurang dari satu mikron.

Nanopartikel Fe_3O_4 juga merupakan mineral bersifat ferrimagnetik yang memiliki struktur kristal kubik-spinel serta tersusun dari ion-ion oksigen, Fe^{2+} , dan ion-ion Fe^{3+} . Nanopartikel Fe_3O_4 memiliki bentuk struktur kimia $\text{FeO-Fe}_2\text{O}_3$, dimana salah satu bagian tersebut adalah wustite (FeO) dan bagian lainnya adalah hematit (Fe_2O_3). (Saragi, 2018).

Metode Kopresipitasi

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis dengan menggunakan senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. (Nasution & Fitri, 2018). Dari metode kopresipitasi ini memiliki dampak lingkungan yang rendah karena sintesis dilakukan dalam larutan air tanpa menggunakan pelarut organik serta di bawah kondisi reaksi ringan suhu yang relatif rendah. (Sari, 2020).

Metode kopresipitasi telah banyak digunakan dalam sintesis pembuatan nanopartikel. (Prasetyowati et al., 2021). Metode ini memiliki banyak keunggulan serta kemudahan dalam pengontrolan ukuran partikel dan fleksibilitas dalam memilih prekursor. Seperti pada sintesis nanopartikel besi oksida Fe_3O_4 , metode kopresipitasi ini membantu proses pembentukan nanopartikel dengan ukuran yang sesuai dan homogen, serta memiliki sifat magnetik yang kuat. (Lubis, 2022).

X-Ray Diffraction (XRD)

Uji X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode uji karakterisasi material yang memanfaatkan sinar X dalam mengidentifikasi jenis serta sifat kristal dari suatu material. Selain itu dari uji XRD ini juga dapat menganalisis padatan kristalin material. (Muttaqin, 2023).

Pengujian XRD memiliki prinsip dasar yang digunakan yaitu dengan mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kristal tersebut dapat terjadi ketika difraksi ini berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. (Hakim et al., 2019). Difraksi cahaya sinar-X ini terjadi berdasarkan interferensi konstruktif dari sinar-X monokromatik dan sampel kristal.

Selain itu dari interaksi sinar datang dengan sampel dapat menghasilkan interferensi konstruktif, dimana sinar difraksi sinar X akan mengeluarkan sudut yang sama dengan sudut datang. (Bunaciu et al., 2015). Dari peristiwa

yang terjadi, maka terdapat hubungan antar panjang gelombang sinar – X, sudut datang, serta jarak antar bidang kisi saat terjadinya interferensi konstruktif yang dikenal sebagai hukum Bragg, yang dirumuskan seperti pada persamaan 1:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

Ukuran kristalit (t) merupakan suatu kristal yang memiliki ukuran terkecil (kristal tunggal). Ukuran kristalit ini dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan scherrer, yang dapat dirumuskan seperti pada persamaan 2 :

$$t = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Sedangkan untuk menghitung besar parameter kisi dari suatu material digunakan dengan persamaan 3

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3)$$

3. METODE PENELITIAN

Lokasi penelitian dilakukan di dan Laboratorium Sains Pendidikan Fisika Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Adapun Material yang digunakan meliputi $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, larutan NH_4OH , aquades, dan NaOH . Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *beaker glass*, *magnetic stirrer*, *furnace*, *magnetic bar*, neraca digital, pipet tetes, spatula, mortal dan alu. Adapun alat yang digunakan untuk uji karakterisasi yaitu *X-Ray Diffraction (XRD)* .

Proses sintesis pada nanopartikel Fe_3O_4 ini menggunakan metode kopresipitasi, yaitu dengan mencampurkan reaksi $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan 2 : 1. Kedua senyawa tersebut masing-masing dilarutkan dalam 7,5 mL aquades,. Kemudian kedua larutan ini disatukan, dan dititrasi dengan 30 ml larutan NH_4OH 10% dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 90 menit. Proses sintesis Fe_3O_4 ini dilakukan sebanyak 2 kali, yaitu dengan memvariasikan suhu sintesis sebesar 40°C dan 60°C . Perbedaan besar suhu sintesis ini dilakukan saat

proses titrasi selama 90 menit, dengan kecepatan adukan 600 rpm.

Selanjutnya, untuk menghilangkan aroma dari NH_4OH yaitu dengan dicuci menggunakan 250 ml aquades sebanyak 7 kali pencucian. Selama proses pencucian dibutuhkan medan magnet eksternal (magnet permanen) untuk membantu proses pengendapan pada sampel. Setelah pencucian, endapan sampel dikeringkan menggunakan *hot plate* dengan mengatur suhu pengeringan sebesar 100°C selama 120 menit. Endapan yang telah kering kemudian digerus sampai halus dengan menggunakan mortar dan alu sehingga menghasilkan serbuk Fe_3O_4 . Setelah proses sintesis, serbuk sampel Fe_3O_4 diuji karakterisasi dengan alat XRD. Kemudian data yang dihasilkan dari alat tersebut diolah dengan menggunakan *software origin* dan excel

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

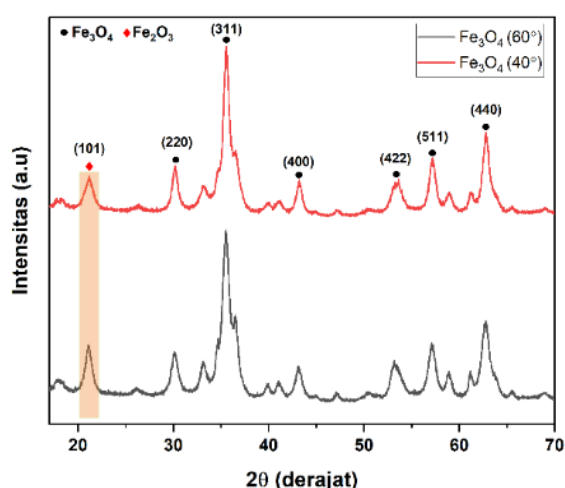
Hasil proses sintesis diperlihatkan pada gambar 1. Dari hasil ini terlihat bahwa sampel Fe_3O_4 memiliki warna hitam pekat dan berbentuk serbuk yang halus.



Gambar 1 Hasil Sintesis Nanopartikel Magnetit

Struktur kristal nanopartikel dikarakterisasi menggunakan sinar – X difraksi. Hasil pola XRD dari kedua sampel dapat dilihat pada gambar 2, dari gambar grafik ini terlihat nanopartikel menunjukkan enam puncak karakteristik untuk Fe_3O_4 pada sudut 2θ yaitu

antara lain 30.19° , 35.64° , 43.2° , 53.45° , 57.19° , dan 62.83° , yang diidentifikasi oleh indeks Miller masing-masing ((220), (311), (400), (422), (511), dan (440)). Selain itu, dari kedua sampel ini juga terdapat adanya fasa lain yang terbentuk yaitu fasa Fe_2O_3 dengan indeks miller (101) pada sudut $2\theta = 21.14^\circ$.



Gambar 2 Grafik Hasil Uji XRD

Besar parameter kisi dan ukuran kristalit dari nanopartikel dapat dilihat pada Tabel 1. Pada tabel tersebut menunjukkan besar Parameter kisi Fe_3O_4 dari kedua nanopartikel yaitu $8,18 \text{ \AA}$ dengan suhu sintesis 40°C dan $8,17 \text{ \AA}$ dengan suhu sintesis 60°C . Analisis data pola difraksi dan besar parameter kisi ini telah dicocokkan dengan data XRD dari *crystallography open database* (COD) No. 9006920 untuk fasa Fe_3O_4 dan (COD) No. 9002158 untuk fasa Fe_2O_3 .

Tabel 1 Besar Parameter Kisi dan Ukuran Kristalit

Fasa	Parameter Kisi ($\text{\AA}$)		Ukuran Kristalit (nm)	
	40°	60°	40°	60°
Fe_3O_4	8,18	8,17	7,82	8,99
Fe_2O_3	5,81	5,80	7,74	6,41

Dengan membandingkan intensitas puncak pada indeks miller (311) dan indeks miller (101) dari kedua sampel, serta

melakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan *scherrer* terlihat bahwa pertumbuhan ukuran kristalit nanopartikel Fe_3O_4 meningkat dengan peningkatan suhu reaksi T_R dari 40°C menjadi 60°C .

5. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan ini, nanopartikel Fe_3O_4 telah berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Selain itu, dari hasil penelitian juga menunjukkan bahwa adanya pengaruh dari perbedaan besar suhu sintesis pada nanopartikel. Dimana ketika terjadi peningkatan suhu reaksi T_R dari 40°C menjadi 60°C akan mempengaruhi peningkatan ukuran kristalit dari nanopartikel Fe_3O_4 tersebut.

6. REFERENSI

- Adhim, M. S. (2018). Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetit) dari Batu Besi Menggunakan Metode Kopresipitasi dengan Variasi PH. *Skripsi*, 4, 1–59.
- Bukit, N., Frida, E., Simamora, P., & Sinaga, T. (2015). Analisis difraksi nanopartikel Fe_3O_4 metode kopresipitasi dengan polietilen glikol 6000. *Prosiding Seminar Nasional Fisika*, 4, 163–166.
- Bunaciu, A. A., Udriştoiu, E. gabriela, & Aboul-Enein, H. Y. (2015). X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289–299. <https://doi.org/10.1080/10408347.2014.949616>
- Hakim, L., Dirgantara, M., & Nawir, M. (2019). Karakterisasi Struktur Material Pasir Bongkahan Galian Golongan C Dengan. *Jurnal Jejaring Matematika Dan Sains*, 1(1), 44–51. <http://e-journal.upr.ac.id/index.php/JMS>
- Khaira, R., Ulinas, A., Azhar, M., & Mawardi. (2020). Sintesis nanopartikel magnetik besi oksida (Fe_3O_4) menggunakan ekstrak daun sirih merah (*Piper crocatum*) sebagai agen pelindung (capping agent). *Jurnal Kimia*, 9(2), 42–46. <https://doi.org/10.24036/p.v9i2.110381>

- Lubis, H. (2022). Perbandingan Karakterisasi Morfologi Fe₃O₄ terhadap Fe₃O₄ Merck melalui Metode Kopresipitasi. *Juripol*, 5(2), 458–463. <https://doi.org/10.33395/juripol.v5i2.11775>
- Muttaqin, R. (2023). Pengembangan Buku Panduan Teknik Karakterisasi Material : X-ray Diffractometer (XRD) Panalytical Xpert3 Powder. *Indonesian Journal of Laboratory*, 1(1), 9. <https://doi.org/10.22146/ijl.v1i1.78970>
- Nasution, N., & Fitri, A. (2018). SYNTHESIS OF RUTILE TiO₂ NANOPARTICLES BY CO-. *Jurnal Ilmu Fisika Dan Teknologi*, 2(2), 18–25.
- Prasetyowati, R., Widiawati, D., Swastika, E., & Ariswan, W. (2021). SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MAGNETITE (Fe₃O₄) NANOPARTICLES BASED ON IRON SANDS AT GLAGAH BEACH KULON PROGO WITH COPRECIPITATION METHODS AT VARIOUS NH₄OH CONCENTRATIONS. *J. Sains Dasar*, 10(2), 57–61.
- Saragi, T. (2018). Optical and crystalline characteristics of magnetite nanoparticles. *Jurnal Ilmu Dan Inovasi Fisika*, 2(1), 53–56.
- Sari, S. R. T. S. dan E. S. (2020). *Info artikel* 196. 1(3), 196–206.
- Tahir, D., Rauf, N., & Sari, H. (2010). KARAKTERISASI SIFAT STRUKTURNYA DENGAN MEMVARIASIKAN KONSENTRASI NH₄ OH (Amonium Hidroksida) SYNTHESIS OF Fe₃ O₄ (Magnetite) USING COPRECIPITATION METHOD AND STRUCTURE CHARACTERIZATION BY VARIATION THE CONCENTRATION OF NH₄ OH (Ammonium Hydroxide. *Jurusan Fisika FMIPA UNHAS*, 4, 3–5.