

FABRIKASI FERROGEL BERBAHAN DASAR NANOPARTIKEL MAGNETIT (Fe_3O_4) DARI HASIL SINTESIS PASIR BESI PANTAI UTARA JAWA DAN SIFAT MAGNETO-ELASTISITASNYA

Retno Rahmawati¹⁾, Nita Handayani²⁾

^{1),2)}Program Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
E-mail : enorahma1982@yahoo.com

Abstract

Iron sand is one of natural materials that has been widely explored and so far is only used as building materials. This research provides solutions to increase the economic values of iron sand, by preparing ferrogel from iron sand. The purpose of this research is to prepare Fe_3O_4 nanoparticles-based-ferrogel from synthetic Fe_3O_4 prepared from iron sand. The iron sand was obtained from north coast of Central Java. The preparation of synthetic Fe_3O_4 produced nanoparticles having a size of 82,42 – 110,9 nm . The characterization using XRD indicated that Fe_2O_3 content in the iron sand was 30%, and increased to 76% in the synthetic materials. In addition, the synthetic materials has additional phase of $\text{Al}_{0.95}\text{Ga}_{0.05}$. The ferrogel was prepared by mixing the synthetic materials with PVA (Polyvinyl alcohol). The ferrogel was characterized for its magnetoelasticity properties so that it can be used for artificial muscles. The results of magnetoelasticity ferrogel characterization showed that the higher the concentration of Fe_3O_4 filler in PVA matrix, the higher the deviation and elongation. However, the impurity of $\text{Al}_{0.95}\text{Ga}_{0.05}$ in the ferrogel seemed to cause its magnetoelasticity to be less than optimum..

Keywords: Coprecipitation methods, ferrogel, Magnetite, Nanoparticle.

A. PENDAHULUAN

Alam beserta unsur-unsur biologinya yang kompleks memberikan inspirasi sekaligus manfaat bagi manusia. Sistem biologis adalah sebuah sistem yang sangat kompleks yang merupakan hasil penciptaan Tuhan yang sangat sempurna dan manusia tidak akan mungkin menirukannya tapi hanya mampu menirukan bagian-bagian kecil dari sistem tersebut. Biomimetik merupakan suatu cabang ilmu yang dikembangkan untuk menghasilkan produk-produk teknologi yang menyerupai unsur biologis.

Ashley (2000) mengangkat isu otot-otot biomimetik yang menyerupai otot-otot biologis. Otot-otot biomimetik ini dihasilkan oleh sebuah bahan polimer, yang disebut polimer elektro-aktif (*electroactive polymers*, EAPs), yaitu sejenis polimer yang bila distimulasi oleh medan listrik akan memberi sebuah respon mekanik berupa perubahan bentuk (*shape changes*). Fenomena ini disebut efek elektro-mekanik. EAPs dapat berfungsi sebagai *actuator*. Jika ada material yang sensitif terhadap medan listrik maka dapat

dipastikan terdapat material yang sensitif terhadap medan magnet. M. Zrinyi et.al (2000) melakukan penelitian tentang suatu material dari polimer gel (*ferrogel*) yang sensitif terhadap medan magnet yang bisa berfungsi sebagai *actuator* dan otot buatan (*artificial muscles*).

Proses fabrikasi *ferrogel* bisa dilakukan dengan membuat komposit dari bahan polimer dan oksida besi (Fe_3O_4). Pasir besi merupakan salah satu sumber daya alam yang keberadaannya sangat melimpah di Indonesia. Di Pulau Jawa, pasir besi banyak terdapat di sepanjang pesisir pantai selatan dan pantai utara. Selama ini, pasir besi ditambang hanya sebagai bahan mentah untuk kemudian dijual langsung sebagai material mentah (*raw materials*) tanpa adanya pengolahan terlebih dahulu. Yulianto et.al (2003) melakukan karakterisasi pasir besi dari pantai utara dan selatan Jawa Tengah, hasilnya menunjukkan bahwa pasir besi pantai utara mempunyai butiran lebih halus daripada pasir besi pantai selatan. Manfaat dari ukuran pasir besi yang lebih halus adalah memudahkan dalam proses sintesis pasir besi dalam ukuran nano.

Dari hasil pemikiran diatas maka perlu dilakukan penelitian yang memanfaatkan pasir besi pantai utara untuk fabrikasi *ferrogel* berbasis partikel Fe_3O_4 dalam ukuran nano. Metode sintesis yang digunakan untuk menghasilkan nano partikel adalah kopresipitasi. Ferrogel yang dihasilkan dari penelitian ini akan dikarakterisasi fasa kristalnya dan sifat magneto-elastisitasnya. Produk *ferrogel* yang dihasilkan dari penelitian ini diharapkan dapat digunakan pada bidang kedokteran, misalnya hipertermia, maupun otot buatan, sedangkan dalam bidang robotik bisa menjadi penggerak (*actuator*).

B. METODOLOGI PENELITIAN

Peralatan

Peralatan yang dipakai dalam penelitian ini antara lain gelas beker, gelas ukur, pipet, timbangan digital, kertas saring, cetakan ferrogel, penggaris milimeter, magnet permanent, amperemeter, statif, alat pemanas, kulkas, pengaduk magnetik (*hot plate and magnetic stirrer*), kumparan, Kamera digital, termometer, dan Gauss meter. Untuk karakterisasi fasa dipakai difraktometer sinar-X (XRD), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengamati sifat magnetik bahan, *Scanning Electron Microscopic* (SEM) untuk melihat ukuran partikel nano, dan mesin Autograph untuk karakterisasi elastisitas *ferrogel*.

Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam sintesa ferrogel adalah pasir besi dari pantai Jepara, polivinil alkohol (PVA) 99% saponifikasi dan aquades. Larutan HCl dan NH_4OH dipakai dalam sintesa Fe_3O_4 dengan metoda kopresipitasi.

Prosedur Kerja

1. Karakteristik mineralogi

Karakteristik mineralogi perlu dilakukan sebagai tahap awal untuk mengetahui prosentase kandungan magnetit (Fe_3O_4) dari pasir besi yang akan disintesis. Karakteristik mineralogi menggunakan XRD tetapi sebelumnya dilakukan ekstraksi dari sampel pasir besi. Sampel diambil dari tiga titik di sepanjang pantai utara Jawa Tengah yaitu : Bandungharjo, Benteng Portugis, dan Bayuran.

2. Sintesis Fe_3O_4 dalam ukuran nano

Langkah-langkah sintesis Fe_3O_4 dalam ukuran nano dapat dituliskan sebagai berikut :

- (1) Pasir besi diekstrak dengan menggunakan magnet permanen dan dihasilkan Fe₃O₄,
- (2) Fe₃O₄ dilarutkan dalam HCl (Molaritas = 12 M) dengan perbandingan 1:7 kemudian diaduk dan dipanaskan dalam *magnetic stirrer* pada suhu 70-90 °C selama 20 menit dengan persamaan reaksi;
$$3 \text{Fe}_3\text{O}_4 + 8 \text{HCl} \rightarrow 2 \text{FeCl}_3 + \text{FeCl}_2 + 3 \text{Fe}_2\text{O}_3 + 3 \text{H}_2\text{O} + \text{H}_2$$
- (3) Larutan disaring dan diambil cairannya,
- (4) Cairan hasil saringan dilarutkan dalam NH₄OH (Molaritas = 6,5 M) dengan perbandingan 1 : 5 kemudian diaduk dan dipanaskan dalam *magnetic stirrer* pada suhu 70-90 °C selama 20 menit dengan persamaan reaksi;
$$2 \text{FeCl}_3 + \text{FeCl}_2 + 3 \text{H}_2\text{O} + 8 \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 + 8 \text{NH}_4\text{Cl} + 7 \text{H}_2\text{O}$$
- (5) Larutan dipisahkan dari pengotornya dengan kertas saring, dan
- (6) Endapan hasil penyaringan kemudian dicuci berulang-ulang dengan aquades.
- (7) Akhirnya setelah pencucian, endapan dioven pada suhu 100 °C selama 1 jam dan kemudian di karakterisasi XRD, TEM, dan VSM.

3. Sintesis *ferogel*

Langkah-langkah sintesis ferogel adalah sebagai berikut:

- (1) PVA di campur dengan aquades dengan perbandingan 23:100,
- (2) Campuran kemudian diaduk dan dipanaskan dalam *magnetic stirrer* pada suhu antara 70-90 °C untuk meningkatkan kelarutan PVA dalam aquades,
- (3) Setelah PVA benar-benar larut dalam aquades, kemudian Fe₃O₄ dimasukkan dalam larutan dan diaduk hingga merata, dan
- (4) larutan didinginkan dan dipanaskan secara berulang-ulang hingga terbentuk gel yang diinginkan.

- (5) Gel yang telah terbentuk kemudian dibuat silinder dengan panjang 10 cm dan diameter 6 mm untuk karakterisasi magneto-elastisitas.

C. HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Karakterisasi fasa kristal *magnetit* (Fe_3O_4) Pasir besi Pantai utara Jawa Tengah

Penelitian ini mengambil tiga lokasi sampel pasir besi yaitu : Benteng Portugis, Bayuran, Bandung Harjo. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa kandungan Fe_3O_4 paling tinggi terdapat di daerah Bandung harjo dengan prosentase 30 %.

Tabel 1. Hasil karakterisasi fasa kristal pasir besi Bandung harjo

No	Fasa Kristal	Prosentase
1	Fe_3O_4	30 %
2	$\text{Al}_{0.95}\text{Ga}_{0.05}$	24 %
3	$(\text{Na}_{0.35}\text{Ca}_{0.65})(\text{Sc}_{0.35}\text{Zn}_{0.65})(\text{Si}_2\text{O}_6)$	22 %
4	$\text{Fe}_{21.34}\text{O}_{32}$	24 %

Tabel 2. Hasil karakterisasi fasa kristal pasir besi Bayuran

No	Fasa Kristal	Prosentase
1	Fe_3O_4	13 %
2	$\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$	84 %
3	$\text{LiBa}_4\text{Mo}_2\text{N}_7$	3 %

Tabel 3. Hasil karakterisasi fasa kristal pasir besi Benteng Portugis

No	Fasa Kristal	Prosentase
1	Fe_3O_4	22 %

2	$\text{Ca}_{0.968}\text{Mg}_{0.578}\text{Fe}_{0.230}\text{Ti}_{0.059}\text{Al}_{0.933}\text{Si}_{1.728}\text{O}_6$	45 %
3	KNO_3	24 %
4	$\text{Sc}(\text{AlO}_3)$	9 %

Dari hasil data diatas dapat dinyatakan bahwa kandungan *magnetit* (Fe_3O_4) paling banyak ada di daerah Bandung Harjo sebesar 30 %, hal inilah yang akan menjadi dasar pasir besi yang akan disintesis menjadi *Ferrogel*. Dari hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa pasir besi pantai utara mempunyai kandungan magnetit rendah karena dibawah 50 %, fakta ini akan mempersulit proses sintesis.

2. Karakterisasi fasa kristal *magnetit* (Fe_3O_4) hasil sintesis pasir besi

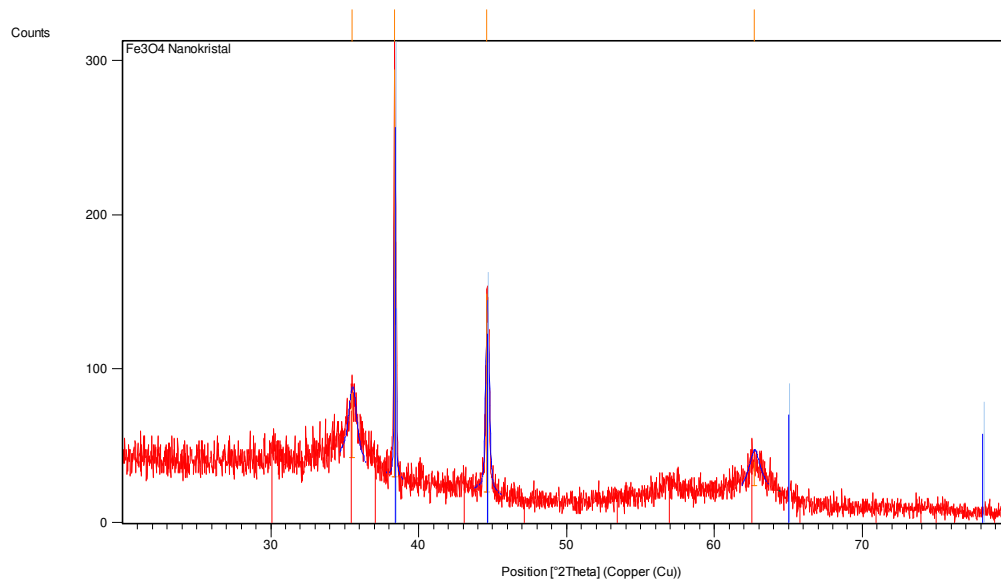
Hasil karakterisasi fasa kristal pasir besi hasil sintesis disajikan pada tabel 4 sebagai berikut :

Tabel 4. Hasil karakterisasi fasa kristal pasir besi hasil sintesis

No	Fasa Kristal	Prosentase
1	Fe_3O_4	76 %
2	$\text{Al}_{0.95}\text{Ga}_{0.05}$	24 %

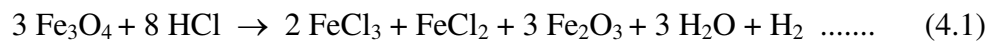
Dari hasil karakterisasi fasa menggunakan difraktometer sinar-X menunjukkan bahwa ekstraksi menggunakan magnet permanen kurang efektif untuk pasir pantai utara jawa tengah sebagaimana ditunjukkan pada tabel 4. Data menunjukkan masih ada fasa lain yaitu $\text{Al}_{0.95}\text{Ga}_{0.05}$ sebesar 24 % yang bisa dihilangkan dengan menggunakan ekstraksi yang lain misalnya metode kimiawi. Hadirnya fasa lain dalam Fe_3O_4 hasil ekstraksi bisa mempengaruhi hasil sintesis dengan metode kopresipasi.

3. Karakterisasi fasa kristal *magnetit* (Fe₃O₄) hasil sintesis menggunakan metode kopresipitasi

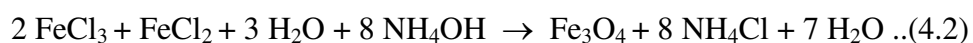


Gambar 1. Hasil karakterisasi fasa kristal untuk pasir hasil sintesis dengan metode kopresipitasi

Dari hasil karakterisasi fasa menggunakan difraktometer sinar-X menunjukkan bahwa ada fasa lain yaitu Al_{0,95} Ga_{0,05} yang ditunjukkan oleh puncak ekstrim dan dapat dipastikan ukurannya mikron. Dari hasil difraktometer sinar-X menunjukkan bahwa sudah tercipta fasa Fe₃O₄ dalam ukuran nano. Sintesa dengan menggunakan metode kopresipitasi dapat dijelaskan sebagai berikut : Pasir besi hasil ekstraksi ditambah dengan HCl menghasilkan senyawa-senyawa menurut persamaan reaksi berikut :



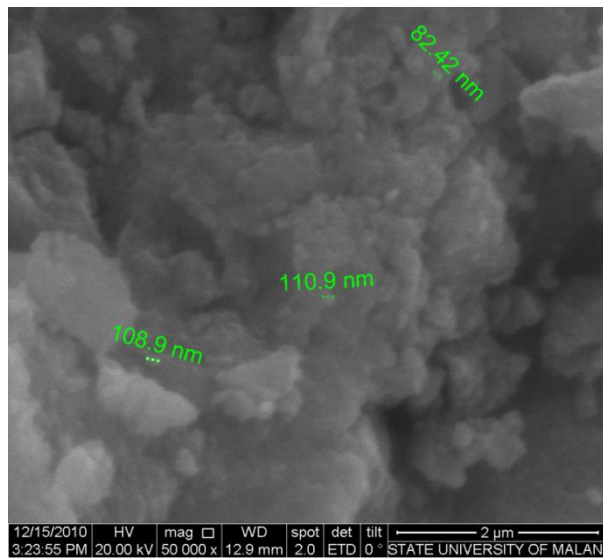
Selanjutnya larutan hasil reaksi dilakukan pengendapan dengan larutan basa NH₄OH untuk mendapatkan endapan (*presipitat*) berwarna hitam yang berupa partikel Fe₃O₄ dalam ukuran nano. Reaksi pengendapan larutan basa dituliskan sebagai berikut:



Metode kopresipitasi yang digunakan dalam penelitian ini ternyata kurang efektif karena pasir hasil ekstraksi masih mengandung senyawa $\text{Al}_{0.95}\text{Ga}_{0.05}$ dan ternyata senyawa ini tidak larut dalam media kopresipitasi.

4. Karakterisasi ukuran butir dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Analisis pengukuran kristal Fe_3O_4 untuk partikel nano dilakukan dengan pengujian difraksi sinar-X dan pengukuran partikelnya dilakukan pengujian SEM dengan perbesaran 50.000 kali. Hal ini dimaksudkan untuk mendapatkan data yang lebih akurat sebagai data pendukung untuk akurasi ukuran kristal yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X. Hasil pengujian SEM menunjukkan bahwa ukuran Fe_3O_4 untuk partikel nano sekitar 82,42 – 110,9 nm, seperti dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil SEM untuk nanokristal Fe_3O_4 dari hasil sintesa dengan metode kopresipitasi

Dari hasil ini dapat dikatakan bahwa ada partikel lain yang berukuran mikron yang seolah-olah mendominasi distribusi partikel nano Fe_3O_4 , senyawa yang dimaksud adalah $\text{Al}_{0.95}\text{Ga}_{0.05}$ yang sesuai dengan hasil difraksi sinar X pada tabel 4.. Hasil foto SEM yang ditunjukkan oleh Gambar 2 memperlihatkan bahwa partikel nano Fe_3O_4 distribusi dan ukurannya tidak merata, masih banyak ditemukan gumpalan-gumpalan yang

memperlihatkan morfologi dari partikel nano Fe₃O₄. Hal dimungkinkan adanya aglomerasi antara partikel nano Fe₃O₄. Aglomerasi antara partikel bisa disebabkan oleh preparasi sampel yang kurang sempurna atau penggerusan sampel setelah di oven tidak merata.

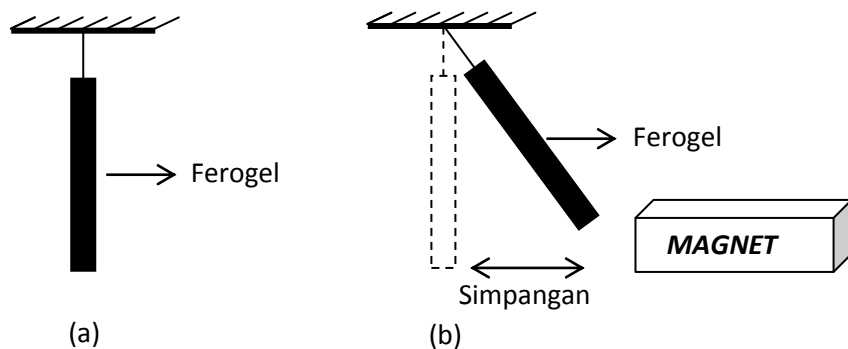
Sebagai perbandingan ukuran kristal Fe₃O₄ dilakukan perhitungan dengan metode menggunakan persamaan *Scherrer*, yaitu :

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots(1)$$

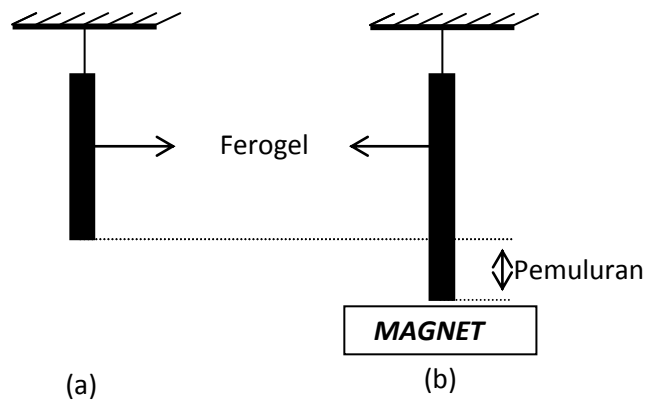
Dalam penelitian ini digunakan Cu sebagai anoda dengan panjang gelombang 1,54060 Å dengan B = 0,010987 rad dengan θ = 17,7542 °, data ini diambil pada intensitas difraksi paling tinggi. Dengan menggunakan persamaan 1 diperoleh hasil 13,25 nm, perbedaan hasil ini dikarenakan distribusi Fe₃O₄ yang tidak merata sehingga yang terdeteksi oleh SEM berkisar 82,42 – 110,9 nm. Hasil ini bisa dijadikan pertimbangan untuk menggunakan alat deteksi yang mempunyai resolusi lebih tinggi untuk partikel nano.

5. Karakterisasi Magneto-elastisitas Ferrogel

Proses karakterisasi Magneto-elastisitas Ferrogel dilakukan dengan metode sebagai berikut :

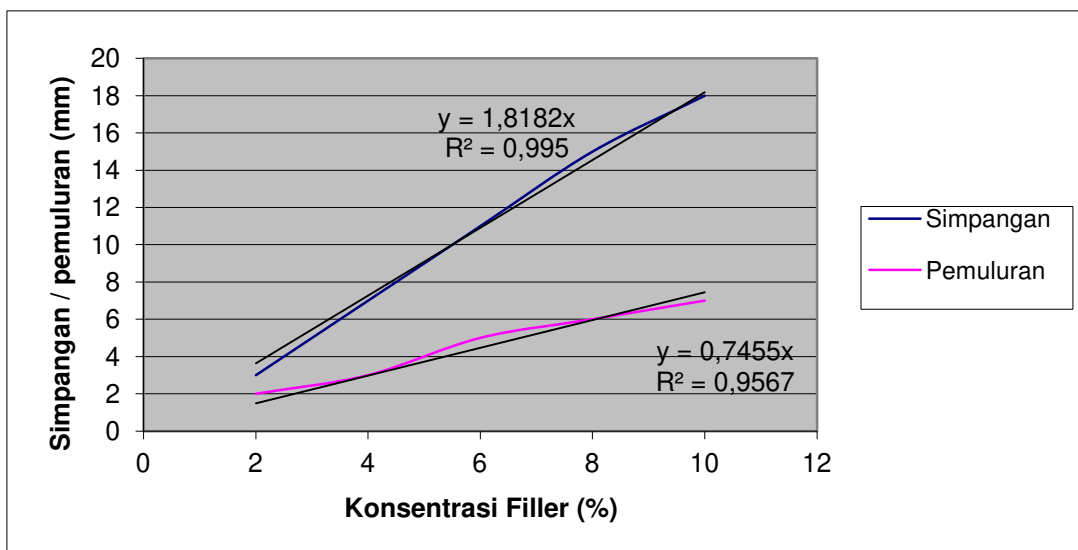


**Gambar 3. Set alat eksperimen karakterisasi simpangan ferrogel:
(a) tanpa medan magnet; (b) dengan medan magnet**



Gambar 4. Set alat eksperimen karakterisasi pemuluran ferogel:
(a) tanpa medan magnet; (b) dengan medan magnet

Dari hasil metode sebagaimana ditunjukkan oleh gambar diatas diperoleh hasil sebagai berikut :



Gambar 5. Hasil karakterisasi magneto-elastisitas *Ferrogel*

Dari Gambar 5 tampak jelas bahwa dengan bertambahnya konsentrasi filler Fe_3O_4 , simpangan dan pemuluran ferogel semakin meningkat secara linier. Dan setelah pengaruh medan magnet dihilangkan, ferogel kembali ke posisi semula secara tiba-tiba. Simpangan dan pemuluran yang teramati dalam eksperimen ini adalah simpangan dan pemuluran

maksimum yang dimiliki oleh masing-masing ferogel dengan konsentrasi Fe_3O_4 yang berbeda-beda. Untuk konsentrasi Fe_3O_4 yang diberikan, simpangan dan pemuluran naik dengan kuatnya medan magnet.

Kebergantungan simpangan dan pemuluran ferogel terhadap konsentrasi Fe_3O_4 yang ditunjukkan oleh Gambar 5, menunjukkan bahwa partikel magnetik dan hidrogel bergerak bersama sebagai sebuah sistem di dalam pengaruh kekuatan medan magnet yang digunakan. Ferogel yang menyimpang secara maksimum dan kembali pada posisi semula secara tiba-tiba dalam gerakannya, tanpa teramati adanya aliran kental hidrogel. Hal ini dapat ditarik kesimpulan bahwa dengan kombinasi komposit hidrogel dan konsentrasi yang tepat dari kandungan partikel Fe_3O_4 dapat dihasilkan ferogel dengan simpangan dan pemuluran bervariasi di dalam pengaruh medan magnet sesuai dengan kebutuhan.

Hasil karakterisasi magneto-elastisitas sebagaimana dijelaskan di atas menunjukkan bahwa penelitian ini berhasil menghasilkan ferogel dari sintesis pasir besi pantai utara Jawa Tengah, yaitu suatu material yang sensitif terhadap medan magnet. Sebagaimana ditunjukkan oleh gambar 5 bahwa terjadi kontraksi dan relaksasi ketika ada medan magnet disekitar ferogel, sehingga bisa digunakan untuk aplikasi selanjutnya yaitu otot buatan yang bekerja berdasarkan prinsip medan magnet.

D. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil analisa data dalam penelitian ini dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut :

1. Dari ketiga sampel pasir besi Pantai utara yaitu : Bayuran, Benteng Portugis dan Bandung Harjo. Sampel Bandung Harjo yang mempunyai kandungan Fe_3O_4 yang tinggi sebesar 30 %.

2. Proses ekstraksi menggunakan magnet permanen berhasil meningkatkan prosentase Fe_3O_4 sebesar 76 % dan masih ada fasa lain yaitu $\text{Al}_{0,95} \text{Ga}_{0,05}$ sebesar 24 %.
3. Sintesis dengan metode kopresipitasi menghasilkan Fe_3O_4 dengan ukuran butir 82,42 – 110,9 nm.
4. Karakterisasi magneto-elastisitas ferrogel menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi filler Fe_3O_4 , maka sifat magneto-elastisitasnya semakin meningkat.

Saran

Untuk penelitian selanjutnya, peneliti menyarankan beberapa hal diantaranya :

1. Proses ekstraksi dengan menggunakan magnet permanen untuk pasir besi pantai utara ternyata kurang efektif, sehingga bisa digunakan metode lainnya.
2. Penggunaan metode sintesis selain metode kopresipitasi sangat disarankan untuk meningkatkan optimisasi hasil sintesis nano partikel terutama untuk menghilangkan fasa lain yang terikat kuat dengan Fe_3O_4 .
3. Baiknya untuk produk ferrogel berbasis bahan alam mencari pasir besi yang kandungan Fe_3O_4 tinggi untuk mempermudah proses ekstraksi dan sintesis.

E. UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dapat diselesaikan atas dukungan Diktis melalui Hibah penelitian dan bantuan Sunaryono M.Si serta Taufik, M.Si dalam hal karakterisasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Caraka T, Yörük D, Demirci S. 2009. *Preparation and Characterization Of Poly (N-tert-butylacrylamide-co-acrylamide) Ferrogel*. Journal of Applied Polymer Science Vol 112,800-804(2009) DOI 10.1002/app 29095.

- Davarpanah A.M, Mirzae A.A, Sargazi M, Feizi M. 2007. *Magnetic Properties Of Nanoparticles Prepared By Co-Precipitation*. Journal Of Physics DOI: 10.1088/1742-6596/126/1/012065.
- Fajaroh F, et al. 2009. *Mekanisme Pembentukan Nanopartikel Magnetit Secara elektrokimia*. Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia-2009:ISBN 978-979-98300-1-2. Bandung
- Hassan M C, Peppas A N. 2000. *Structure And Applications Of Polyvinyl Alcohol Hydrogels Produced By Conventional Crosslinking Or By Freezing/Thawing Methods*. Advance in Polymer Science Vol 153. USA
- Li H. 2009. *Smart Hydrogels Modelling*. Singapore. Springer
- Ogur E. 2005. *Polyvinyl Alcohol:Materials, Processing and Applications*. Springer Vol 16 Number 12 ISSN :0809-3144
- Okay O. 2009. *General Properties Of Hydrogels*. Springer series on Chemical Sensors and Biosensors 6. Doi:10.1007/978-3-540-75645-3_1
- Sunaryono. 2008. *Fabrikasi dan karakterisasi Hidrogel Magnetik Berbasis Nano Partikel*. Surabaya. ITS.
- Saxena S K. 2004. *Polyvinyl Alcohol (PVA) Chemical and Technical Assesment*. 61st JECFA.
- Wu W, He Q, Jiang C. 2008. *Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesis and Surface Functionalization Strategies*. Nanoscale Res Lett (2008) 3:397-415 doi 10.1007/s11671-008-9174-9
- www. lppm@ugm.ac.id. Artikel “ *Kristal Cair Elastomer Pengganti Otot*”.
- Yulianto Agus, Bijaksana Satria, Loeksmanto Waloejo. 2003. *Comparative Study on Magnetic Characterization of Iron Sand from Several Locations in Central Java*. Indonesian Journal of Physics Kontribusi Fisika Indonesia Vol. 14 No.2, April 2003.
- Zrinyi, L M, Buki A B. 2000. *Direct Observation Of Discrete And Reversible Shape Transition In Magnetic Field Sensitive Polymer Gels*. Hungary. Departement Of Physical Chemistry Technical University Of Budapest.