

## Kajian Sifat Dielektrik pada Lempeng Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang dienkapsulasi dengan *Polyvinyl Alcohol* (PVA)

Mustawarman, Heriansyah, Edi Suharyadi\*

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada  
Bulaksumur, Yogyakarta, Indonesia

\*Corresponding author : esuharyadi@ugm.ac.id

**Abstrak** – Telah dilakukan sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang kemudian dienkapsulasi dengan Polyvinyl alcohol (PVA) dengan perbandingan 1:0, 1:3, 1:4, 1:5 dan 1:6 menggunakan metode kopresipitasi. Pengukuran dilakukan menggunakan sistem spektroskopi impedansi terkomputerisasi pada wilayah frekuensi 10 kHz hingga 120 kHz untuk mengetahui sifat dielektrik dari nanopartikel. Hasil pengukuran sifat dielektrik menunjukkan nilai permitivitas dielektrik pada seluruh sampel mengalami penurunan dengan bertambahnya frekuensi. Penambahan PVA mempengaruhi sifat dielektrik dari nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Nilai permitivitas dielektrik riil seluruh sampel secara berturut-turut pada frekuensi 10 kHz yaitu 522, 212, 36, 234 dan 692. Nilai permitivitas dielektrik yang paling baik adalah nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA (1:6) sehingga dapat digunakan untuk aplikasi biosensor Surface Plasmon Resonance (SPR) sebagai bahan aktif untuk meningkatkan sensitivitas sensor dan mengikat biomolekuler.

**Kata kunci:**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Polyvinyl alcohol (PVA), sifat dielektrik, permitivitas dielektrik, Surface plasmon resonance (SPR)

**Abstract** –  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles have been synthesis and then encapsulated with Polyvinyl alcohol (PVA) with ratio of 1:0, 1:3, 1:4, 1:5 and 1:6 using coprecipitation method. Measurements were performed using a computerized system impedance spectroscopy in the frequency range of 10 kHz to 120 kHz to determine the dielectric properties of the nanoparticles. The measurement results show the value of the dielectric properties of the dielectric permittivity of the sample decreasing with increasing frequency. The addition of PVA affected the dielectric properties of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles. Value of dielectric permittivity of all sample at frequency 10 kHz is 522, 212, 36, 234 and 692, respectively. The value of the dielectric permittivity is  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  + PVA nanoparticles (1:6) so that it can be used for Surface Plasmon Resonance (SPR) Biosensors as the active material to increase sensor sensitivity and to bind biomolecular.

**Key words:**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Polyvinyl alcohol (PVA), dielectric properties, dielectric permittivity, Surface plasmon resonance (SPR)

### I. PENDAHULUAN

Nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah mendapatkan banyak perhatian di dalam beberapa aplikasi diantaranya biosensor berbasis *surface plasmon resonance* (SPR). Nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebagai bahan aktif pada sensor SPR berfungsi untuk deteksi DNA (asam deoksiribonukleat) secara cepat dan sensitif [1].

Banyak kajian yang dapat dilakukan untuk mengetahui karakteristik nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , seperti kajian sifat mekanik, sifat magnetik, sifat optik, dan sifat elektrik. Salah satu kajian sifat elektrik yang menjadi perhatian adalah sifat dielektrik dari nanopartikel magnetik, karena beberapa aplikasi memiliki ketergantungan terhadap konstanta dielektrik. Beberapa contoh aplikasi yang memiliki ketergantungan terhadap konstanta dielektrik yaitu *Electromagnetic interference* (EMI) *shielding* pada frekuensi sangat tinggi dengan rentang 26-40 GHz, EMI *shielding* berpengaruh pada dipol listrik dan mobilitas muatan, dimana besar efisiensi EMI *shielding* meningkat saat *dielectric loss* ( $\epsilon''$ ) meningkat [2]. Aplikasi biosensor seperti SPR [3], *Micro Electro Mechanical Systems* (MEMS) [4], dan *Dielectrophoresis* yang efektif pada rentang frekuensi rendah 10 Hz- 100 kHz [5].

Pada aplikasi SPR, nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dipilih sebagai bahan aktif SPR karena dapat difungsionalisasi untuk mengikat biomolekul, di sisi lain nanopartikel

magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bukan bahan dielektrik yang baik, sehingga sangat penting untuk melakukan kajian tentang karakteristik dielektrik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah difungsionalisasi. Fungsionalisasi dapat menggunakan pelapisan bahan organik dan anorganik. Bahan organik meliputi surfaktan dan polimer biokompatibel (*polyethylenglycol*, *polyvinyl alcohol*, dextran, dll) dan bahan anorganik meliputi silika, karbon dan logam mulia.

Enkapsulasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  banyak menggunakan polimer salah satunya *polyvinyl alcohol* (PVA). PVA mampu menjaga komponen aktif dan bahan lainnya yang terkandung di dalam bahan dari kontak dengan oksigen [6]. Dalam penelitian ini nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dienkapsulasi dengan polimer PVA. Beberapa alasan dilakukan fungsionalisasi menggunakan polimer PVA yaitu, PVA memiliki harga yang murah, larut dalam air, tidak beracun dan termasuk polimer biokompatibel yang banyak digunakan dalam aplikasi biomedis [7]. Fungsionalisasi PVA sebagai *coating agent* pada nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sangat penting karena memiliki aplikasi yang potensial sebagai material biokompatibel. Salah satu hal yang dapat dikaji adalah sifat dielektrik nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan enkapsulasi *coating agent* dimana memiliki konstanta dielektrik yang cenderung berubah. Hal ini dapat diakibatkan oleh peran ukuran butir dan batas butir akibat pelapisan sebagai template [8]. Penelitian untuk menentukan besar

tetapan dielektrik kompleks material telah banyak dilakukan, diantaranya oleh Haldar (2011), Suharyadi (1998), dan Yusandika (2014). Data disajikan dalam bentuk grafik tetapan dielektrik riil dan imajiner sebagai fungsi frekuensi secara terpisah [9, 10]. Pada penelitian ini dilakukan pengukuran sifat dielektrik pada sampel nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA untuk melihat pengaruh PVA pada nilai tetapan dielektrik, impedansi dan grafik cole-cole plot.

**II. METODE PENELITIAN**

Sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dibuat menggunakan metode kopresipitasi. Bahan utama sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  adalah  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Sintesis dilakukan menggunakan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  masing-masing sebesar 4.1703 gram dan 8.109 gram. Bahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dicampur dan ditambahkan aquades sebanyak 30 ml. Bahan tersebut diaduk menggunakan magnetit stirer selama 10-15 menit, kemudian bahan tersebut diaduk lagi menggunakan magnetit stirer suhu  $60^\circ\text{C}$  kecepatan  $\pm 450$  rpm selama 90 menit ( ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  10% sebanyak 60 ml secara perlahan-lahan). Larutan hasil diletakkan di atas magnet dan dicuci sebanyak 7 kali dan larutan yang telah dicuci, kemudian dibuang airnya dan dikeringkan selama 2 jam dengan suhu  $80^\circ\text{C}$  menggunakan furnace.

Percobaan diulangi beberapa kali dengan mencampurkan massa PVA terhadap massa magnetit, kemudian distirer selama 5 jam. Hasil sintesis dengan variasi perbandingan, yaitu 1 : 3, 1 : 4, 1 : 5, dan 1 : 6 dan dibandingkan dengan magnetit tanpa pencampuran PVA seperti dalam Tabel 1.

Sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA yang telah terbentuk dikarakterisasi dengan X-ray Diffractometer (XRD) untuk mengetahui ukuran butir dan fasa yang terkandung dalam sampel. Kemudian untuk mengetahui ikatan gugus fungsi sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA dikarakterisasi menggunakan Fourier Transform Infra-Red (FTIR).

**Tabel 1.** Parameter sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan variasi konsentrasi polyvinyl alcohol (PVA)

Kode Sampel	Perbandingan massa $\text{Fe}_3\text{O}_4$ : PVA	Massa $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (gram)	Massa PVA (gram)	Prosentase PVA (%)
A	1 : 0	1,5	0	0
B	1 : 3	0,7	2,1	75
C	1 : 4	0,7	2,8	80
D	1 : 5	0,7	3,5	83
E	1 : 6	0,7	4,2	86

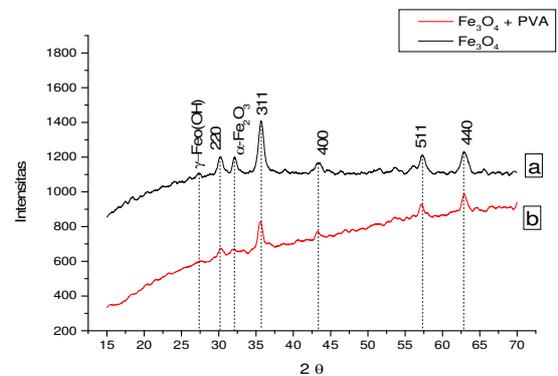
Dalam pengukuran konstanta dielektrik, sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dicetak dalam bentuk tablet berdiameter 1,5 cm dengan tekanan 5 ton dan sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA di desain menjadi lempeng tipis dengan diameter 1,5 cm. Nilai tetapan dielektrik, loss tangent ( $D$ ), dan impedansi ( $Z$ ) diukur menggunakan alat spektroskopi impedansi pada frekuensi ( $f$ ) 10 sampai 120 kHz dengan hambatan ( $R$ ) 100 k Ohm.

**III. HASIL DAN PEMBAHASAN**

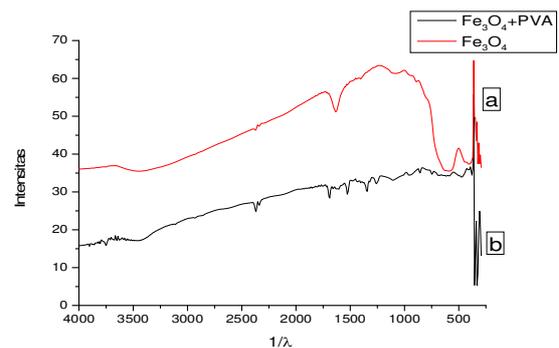
**A. Hasil uji XRD dan FTIR**

Hasil uji XRD sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA diperlihatkan pada Gambar 1. Pada gambar tersebut disajikan dua buah sampel untuk membandingkan bentuk spektrum sampel hasil enkapsulasi PVA dengan sampel tanpa enkapsulasi PVA. Gambar 1 memperlihatkan bahwa pada sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA tampak adanya puncak baru yang dinamakan dengan fasa dan fasa ini disebut juga dengan *goethite* dan *hematite*. Munculnya fasa baru ini menandakan bahwa telah terjadi pelapisan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  oleh PVA. Hasil analisa XRD ini memberikan informasi bahwa ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA adalah 13,5 nm dan 16,8 nm.

Hasil uji FTIR sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA diperlihatkan pada Gambar 2. Pada gambar tersebut disajikan dua buah sampel untuk memperlihatkan terjadi ikatan gugus fungsi antara nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan PVA . Hal tersebut dibuktikan dengan munculnya serapan baru pada sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA yaitu C=C ( 1527/cm), N-O ( 1342/cm), =C-H ( 956/cm) dll.



**Gambar 1.** Pola spektrum XRD; (a) Sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tanpa dienkapsulasi PVA ; dan (b)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah dienkapsulasi PVA



**Gambar 2.** (a) FTIR  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan (b) FTIR  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  + PVA

**B. Hasil uji spektroskopi impedansi**

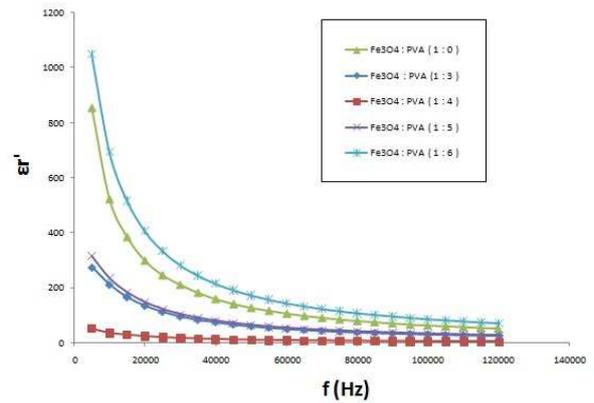
Hasil pengukuran sifat dielektrik pada masing-masing sampel dengan enkapsulasi dan tanpa enkapsulasi menunjukkan adanya perbedaan. Tabel 2 menunjukkan Permittivitas dielektrik riil dan impedansi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dienkapsulasi dengan PVA. Dari tabel tersebut dapat dilihat bahwa nilai permitivitas dielektrik riil yang paling besar adalah 1 : 6. Sementara nilai permitivitas dielektrik riil yang paling kecil adalah 1 : 4. Hal ini menunjukkan bahwa proses enkapsulasi

nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tidak selalu menghasilkan nilai permitivitas dielektrik yang besar, tetapi akan menghasilkan nilai permitivitas dielektrik yang besar pada perbandingan tertentu. Fenomena ini dapat digunakan untuk aplikasi biosensor yaitu Surface Plasmon Resonance (SPR), karena SPR merupakan sensor optic yang memanfaatkan gelombang *surface plasmon polariton* (SPP) untuk mendeteksi gejala fisis pada permukaan sensor dan interaksi-interaksi biomolekul, sementara Perilaku SPP ditentukan oleh fungsi dielektrik logam dan konstanta dielektrik medium di sekitarnya [11]. Nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA (1:6) dapat digunakan pada aplikasi SPR untuk mengikat biomolekul karena memiliki konstanta dielektrik yang lebih baik dari nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

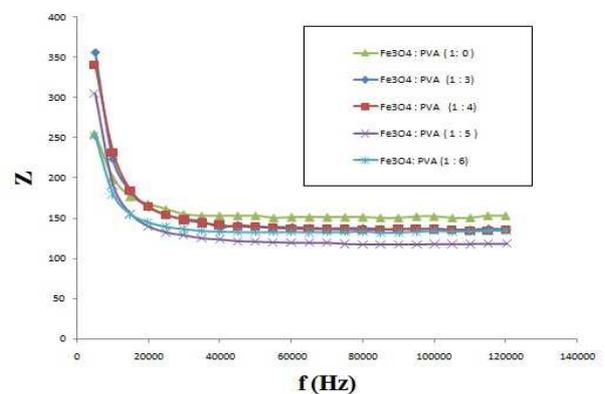
Gambar 3 menunjukkan grafik hubungan antara frekuensi terhadap permitivitas dielektrik riil pada rentang frekuensi 10-120 kHz. Dari gambar 4 dapat dilihat bahwa permitivitas dielektrik mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya frekuensi. Hal tersebut terjadi karena frekuensi semakin besar maka medan listrik yang diberikan juga akan semakin besar sehingga mengakibatkan nanopartikel magnetik tersebut semakin mudah mengalami polarisasi. Grafik tersebut menunjukkan bahwa terdapat perbedaan nilai permitivitas dielektrik yang signifikan pada frekuensi 10 – 50 (kHz). Nilai permitivitas dielektrik yang paling besar yaitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA dengan perbandingan 1:6 dan nilai permitivitas dielektrik yang paling kecil yaitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA dengan perbandingan 1:4. Sementara pada frekuensi > 50 kHz perbedaan nilai permitivitas dielektrik untuk seluruh sampel menurun seiring dengan meningkatnya frekuensi.

Gambar 4 menunjukkan grafik hubungan antara frekuensi terhadap impedansi pada rentang frekuensi 10-120 kHz. Gambar tersebut menunjukkan bahwa semakin besar frekuensi maka nilai dari impedansi akan semakin kecil. Nilai impedansi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA (1:4) adalah yang paling besar pada frekuensi 10 kHz dan nilai impedansi yang paling kecil pada frekuensi 10 kHz adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA (1:6). Hal ini sesuai dengan persamaan yang menghubungkan antara impedansi (Z) dan permitivitas dielektrik ( $\epsilon_r$ ). Hubungan antara nilai frekuensi dan nilai impedansi dapat dilihat pada Tabel 2.

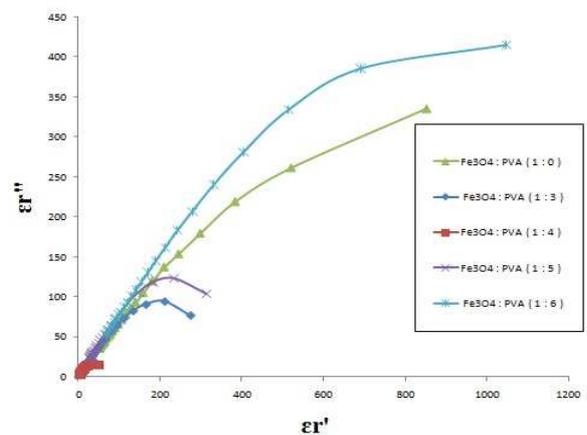
Gambar 5 menunjukkan grafik cole-cole plot yaitu hubungan antara  $\epsilon_r''(f)$  dan  $\epsilon_r'(f)$ . Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa frekuensi relaksasi nanopartikel magnetik yang paling tinggi adalah sampel yang memiliki permitivitas dielektrik yang paling tinggi yaitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA (1:6). Sementara sampel yang memiliki frekuensi relaksasi paling rendah adalah sampel yang memiliki permitivitas dielektrik yang paling rendah yaitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ +PVA (1:4). Perbedaan waktu relaksasi untuk masing-masing material dielektrik menentukan sifat masing-masing material tersebut. Semakin besar frekuensi relaksasi dari suatu material maka akan semakin baik sifat dielektrik dari material tersebut [12].



Gambar 3. Grafik permitivitas real terhadap frekuensi untuk seluruh sampel



Gambar 4. Grafik impedansi terhadap frekuensi untuk seluruh sampel



Gambar 5. Grafik cole-cole plot untuk seluruh sampel

**Tabel 2.** Permittivitas dielektrik riil dan impedansi nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dienkapsulasi dengan PVA pada frekuensi 10 kHz, 50 kHz, 100 kHz

Konsentra si PVA (%)	Permittivitas riil ( $\epsilon'$ )			Impedansi (Z)		
	10 kHz	50 kHz	100 kHz	10 kHz	50 kHz	100 kHz
0	522	128	64	200	153	152
75	212	60	31	224	140	137
80	36	11	5	232	139	136
83	234	65	33	191	121	118
85	692	172	85	179	131	133

#### IV. KESIMPULAN

Penambahan PVA mempengaruhi sifat dielektrik dari nanopartikel magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Nilai permittivitas dielektrik yang paling baik adalah nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>+PVA ( 1 : 6 ) sehingga dapat digunakan pada aplikasi SPR sebagai bahan aktif untuk meningkatkan sensitifitas sensor. Pengukuran sampel pada frekuensi di bawah 50 kHz akan menghasilkan nilai permittivitas dielektrik yang tinggi dan nilainya kemudian menurun seiring dengan naiknya frekuensi.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada:

1. Nano-Fabrication Consortium of Nagoya University, Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology (MEXT) Nano-Project Platform, Japan, 2012 – 2017 kompetensi (Hikom)
2. Hibah Penelitian Strategis Nasional (Stranas) Dikti, Kementrian Pendidikan Nasional, 2015 – 2016.

#### PUSTAKA

- [1] Sari, Rafika., dan Abraha, Kamsul., 2012, Simulasi Pengaruh Ketebalan Lapisan Nanopartikel Magnetik (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) terhadap Respon Biosensor Berbasis *Surface Plasmon resonance* (SPR) untuk Deteksi DNA, *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI* Purworejo, 14 April 2012.
- [2] Dhawan, S.K., Ohlan, A., dan Singh, K., 2011, Designing of Nano Composites of Conducting Polymers for EMI Shielding , *In Advances in Nanocomposites - Synthesis, Characterization and Industrial Applications*, Reddy, B., Ed., InTech, ISBN: 978-953-307-165-7.
- [3] Lee, K.S., Lee, M., Byun, K.M., dan Lee, I.S., 2011, Surface plasmon resonance biosensing based on target-responsive mobility switch of magnetic nanoparticles under magnetic fields, *Journal Materials Chemistry*, Vol 21, pp. 5156-5162.
- [4] Pethig, R., Menachery, A., Pells, S., Sousa, P.D., 2010, Dielectrophoresis: A Review of Applications for StemCell Research, *Journal of Biomedicine and Biotechnology*, vol 2010, 7 page.
- [5] Huang, X., Li, S., Davis, E., Li, D., Wang, Q., dan Lin, Q., 2014, A MEMS Dielectric Affinity Glucose Biosensor, *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 23, 14-20.
- [6] Ogur E. 2005. *Polyvinyl Alcohol: Materials, Processing and Applications*. Volume 16, Number 12, 2005. ISSN: 0889-3144
- [7] Sousa, Ana M.M., Hileia K.S. Souza., Joseph uknalis., Shih-Chuan Liu., 2014, Electrospinning of agar/PVA aqueous solutions and its relation with rheological properties, *journal of carbohydrate polymers*, Vol. 115, pp. 348-355
- [8] Haldar, I., Biswas, M., Nayak, A., 2011, Microstructure, Dielectric Response and Electrical Properties of Polypyrrole Modified (Poly N-Vinyl Carbazole– Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Nanocomposites, *Synthetic Metal*, Vol. 161, pp. 1400-1407
- [9] Suharyadi, E., 1998, Analisis Tanggapan Frekuensi Dielektrik dalam Bahan-Bahan Batuan Alami dan NaCl, *Skripsi*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- [10] Yusandika, A.D., 2014, Kajian Sifat Dielektrik Pada Nanopartikel Cobalt Ferrite (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) yang Dienkapsulasi dengan Polyethylene Glycol (PEG-4000) , *Thesis*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- [11] Maier, S.A., 2007 *Plasmonics : Fundamental and Application*, United Kingdom : Springer Science+Business Media LLC
- [12] Kaur, S., Dierking, I., dan Gleeson, H.F., 2009, Dielectric spectroscopy of Polymer Stabilised Ferroelectric Liquid Crystals, *The European Physical Journal E*, vol. 30, pp. 265-274