

Pengukuran Tetapan Suseptibilitas pada *Polyethylene Glycol* (PEG-4000) Coated- Nanopartikel Magnetik Cobalt Ferrite (CoFe_2O_4)

Rizki Eka Siswanto dan Edi Suharyadi*

Laboratorium Fisika Material dan Instrumentasi (Fismatel), Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia

*esuharyadi@ugm.ac.id

Abstrak – Telah dikaji pengukuran tetapan suseptibilitas nanopartikel magnetik cobalt ferrite (CoFe_2O_4) yang telah dilapisi polietilen glikol (PEG-4000) dengan konsentrasi berturut-turut 25%, 33%, 50%, 66%, 75% menggunakan metode Gouy. Hasil penelitian menunjukkan bahwa CoFe_2O_4 memiliki suseptibilitas yang baik. Nilai tetapan suseptibilitas magnetik CoFe_2O_4 dipengaruhi konsentrasi pelapisan PEG-4000. Semakin besar konsentrasi PEG-4000 yang diberikan, nilai tetapan suseptibilitas magnetik CoFe_2O_4 semakin kecil. Hasil pengukuran tetapan suseptibilitas berdasarkan konsentrasi pelapisan PEG-4000 berturut-turut $(3,9 \pm 0,2) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(2,4 \pm 0,3) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(2,1 \pm 0,2) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(0,90 \pm 0,03) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(0,40 \pm 0,03) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$.

Kata kunci: CoFe_2O_4 , polietilen glikol (PEG-4000), suseptibilitas magnet

Abstract – Study of suseptibility of cobalt ferrite (CoFe_2O_4) magnetic nanoparticles (MNPs) coated by polyethylene glycol with various concentration of 50%, 33%, 25%, 66%, 75% have been analyzed using Gouy method. The result showed that CoFe_2O_4 has an excellent susceptibility. The susceptibility values of CoFe_2O_4 are affected by PEG-4000 coating concentrate. The greater of most peg concentrate which had been given, will make the value of susceptibility of cobalt ferrite magnetic become decrease. The result of suseptibility based on concentration of coating PEG-4000 are $(3,9 \pm 0,2) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(2,4 \pm 0,3) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(2,1 \pm 0,2) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(0,90 \pm 0,03) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$; $(0,40 \pm 0,03) 10^{-7} \text{ m}^3/\text{Kg}$ respectively.

Key words: CoFe_2O_4 , polyethylene glycol (PEG-4000), magnetic susceptibility

I. PENDAHULUAN

Salah satu teknologi material yang banyak dikembangkan saat ini adalah material berorde nanometer. Salah satu contoh dari nanomaterial adalah nanopartikel magnetik. Nanopartikel magnetik yang banyak diteliti adalah cobalt ferrite (CoFe_2O_4). Nanopartikel ini memiliki sifat unik yakni adanya peluang memiliki sifat superparamagnetik dan memiliki konstanta anisotropi yang lebih tinggi dibanding Fe_3O_4 (magnetite) dan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (maghemite) [1].

Nanopartikel magnetik sangat aplikatif karena sifat kemagnetan dan ukurannya yang kecil. Nanopartikel CoFe_2O_4 berpotensi untuk berbagai aplikasi teknologi seperti pada katalis [2], soft magnets [3], biosensor [1], cairan magnetik [3], dan pembawa target dalam pengiriman obat [4]. Untuk aplikasi biomedis, CoFe_2O_4 yang dibutuhkan memiliki distribusi ukuran yang sempit, nilai magnetisasi yang tinggi, dan bersifat superparamagnetik pada suhu ruangan [5].

Sintesis nanopartikel yang seragam dengan mengatur ukurannya menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis ini. Salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan sekaligus mengontrol ukuran dan struktur pori dari partikel adalah polyethylene glycol (PEG). Dalam hal ini, PEG dapat berfungsi membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat lebih lanjut, dikarenakan PEG menempel pada permukaan partikel

dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergabung dan membesar, sehingga pada akhirnya akan diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam[6].

Penelitian ini, polyethylene glycol digunakan untuk melakukan modifikasi pada permukaan CoFe_2O_4 , polimer ini mudah larut dalam berbagai pelarut dan titik lelehnya rendah, berada dalam bentuk semi kristalin [7]. Selain itu, karena bahan polimer ini merupakan salah satu jenis polimer yang dapat membentuk kompleks polimer. Dengan adanya penambahan PEG juga dapat menyebabkan penyebaran kristalnya terlihat lebih monodisperse, dibandingkan partikel tanpa penambahan PEG [7].

Penambahan PEG menyebabkan sifat kemagnetan nanopartikel berubah. Sehingga perlu dilakukan intensifikasi pada nanopartikel setelah dilapisi PEG-4000. Melihat luasnya peluang untuk mengkaji sifat kemagnetan yang dimiliki suatu nanopartikel magnetik, maka dalam penelitian ini dikaji mengenai pengaruh pelapisan polyethylene glycol (PEG-4000) terhadap sifat kemagnetan yang dimiliki oleh cobalt ferrite, dengan lima variasi konsentrasi pelapisan PEG-4000 melalui pengukuran suseptibilitas. Pengukuran suseptibilitas merupakan hal lazim yang dilakukan untuk mengetahui sifat kemagnetan bahan. Pengukuran suseptibilitas dilakukan menggunakan metode Gouy.

II. METODE PENELITIAN/EKSPERIMEN

A. Sintesis Cobalt Ferrite (CoFe_2O_4) dengan Metode Kopresipitasi

Bahan utama sintesis nanopartikel CoFe_2O_4 ini adalah $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai penyedia ion Co^{2+} dan Fe^{3+} dengan perbandingan koefisien reaksi 1:2. Sintesis dengan metode kopresipitasi dilakukan dengan mencampurkan 1,188 gram $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 2,703 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 3,5 mL HCl (37%) di dalam 22,25 mL aquades hingga homogen. Kemudian masukkan campuran larutan tersebut ke dalam 200 mL larutan NaOH 1 M tetes demi tetes secara perlahan sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 1000 rpm selama 120 menit dengan suhu 80°C . Setelah larutan terbentuk, gelas beker berisi larutan tersebut ditempatkan di atas magnet permanen agar CoFe_2O_4 yang terbentuk cepat mengendap. Setelah terbentuk endapan, dipisahkan endapan dengan larutannya. Kemudian endapan dicuci dengan aquades kurang lebih 10 kali pengulangan untuk meminimalisir garam terlarut yang masih tertinggal. Untuk memperoleh CoFe_2O_4 serbuk maka panaskan endapan dalam *furnace* sampai kering pada suhu sekitar 70°C .

B. Pelapisan Polyethylene Glycol (PEG-4000) pada Cobalt Ferrite (CoFe_2O_4)

Sampel *cobalt ferrite* yang kering kemudian dipreparasi kembali untuk dimodifikasi permukaannya dengan membuat lapisan *monolayer* pada permukaan nanopartikel. PEG-4000 dilarutkan pada aquades 10 mL, *magnetic stirrer* kemudian dimasukkan ke dalamnya dan diletakkan di atas *hot plate* untuk pengadukan. Pengadukan dilakukan dengan suhu ruang dan lama pengadukan 30 menit. Setelah lama pengadukan 30 menit dimasukkan nanopartikel, kemudian pengadukan dilanjutkan selama 60 menit. Setelah proses pengadukan selesai, dipisahkan endapan nanopartikel dengan larutan. Endapan *cobalt ferrite* yang telah terlapis PEG-4000 kemudian di keringkan dengan suhu ruang hingga kering. Adapun perbandingan massa CoFe_2O_4 dengan PEG-4000 seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Konsentrasi pelapisan PEG-4000.

Sampel	CoFe_2O_4 (gram)	PEG-4000 (gram)	Konsentrasi PEG (%)
A	1,2	1,2	25
B	1,2	0,6	33
C	1,2	0,4	50
D	1,2	2,4	66
E	1,2	3,6	75

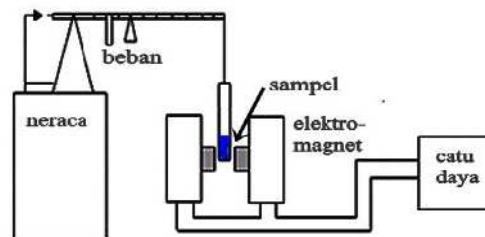
C. Menentukan Tetapan Suseptibilitas Magnet CoFe_2O_4

Prinsip yang digunakan dalam pengukuran nilai suseptibilitas adalah dengan menggunakan metode Gouy. Metode Gouy ini bekerja dengan prinsip kesetimbangan antara gaya magnet dengan gaya gravitasi dimana gaya

tarik atau tolak magnet akan diukur melalui massa bandul. Dalam metode ini, cuplikan yang akan diukur suseptibilitasnya diletakkan dalam tabung yang digantung pada neraca.

Ujung bawah tabung berada dalam medan magnet sedangkan ujung atasnya berada diluar kutub elektromagnet. Sebelum digantung, tabung kaca sudah dicuci menggunakan acetone dan dikeringkan terlebih dahulu. Sedangkan bahan/ sampel ditimbang dan selanjutnya diukur tingginya di dalam tabung. Tabung tersebut kemudian ditutup rapat menggunakan *tissue* agar sampel CoFe_2O_4 yang diukur tidak mudah teroksidasi karena bereaksi dengan udara, seperti ditunjukkan oleh Gambar 1.

Dengan neraca Westphal dan prinsip kerja torsi, gaya tarik medan magnet dari elektromagnet terhadap magnetisasi sampel dapat diukur melalui beban-beban yang digantungkan pada neraca. Dalam hal ini medan magnet $\vec{B}$ diatur melalui variasi arus (I) yang mengalir lilitan elektromagnet sehingga akan diperoleh data dengan variabel variasi medan magnet $\vec{B}$. Saat variasi arus, medan magnet $\vec{B}$ diantara dua kutub elektromagnet diukur menggunakan *Gauss meter*.



Gambar 1. Skema alat penelitian.

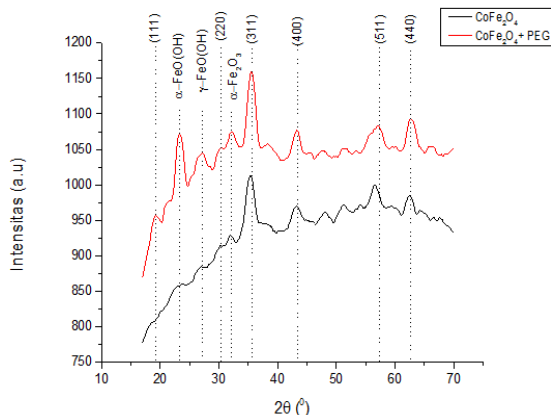
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Nanopartikel CoFe_2O_4 telah berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi kemudian dilapisi dengan PEG-4000. Hasilnya akan terbentuk partikel yang berwarna hitam.

Untuk mengetahui fasa nanopartikel yang dihasilkan dari sintesis, maka digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Pola XRD dari sampel seperti ditunjukkan Gambar 2. Hasil XRD menunjukkan nanopartikel mengkristal baik dengan puncak-puncak yang mengidentifikasi karakter CoFe_2O_4 , dengan puncak-puncak utama pada daerah 2θ sekitar 35° yang merupakan puncak bidang (311) dari CoFe_2O_4 yang berbentuk kubik spinel. Analisa ini diperkuat dengan kemunculan puncak-puncak lain yang juga merupakan karakteristik dari CoFe_2O_4 yaitu puncak bidang (220), (400), (511) dan (440). Selain adanya puncak-puncak yang merupakan karakteristik CoFe_2O_4 , ada pula puncak lain yang terlihat pada hasil analisa XRD. Puncak ini merupakan puncak karakter dari

fasa lain yaitu fasa $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (*hematite*) yang merupakan pengotor yang bersifat antiferomagnetik.

Hasil XRD CoFe_2O_4 yang telah dilapisi PEG-4000 menunjukkan pergeseran puncak utama (311) pada daerah 2θ namun masih di sekitar 35° serta ditemukan puncak baru bidang baru (111). Selain ditemukannya puncak bidang baru juga ditemukan puncak karakter dari fasa baru yang terbentuk yaitu *goethite* atau $\alpha\text{-FeO(OH)}$ dan *lepidocrocite* atau $\gamma\text{-FeO(OH)}$. Hal ini, dikarenakan saat penambahan PEG-4000 ditambahkan air, sehingga terbentuklah $\alpha\text{-FeO(OH)}$ dan $\gamma\text{-FeO(OH)}$.



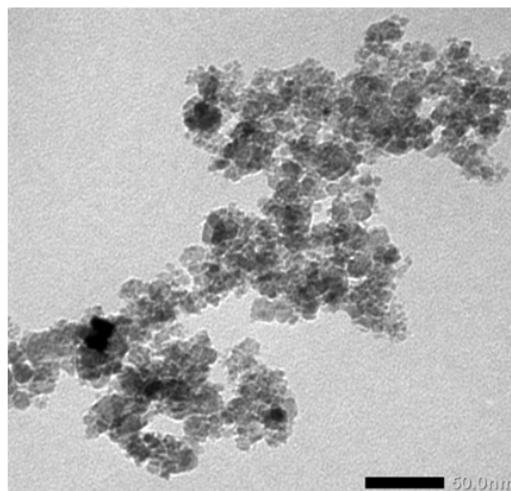
Gambar 3 dan Gambar 4 merupakan struktur morfologi nanopartikel dengan menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Pada Gambar 3 merupakan pencitraan nanopartikel CoFe_2O_4 dengan distribusi ukuran partikel di bawah 10 nm, dan ukuran diameter rata-ratanya 8,2 nm. Pada Gambar 4 merupakan gambar pencitraan nanopartikel CoFe_2O_4 (sampel B) yang telah dimodifikasi dengan PEG-4000 dengan tujuan menambah stabilitas kimianya. Setelah dimodifikasi PEG-4000 ukuran diameter butir nanopartikel menjadi lebih besar dengan distribusi ukuran butir di atas 10 nm, dengan diameter rata-rata 10,7 nm.

Hasil pengukuran tetapan suseptibilitas dilakukan dari kelima sampel CoFe_2O_4 ini diukur dari sampel A hingga sampel E berdasarkan konsentrasi pelapisan PEG-4000. Pengukuran suseptibilitas ini dilakukan melalui metode Gouy. Berdasarkan hasil pengukuran tetapan suseptibilitas diperoleh grafik hubungan antara gaya magnet terhadap medan magnet pada sampel CoFe_2O_4 murni (ditunjukkan Gambar 5). Kuat arus yang digunakan divariasi dari 0 A sampai 0,18 A.

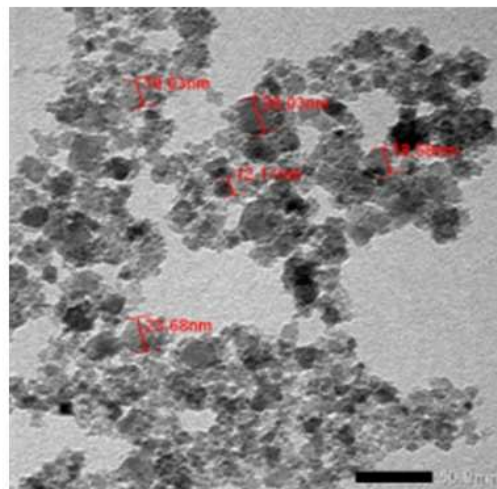
Grafik hubungan antara gaya magnet terhadap medan magnet sampel A dapat dilihat pada Gambar 6. Pada sampel A digunakan variasi kuat arus dari 0 A hingga 0,21 A. Grafik hubungan antara gaya magnet terhadap medan magnet sampel B dapat dilihat pada Gambar 7, dengan variasi kuat arus dari 0 A hingga 0,18 A. Sampel C memiliki grafik hubungan antara gaya magnet terhadap medan magnet seperti Gambar 8. Sampel C menggunakan variasi kuat arus dari 0 A hingga 0,18 A.

Gambar 9 menunjukkan grafik hubungan antara gaya magnet terhadap medan magnet sampel D. Pada sampel D digunakan variasi kuat arus dari 0 A hingga 0,21 A. Sampel E memiliki grafik hubungan antara gaya magnet terhadap medan magnet seperti Gambar 10. Sampel E menggunakan variasi kuat arus dari 0 A hingga 0,24 A.

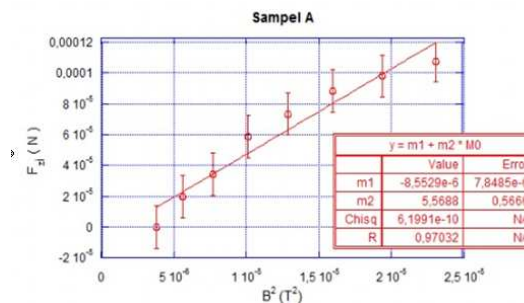
Gambar 2. Pola hasil pengujian XRD.

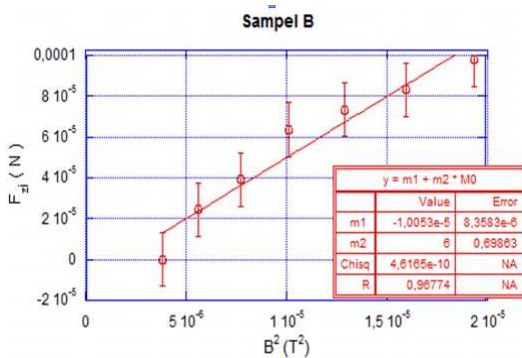
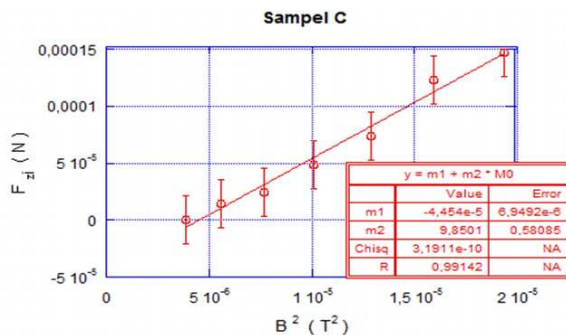
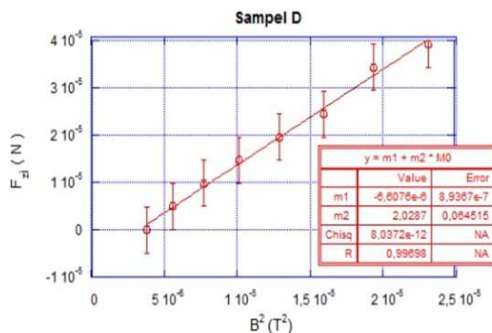
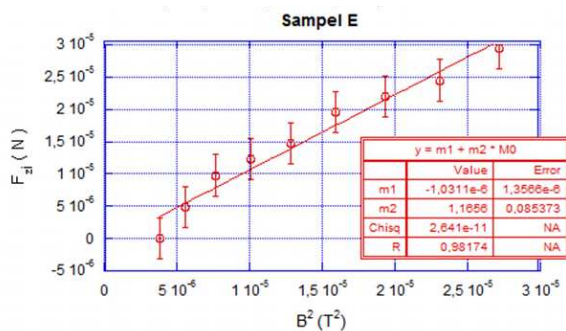


Gambar 3. Hasil pencitraan TEM CoFe_2O_4 .



Gambar 4. Hasil pencitraan TEM CoFe_2O_4 + PEG-4000.



Gambar 6. Grafik pengukuran suseptibilitas sampel A.

Gambar 7. Grafik pengukuran suseptibilitas sampel B.

Gambar 8. Grafik pengukuran suseptibilitas sampel C.

Gambar 9. Grafik pengukuran suseptibilitas sampel D.

Gambar 10. Grafik pengukuran suseptibilitas sampel E.

Pengukuran suseptibilitas terhadap lima sampel CoFe₂O₄ yang berbeda konsentrasi pelapisan PEG-4000 menunjukkan hasil yang linear. Dari sampel A hingga E, diperoleh nilai suseptibilitas dengan rentan yang tidak begitu jauh. Nilai suseptibilitas dari variasi konsentrasi tersebut disajikan dalam Tabel 2.

Berdasarkan Tabel 2 diketahui bahwa konsentrasi pelapisan PEG-4000 memengaruhi suseptibilitas CoFe₂O₄. Hal tersebut nampak pada semakin besarnya konsentrasi pelapisan PEG-4000 yang diberikan diikuti oleh penurunan nilai tetapan suseptibilitas magnet CoFe₂O₄. Penurunan nilai tetapan suseptibilitas ini dikarenakan PEG-4000 yang bersifat paramagnetik, serta munculnya pengotor α -FeO(OH) yang bersifat antiferromagnetik dan γ -FeO(OH) yang bersifat paramagnetik sehingga menurunkan sifat kemagnetan CoFe₂O₄. Selain itu, berdasarkan Tabel 2 di atas diketahui bahwa hasil pengukuran suseptibilitas memiliki nilai yang dekat antara satu sama lain. Suseptibilitas bernilai positif dengan orde 10⁻⁷ dalam satuan SI yang mempunyai range sifat ferromagnetik lemah atau ferrimagnetik. Sifat ferrimagnetik ini didukung oleh respon kemagnetan sampel yang cukup kuat saat diberi medan luar.

Tabel 2. Hasil pengukuran suseptibilitas pada 5 konsentrasi pelapisan PEG.

Nama Sampel	Konsentrasi PEG (%)	Suseptibilitas (10 ⁻⁷ m ³ /Kg)
CoFe ₂ O ₄	-	5,1 ± 0,5
Sampel A	50	2,1 ± 0,2
Sampel B	33	2,4 ± 0,3
Sampel C	25	3,9 ± 0,2
Sampel D	66	0,9 ± 0,03
Sampel E	75	0,4 ± 0,03

IV. KESIMPULAN

Konsentrasi pelapisan PEG-4000 memengaruhi suseptibilitas CoFe₂O₄, semakin besarnya konsentrasi pelapisan PEG-4000 maka nilai tetapan suseptibilitas magnet CoFe₂O₄ semakin menurun.

UCAPAN TERIMA KASIH

- [1] Nano-Fabrication Consortium of Nagoya University, Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology (MEXT) Nano-Project Platform, Japan, 2012 – 2017
- [2] Hibah Penelitian Strategis Nasional (Stranas) Dikti, Kementerian Pendidikan Nasional, 2013-2014

PUSTAKA

- [1] V. L. C. D Castillo, Synthesis and Characterization of Cobalt-Substituted Ferrite Nanoparticles Using Reverse Micelles, *Thesis*, University of Puerto Rico, Mayagüez Campus, 2005.
- [2] K. K. Senapati, C. Borgohain and P. Phukan, Synthesis of Highly Stable CoFe₂O₄ Nanoparticles and Their Use as

- Magnetically Separable Catalyst for Knoevenagel Reaction in Aqueous Medium, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, vol. 339, 2011, pp. 24–31.
- [3] S. Pauline and A. P. Amaliya, Synthesis and Characterization of Highly Monodispersive CoFe_2O_4 Magnetic Nanoparticles by Hydrothermal Chemical Route, *Archives of Applied Science Research*, vol. 3, no. 5, 2011, pp. 213-223.
- [4] P. M. Tamhankar, A. M. Kulkarni and S. C. Watawe, Functionalization of Cobalt Ferrite Nanoparticles with Alginate Coating for Biocompatible Applications, *Materials Sciences and Applications*, vol. 2, 2011, pp. 1317-1321.
- [5] X. H. Li, C. L. Xu, X. H. Han, L. Qiao, T. Wang and F. S. Li, Synthesis and Magnetic Properties of Nearly Monodisperse CoFe_2O_4 Nanoparticles Through a Simple Hydro-thermal Condition, *Nanoscale Res Lett*, vol. 5, 2010, pp. 1039–1044.
- [6] F. A. Perdana, M. Baqiya, Mashuri, Triwikantoro dan Darminto, Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dengan Template PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetiknya, *Jurnal Material dan Energi Indonesia*, vol. 01, no. 01, 2011, 1 – 6.
- [7] A. Datta, Characterization of Polyethylene Glycol Hydrogels for Biomedical Applications, *Thesis*, University of Pune, India, 2007.