

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MAGNETIT (Fe_3O_4): STUDI KOMPARASI METODE KONVENSIONAL DAN METODE SONOKIMIA

Maya Rahmayanti¹

¹Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga, Jl. Marsda Adi Sucipto, Yogyakarta, Indonesia
Email: maya.rahmayanti@uin-suka.ac.id

ABSTRACT

Magnetite (Fe_3O_4) is one of the iron oxide compounds which has strong magnetic properties so that it is widely modified with other materials for application in solid phase extraction. This study aims to compare the physical and chemical properties of magnetite synthesized by conventional methods and magnetite synthesized by sonochemical methods. The physical and chemical properties of magnetite were studied using Fourier Transform Infrared (FTIR) and X-Ray Diffraction spectrophotometry. Magnetite saturation magnetization (Ms) was measured using a Vibrating Sample Magnetometer (VSM). The results of FTIR characterization showed that the absorption at a wave number of 780 cm^{-1} was a typical absorption of magnetite Fe-O bonds both on magnetite synthesized through sonochemical and conventional methods. The difference in crystallinity of magnetite synthesized by the two methods was not significant. The Ms magnetite value synthesized by sonochemical method was higher than the Ms magnetite value synthesized by conventional method.

Keywords: magnetite, Fe_3O_4 , synthesis, conventional, sonochemical

PENDAHULUAN

Di antara semua jenis oksida besi, magnetit (Fe_3O_4) memiliki struktur kristal yang unik dengan adanya kation besi dengan dua keadaan valensi yaitu Fe^{2+} dan Fe^{3+} di situs tetrahedral dan oktahedral dan memiliki struktur spinel gugus terbalik (Schwertmann, 2008; Rahmayanti dkk., 2015). Magnetit juga bersifat paramagnetik sehingga banyak digunakan dalam ekstraksi fasa padat. Magnetit dapat disintesis menggunakan beberapa metode, tetapi yang paling umum digunakan adalah metode kopresipitasi konvensional. Beberapa tahun terakhir, metode kopresipitasi banyak digunakan karena merupakan metode yang mudah dan efektif untuk mensintesis nanopartikel magnetit dengan rendemen yang tinggi. Metode kopresipitasi bergantung pada pengendapan dan reduksi besi (III) oksihidroksida, ($\text{FeO}\cdot\text{OH}$) dan besi (II) hidroksida, $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Proses pengendapan ini dipengaruhi oleh kondisi keasaman dan perbandingan mol $\text{F}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ yang digunakan.

Magnetit telah banyak dikembangkan sebagai adsorben logam (Petrova dkk. 2011; Jingjing dkk.,

2011), namun beberapa tahun terakhir, magnetit banyak dimodifikasi dengan bahan anorganik maupun organik untuk menghasilkan material yang bersifat magnet. Tujuan modifikasi menggunakan magnetit adalah untuk menghasilkan material yang memiliki sifat kemagnetan yang tinggi, sehingga dapat digunakan untuk metode ekstraksi fasa padat menggunakan medan magnet eksternal dalam proses aplikasinya (Putri, dkk., 2020; Latifah, dkk., 2020; Rahmayanti, 2020; Rahmayanti, dkk., 2016; Rahmayanti et al., 2019). Selain itu modifikasi menggunakan senyawa magnetit juga bertujuan untuk menghasilkan material dengan ukuran partikel yang lebih kecil.

Pada penelitian ini, magnetit disintesis menggunakan metode kopresipitasi terbalik pada suhu kamar dengan bantuan gelombang ultrasonik yang disebut sebagai metode sonokimia. Pada metode sonokimia, gelombang ultrasonik yang digunakan menghasilkan fenomena kavitasi akustik. Fenomena kavitasi akustik adalah terbentuknya, tumbuhnya dan pecahnya gelembung dalam medium cair dengan temperatur yang sangat tinggi (5000 K),

tekanan tinggi (20 MPa), diikuti dengan laju pendinginan yang sangat tinggi (lebih dari 1010 K s^{-1}) yang berasal dari pecahnya gelembung. Peristiwa ini menghasilkan kondisi reaksi yang ekstrim sehingga terjadi proses pencampuran mikroskopis (Rahmayanti dkk, 2015). Oleh karena itu metode ini dianggap dapat menghasilkan material dengan ukuran kristal yang lebih kecil dan stabilitas yang tinggi (Jameel dkk. 2020). Metode sonokimia merupakan metode sintesis yang menerapkan konsep kimia hijau sehingga disebut lebih ramah lingkungan.

Rahmayanti dkk. (2016) telah mensintesis magnetit menggunakan gelombang ultrasonik, namun penelitian tersebut dilakukan pada suhu 60°C dan rasio mol Fe^{3+} dan Fe^{2+} adalah 2 : 1. Kebaruan dari penelitian ini adalah pada penerapan konsep minimalisasi penggunaan energi sehingga sintesis dilakukan pada suhu kamar dan rasio mol Fe^{3+} dan Fe^{2+} adalah 1,5 : 1. Karakterisasi gugus fungsi, kiralinitas dan magnetisasi saturasi dari magnetit yang disintesis melalui metode konvensional dan sonokimia dipelajari menggunakan instrumen spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu -8201 PC, *X-Ray Diffraction* (XRD) Shimadzu model XRD-6000 dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah satu set alat gelas, sonikator tipe Leistungsfreq.generator 70VA, pompa vakum, oven, neraca analitik pH meter tipe Orion 920A, *shaker* (Osk), spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu -8201 PC, *X-Ray Diffraction* (XRD) Shimadzu model XRD-6000, dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) type OXFORD VSM 1.2H. Bahan kimia yang digunakan pada penelitian ini adalah besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), besi (III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), and natrium hidroksida (NaOH) (semua bahan dibuat oleh E. Merck) and akuabides.

Sintesis Magnetite (Fe_3O_4) Melalui Metode Konvensional

Campuran larutan Fe^{3+} ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and Fe^{2+} ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dengan rasio mol 1.5: 1 diteteskan

pada larutan 0.1 M NaOH yang disertai pengadukan pada suhu kamar. Reaksi dilakukan pada labu leher tiga tertutup. Pengadukan dilakukan selama 60 menit. Endapan yang terbentuk didekantasi menggunakan medan magnet eksternal dan dikeringkan. Rangkaian metode ini disajikan pada Gambar 1.

Sintesis Magnetite (Fe_3O_4) Melalui Metode Sonokimia

Campuran larutan Fe^{3+} ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and Fe^{2+} ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dengan rasio mol 1.5: 1 diteteskan pada larutan 0.1 M NaOH yang disertai pengadukan pada suhu kamar dan dialiri gelombang ultrasonik dengan frekuensi 200KHz. Reaksi dilakukan pada erlenmeyer tertutup. Pengadukan dilakukan selama 60 menit. Endapan yang terbentuk didekantasi menggunakan medan magnet eksternal dan dikeringkan. Rangkaian metode ini disajikan pada Gambar 2.

Karakterisasi Magnetite (Fe_3O_4)

Endapan hasil sintesis dikarakterisasi sifat fisik dan kimianya menggunakan FTIR, XRD dan VSM. Uji FTIR dan XRD dilakukan di laboratorium Kimia UGM, sedangkan uji VSM dilakukan di laboratorium Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN), Tangerang Selatan Banten.

HASIL DAN PEMBAHASAN

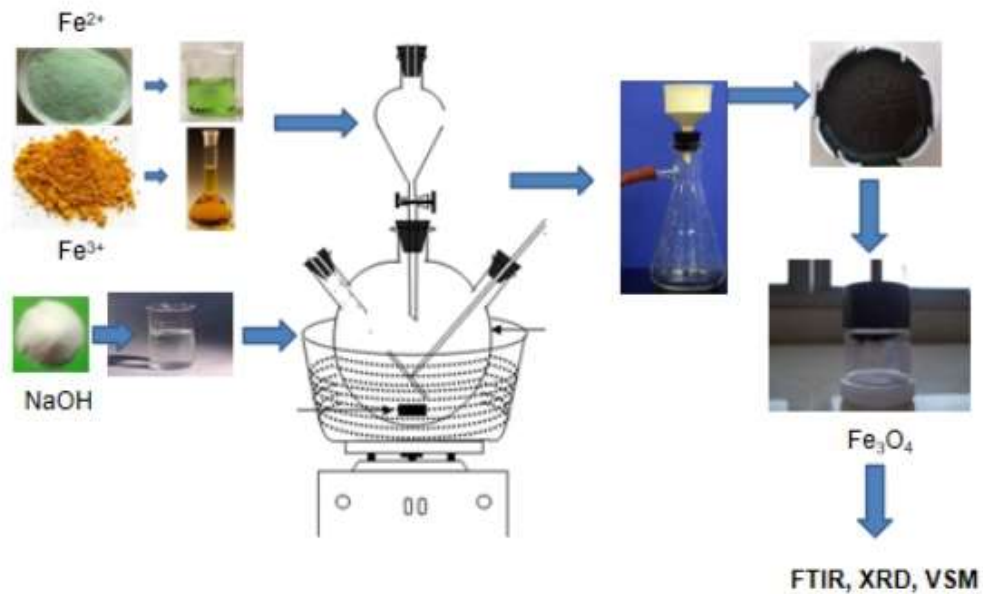
Pada penelitian ini, sintesis magnetit dengan menggunakan gelombang ultrasonik (sonokimia) dimaksudkan untuk mengetahui bagaimana pengaruh gelombang ultrasonik terhadap karakteristik magnetit yang dihasilkan baik dari aspek struktur kimianya maupun dari sifat kemagnetannya. Sintesis magnetit menggunakan metode sonokimia dilaporkan sebagai metode yang dapat mensintesis magnetit dengan ukuran partikel kecil. Magnetit yang memiliki ukuran partikel kecil akan memiliki sifat magnet yang tinggi. Sifat magnet yang tinggi membuat magnetit dapat digunakan dalam proses ekstraksi fasa padat menggunakan medan magnet eksternal.

Karakterisasi Magnetite Menggunakan Spektrofotometer FTIR dan XRD

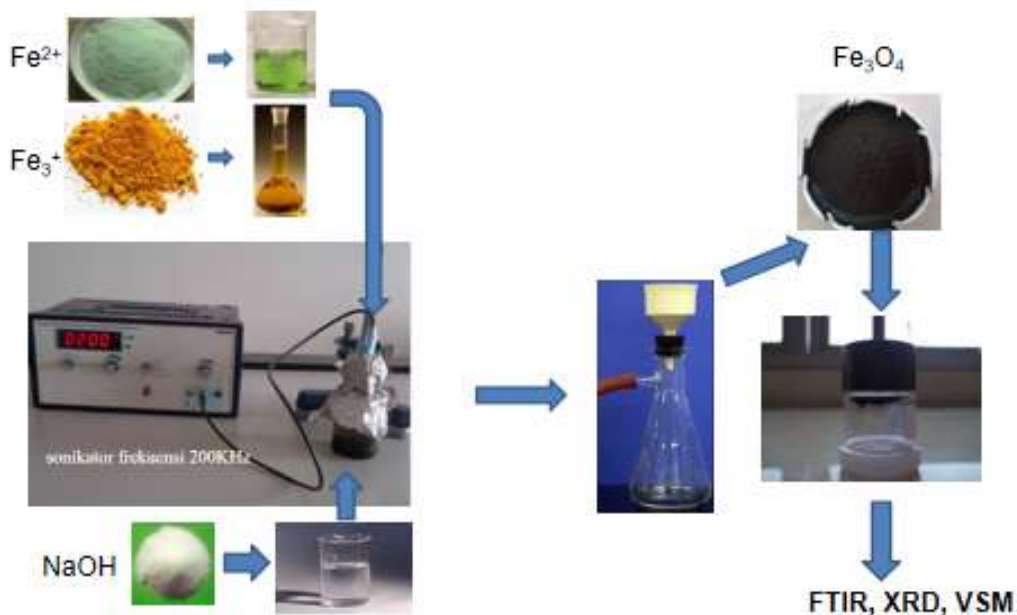
Spektra FTIR magnetit yang disintesis melalui metode konvensional dan sonokimia disajikan pada Gambar 2. Gambar 2(a) menunjukkan, magnetit

yang disintesis tanpa gelombang ultrasonik (metode konvensional) menghasilkan serapan tajam pada bilangan gelombang $594,08\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas dari magnetit Fe-O. Serapan di area yang hampir sama juga terlihat pada spektra FTIR magnetit yang disintesis menggunakan gelombang ultrasonik (metode sonokimia), yaitu $563,21\text{ cm}^{-1}$

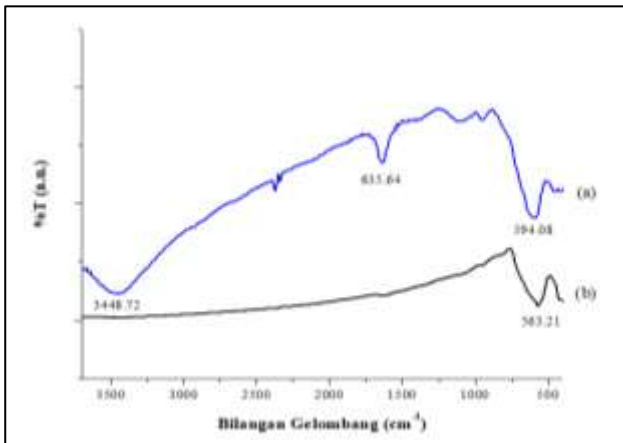
(Gambar 2(b)). Artinya, berdasarkan spektra FTIR, senyawa magnetit telah berhasil disintesis. Namun, pada spektra FTIR magnetit yang disintesis tanpa gelombang ultrasonik menunjukkan adanya serapan lain yaitu pada daerah 3400 cm^{-1} yang diduga berasal dari gugus -OH air dan serapan pada daerah 635 cm^{-1} yang diduga berasal dari pengotor. .



Gambar 1. Skema sintesis magnetit (Fe_3O_4) melalui metode konvensional



Gambar 2. Skema sintesis magnetit (Fe_3O_4) melalui metode sonokimia



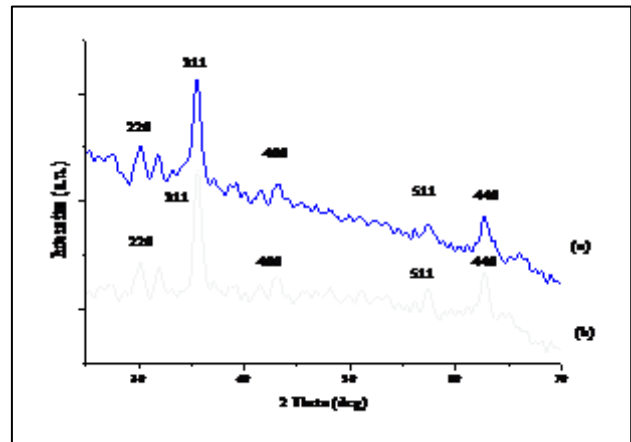
Gambar 2. Spektra FTIR hasil sintesis (a) metode konvensional (b) metode sonokimia (NaOH 0,1 M, t = 60 menit, T = suhu kamar, $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+} = 1.5:1$)

Karakterisasi XRD dimaksudkan untuk melihat bagaimana perbedaan kristalinitas antara magnetit yang disintesis dengan metode sonokimia dan metode konvensional. Berdasarkan Gambar 3, puncak yang muncul pada magnetit yang disintesis menggunakan metode konvensional maupun metode sonokimia merupakan puncak untuk karakteristik magnetit, dibuktikan dengan keberadaan puncak yang muncul pada sudut difraksi sekitar 30, 35, 43, 57 dan 62° dengan indeks Miller masing-masing [220], [311], [400], [511], dan [440]. Hasil penelitian sejalan dengan hasil penelitian yang sudah dilaporkan sebelumnya (Azadi dkk. 2018; Liu dkk., 2018; Mahdavi dkk., 2013). Jadi magnetit telah berhasil disintesis menggunakan metode konvensional maupun metode sonokimia. Kristalinitas magnetit yang disintesis menggunakan metode sonokimia lebih baik daripada magnetit yang disintesis melalui metode konvensional meski tidak signifikan.

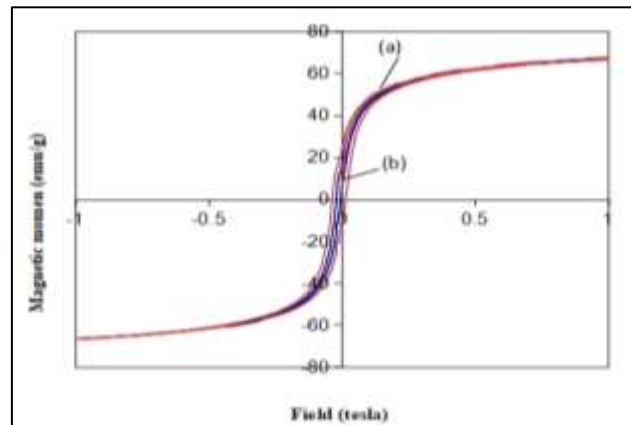
Sifat Kemagnetan Magnetite (Fe_3O_4) Hasil Sintesis

Sifat kemagnetan suatu material dapat dipelajari melalui nilai koersivitas, magnetisasi saturasi dan magnetisasi remanen. Koersivitas adalah besarnya medan magnet yang diperlukan untuk mengurangi magnetisasi material yang dimagnetisasi hingga magnetisasi kembali ke nol. Magnetisasi saturasi adalah jumlah magnetisasi maksimum yang dicapai ketika semua momen magnet sejajar, sedangkan magnetisasi remanen adalah magnetisasi residu dalam material setelah medan magnet direduksi

menjadi nol. Dengan demikian, besarnya koersivitas berbanding lurus dengan besarnya nilai magnetisasi saturasi.



Gambar 3. Difraktogram XRD senyawa hasil sintesis (a) metode konvensional (b) metode sonokimia (NaOH 0,1 M, t = 60 menit, T = suhu kamar, $\text{Fe}_3^{+}/\text{Fe}_2^{+} = 1.5:1$)



Gambar 4. Kurva magnetisasi material hasil sintesis (a) metode konvensional (b) metode sonokimia (NaOH 0,1 M, t = 60 minutes, T = room temperature, $\text{Fe}_3^{+}/\text{Fe}_2^{+} = 1.5:1$)

Koersivitas menunjukkan kestabilan keadaan remanen dan digunakan untuk klasifikasi jenis magnet, yaitu magnet keras, magnet semi-keras atau magnet lunak. Koersivitas material sangat tergantung pada ukuran butirannya. Ketika ukuran butir berkurang, koersivitas meningkat hingga maksimum dan kemudian menurun. Perubahan koersivitas ini terjadi karena adanya perubahan dari status multi-domain menjadi status domain tunggal superparamagnetik. Domain tunggal dapat dicapai dengan mengurangi ukuran butir sehingga ketidak-

Tabel 1. Komparasi Nilai Ms magnetit

Material	Method	Temperatur (°C)	Fe ³⁺ /Fe ²⁺	Ms (emu/g)
Fe ₃ O ₄ (penelitian ini)	Metode konvensional	Suhu kamar	1.5 : 1	66,58
Fe ₃ O ₄ (penelitian ini)	Metode sonokimia	Suhu kamar	1.5 : 1	67,37
Fe ₃ O ₄ (Rahmayanti, dkk., 2016b)	Metode konvensional	60	2 : 1	93,90
Fe ₃ O ₄ (Rahmayanti, dkk., 2016b)	Metode sonokimia	60	2 : 1	84,00

stabilan dan fluktuasi putaran mendominasi. Nilai magnetisasi saturasi hasil penelitian ini disajikan pada Gambar 4. Gambar 4 menunjukkan bahwa besarnya nilai magnetisasi saturasi (Ms) magnetit yang disintesis melalui metode sonokimia dan konvensional berturut-turut adalah 67,37 dan 66,58 emu/g. Nilai tersebut tidak jauh berbeda, namun terlihat bahwa nilai Ms magnetit hasil sintesis menggunakan metode sonokimia lebih tinggi dibandingkan magnetit yang disintesis melalui metode konvensional. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa ukuran partikel magnetit hasil sintesis gelombang ultrasonik lebih rendah dibandingkan magnetit hasil sintesis gelombang ultrasonik. Jika dibandingkan dengan hasil penelitian sebelumnya yang melakukan sintesis magnetit pada suhu 60°C dengan rasio mol Fe³⁺/Fe²⁺ = 2 : 1 (Tabel 1), terlihat bahwa nilai Ms magnetit dari penelitian ini (sintesis dilakukan pada suhu kamar dengan rasio mol 1,5 : 1) lebih rendah dan cukup signifikan. Hal ini diduga karena temperatur sintesis berpengaruh terhadap proses sintesis magnetit (El-kharrag dkk., 2012). Kelimpahan logam Fe³⁺ juga berperan penting dalam proses pembentukan senyawa magnetit.

KESIMPULAN

Magnetit telah berhasil disintesis menggunakan metode sonokimia maupun metode konvensional pada suhu kamar. Spektra FTIR menunjukkan keberadaan serapan di daerah sekitar 570 cm⁻¹ yang merupakan serapan khas untuk ikatan Fe-O magnetit. Kristalinitas magnetit yang disintesis melalui metode sonokimia lebih baik dibandingkan kristalinitas magnetit yang disintesis melalui metode konvensional meski tidak signifikan. Nilai magnetisasi saturasi magnetit yang disintesis melalui metode sonokimia lebih tinggi dibandingkan kristalinitas magnetit yang disintesis melalui metode

konvensional. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa metode sonokimia dapat mensintesis magnetit dengan sifat magnet yang lebih kuat dibandingkan metode konvensional. Berdasarkan hasil penelitian ini, magnetit yang disarankan untuk diaplikasikan untuk pengolahan limbah atau aplikasi lainnya adalah magnetit yang disintesis melalui metode sonokimia.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada laboratorium kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta, laboratorium kimia UGM dan laboratorium BATAN untuk semua fasilitas dan layanan yang diberikan.

DAFTAR PUSTAKA

- Azadi, F., Karimi-Jashna, A., Zerafat, M.M., 2018. Green synthesis and optimization of nano-magnetite using Persicaria bistorta root extract and its application for rosewater distillation wastewater Treatment. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 165: 467–475.
- El-kharrag, R., Amin, A. dan Greish, Y.E. 2012. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles, *Ceram. Int.*, 38, 627-634.
- Jingjing, W., Dengxi, L., Yuan, Y. dan Yingchen, Z. 2011. Preparation of Fe₃O₄ Nanoparticles by Use of Catalytically Oxidized Liquids of Cyanide Tailings by NO_x and Research of Its Adsorption Properties, *Energ. Proc.*, 11, 3389-3396.
- Jameel, M.S., Aziz, A.A., dan Dheyab, M.A. 2020. Comparative Analysis of Platinum Nanoparticles Synthesized Using Sonochemical-assisted and Konventional Green Methods. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 23: 100484.

- Latifah, W. N. dan Rahmayanti, M. 2020. Desorption of Indigosol Blue from Humic Acid Coated Fe_3O_4 Particles. *Proceeding International Conference on Science and Engineering*, 3, 169-170. Retrieved from doi: <http://sunankalijaga.org/prosiding/index.php/i-cse/article/view/491>.
- Liu, Y., Huang Y., Xiao, A., Qiu, H., dan Liu, L. 2019. Preparation of Magnetic $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MIL-88A}$ Nanocomposite and Its Adsorption Properties for Bromophenol Blue Dye in Aqueous Solution. *Nanomaterials*, 9 (51). doi:10.3390/nano9010051.
- Mahdavi, M., Namvar, F., Ahmad, M dan Mohamad, R. 2013. Green Biosynthesis and Characterization of Magnetic Iron Oxide (Fe_3O_4) Nanoparticles Using Seaweed (*Sargassum muticum*) Aqueous Extract. *Molecules*, 18: 5954-5964. doi:10.3390/molecules18055954.
- Petrova, T.M., Fachikov, L. dan Hristov, J. 2011. The Magnetite as Adsorbent for Some Hazardous Species from Aqueous Solutions: a Review, *Inter. Rev. Chem. Eng.*, 3, 2.
- Putri, N.F.Y. dan Rahmayanti, M. 2020. Desorption of Naphtol Blue-Black from Humic Acid Modified Magnetite Using NaOH as Desorption Agent. *Proc. Internat. Conf. Sci. Engin*, 3, 157-158.
- Rahmayanti, M., Santosa, S.J., dan Sutarno. 2015. Sonochemical Co-precipitation Synthesis of Gallic Acid-modified Magnetite *Advanced Materials Research*, 1101: 286-289.
- Rahmayanti, M., Santosa, S.J., dan Sutarno. 2016. Mechanisms of Gold Recovery From Aqueous Solutions Using Gallic acidmodified Magnetite Particles Synthesized Via Reverse Co-precipitation Method. *International Journal of ChemTech Research*, 9(4), 446-452.
- Rahmayanti, M., Santosa, S.J., dan Sutarno. 2016. Comparative Study on the Adsorption of $[\text{AuCl}_4]^-$ onto Salicylic Acid and Gallic Acid Modified Magnetite Particles. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16(3), 329-337.
- Rahmayanti, M. Abdillah, G., Santosa, S. J. and Sutarno. 2019. Application of Humic Acid Isolated From Kalimantan Peat Soil Modifying Magnetite for Recovery of Gold, *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 8 (2), 77-83. doi: <https://doi.org/10.15294/jbat.v8i2.20392>
- Rahmayanti, M., Yunita, E. dan Putri, N. F. Y. 2020. Study of Adsorption-Desorption on Batik Industrial Dyes (Naphthol Blue Black) on Magnetite Modified Humic Acid ($\text{HA-Fe}_3\text{O}_4$), *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 23(7), 244-248. doi: <https://doi.org/10.14710/jksa.23.7.244-248>.
- Rahmayanti, M. 2020. Recovery Emas dalam Sistem Au Tunggal dan Sistem Multilogam (Au/Cu) Menggunakan Adsorben Asam Askorbat Termofifikasi Magnetit, *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 16(2): 179-189. doi: 10.20961/alchemy.16.2.36129.179-189.
- Rahmayanti, M. 2016. Imobilisasi Asam Salisilat, Asam Galat dan Asam Humat pada Magnetit serta Aplikasinya untuk Adsorpsi $[\text{AuCl}_4]^-$. *Disertasi*. Universitas Gadjah Mada.
- Schwertmann, U. 2008. *Iron Oxides*, In : Chesworth W., Encyclopedia of Soil Science, Springer, Netherland, 363-369.