KAJIAN DIFRAKSI SINAR X TERHADAP NANOPARTIKEL FERIT NIKEL ZINK ($\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$) DENGAN TEMPLATE PEG-1000

Merry Thressia, Dwi Puryanti, Sri Handani

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Andalas, Padang, Sumatera Barat, Indonesia.

ABSTRAK

Proses sintesis nanopartikel $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dari pasir besi yang berasal dari Desa Surian Kabupaten Muaro Labuh telah dilakukan dengan metode kopresipitasi. Pasir besi yang telah diekstrak kemudian dilarutkan dalam HCl. Hasil larutan yang diperoleh dicampurkan dengan NiCl_2 , ZnCl_2 dan NH_4OH . Nilai x pada $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ bervariasi dengan $x = 0$; 0,5 dan 1. Karakterisasi dengan menggunakan Difraksi Sinar-X pada sampel tanpa PEG-1000 dan sampel dengan template PEG-1000 menunjukkan struktur kristal berupa spinel kubik. Kajian morfologi dengan menggunakan Scanning Elektron Microscopy (SEM) pada sampel dengan template PEG-1000 memperlihatkan bahwa sampel berbentuk sfera.

Kata kunci : Nanopartikel $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, Metode Kopresipitasi, Difraksi Sinar-X.

PENDAHULUAN

Besi merupakan logam yang paling banyak terdapat di alam sebagai unsur pembentuk kerak bumi. Kebanyakan besi terdapat dalam batuan dan tanah sebagai oksida besi. Di wilayah Sumatera Barat yang banyak mengandung cadangan batuan besi adalah di Desa Surian Kabupaten Muaro Labuh. Di sini batuan besi yang telah ditambang dijual dalam bentuk mentah, sehingga nilai jualnya menjadi rendah. Untuk meningkatkan nilai jualnya dibutuhkan pengolahan lebih lanjut, sehingga harga jualnya menjadi meningkat.

Untuk meningkatkan nilai batuan besi dapat dilakukan dengan menjadikannya sebagai bahan dasar pembuatan *nanoparticle* Fe_3O_4 . Teknologi nano ini dikembangkan dengan bahan dasar partikel magnetik (Fe_3O_4) yang merupakan mineral golongan oksida yang terbentuk dari perubahan mineral besi (Bakar dkk, 2007). Pada beberapa tahun terakhir, sintesis mengenai besi oksida atau magnetite (Fe_3O_4) menarik perhatian,

karena bermanfaat dalam bidang sains dan teknologi, sehingga pengembangan material ini sangat dibutuhkan baik menyangkut eksplorasi bahan baku, pengembangan metode sintesis, maupun aplikasinya. Dalam hal bahan baku, diharapkan menggunakan bahan baku yang mudah di diperoleh dan murah. Sedangkan dalam metode, diharapkan dapat dilakukan dengan menggunakan metode yang sederhana. Untuk aplikasi yang lebih luas dapat dilakukan modifikasi dengan penambahan unsur lain.

Penelitian ini dilakukan untuk melihat pengaruh penambahan NiCl_2 dan ZnCl_2 terhadap struktur bahan Fe_3O_4 . Kemudian dilakukan penambahan *Polietilen glikol* (PEG) yang berguna untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori partikel yang berfungsi sebagai *template*, yang membungkus partikel, sehingga tidak terbentuk agregat. PEG yang menempel pada permukaan partikel menutupi ion positif besi yang bergabung dan membesar, sehingga akhirnya diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam.

BAHAN DAN METODA

Bahan yang digunakan pada kajian ini adalah pasir besi (Fe_3O_4) yang berasal dari Desa Surian Kabupaten Muaro Labuh Provinsi Sumatera Barat, NiCl_2 (nicle chloride), ZnCl_2 (zink chloride). Batuan besi tersebut terlebih dahulu diekstrak, sehingga menghasilkan butiran $\pm 75 \mu\text{m}$, sehingga ukurannya cukup kecil dan mudah dilarutkan dengan HCl.

Sintesis nanoparticle Fe_3O_4 , NiCl_2 , ZnCl_2 dilakukan dengan metode kopresipitasi, pasir besi dicuci terlebih dahulu dengan menggunakan aquades, kemudian dilarutkan ke dalam HCl (12,07 M) dan diaduk dengan menggunakan pengaduk magnetik atau *magnetic stirrer* pada suhu 70°C selama 30 menit. Larutan yang terbentuk disaring dengan kertas saring dan di diamkan selama 30 menit sampai terbentuk larutan filtrat. Kemudian ditambahkan NH_4OH dan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 70°C selama 30 menit. Hasil reaksi dicuci dengan aquades dan di furnace selama 2 jam. Untuk sampel yang akan dilakukan penambahan PEG-1000, maka PEG-1000 terlebih dahulu dipanaskan pada suhu 100°C sampai berbentuk pasta. Selanjutnya sampel dan PEG-1000 tersebut diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer selama 15 menit. Untuk mendapatkan serbuk nanoparticle Fe_3O_4 sampel dikeringkan dengan *furnace* dengan suhu 220°C selama 2 jam. Serbuk yang dihasilkan dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari gambar 1 dan 2 diketahui bahwa sampel nanopartikel ferit NiZn tanpa PEG-1000 puncak-puncak utama difraksi yang terbentuk ialah $2\theta = 38.4539^\circ$, 34.246° dan 36.418° yang masing-masing bersesuaian dengan indeks Miller (011), (311) dan (311). Sedangkan pada nanopartikel ferit NiZn dengan PEG-1000 puncak-puncak utama difraksi yang dihasilkan terbentuk pada $2\theta = 37.1291^\circ$, 44.5858° dan 44.7127° yang masing-masing bersesuaian dengan indeks Miller (222), (111) dan (110). Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel tanpa PEG-1000 merupakan fasa tunggal yang mempunyai struktur spinel kubik sesuai data JCPDS dengan referensi PDF nomor 01-076-2950 untuk Fe_3O_4 dan 01-070-6504 untuk ZnFe_2O_4 .

Ukuran kristal untuk sampel nanopartikel ferit NiZn dihitung berdasarkan puncak intensitas maksimum difraksi sinar-X bersesuaian dengan (311) menggunakan persamaan Sherrer (Cullity 1978).

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

Dengan D ialah ukuran partikel, λ ialah panjang gelombang sinar-X ($0.154 \text{ \AA}$), β ialah sudut garis difraksi di setengah tinggi maksimum garis difraksi (FWHM) dalam radian dan θ ialah sudut Bragg.

Gambar 1. Pola Difraksi Sinar-X Tanpa PEG-100

Hasil pengujian sampel Fe_3O_4 dan $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan menggunakan karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) telah mengalami penghalusan dari sebelum penambahan PEG-1000 dan setelah penambahan PEG-1000 yang ditunjukkan pada gambar 2.

Gambar 2. Pola Difraksi Sinar-X ($x = 0$; $x = 0,5$; $x = 1$)

Data difraksi Sinar-X dari sampel Fe_3O_4 dan $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dianalisa lebih lanjut dari Gambar 1 dan 2 di atas, terlihat bahwa sampel dengan penambahan NiCl_2 dan ZnCl_2 dalam stokiometri $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dalam semua nilai x memiliki struktur spinel kubik yang sama dengan struktur Fe_3O_4 , berarti penambahan NiCl_2 dan ZnCl_2 tidak mengubah struktur kristal sampel Fe_3O_4 . Struktur kubik mempunyai panjang kisi a , b dan c yang sama. Ketika Fe_3O_4 ditambah dengan NiCl_2 dan ZnCl_2 , membentuk NiFe_2O_4 dan ZnFe_2O_4 panjang kisi bertambah karena jari – jari ion $\text{Ni}^{2+} = 0,78\text{\AA}$ dan $\text{Zn}^{2+} = 0,74\text{\AA}$ lebih kecil dibandingkan dengan jari – jari ion $\text{Fe}^{2+} = 0,74\text{\AA}$.

Berdasarkan data dan hasil perhitungan terhadap ukuran kristal sampel didapatkan bahwa sampel tanpa penambahan PEG-1000 memiliki ukuran kristal paling besar jika dibandingkan sampel dengan penambahan PEG-1000. Untuk ukuran kristal mengalami penurunan dengan penambahan NiCl_2 , ZnCl_2 dan PEG-1000, sehingga terjadi pergeseran puncak difraksi ke arah kanan dan ini terjadi karena adanya perubahan struktur kristal. Jadi dapat disimpulkan bahwa dari hasil perhitungan ukuran kristal untuk sampel dengan penambahan PEG-1000 berada dalam orde di bawah 100 nm, sehingga sampel yang disintesis dengan metode kopresipitasi dengan penambahan PEG-1000 dalam penelitian ini adalah material nano.

Tabel 1. Ukuran Kristal Ferit Nikel Zink

No.	Sampel	Tanpa PEG-1000		Dengan PEG-1000	
		a (Å)	D (nm)	a (Å)	D (nm)
1	NiFe ₂ O ₄	3,31	65 nm	8,48	20 nm
2	Ni _{0,5} Zn _{0,5} Fe ₂ O ₄	8,68	54 nm	3,51	22 nm
3	ZnFe ₂ O ₄	8,17	44 nm	2,86	28 nm

Karakterisasi Scanning Elektron Microscopy (SEM) dilakukan untuk melihat morfologi partikel seperti yang terlihat pada gambar 3, dimana pada sampel yang tidak dilakukan penambahan PEG-1000 hasil foto SEM dengan perbesaran 10.000 kali memperlihatkan bahwa pada sampel terjadi aglomerasi.

x = 0

x = 1

Gambar 3. Morfologi nanopartikel sampel tanpa PEG-1000

x = 0

x = 1

Gambar 4. Morfologi nanopartikel dengan PEG-1000

Gambar 4 memperlihatkan hasil foto SEM dengan perbesaran 10.000 kali. Fotograf menunjukkan bahwa sampel dengan penambahan PEG-1000 tersebar merata dan juga menunjukkan berkurangnya aglomerasi partikel.

Hasil foto SEM untuk sampel dengan penambahan PEG-1000 memperlihatkan morfologi sampel yang lebih berbentuk sfera dibandingkan sampel tanpa penambahan PEG-1000 karena terjadinya aglomerasi pada sampel tanpa penambahan PEG-1000.

KESIMPULAN

Dari hasil karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan bahwa nanopartikel ferit Nikel Zink berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi pada suhu di bawah ($\leq 100^{\circ}\text{C}$) yang mempunyai struktur kristal berupa spinel kubik dengan ukuran kristal cenderung berada dibawah 100 nm, yakni pada $x = 0$ sebesar 20 nm.

Hasil Scanning Elektron Microscopy (SEM) pada sampel dengan penambahan PEG-1000 memperlihatkan morfologi sampel berbentuk sfera. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PEG-100 sangat berpengaruh terhadap morfologi.

DAFTAR PUSTAKA

- Angelia, dkk (2011). Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 Dengan Template PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetiknya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya
- Bakar M. Abu, W.L. Tan, dan N.H.H. Abu Bakar. 2007, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 314, Hal. 1-6
- B.D. Cullity(1978). Element of *X-ray Diffraction*, 2nd Edition, Addison-Wesely, New York.
- O'Handley, R. C. 2000. Modern magnetic materials. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Rohadiana, dkk (2007). Sintesis Nanopartikel $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ Dengan Metode Kopresipitasi. Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya