

Analisis Struktur Nano Bertingkat Partikel *Magnetite*

AHMAD TAUFIQ^{1,*}, SUNARYONO¹, NURUL HIDAYAT¹, EDY GIRI RACHMAN PUTRA²,
SUMINAR PRATAPA³, DARMINTO³

¹Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Negeri Malang, Jl. Semarang 5 Malang 65145

²Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN).
Kawasan Puspipstek Serpong, Tangerang 15314

³Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Kampus ITS Sukilo, Surabaya, 60111

*) PENULIS KORESPONDEN

E-mail: ahmad.taufiq.fmipa@um.ac.id

ABSTRAK: Analisis data hamburan neutron sudut kecil (Small Angle Neutron Scattering/SANS) pada material nano magnetik menjadi salah satu kunci penting dalam mempelajari struktur nano, khususnya struktur nano bertingkat. Pengembangan model analisis data hamburan neutron sudut kecil dalam penelitian ini memberi informasi struktur nano secara bertingkat partikel nano *magnetite*, meliputi partikel primer dan sekunder. Hasil analisis data hamburan neutron menggunakan model bilognormal bola tanpa fraktal massa menunjukkan bahwa partikel nano *magnetite* berbasis pasir besi memiliki ukuran *building block* sekitar 3,83 nm sebagai partikel primer membangun struktur nano yang lebih besar secara bertingkat dalam 3 dimensi sebagai partikel berukuran sekunder sekitar 28,70 nm. Hasil analisis ini memberikan nilai ukuran partikel primer yang sama dengan hasil analisis menggunakan model bilognormal dengan fraktal massa tunggal.

Kata Kunci: Bilognormal, hamburan neutron sudut kecil, partikel nano, *magnetite*.

PENDAHULUAN

Kajian struktur nano pada material magnetik khususnya Fe_3O_4 (*magnetite*) menjadi salah satu kajian yang penting, terutama terkait dengan struktur nano secara bertingkat (*hierarchical nanostructures*). Sebab karakteristik struktur nano bertingkat dari partikel nano *magnetite* secara utuh sangat menentukan kemampuan aplikasinya, terutama terkait dengan aplikasi mutakhir seperti biomedis. Namun sayangnya, secara umum kajian yang telah dilakukan melalui pengujian dengan difraksi sinar-X maupun mikroskop elektron belum mampu memberikan informasi struktur nano secara utuh yang bertingkat. Oleh sebab itu, diperlukan kajian khusus misalnya dengan teknik hamburan sudut kecil.

Teknik hamburan sudut kecil dapat dilakukan melalui hamburan neutron sudut kecil (*Small Angle Neutron Scattering-SANS*). Teknik ini memiliki kelebihan karena mampu memberi informasi karakteristik struktur nano

bertingkat suatu material yang meliputi ukuran dan bentuk partikel, serta orientasinya pada rentangan 1–100 nm (Willis dan Carlile, 2009). Bahkan karakteristik yang lain seperti perilaku magnetik suatu material khususnya material magnetik juga dapat dipelajari, karena neutron memiliki keunikan dapat berinteraksi melalui inti dan momen magnetik sekaligus.

Salah satu masalah yang sering muncul dalam mengkaji struktur nano bertingkat melalui hamburan neutron sudut kecil khususnya pada material nano *magnetite* adalah pengembangan model matematis untuk analisis data. Secara umum, hal ini dapat disebabkan oleh rumitnya sistem fisis dari struktur nano *magnetite*. Oleh sebab itu, dalam makalah ini akan dikaji pengembangan model analisis data hamburan neutron sudut kecil untuk mempelajari struktur nano *magnetite* secara bertingkat melalui pengembangan model analisis bilognormal bola. Secara umum, hasil analisis data hamburan neutron dalam makalah ini

akan dibandingkan dengan hasil analisis data sebelumnya dengan model bilognormal bola dengan fraktal massa tunggal (Taufiq *dkk*, 2015).

METODE PENELITIAN

Sampel partikel nano *magnetite* dalam penelitian ini disintesis dengan metode koprepitasi berbasis pasir lokal Indonesia. Secara lebih rinci, metode sintesis telah dilaporkan pada penelitian sebelumnya (Taufiq *dkk*, 2015a,b). Karakterisasi hamburan neutron sudut kecil dilakukan di Laboratorium Hamburan Neutron, Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Serpong-Indonesia. Dalam eksperimen ini, serbuk *magnetite* dimasukkan ke dalam wadah sampel (*sample holder*) *quartz*. Koreksi hamburan melalui pengujian *background*, *emptybeam*, maupun koreksi *noise* dengan Cd dilakukan untuk memperoleh data hamburan neutron yang sempurna. Reduksi data hamburan neutron sudut kecil untuk memperoleh data yang akurat dilakukan dengan program GRASP (Dewhurst, 2001), sedangkan analisis datanya dilakukan dengan program SASfit (Kohlbrecher dan Bressler, 2011).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian hamburan neutron sudut kecil dilakukan menggunakan SMARTer (*Small Angle Neutron Scattering Spectrometer*) dengan panjang 36 m di BATAN, Serpong. Pada penelitian ini, jarak sampel-detektor divariasikan, yaitu sebesar 1,5 m, 4 m, 10 m, dan 18 m agar diperoleh jangkauan momentum transfer (q) yang cukup lebar, yaitu dari sekitar 0,3 Å sampai 0,2 Å. Secara matematis, momentum transfer dituliskan sebagai $q = (4\pi/\lambda) \sin \theta$, dengan λ merupakan panjang gelombang neutron dan θ merupakan besarnya sudut antara neutron datang dan neutron terhambur pada sampel (Sivia, 2011).

Hasil pengukuran hamburan neutron sudut kecil partikel nano *magnetite* berbasis pasir besi ditunjukkan dalam Gambar 1. Sumbu horizontal menunjukkan nilai momentum transfer (q), sedangkan sumbu vertikal menunjukkan intensitas hamburan $I(q)$. Secara matematis, intensitas hamburan

sebagai fungsi dari momentum transfer dituliskan sebagai $I(q) \propto P(q)S(q)$, dengan $P(q)$ dan $S(q)$ secara berturut-turut adalah faktor bentuk dan faktor struktur (Putra *dkk*, 2010).

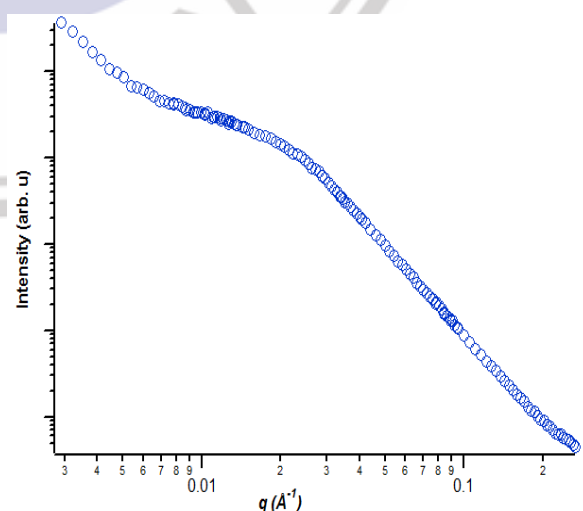
Dalam penelitian ini, partikel primer *magnetite* diasumsikan sebagai partikel bola yang membangun struktur nano yang lebih besar dalam 3 dimensi, seperti yang ditunjukkan pada hasil foto *highresolution transmission electron microscopy* (HRTEM) untuk sampel $Mn_{0,5}Fe_{2,5}O_4$ berbasis pasir besi (Taufiq *dkk*, 2015). Secara matematis, model persamaan bilognormal bola dengan jari-jari R dituliskan pada Persamaan 1.

$$I(q) \propto \int_0^{\infty} N_1(R_1) F_N^2(q, R_1) dR_1 + \quad (1)$$

dengan N adalah jumlah partikel dan $F(q, R)$ adalah densitas partikel. Sementara persamaan fungsi distribusi lognormal bola $f(R)$ dituliskan dalam Persamaan 2 (Paula *dkk*, 2007).

$$f(R) = \frac{1}{\sigma R \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{\ln^2(R/R_0)}{2\sigma^2} \right] \quad (2)$$

dengan R_0 adalah rata-rata partikel, σ adalah standar deviasi dari $\ln R$.



Gambar 1. Pola Hamburan Neutron Sudut Kecil Partikel Nano *Magnetite* Berbasis Pasir Besi.

Hasil analisis data hamburan neutron sudut kecil menggunakan model bilognormal tanpa fraktal massa menunjukkan bahwa partikel nano *magnetite* berbasis pasir besi memiliki ukuran *building block* sebagai partikel primer sekitar 3,83 nm membangun struktur nano bertingkat dalam 3 dimensi sebagai partikel sekunder sekitar 28,70 nm. Dalam hal ini, partikel sekunder dipandang sebagai kumpulan (*ensemble*) dari beberapa partikel primer yang tumbuh membangun struktur besar seperti agregasi bola sebagai mekanisme batasan reaksi. Secara umum, hasil analisis ukuran primer ini memberikan hasil yang sama dengan hasil analisis menggunakan model bilognormal dengan fraktal massa tunggal pada penelitian sebelumnya, akan tetapi, ukuran partikel sekunder memberikan nilai berbeda (Taufiq *dkk*, 2015). Secara umum perbedaan hasil analisis ukuran partikel sekunder karena pada penelitian ini tidak memasukkan faktor struktur $S(q)$ fraktal massa, serta karena sedikit perbedaan jangkauan nilai momentum transfer q . Dengan demikian, pengembangan model analisis data hamburan neutron sudut kecil secara umum memberikan hasil yang berbeda antara model yang satu dengan yang lain. Sehingga faktor penting yang harus diperhatikan dalam analisis data hamburan adalah kesesuaian hasil dengan fenomena fisis, serta nilai statistik yang baik yang secara umum dapat ditentukan berdasarkan kesesuaian antara pola terhitung dan pola terukur dalam analisis *fitting*, termasuk dalam analisis *global fitting*.

KESIMPULAN

Analisis data hamburan neutron sudut kecil menggunakan model bilognormal bola menunjukkan bahwa partikel nano *magnetite* berbasis pasir besi memiliki struktur nano bertingkat. Partikel nano *magnetite* memiliki ukuran partikel primer (*building block*) sekitar 3,83 nm membangun struktur nano yang lebih besar sebagai partikel sekunder dengan ukuran sekitar 28,70 nm, membentuk bangunan dalam 3 dimensi.

DAFTAR RUJUKAN

- Dewhurst, C. 2001. "GRASANSF: Graphical Reduction and Analysis SANS Program for Matlab."
- Kohlbrecher, Joachim, and Ingo, B., 2011. "Software Package SASfit for Fitting Small-Angle Scattering Curves." <https://kur.web.psi.ch/sans1/SANSSoft/sasfit.html>.
- Paula, F. L. O., R. Aquino, G. J. da Silva, J. Depeyrot, F. A. Tourinho, J. O. Fossum, and K. D. Knudsen. 2007. "Small-Angle X-Ray and Small-Angle Neutron Scattering Investigations of Colloidal Dispersions of Magnetic Nanoparticles and Clay Nanoplatelets." In *Journal of Applied Crystallography*, 40:s269–73.
- Putra, E. G. R., Seong, B. S., Shin, E., Ikram, A., Ani, S. A., and Darminto. 2010. "Fractal Structures on Fe₃O₄ Ferrofluid: A Small-Angle Neutron Scattering Study." *Journal of Physics: Conference Series* 247 (1). doi:10.1088/1742-6596/247/1/012028.
- Sivia, D. S. 2011. *Elementary Scattering Theory: For X-Ray and Neutron Users*. Oxford; New York: Oxford University Press.
- Taufiq, A., Sunaryono, Putra, E. G. R., Okazawa, A., Watanabe, I., Kojima, N., Pratapa, S., and Darminto. 2015a. "Nanoscale Clustering and Magnetic Properties of Mn_xFe_{3-x}O₄ Particles Prepared from Natural Magnetite." *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* 28 (9): 2855–63. doi: 10.1007/s10948-015-3111-9.
- Taufiq, A., Sunaryono, Putra, E. G. R., Pratapa, S., and Darminto. 2015b. "Nano-Structural Studies on Fe₃O₄ Particles Dispersing in a Magnetic Fluid Using X-Ray Diffractometry and Small-Angle Neutron Scattering." 827:213–18. Trans Tech Publications, Switzerland. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.827.213.
- Willis, B. T. M., and C. J. Carlile. 2009. *Experimental Neutron Scattering*. Oxford; New York: Oxford University Press.