



Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2014

*“Inovasi Pembelajaran Kimia Abad 21 dan
Perkembangan Riset Kimia”*

ISBN 978-602-71446-0-6



**JURUSAN KIMIA
FMIPA, UNIVERSITAS NEGERI MALANG**

Jl. Semarang 5 Malang. 65145. website: kimia.um.ac.id

DAFTAR ISI

Daftar Isi	v-vii
Kata Pengantar	viii
Makalah <i>Keynote Speakers</i>	
Pembelajaran Kimia secara Mendasar sebagai Alat untuk Meningkatkan Keterampilan Berpikir Tingkat Tinggi (HOTS), <i>Effendy</i>	1-11
Perkembangan Penelitian Terkini Kimia Organik Bahan Alam, <i>Yana Maolana Syah</i>	13-26
Revitalisasi <i>Scientific Approach</i> dalam Kurikulum 2013 untuk Meningkatkan Literasi Sains: Tantangan dan Harapan, <i>Sri Rahayu</i>	27-39
Bidang Kimia	
Penentuan pH dan Konsentrasi Ninhidrin Optimum dalam Pembuatan Test Kit untuk Analisa Sianida dalam Ketela Pohon (<i>Manihot Utilissima</i>) Berdasarkan Pembentukan Kompleks Hidrindantin, <i>Hermin Sulistyarti, Nury Kusumawardhani, Novy Lailatuz Zulfah, Yulia Dwi Cahyani, Hilda Emilia Fahriyani, & Balqis Milda</i>	229-233
Pengaruh Konsentrasi Tiosianat dan Besi(III) terhadap Kompleks Fe(III)-SCN pada Penentuan Merkuri(II) Secara Spektrofotometri, <i>Hermin Sulistyarti, Qonitah Fardiyah, Erwin Sulisty, Eka Ratri, Hikmanita Lisan N, & Zuri Rismiarti</i>	235-238
Pengaruh Konsentrasi Iodida dan Iodat Terhadap Kompleks Iodium-Amilum pada Penentuan Merkuri(II) Secara Spektrofotometri, <i>Atikah, Hermin Sulistyarti, Bambang Siswoyo, Zuri Rismiarti, & Arum Candra Pinangsih</i>	239-243
Penggunaan Kitosan sebagai Anti Jamur pada Pembuatan Tepung Kentang, <i>Zackiyah, Asep Suryatna, & Tony Pratama</i>	245-251
Uji Awal untuk Skrining Fitokimia pada Tumbuhan Famili Asteraceae Indonesia, <i>Tukiran, Suyatno, & Nurul Hidayati</i>	253-259
Studi Pendahuluan Sintesis MnO ₂ dengan Metode Elektrolisis, <i>Mahmudi, Heru Setyawan, & Samsudin Affandi</i>	261-264
Karakterisasi Asap Cair Hasil Pirolisis Biji Kopi Arabica, <i>Abdul Gani Haji, Rusman, Habibati, & Mawaddah</i>	265-273
Uji Potensi dan Optimasi Konsentrasi Lignoselulosa Beberapa Limbah Pertanian sebagai Sumber Karbon dalam Produksi Enzim Lignin Peroksidase oleh <i>Phanerochaete chrysosporium</i> , <i>Titis Ayu Windrastuti Subagyo, Evi Susanti, & Suharti</i>	275-281

Pengaruh pH terhadap Karakteristik Keramik $MgAl_2O_4$ sebagai Matriks Bahan Bakar Matriks Inert (IMF) yang Dibuat dengan Metode Sol Gel, <i>Anggun Winata, Nazriati, & Dani Gustaman Syarif</i>	283-289
Sintesis Nanopartikel Magnetit secara Kopresipitasi dan Konversinya menjadi Maghemit , <i>Meyga Evi Ferama Sari, Fauziatul Fajaroh, & Sutrisno</i>	291-295
Aplikasi Metode Struktur Elektronik untuk Penentuan Tetapan Kesetimbangan Disosiasi N_2O_4 , <i>Yahmin</i>	297-302
Analisis Genotipe Gen <i>pncA</i> Isolat R9 MDR <i>Mycobacterium tuberculosis</i> , <i>Eli Hendrik Sanjaya</i> ...	303-310
Pengembangan Sensor Kimia Antioksidan Berbasis Reagen Natrium Meta Periodat dan 3-Metil-2-Benzothiazolinon Hidrazon untuk Kontrol Kualitas Berasan Kopi, <i>Agus Abdul Gani, Moch. Amrun Hidayat, Bambang Kuswandi</i>	311-315
Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks dari Zink Klorida dengan 1,3-Bis(difenilfosfino)propana, <i>Ivonda Honora, Effendy, dan Fariati</i>	317-320
Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks dari Perak Nitrit dengan Ligan Etilenatiourea, <i>Lutfia Ayu Darajah, Fariati, Effendy</i>	321-324

SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIT SECARA KOPRESIPITASI DAN KONVERSINYA MENJADI MAGHEMIT

Meyga Evi Ferama Sari, Fauziatul Fajaroh, & Sutrisno
Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Malang

E-mail: me2y_nightmare@yahoo.com; fau_kim_um@yahoo.co.id; tris_chemum@yahoo.com

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel magnetit secara kopresipitasi dan konversinya menjadi maghemit dilakukan. Magnetit hasil sintesis berupa serbuk berwarna hitam. Nanopartikel maghemit hasil oksidasi magnetit berupa serbuk coklat kemerahan. Analisis XRD menunjukkan magnetit dan maghemit hasil sintesis sesuai dengan referensi JCPDS Card No. 19-629 dan 39-1346. Diameter partikel rata-rata magnetit dan maghemit berturut-turut adalah 10,28 nm serta 14,06 nm. Kedua zat bersifat feromagnetis dengan harga Ms masing-masing 62,76 dan 42,50 emu/g.

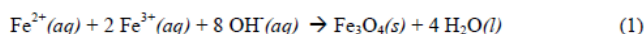
Kata-kata kunci: nanopartikel, kopresipitasi, magnetit, maghemit

ABSTRACT

Synthesis of magnetite nanoparticles and its conversion to maghemite has been done. Magnetite nanoparticles was generated as a black powders. The result was maghemite as reddish brown powders. XRD analysis showed that magnetite and maghemite appropriate with reference JCPDS Card No. 19-629 and 39-1346. The average diameter of magnetite's and maghemite's particles is 10.28 nm and 14.06 nm. Both materials showed ferromagnetism with saturation magnetisation (Ms) 62,76 and 42,50 emu/g.

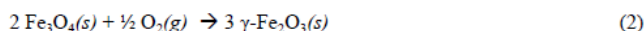
Key words: nanoparticles, coprecipitation, magnetite, maghemite

Pengembangan nanopartikel, termasuk nanopartikel magnetit dan maghemit, serta aplikasinya di berbagai bidang menarik untuk terus dilakukan. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel magnetit yang banyak dipilih karena relatif sederhana, tidak membutuhkan peralatan yang canggih, murah, menjanjikan rendemen yang memadai, dan dapat dilakukan pada temperatur kamar. Berbagai macam garam telah dipakai untuk mensintesis magnetit secara kopresipitasi. Wu *dkk.* (2006) berhasil mensintesis nanopartikel magnetit secara kopresipitasi dengan menggunakan campuran garam FeCl₃ dan FeCl₂ sebagai pereaksi dengan perbandingan mol 2:1. Pengendapan bersama terjadi secara stoikiometris pada metode kopresipitasi dengan persamaan reaksi:



Diameter partikel rata-rata yang dihasilkan oleh Wu *dkk.* (2006) adalah 2-4 nm. El Ghandoor *dkk.* (2012) juga berhasil mensintesis nanopartikel magnetit secara kopresipitasi dengan menggunakan campuran garam yang berbeda, yaitu larutan FeCl₃ dan (NH₄)₂Fe(SO₄)₂ dengan perbandingan mol 2:1. Magnetit yang didapatkannya memiliki diameter partikel rata-rata 10-10,59 nm. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa karakter partikel, dalam hal ini ukuran magnetit, dipengaruhi oleh jenis pereaksi.

Di udara terbuka, magnetit perlahan-lahan teroksidasi menjadi maghemit (Cornell & Schwertmann, 2003) sesuai dengan persamaan:



Proses ini berlangsung lebih cepat melalui pemanasan pada suhu 230 - 380 °C (Cornell & Schwertmann, 2003). Suhu konversi bergantung pada karakter magnetit sebagai bahan baku. Magnetit hasil kopresipitasi dengan menggunakan pasir besi sebagai bahan baku, dapat dikonversi menjadi maghemit pada temperatur 300 °C (Aji *dkk.* 2007). Li *dkk.* (2009) juga mengkonversi magnetit yang disintesis dengan cara kopresipitasi menjadi maghemit dengan pemanasan pada temperatur 250 °C. Penelitian ini bertujuan mensintesis nanopartikel magnetit dengan cara kopresipitasi dan mengkonversinya menjadi nanopartikel maghemit melalui pemanasan, serta membandingkan karakternya.

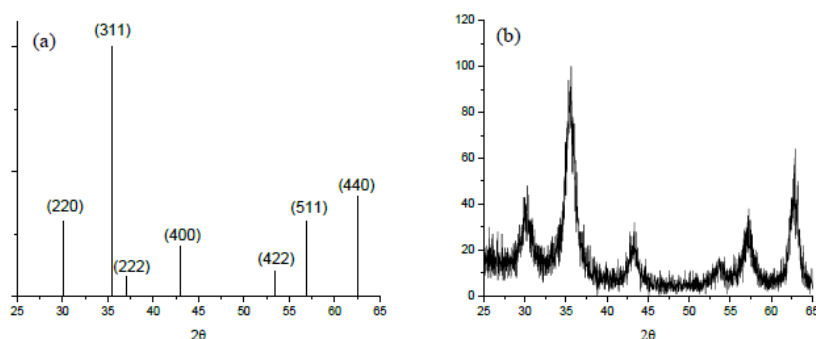
METODE

Sintesis nanopartikel magnetit dilakukan dengan mencampurkan larutan besi(III) klorida 1 M dengan larutan besi(II) sulfat 0,5 M dalam suasana basa. Magnetit yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan XRD (*Panalytical Xpert Pro*), BET (*Nova 1200 Quantachrome*), VSM (*Type 1.2H VSM, Oxford*), serta TG-DTA (*Mettler Toledo*). Analisis XRD bertujuan untuk mengidentifikasi zat hasil sintesis dan mengevaluasi kristalinitasnya. Analisis BET dilakukan untuk menentukan ukuran partikel secara tidak langsung melalui penentuan luas permukaan spesifik. Analisis VSM dimaksudkan untuk mengevaluasi kemagnetan bahan. Sedangkan analisis TG-DTA bertujuan untuk menentukan temperatur optimal bagi konversi magnetit menjadi maghemit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit

Berdasarkan sifat-sifat fisiknya hasil kopresipitasi adalah magnetit, yakni berupa serbuk hitam, tidak larut dalam etanol, dan bereaksi dengan asam klorida. Sifat-sifat ini sesuai dengan karakter magnetit. Kesimpulan tersebut dikuatkan dengan hasil analisis XRD sebagaimana disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1 (a) Spektrum XRD Magnetit (JCPDS Card No. 19-629) dan (b) Spektrum XRD Magnetit Hasil Sintesis

Berdasarkan Gambar 1, tampak kesesuaian antara pola puncak spektrum XRD hasil sintesis dengan referensi (JCPDS Card No. 19-629), sehingga dapat dibuktikan bahwa zat hasil sintesis merupakan magnetit.

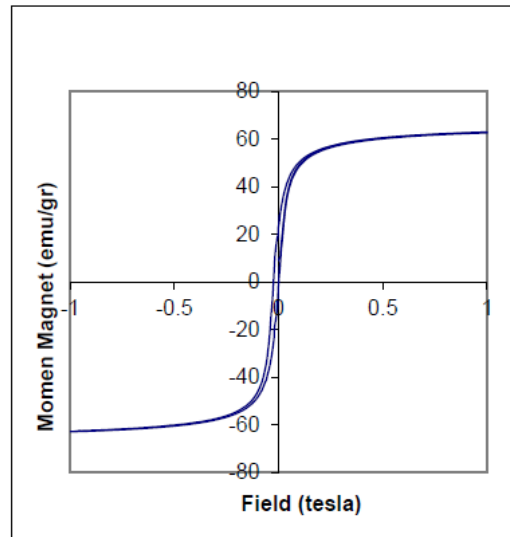
Hasil karakterisasi BET menunjukkan serbuk magnetit hasil sintesis memiliki luas permukaan spesifik sebesar $112,701 \text{ m}^2/\text{g}$. Dengan asumsi partikel berbentuk bola serta tidak berpori, maka diameter rata-rata partikel dapat ditentukan dengan persamaan:

$$d = \frac{6}{\rho A_{BET}} \quad (3)$$

Dengan d = diameter, $\rho = 5,18 \text{ gram}/\text{cm}^3$, dan A_{BET} luas permukaan spesifik.

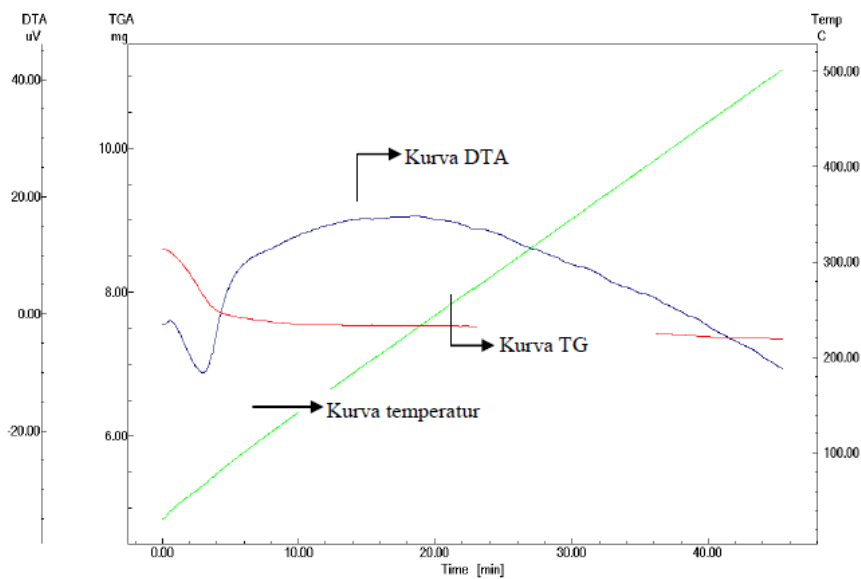
Berdasarkan persamaan (3) diameter partikel rata-rata magnetit sebesar 10,28 nm. Berdasarkan hal tersebut, maka magnetit yang disintesis tergolong nanomaterial, yakni material dengan ukuran kurang dari 100 nm.

Hasil analisis VSM disajikan pada Gambar 2. Dengan adanya histeresis, nanopartikel magnetit yang dihasilkan menunjukkan sifat feromagnetis dengan kemagnetan yang relatif tinggi ($M_s = 62,76 \text{ emu/g}$)



Gambar 2 Kurva Magnetisasi Magnetit Hasil Sintesis

Analisis TG-DTA dilakukan untuk menentukan suhu konversi magnetit menjadi maghemit melalui pemanasan. Hasil karakterisasi TG-DTA diberikan pada Gambar 3.

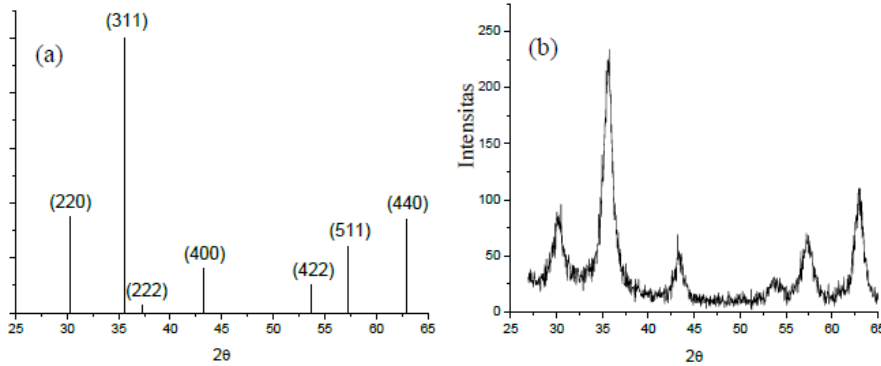


Berdasarkan hasil analisis TG-DTA, magnetit dapat dioksidasi menjadi maghemit secara optimal pada suhu 200 °C. Hal ini dapat dilihat pada kurva DTA. Jika titik ditengah-tengah kurva eksotermik pada kurva DTA diplotkan terhadap kurva suhu, maka diperoleh temperatur oksidasi, yaitu sekitar 200 °C. Suhu inilah yang digunakan sebagai dasar konversi magnetit menjadi maghemit pada penelitian ini.

Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Maghemit

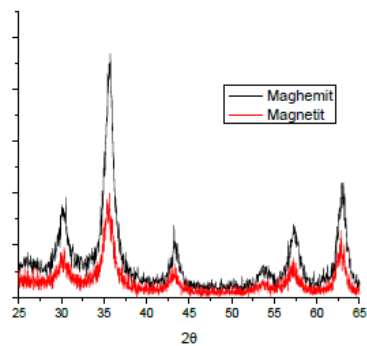
Melalui pemanasan nanopartikel magnetit pada suhu 200 °C selama 2 jam, diperoleh produk berupa serbuk coklat kemerahan, tidak larut dalam etanol, dan bereaksi dengan asam klorida. Berdasarkan fakta yang teramati, serbuk coklat kemerahan diindikasikan sebagai maghemit sebagai hasil konversi magnetit.

Hasil analisis XRD membuktikan bahwa serbuk coklat kemerahan tersebut merupakan maghemit. Spektrum XRD maghemit diberikan pada Gambar 4.



Gambar 4 (a) Spektrum XRD Maghemit (JCPDS Card No. 39-1346) dan (b) Spektrum XRD Maghemit Hasil Pemanasan Magnetit

Berdasarkan Gambar 4, tampak kesesuaian antara spektrum XRD maghemit hasil sintesis dengan referensi JCPDS Card No. 39-1346. Jika spektrum ini dibandingkan dengan spektrum XRD magnetit sebagaimana tersaji pada Gambar 1 (b), nampak adanya pergeseran 2θ ke nilai yang lebih besar. Gambar 5 dan Tabel 1 menggambarkan pergeseran tersebut. Pergeseran nilai 2θ ke nilai yang lebih besar disebabkan nilai a (panjang unit sel) magnetit lebih besar daripada maghemit. Magnetit memiliki a sebesar 8,39 Å sedangkan maghemit adalah 8,34 Å. Makin besar a maka 2θ yang terbentuk makin kecil. Spektrum XRD magnetit dan maghemit yang identik dikarenakan keduanya memiliki sel satuan kubus berpusat muka (Cornell & Schwertmann, 2003).



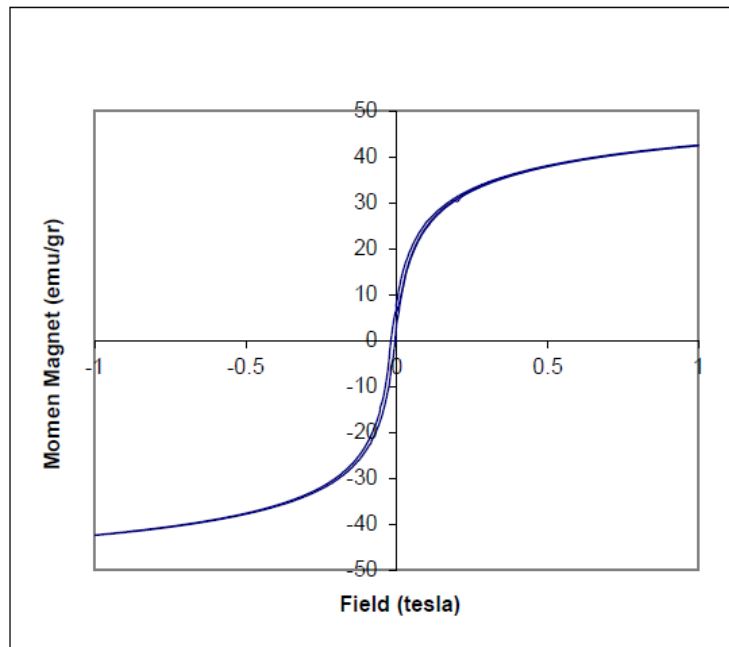
Gambar 5 Perbandingan spektrum XRD Magnetit dan Maghemit Hasil Sintesis

Tabel 1 Perbandingan Nilai 2θ Magnetit dan Maghemit Hasil Sintesis

Magnetit	Maghemit
30,1460°	30,2112°
35,5052°	35,6510°
37,0518°	37,3016°
43,2817°	43,3731°
53,7755°	53,8600°
57,1753°	57,2200°
62,8520°	62,9734°

Hasil BET menunjukkan bahwa serbuk maghemit memiliki luas permukaan spesifik sebesar $87,616 \text{ m}^2/\text{g}$, sehingga dengan persamaan 3 diameter partikel rata-rata maghemit hasil sintesis sebesar $14,06 \text{ nm}$. Maghemit memiliki diameter partikel rata-rata yang lebih besar daripada magnetit. Hal ini disebabkan proses pemanasan memperbesar jarak antar atom. Hal tersebut menyebabkan ukuran partikel makin besar dan luas permukannya mengecil. Maghemit yang disintesis juga tergolong nanomaterial karena memiliki diameter partikel rata-rata kurang dari 100 nm .

Hasil analisis VSM sebagaimana tersaji pada Gambar 6 menunjukkan maghemit yang dihasilkan juga bersifat feromagnetis dengan adanya lup histeresis namun dengan kemagnetan yang lebih rendah ($M_s = 42,50 \text{ emu/g}$) dibandingkan magnetit sesuai yang dideskripsikan oleh literatur (Cornell & Schwertmann, 2003).



Gambar 6 Kurva Magnetisasi Maghemit Hasil Sintesis

PENUTUP

Pemanasan pada suhu $200 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam mengkonversi nanopartikel magnetit hasil kopresipitasi menjadi nanopartikel maghemit. Ukuran nanopartikel maghemit yang dihasilkan lebih besar dibandingkan dengan ukuran nanopartikel magnetit. Harga M_s hasil konversi yang lebih rendah menguatkan kesimpulan bahwa magnetit telah terkonversi menjadi maghemit.

DAFTAR RUJUKAN

1. Aji, M.P., Yulianto, A. & Bijaksana, S. 2007. Sintesis Nanopartikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Edisi Khusus Oktober: 106-108.
2. Cornell, R.M. & Schwertmann, U. 2003. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA.
3. El Ghandoor, H., Zidan, H.M., Khalil, M.M.H. & Ismail, M.I.M. 2012. Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles. *International Journal of Electrochemical Science*, 7: 5734-5745.
4. Li, J.H., Hong, R.Y., Li, H.Z., Ding, J., Zheng, Y. & Wei, D.G. 2009. Simple Synthesis and Magnetic Properties of $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{BaSO}_4$ Multi-core/shell Particles. *Materials Chemistry and Physics*, 113: 140-144.
5. Wu, J., Ko, S.P., Liu, H., Kim, S., Ju, J. & Kim, Y.K. 2006. Sub 5 nm Magnetite Nanoparticles: Synthesis, Microstructure, and Magnetic Properties. *Materials Letters*, 61: 3124-3129.

