

**SINTESIS MAGNETIT NANOPARTIKEL SECARA HIDROTERMAL
DENGAN BANTUAN SURFAKTAN DAN APLIKASINYA DALAM
PENYERAPAN Cr (VI)**

TESIS

Oleh:

ANGGI EKA PUTRA
0921207021



**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
2011**

Sintesis Magnetit Nanopartikel secara Hidrotermal dengan Bantuan Surfaktan dan Aplikasinya dalam Penyerapan Cr (VI)

Oleh: Anggi Eka Putra

(Dibawah bimbingan Syukri Arief dan Syukri Darajat)

RINGKASAN

Magnetit merupakan salah satu material magnetik yang sangat menarik perhatian para ahli karena potensi aplikasinya yang sangat luas seperti *RMI, drug delivery, manipulasi sel, sel photovoltaic, media recording, katalis, pigmen, lithium ion battery* serta penyerapan logam radioaktif dan logam berat. Beberapa metoda telah dikembangkan untuk menghasilkan magnetit untuk aplikasi-aplikasi tersebut, diantaranya metoda hidrotermal. Metoda hidrotermal memiliki keunggulan dalam pembuatan magnetit, karena bekerja pada tekanan yang tinggi serta suhu antara titik didih dan kritis air akan menghasilkan magnetit dengan kristalinitas tinggi. Dengan bantuan surfaktan maka metoda ini akan makin baik karena surfaktan akan memfasilitasi pembentukan nanopartikel. Dengan kristalinitas yang tinggi serta ukuran yang halus maka dihasilkan magnetit dengan momen magnet yang tinggi. Hal ini memiliki potensi untuk digunakan sebagai adsorben logam berat karena dapat dipisahkan hanya dengan memberikan medan magnet dari luar.

Penelitian ini bertujuan untuk: 1) Mensintesis dan mengkarakterisasi magnetit nanopartikel dengan menggunakan metode hidrotermal dengan bantuan surfaktan DEA dan PEG, 2) Mengetahui pengaruh penambahan surfaktan PEG dan DEA magnetit nanopartikel yang dihasilkan, 3) Mendapatkan data awal tentang kemampuan magnetit yang dihasilkan dalam penyerapan Cr (VI).

Penelitian dilakukan di laboratorium kimia material Universitas Andalas sejak Juli 2010 hingga Desember 2010. Dalam penelitian ini digunakan surfaktan dietanolamin (DEA) dan polietilen glikol (PEG) dengan variasi pemakaian berdasarkan perbandingan mol Fe³⁺ dan mol surfaktan yaitu 1:2 (sampel DEA 1 dan PEG 1), 1:1 (sampel DEA 2 dan PEG2), 2:1 (sampel DEA 3 dan PEG 3) serta kontrol tanpa menggunakan surfaktan.

Dari hasil XRD seluruh sampel diketahui magnetit yang dihasilkan murni dan tidak teridentifikasi terbentuk *impurity* seperti maghemite dan wustite. Dari intensitas dan lebar puncak dari masing-masing sampel, untuk sampel yang menggunakan DEA dapat diketahui bahwa sampel DEA 2 memiliki intensitas yang jauh lebih tinggi jika dibandingkan dengan sampel yang lain termasuk standard dan kontrol. Selain itu sampel DEA 2 juga memiliki lebar puncak yang sangat sempit, hal ini memandakan sampel DEA 2 memiliki derajat kristalinitas yang lebih baik dari pada sampel-sampel yang lain. Sedangkan untuk sampel yang menggunakan PEG didapatkan bahwa PEG 3 memberikan kristalinitas terbaik.

Hasil pengukuran SEM didapatkan ukuran dan morfologi yang berbeda untuk masing-masing sampel. Sampel kontrol memiliki morfologi yang tak teratur dengan ukuran partikel 20-150 nm. Sampel DEA 1 memiliki morfologi berupa bulatan dengan diameter sekitar 21-52 nm, untuk sampel DEA 2 memiliki morfologi yang serupa dengan diameter yang seragam sekitar 31 nm. Pada sampel DEA 3 terbentuk *microtube* dengan panjang hingga 6 μm dan diameter 0,26-0,65 μm , serta sedikit bagian dengan morfologi berupa bulatan dengan diameter 30-42 nm. Sedangkan untuk sampel yang menggunakan PEG, dihasilkan morfologi yang serupa. Untuk PEG 1 partikel yang dihasilkan memiliki ukuran 35 nm yang kemudian bergabung membentuk bulatan yang lebih besar dengan ukuran 0,2-0,65 μm .

Kristalinitas, morfologi dan ukuran magnetit nanopartikel sangat berpengaruh terhadap kejemuhan magnet dari magnetit. Bentuk tabung memiliki kejemuhan magnet yang lebih tinggi dari pada bentuk bulatan atau yang tidak beraturan dan ukuran yang lebih halus memiliki kejemuhan magnet yang lebih tinggi dari yang besar. Nilai kejemuhan magnet (momen magnet) dari sampel kontrol, DEA 1, DEA 2, DEA 3, PEG 1, PEG 2 dan PEG 3 berturut-turut adalah 81,16 emu/g, 85,68 emu/g, 105,43 emu/g, 117,14 emu/g, 74,79 emu/g, 106,84 emu/g dan 110,06 emu/g.

Pada penelitian ini juga sedikit dipelajari tentang kemampuan adsorbsi magnetit terhadap Cr (VI), sebagai studi pendahuluan untuk penelitian selanjutnya. Didapatkan hasil bahwa magnetit dapat mengadsorbsi ion Cr (VI) hingga 65-90,9% tergantung pada konsentrasi dan waktu pengadukan.

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa Magnetit nanopartikel yang disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal dan bantuan surfaktan memiliki kemurnian tinggi tanpa ditemukan pola kristal pengotor pada XRD. Ukuran partikel dan morfologi partikel yang dihasilkan berupa bulatan dan tabung, tergantung pada jenis dan komposisi surfaktan yang digunakan, ukuran partikel tersebar dari 20-150 nm. Karakteristik sifat magnet yang dimiliki sangat kuat, rata-rata diatas magnetit komersial dengan nilai kejemuhan magnet hingga 117,14 emu/g (magnetit komersial = 92 emu/g). Surfaktan memberikan efek pada kristalinitas, ukuran, morfologi dan sifat magnet dari magnetit. Magnetit yang dihasilkan mampu menyerap Cr (VI) dengan daya serap yang tak jauh berbeda masing-masing sampel. Daya serap terbaik diberikan oleh sampel PEG 3 dengan persentase adsorbsi 78,449% terhadap Cr (VI) 150 ppm dengan waktu kontak 60 menit.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Magnetit adalah salah satu jenis material magnetik yang menarik minat para ahli karena sifat magnet yang dimilikinya serta penggunaannya diberbagai bidang seperti *resonance magetic imaging (RMI)*, *drug delivery*, manipulasi sel (Hultgren *et al.*, 2003), sel *photovoltaic*, kontrol emisi pada mesin diesel (Marshala *et al.*, 2004), *water treatment*, *media recording*, foto katalis (He *et al.*, 2007), pigmen (Meng *et al.*, 2005), *lithium ion battery* (Ni *et al.*, 2009) dan penyerap logam berat (Hu *et al.*, 2005; Mayo *et al.*, 2008).

Hingga saat ini telah banyak dikembangkan metode sintesis magnetit nanopartikel, seperti *microwave synthesis* (Zhou *et al.*, 2010; Wang *et al.*, 2007; Hong *et al.*, 2006), *liquid and gas phase synthesis* (Grabis *et al.*, 2008), solvothermal, co-presipitasi, sol-gel, ultrasonic synthesis (Lu *et al.*, 2006), iradiasi sinar γ (Jurkin *et al.*, 2007), hidrolisis (Iida *et al.*, 2007) dan hidrotermal (He *et al.*, 2007; Wu *et al.*, 2009).

Metode sintesis magnetit secara hidrotermal mampu menghasilkan magnetit dengan derajat kristalinitas yang tinggi serta ukuran partikel yang halus (Wang *et al.*, 2002; Liang *et al.*, 2010; Fan *et al.*, 2001; Wan *et al.*, 2005). Dengan menggunakan suhu diantara titik didih dan titik kritis air (100-350 °C) serta tekanan yang tinggi hingga 15 Atm, metode ini terbukti ampuh dalam pembuatan oksida logam dengan kristalinitas yang tinggi dan skala nanometer. Penggunaan metode hidrotermal secara umum dapat dilakukan dengan dua

cara yaitu menggunakan atau tanpa surfaktan. Dengan bantuan surfaktan maka metode ini akan makin baik karena surfaktan akan mengontrol ukuran partikel dan memfasilitasi pembentukan nanopartikel. Selain untuk mengontrol ukuran partikel beberapa laporan juga menuliskan bahwa surfaktan dalam metode hidrotermal dapat membantu perancangan arsitektur morfologi suatu material (Wu *et al*, 2008; Yan *et al*, 2009). Sokuhfar *et al* (2008) melaporkan bahwa penggunaan surfaktan non ionik akan mempunyai karakteristik yang lebih baik dari pada surfaktan ionik, hal ini disebabkan surfaktan non ionik tidak memiliki ion-ion yang berkemungkinan akan mengganggu proses sintesis magnetit.

Salah satu kendala yang dihadapi dalam pengembangan industri adalah limbah yang dihasilkan. Logam-logam berat limbah sering kali mencemari perairan, salah satunya adalah krom. Didalam air krom biasanya dapat berbentuk trivalent atau Cr (III) dan hexavalen atau Cr (VI). Dari kedua bentuk tersebut, ion Cr (VI) bersifat lebih toksik daripada ion Cr (III). Dalam tubuh manusia, ion Cr (VI) bersifat karsionogen dan toksik yang dapat menyebabkan kanker paru-paru, kerusakan hati dan ginjal serta dapat menyebabkan iritasi pada kulit (Hu *et al*, 2005).

Magnetit memiliki kemampuan adsorbsi yang baik terhadap logam-logam berat serta sangat mudah dipisahkan dari larutannya, hanya dengan menggunakan magnet. Mayo *et al* (2008) melaporkan kemampuan magnetit dalam penyerapan logam Arsen, dimana didapatkan bahwa semakin tinggi derajad kristalinitas dan semakin kecil ukuran partikel magnetit yang digunakan, semakin baik daya serap magnetit terhadap logam arsen. Hu *et al*

(2005) melaporkan bahwa magnetit dapat mengadsorbsi logam kromium terutama krom (VI). Shen et.al (2009) juga melaporkan magnetit dapat menyerap empat jenis logam toksik dari air limbah sintetis yaitu Cd^{2+} , Cr^{6+} , Cu^{2+} dan Ni^{2+} .

Pada penelitian ini, dilakukan pembuatan magnetit dengan menggunakan metode hidrotermal dengan bantuan surfaktan non ionik dietanolamin dan polietilen glikol. Diharapkan dengan metode hidrotermal dengan bantuan surfaktan maka dihasilkan magnetit dengan kristalinitas yang baik dan ukuran yang halus serta sifat magnet yang kuat, sehingga akan memiliki kemampuan penyerapan yang baik terhadap logam berat terutama terhadap Cr (VI) dan mudah dipisahkan dengan menggunakan bantuan magnet.

1.2.Rumusan masalah

1. Bagaimanakah karakteristik magnetit yang dihasilkan melalui metode sintesis hidrotermal dengan bantuan surfaktan non ionik DEA dan PEG?
2. Bagaimanakah pengaruh surfaktan DEA dan PEG terhadap karakteristik magnetit yang dihasilkan dengan menggunakan metode hidrotermal?
3. Bagaimanakah kemampuan magnetit dalam penyerapan Cr (VI)?

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Magnetit nanopartikel yang disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal dan bantuan surfaktan memiliki kemurnian tinggi tanpa ditemukan pola kristal pengotor pada XRD. Ukuran partikel dan morfologi partikel yang dihasilkan berupa bulatan dan tabung dengan ukuran partikel tersebar dari 20-165 nm. Karakteristik sifat magnet yang didapatkan diatas magnetit komersial dengan nilai kejemuhan magnet hingga 117,14 emu/g (magnetit komersial = 92 emu/g).
2. DEA dan PEG berperan sebagai stabilisator dan template sehingga akan mempengaruhi kristalinitas, ukuran dan morfologi partikel. Kristalinitas, ukuran dan morfologi partikel akan mempengaruhi sifat magnet magnetit yang dihasilkan.
3. Magnetit memiliki keunggulan sangat mudah dipisahkan dari larutan, setelah mengadsorsi ion Cr (VI) dengan bantuan magnet. Daya serap setiap sampel hampir sama sehingga tidak terlihat pengaruh yang sangat signifikan dari penambahan surfaktan terhadap daya serap.

5.2. Saran

Untuk penelitian selanjutnya disarankan untuk mempelajari kemungkinan pengaplikasian magnetit *microtube* yang didapatkan melalui metoda hidrotermal dengan menggunakan DEA untuk aplikasi *drug delivery* karena *hole* yang terdapat pada tengah-tengah tabungnya berpotensi digunakan untuk menyisipkan senyawa obat.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Khairurrijal. 2008. *Review: Karakterisasi Nanomaterial*. Jurnal nanosains dan teknologi, 2: 1-9
- Arief, S., Alif A., Willian, N. 2008. *Pembuatan Lapisan Tipis TiO₂-Doped Logam M (M= Ni, Cu Dan Zn) Dengan Metoda Dip-Coating Dan Aplikasi Sifat Katalitiknya Pada Penjernihan Air Rawa Gambut*. J. Riset Kimia, Vol. 2, No. 1
- Badan Standarisasi Nasional. 2006. *Standar Nasional Indonesia Untuk Air Minum dalam Kemasan*. SNI-01-3553-2006. Badan Standarisasi Nasional. 1-9
- Dahal, N. 2010. *Synthesis And Characterizations Of Novel Magnetic And Plasmonic Nanoparticles*. Ph.D Dissertation. Kansas State University.6-7
- Enriquez, Erwin P. 2006. *Nano-chemistry*. Proceeding at Roundtable Discussion on Nanotechnology, Ateneo de Manila University October 16th, 2006
- Fan, R., Chen, X. H., Gui, Z., Liu, L., Chen, Z. Y. 2001. *A new simple hydrothermal preparation of nanocrystalline magnetite Fe₃O₄*. Materials Research Bulletin, 36: 497–502
- Faraji, M., Yamini, Y., Rezaee, M. 2010. *Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Functionalization, Characterization, and Applications*. J. Iran. Chem. Soc., 7: 1-37
- Grabis, J., Heidemane, G., Rašmane, D. 2008. *Preparation of Fe₃O₄ and γ-Fe₂O₃ Nanoparticles By Liquid And Gas Phase*. Processes materials science (medžiagotyra). 14: 292-285
- Hammond, C.R., *The Element*. 4-8
- He, K., Xu, C., Zhen, L., Shao, W. 2007. *Hydrothermal Synthesis and Characterization of Single-Crystalline Fe Nanowires with High Aspect Ratio and Uniformity*. Materials Letters, 61 :3159–3162
- Hong, R.Y., Pan, T.T., Li H.Z. 2006. *Microwave Synthesis of Magnetic Fe₃O₄ Nanoparticles Used as a Precursor of Nanocomposites and Ferrofluids*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 303: 60 – 68