

**SINTESIS SENYAWA MAGNETIT (Fe_3O_4) DARI FeSO_4
DENGAN VARIASI PELARUT**

Skripsi Sarjana Kimia

Oleh :

SWI LESTARI
04932036



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2008

ABSTRAK

Sintesis Senyawa Magnetit (Fe_3O_4) dari FeSO_4 Dengan Variasi Pelarut

Oleh :

Swi Lestari

**Sarjana Sains (Ssi) dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas
Dibimbing oleh Dr. Syukri Arief, M.Eng dan Dr. Syukri, MSi**

Penelitian untuk pembuatan senyawa magnetit (Fe_3O_4) melalui proses refluk telah dilakukan, dengan menggunakan FeSO_4 sebagai prekursor yang dilarutkan dengan menggunakan empat variasi pelarut yaitu etilen glikol, asetal dehid, butanol, dan glukosa. Powder magnetit didapatkan setelah pengeringan menggunakan desikator selama satu hari. Hasil yang diperoleh berupa powder halus berwarna hitam. Hasil ini dikarakterisasi dengan menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), dan Vibrating Sample Magnetometer (VSM). Melalui analisis XRD struktur kristal magnetit yang terbentuk adalah spinel dengan ukuran kristal 34 nm untuk pelarut etilen glikol, 21 nm untuk pelarut asetal dehid dan 29 nm untuk pelarut butanol, serta 5 nm untuk pelarut glukosa yang dihitung dengan metoda Scherrer. Gambaran SEM memperlihatkan morfologi permukaan berupa bongkahan-bongkahan kecil yang merata dan terpisah dengan baik pada magnetit dengan menggunakan pelarut etilen glikol dan magnetit berbentuk bongkahan besar, tidak seragam dengan pelarut butanol. Berdasarkan analisis VSM, produk yang didapatkan bersifat superparamagnetik.

MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring dengan berkembangnya zaman, ilmu pengetahuan dan teknologi juga mengalami perkembangan yang sangat pesat. Pada dasarnya perkembangan itu mengarah pada peningkatan kualitas hidup manusia. Hasil aplikasi ilmu pengetahuan dan teknologi diharapkan dapat memenuhi kebutuhan hidup kearah yang lebih maju.

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi membuat nanoteknologi menjadi kajian yang sangat menarik saat ini. Perkembangan nanoteknologi telah membawa perubahan dalam penggunaan material dari pemakaian dalam ukuran dari skala makro/mikro kepada skala nano yang disebut nanomaterial⁽¹⁾. Nanopartikel merupakan material dengan distribusi ukuran partikel yang merata dan range yang sempit. Hal ini berkaitan dengan sifat-sifat dari nanopartikel yang sangat baik seperti kereaktifan yang sangat tinggi dan perbandingan volume dengan luas permukaan yang efektif⁽²⁾. Aplikasinya dalam dunia industri cukup banyak seperti katalisator, semikonduktor, pembuatan keramik, industri farmasi, sensor gas dan *magnetic optic*.⁽³⁾

Penelitian tentang nanopartikel oksida logam transisi besi merupakan salah satu penelitian yang sedang dikembangkan saat ini, karena aplikasinya yang cukup luas pada bidang teknologi, elektronik, *magnetic, ferrofluid*, obat-obatan dan bidang katalitik.⁽⁴⁻⁷⁾ Beberapa senyawa oksida besi yaitu magnetite (Fe_3O_4), hematite (Fe_2O_3), limonite (FeOOH), dan wustite (FeO). Tetapi, oksida besi yang dapat ditemukan secara alami dari mineral-mineral besi hanya Fe_2O_3 dan FeO . Pembuatan oksida besi ini telah banyak diteliti oleh peneliti lain dan beberapa jurnal yang sudah diterbitkan. Sifat fisiknya tergantung pada variabel dan anisotropi yang memungkinkan ditemukan system nanostruktur terbaru dan spesifik.⁽⁸⁾

Material oksida besi khususnya Fe_3O_4 yang bersifat magnetic dapat digunakan sebagai sensor dan agen aktif dalam terapi antitumor dalam bidang biologi, keramik, katalis, penyimpanan energi, ferrofluid pada bidang industri dan masih banyak kegunaan lainnya. Berbagai metode telah digunakan untuk mensintesis Fe_3O_4 diantaranya metoda kopresipitasi, deposisi uap kimia (CVD), oksidasi plasma, reaksi padat, irradiasi *ultrasonic*, pirolisis dengan laser, dan solvotermal. Setiap metoda

memiliki kelebihan dan kekurangan tersendiri, namun semuanya telah terbukti dapat digunakan untuk membuat nanopartikel magnetit.⁽⁹⁾

Lijun Zhao, et all telah melakukan penelitian mengenai sintesis magnetit melalui proses polyol. Prekursor yang digunakan adalah FeSO_4 dengan pelarut etilen glikol dengan pengendap KOH dengan reactor autoclave.⁽⁴⁾ Didasarkan penelitian ini maka dikembangkan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan prekursor (FeSO_4) dan pengendap (KOH) yang sama dengan metoda hidrotermal, merupakan metoda sintesis yang memanfaatkan panas dengan kondisi sampel mengandung air. Proses hidrotermal yang dilakukan dalam penelitian ini melalui proses refluk yang relative sederhana dan mudah. Dengan menggunakan proses refluk panas yang digunakan tidak terlalu tinggi (dibawah titik didih air) dan mengingat prinsip yang digunakan dalam proses sintesis pada penelitian ini adalah reduksi oksidasi (redoks) dimana digunakan pelarut yang dapat menjaga agar Fe^{+2} tidak teroksidasi semuanya. Pada penelitian ini dilakukan variasi pelarut yaitu etilen glikol, asetal dehid, butanol, dan glukosa serta air sebagai pembandingnya.

Sintesis magnetit telah berhasil diperoleh dari Fe^{+3} baik yang murni maupun yang berasal dari sampel alam (batuan besi) sebagai prekursor melalui reduksi sebagian ion besi (III) menggunakan reduktor dengan pelarut asam nitrat. Tetapi, pada penelitian ini sintesis magnetit diperoleh Fe^{+2} yang sangat mudah teroksidasi. Prekursor yang ingin diuji dalam penelitian ini adalah FeSO_4 karena senyawanya mudah larut dalam air dan glikol serta tidak menimbulkan hasil samping yang dapat mengganggu struktur kristal yang didapatkan.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Apakah sintesis senyawa Fe_3O_4 dari FeSO_4 dapat dilakukan melalui proses refluk?
2. Apakah ada pengaruh beberapa pelarut (etilen glikol, asetal dehid, butanol, dan glukosa) terhadap pembentukan senyawa Fe_3O_4 melalui proses refluk?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mempelajari dan melihat pengaruh beberapa pelarut terhadap pembentukan senyawa Fe_3O_4 dengan menggunakan proses refluk.
2. Melakukan karakterisasi produk senyawa Fe_3O_4 dengan XRD, SEM, dan VSM.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut :

1. Sintesis magnetit dapat dilakukan dengan proses refluks menggunakan ferro sulfat sebagai prekursor, etilen glikol, asetal dehid, butanol, dan glukosa sebagai pelarut, serta air sebagai pengontrolnya.
2. Dari hasil XRD ukuran kristal magnetit yang dihasilkan dengan variasi pelarut menunjukkan perbedaan yang signifikan, yaitu 34 nm untuk pelarut etilen glikol, 21 nm untuk pelarut asetaldehid dan 29 nm untuk pelarut butanol, serta 5 nm untuk pelarut glukosa. Dengan pelarut air sebagai pengontrol didapatkan ukuran kristalnya 14 nm. Pola yang dihasilkan sesuai dengan JCPDS No 79-0417 adalah magnetit.
3. Hasil SEM memperlihatkan bentuk bongkahan-bongkahan yang terpisah merata dengan pelarut etilen glikol dibandingkan dengan pelarut butanol.
4. Hasil VSM memperlihatkan bahwa sifat magnet yang dihasilkan lebih baik dengan pelarut etilen glikol dari pada butanol yaitu pada 0,999 T, 65,55 emu/gr untuk pelarut etilen glikol dan 37,71 emu/gr untuk pelarut butanol. Sedangkan dengan air sebagai pengontrolnya menghasilkan sifat magnet pada 1 T, 80,32 emu/gr.

5.2 Saran

Bagi peneliti selanjutnya, maka disarankan :

1. Menentukan kondisi optimum sintesis senyawa magnetit dengan pelarut glukosa.
2. Mempelajari pengaruh pelarut lain untuk sintesis senyawa magnetit.

**MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS**

DAFTAR KEPUSTAKAAN

1. U. Schubert, N. Husing, 2000. *Syntheiss of Inorganic Material*. Germany; Wiley -VCH
2. E.R. Leite, N.L.V. Carreno, E.Longo, F.M. Pontes. *Chem Mater*. 2002. 14. 3722-3729
3. U. Schubert, N. Husing, 2002. *Syntheiss of Inorganic Material*. Germany; Wiley -VCH
4. Lijun Zhao, et al. Morphology-Controlled synthesya of Magnetites with Nanoporous Structures and Excellent Magnetic Properties. *Journal of Matterial Chemistry*, 2007, 20 : 198-204.
5. Meng, Jian Hua; Yang, GuiQin; Yan, Meilei; Wang, XiuYu, Synthesis and Characterization of magnetic nanometer pigment Fe_3O_4 . *Journal of Dyes and Pigment*, 2004, 66 : 109-113.
6. Yan, Aiguo; Liu, Xiaohe; Qiu Ghuanzhou; Wu, Hongyi; Yi, Ran; Zhang, Ning; Xu, Jing, Solvothermal Syanthesis and Characterization of Size-Controlled Fe_3O_4 Nanoparicles. *Journal of Alloy and Compounds*. (2007). In Press.
7. Wu, Jun Hua; Pil Ko, Seung; Ling Liu, Hong; Jung, Myung-Hua; Kim, Young Keun. Sub 5 nm nanocrystals via coprecipitation method. *Journal of Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 2007, 313314 : 268-272
8. (a) A. Jordan, R. R. Scholz, P. Wust, H. Fahling, R. Felix, *J. Magn Mater*. 201 (1999) 413.
(b) L. Fu, V. P. Dravid, D. L. Jonson, *Apl. Surf. Sci.* 181(2001) 173.
9. Berkovsky. B. M.; Medvedev, V. F.; Krakov, M. S. *Magnetic fluids engineering application*; Oxford University Press: Oxford. 1993.
10. Barbara Elvers, Stephen, Hawkins, Michael Ravenscroft, and Gail Schulz (ed). 1989. *Ulman's, Encyclopedia of Industrial Chemistry. Fifth, Completely Revised Edition Volume A 14*. Federal Refublik of Germany.
11. U. Hafeli, W. Schuut, J. Teller, M. Zhorowski, *Scientific and clinical application of magnetic carriers*, Plenum, New York, 1997.
12. Vogel. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Ed V. Jakarta. PT Kalman Media Pustaka. 1979.