

KARAKTERISTIK OPTIK DAN KRISTAL NANOPARTIKEL MAGNETIT

T. SARAGI *, B PERMANA, M SAPUTRI, L SAFRIANI, I RAHAYU, RISDIANA

*Departemen Fisika, FMIPA, Universitas Padjadjaran
Jl. Raya Bandung-Sumedang Km.21 Jatinangor 45363, Sumedang, Jawa Barat*

** email : t.saragi@phys.unpad.ac.id*

Abstrak. Oksida besi, nanopartikel magnetit (Fe_3O_4), memiliki sifat yang berbeda dan lebih menarik daripada material bulk-nya. Selain itu, material ini dapat diaplikasikan secara lebih luas dan efektif pada ukuran nanometernya seperti ferrofluids, media penyimpanan data, pigmen warna, dan katalis. Pada penelitian ini telah berhasil dikarakterisasi sifat optik dan struktur kristal dari nanopartikel magnetit dengan menggunakan teknik Spektroskopi UV-Vis dan teknik difraksi sinar-X. Karakterisasi material nanopartikel magnetit berdasarkan variasi suhu sintering, 80°C dan 1100°C . Berdasarkan hasil karakterisasi UV-Vis diperoleh bahwa energi-gap dari nanopartikel Fe_3O_4 ini berada pada rentang energi-gap semikonduktor, 0-3 eV. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD diperoleh bahwa Variasi suhu sintering menyebabkan perubahan struktur kristal oksida besi yang diperoleh, yaitu magnetit (Fe_3O_4) dengan struktur kubik pada suhu 80°C , dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dengan struktur hexagonal pada suhu 1100°C , sesuai dengan data JCPDS.

Kata kunci : Fe_3O_4 , $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Sintering, UV-Vis, XRD

Abstract. Iron Oxide, magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles, has different and more interesting properties than its bulk materials. Besides that, in nanometer scale, this material can apply more effective and wide application like ferrofluids, data storage, color pigment, and catalyst. In this paper, we have been successfully characterized the optical and crystal structure from magnetite nanoparticles by using UV-Vis spectroscopy and X-ray diffraction technique depends on variation of sintering temperature of 80°C and 1100°C . From UV-Vis characterization, it was found that the band-gap of sample was around of semiconductor band-gap, 0-3 eV. From XRD characterization, it was found that the variation of sintering temperature can change the crystal structure of iron oxide, magnetite (Fe_3O_4) with cubic structure on 80°C , hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) with hexagonal structure on 1100°C , compared with JCPDS data.

Keywords : Fe_3O_4 , $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Sintering, UV-Vis, XRD

1. Pendahuluan

Nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) merupakan material yang menarik dan memiliki aplikasi yang sangat luas. Dalam grup spinel, bahan magnetit (Fe_3O_4) adalah salah satu jenis dari fasa mineral oksida besi, selain maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Magnetit memiliki struktur kimia $\text{FeO-Fe}_2\text{O}_3$ dimana satu bagian adalah wustite (FeO) dan bagian lainnya adalah hematit (Fe_2O_3). Material ini memiliki struktur kristal kubik-spinel yang tersusun dari ion-ion oksigen, Fe^{2+} , dan ion-ion Fe^{3+} dan termasuk ke dalam bahan ferrimagnetik [1].

Sifat optik dari nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) bergantung pada ukuran dari partikel magnetit tersebut, dan energi-gap berkisar pada energi-gap semikonduktor yaitu 0-

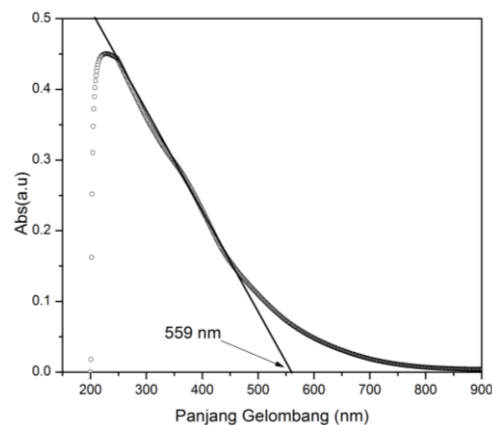
3 eV [2,3]. Struktur kristal dari magnetit dapat berubah melalui tahapan sintering. Pada suhu dibawah 100°C , magnetit memiliki struktur kristal kubik spinel. Pada suhu diatas 100°C hingga 600°C , magnetit mengalami perubahan fasa menjadi maghemit dengan struktur kristal kubik dan tetragonal. Pada suhu 1000°C - 1100°C terjadi perubahan fasa dan kembali menjadi hematit dengan struktur kristal rhombohedral seperti yang dilakukan oleh Kazeminezhad [4]. Pada penelitian sebelumnya, kami telah berhasil mengamati struktur kristal hexagonal pada oksida besi yang disintesis melalui metode hidrotermal dengan suhu sintering 1100°C [5]. Pada paper ini, kami kembali melakukan pengamatan struktur kristal oksida besi pada suhu sintering 1100°C melalui metode sintesis yang berbeda untuk menguatkan bukti pengamatan kami pada penelitian sebelumnya. Pada paper ini juga diamati struktur kristal oksida besi pada suhu sintering 80°C .

2. Metode Penelitian

Sintesis oksida besi magnetit (Fe_3O_4) dilakukan melalui proses kopresipitasi pada suhu sintesis 25°C dan $\text{pH}=10$. Prekursor yang digunakan adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Kedua prekursor dengan perbandingan molar tertentu dilarutkan kedalam DI-Water dan diaduk selama 60 menit pada suhu ruang. Setelah larutan homogen, NH_4OH ditambahkan tetes demi tetes hingga mencapai $\text{pH}=10$. Selanjutnya dilakukan proses pencucian dengan menggunakan *n-hexane* dan etanol sebanyak dua kali dan didispersikan ulang pada larutan etanol. Karakterisasi optik dan struktur kristal masing-masing dilakukan dengan pengukuran UV-Vis dan XRD. Energi-gap dari sampel dihitung berdasarkan data UV-Vis dengan menggunakan persamaan $E_g = hc/\lambda_{\text{cut-off}}$. Untuk mengamati struktur kristal, kemudian sampel di keringkan dan disintering pada suhu 80°C 1100°C .

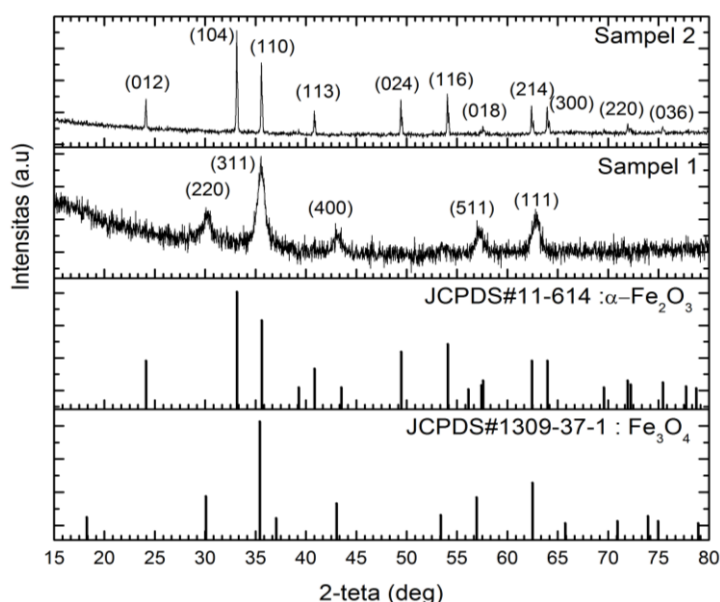
3. Hasil dan Pembahasan

Spektrum absorbansi nanopartikel Fe_3O_4 melalui pengukuran UV-Vis ditunjukkan pada Gambar 1. Berdasarkan Gambar 1, diperoleh bahwa panjang gelombang *cut-off* adalah 559 nm, yang setara dengan energi-gap sebesar 2,22 eV. Nilai ini masih berada pada rentang semikonduktor, 0-3 eV, sesuai dengan beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya [3,6].



Gambar 1. Spektrum UV-Vis sampel magnetit (Fe_3O_4) yang disintesis dengan metode kopresipitasi pada suhu 25°C dan $\text{pH}=10$

Hasil pengukuran XRD sampel oksida besi setelah sintering pada suhu 80°C dan 1100°C ditunjukkan pada Gambar 2 dengan data pembandingan JCPDS#1309-37-1 untuk fasa Fe_3O_4 kubik dan JCPDS#11-614 untuk fasa $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ hexagonal. Berdasarkan Gambar 2 tersebut diperoleh bahwa sampel yang disintering pada suhu 80°C memiliki struktur kristal kubik, dan sampel yang disintering pada suhu 1100°C memiliki struktur kristal hexagonal. Struktur kristal yang diperoleh pada penelitian ini sama dengan struktur kristal yang diperoleh pada penelitian sebelumnya, oksida besi yang disintesis melalui metode hidrotermal dengan suhu sintering 1100°C yaitu hexagonal [5] dan berbeda dengan struktur sebagaimana dilaporkan oleh Kazeminezhad [4]. Perubahan fasa oksida besi dari Fe_3O_4 dengan struktur kristal kubik menjadi $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan struktur kristal hexagonal dapat terjadi karena perubahan posisi ion-ion penyusunnya ketika proses sintering. Puncak-puncak yang diperoleh pada sampel ini sesuai dengan puncak-puncak pada data JCPDS.



Gambar 2. Pola XRD : (a) serbuk oksida besi pada penelitian sebelumnya, (b) serbuk oksida pada penelitian saat ini untuk suhu sintering 80°C (sampel 1) dan suhu sintering 1100°C

4. Kesimpulan

Sintesis nanopartikel oksida besi Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi telah berhasil dilakukan. Energi gap nanopartikel adalah sebesar 2,22 eV dan berada pada rentang energi-gap semikonduktor. Dari hasil pengukuran XRD, diperoleh bahwa sampel yang disintering pada suhu 80°C masih memiliki fase magnetit Fe_3O_4 dengan ukuran kristalit rata-rata berkisar sampel 27,17 nm, sedangkan sampel yang disintering pada suhu 1100°C mengalami perubahan fase dari magnetit menjadi hematit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan ukuran kristalit rata-rata berkisar 81,02 nm. Struktur kristal yang diperoleh pada suhu sintering 1100°C pada penelitian ini memiliki struktur kristal yang sama dengan struktur kristal pada penelitian sebelumnya yang juga disintering pada suhu 1100°C.

Ucapan terima kasih

Penelitian ini didanai oleh Hibah Internal Universitas Padjadjaran 2017, melalui Program Riset Fundamental Universitas Padjadjaran (RFU) 2017, No. 855/UN6.3.1/PL/2017, dan sebahagian melalui Program Academic Leadership Grant of Universitas Padjadjaran 2017, No. 872/UN6.3.1/LT/2017.

Daftar Pustaka

1. S. Bijaksana M. P. Aji dan A. Yulianto, Sintesis nano partikel magnetit, maghemit dan hematit dari bahan lokal,” *J. of Materials Sci.*, (2007) 106–108.
2. L. Pranita dan J. Preeti, Research in Chemistry and Environment Preparation and Characterization of Magnetite Nanoparticle using Green Synthesis, 5 (2015) 4.
3. H. E. Ghandoor, H. Zidan, M. M. Khalil, dan M. I. Ismail, “Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles,” *Int. J. Electrochem*, 7 (2012) 5734–5745.
4. I. Kazeminezhad dan S. Mosivand, “Phase Transition of Electrooxidized Magnetite to maghemite and hematite Nanoparticles Using Sintering Treatment,” *Acta Phys. Pol. A*, 125 (2014) 5, 1210–1214.
5. T. Saragi, A.S. Santika, B. Permana, N. Syakir, M. Kartawidjaja, and Risdiana, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* (2017), 196 012025.
6. P. Mallick dan B. N. Dash, X-ray Diffraction and UV-Visible Characterizations of α -Fe₂O₃ Nanoparticles Annealed at Different Temperature, 3 (2013) 5, 130–134.
7. T. Ida, A. Ceramics, U. Jan, dan S. Just, “Diffraction from small crystallites,” in *Crystal Structure Analysis*, Nagoya: Nagoya Institute of Technology, 2015.
8. Trif L, Tolnai G, Sajo I and Kalman E, *Progr. Colloid Polym. Sci.* 135 (2008) 38
9. F. Girgsdies, “Peak Profile Analysis in X-ray Powder Diffraction,” Fritz-Haber-Institut der MPG, Berlin.