

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIT ( $Fe_3O_4$ ) DARI PASIR BESI SUNGAI BATANGHARI, JAMBI YANG DI ENKAPSULASI DENGAN SILIKA

## Synthesis and Characterization Magnetite Nanoparticles ( $Fe_3O_4$ ) from Iron Sand in Batanghari River Encapsulated Silica

Menita Sinurat<sup>1</sup>, Diah Riski Gusti<sup>2</sup>, Frastica Deswardani<sup>3\*</sup>, Safitri<sup>4</sup>, Sudibyo<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Physics Department, Faculty of Science and Technology, Universitas Jambi, Jambi, Indonesia

<sup>2</sup>Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Universitas Jambi, Jambi, Indonesia

<sup>4</sup>Postgraduate Program of Physics Education, Universitas Ahmad Dahlan, Yogyakarta, Indonesia

<sup>5</sup>Research Unit for Mineral Technology, Indonesian Institute of Science (LIPI), Lampung, Indonesia

### Kata Kunci

$Fe_3O_4$   
Silika  
Pasir Besi  
Enkapsulasi

### Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan magnetit dari residu larutan ekstrak pasir besi dalam HCl serta pengaruh enkapsulasi silika terhadap magnetit yang terbentuk dengan menggunakan alat karakterisasi XRD, SEM dan FTIR. Ukuran kristal cenderung meningkat pada magnetit yang terenkapsulasi silika (K (6%), L (9%), N (24%) dan O(36%) akibat kondensasi dan hidrolisis pada bahan enkapsulasi terjadi secara sempurna. Sedangkan pada sampel M (12%) terjadi penurunan ukuran kristal yakni 17,41 nm karena hidrolisis dan kondensasi pada sampel tersebut tidak terjadi secara sempurna. Struktur kristal pada magnetit sebelum dan setelah terenkapsulasi silika tidak mengalami perubahan. Transmittansi dari gugus fungsi khas magnetit (Fe-O) dan gugus fungsi khas silika (Si-O-Si) cenderung mengalami penurunan setelah dilakukan enkapsulasi dengan silika yang menyebabkan absorbansi inframerah terhadap molekul semakin tinggi sehingga keberadaan magnetit dan silika semakin tinggi didalam sampel yang terenkapsulasi silika. Pengaruh variasi konsentrasi silika terhadap hasil karakterisasi SEM adalah berkurangnya penggumpalan (*agglomeration*), partikel yang berimpit dan menempel pada sampel seiring bertambahnya konsentrasi silika dengan ukuran partikel paling kecil terdapat pada sampel M (12%) yakni rentang 10-50 nm. Residu larutan ekstrak pasir besi dengan HCl dapat membentuk nanomagnetit dengan rentang ukuran partikel rata-rata dibawah 100 nm.

### Keywords

$Fe_3O_4$   
Silica  
Iron Sand  
Encapsulation

### Abstract

This research aimed to produce magnetites from the residue of iron sand extract solution in HCl and the effect of silica encapsulation on the magnetite used XRD, SEM and FTIR characterization tools. The crystal size tended to increase in the magnetite encapsulated by silica (K (6%), L (9%), N (24%) and O (36%), because the perfect condensation and hydrolysis of the encapsulation material, while the M sample (12%) decreased the crystal size of 17.41 nm because the hydrolysis and condensation of the sample did not occur completely. The crystals in magnetite before and after being encapsulated with silica did not change. The transmittance of the typical functional groups of magnetite (Fe-O) and the typical functional groups of silica (Si-O-Si) tends to decrease after encapsulation with silica which caused the infrared absorbance of the molecules to increase high so that the presence of magnetite and silica is higher in the silica encapsulated sample The effect of variations in silica concentration on SEM characterization results is reduced agglomeration, particles that coincide and stick to the sample as the silica concentration increased with the smallest particle size found in the M sample (12%), namely the range of 10-50 nm. The residue of the iron sand extract solution with HCl can form nanomagnetites with an average particle size range below 100 nm.

©2021 The Author  
p-ISSN 2338-3240  
e-ISSN 2580-5924

Received 21 February 2021; Revised 02 March 2021; Accepted 26 April 2021; Available Online 30 April 2021

\*Corresponding Author: [Fracia.deswardani@unja.ac.id](mailto:Fracia.deswardani@unja.ac.id)

## PENDAHULUAN

Indonesia memiliki pasir besi yang melimpah [1]. Pasir besi tersebut terdistribusi diberbagai pantai dan sungai [2]. Jambi merupakan salah satu provinsi di Indonesia yang berpotensi menjadi sumber pasir besi melalui Sungai Batanghari. Pasir besi mengandung mineral

magnetik dan non magnetik yang perlu dipisahkan untuk memperoleh mineral magnetik. Salah satu contoh dari mineral magnetik adalah magnetit ( $Fe_3O_4$ ) [3].

Magnetit merupakan oksida besi campuran yang terbentuk dari reaksi oksida besi (II) dan besi (III) yang memberikan sifat unggul berupa sifat magnetiknya yang lebih kuat dan dapat

dimanfaatkan diberbagai pemisahan, biokimia, material penyimpanan data, material pengontras, *targeting* obat, *Magnetic Resonance Imaging (MRI)* dan terapi kanker [4].

Penelitian terdahulu [5] berhasil mensintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari pasir besi Sungai Batanghari. Hasil sintesis menunjukkan bahwa suhu sintering tidak mempengaruhi struktur kristal yang terbentuk, tetapi suhu sintering mempengaruhi ukuran kristal. Semakin tinggi suhu sintering maka ukuran kristal semakin besar. Pada suhu  $300^\circ\text{C}$  diperoleh ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yaitu 6,94 nm, pada suhu  $400^\circ\text{C}$  diperoleh ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  8,29 nm dan pada suhu  $500^\circ\text{C}$  diperoleh ukuran kristal sebesar 10,15 nm.

Penelitian pada ref. [6] berhasil mensintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari pasir besi Sungai Batanghari dengan mengenkapsulasinya dengan PEG. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa ukuran kristal yang didapatkan 16,70 nm, 16,68 nm dan 13,87 nm berturut-turut untuk sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  murni, PEG +  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (1:3) dan PEG +  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (3:1). Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi Fe – O pada semua sampel yang diindikasikan pada bilangan gelombang  $544 - 573 \text{ cm}^{-1}$ , munculnya puncak C – C pada sampel 1:3, 1:2 dan 1:1. Pada sampel 2:1 dan 3:1 muncul gugus fungsi asimetris C-H, H-C-H, C-O-C, dan C-O sedangkan hasil SEM menunjukkan permukaan partikel terlihat jelas dan berkurangnya penggumpalan dengan rata-rata ukuran partikel 31-156 nm.

Menurut Taib dan Suharyadi [7], magnetit yang disintesis dari prekursor  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  *template* silika dengan variasi konsentrasi yang digunakan adalah 5%, 10%, 15%, 20%, 30% dan 50%. Hasil XRD menunjukkan bahwa ukuran nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tanpa silika adalah 10,23 nm.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan silika 5% mengalami peningkatan ukuran partikel menjadi 11,45 nm dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan silika 20% adalah 12,37 nm. Hasil FTIR menunjukkan adanya beberapa puncak yang dominan yang disebabkan karena adanya vibrasi ikatan Si-O-Si.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Taib dan Suharyadi [7] mensintesis magnetit dari prekursor bahan kimia yang sama yaitu  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Penelitian [5] tanpa enkapsulasi dan [6] dengan enkapsulasi PEG mensintesis magnetit dari pasir besi Sungai Batanghari, Jambi dengan menggunakan filtrat hasil pelarutan HCl dan ekstrak pasir besi. Residu dari hasil penyaringan larutan ekstrak pasir besi dengan HCl diduga masih mengandung sumber magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Oleh karena itu perlu diteliti demi pemanfaatan residu tersebut. Upaya

menghindari terjadinya aglomerasi pada magnetit, perlu dilakukan enkapsulasi dengan cara melapisi permukaan magnetit. Beberapa macam bahan yang dapat digunakan untuk enkapsulasi magnetit yaitu bahan organik seperti polimer biokompatibel dan bahan anorganik seperti logam mulia, karbon dan silika [3].

Silika adalah bahan kimia yang memiliki sifat biokompatibel, non-toksik, bersifat inert, amorf, dan area permukaan yang luas [8]. Silika dapat dihasilkan dari beberapa sumber contohnya TMOS (*tetrametoxsilane*), TEOS (*tetraethyloksila*) dan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  (*sodium silicate solution*). TMOS dan TEOS memiliki kelemahan yaitu harganya lebih mahal, sulit didapatkan, dan memiliki sifat beracun dan prosesnya tidak ramah lingkungan sehingga tidak efektif pada industri skala besar. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan silika dari prekursor  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  karena lebih murah, mudah didapatkan dan tidak beracun sehingga prosesnya lebih ramah lingkungan [9].

Penelitian ini telah dilakukan dengan sintesis magnetit dari pasir besi Sungai Batanghari, Jambi yang dienkapsulasi silika dengan variasi konsentrasi silika 0%, 6%, 9%, 12%, 24% dan 36%. Sintesis dan karakterisasi struktur kristal yang meliputi ukuran kristal, parameter kisi, dan keberadaan fasa digunakan alat karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*). Adapun karakterisasi gugus fungsi dengan menggunakan *Fourier-Transform Infrared* (FTIR) dan karakterisasi permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis pengaruh variasi konsentrasi silika dengan melakukan karakterisasi XRD, karakterisasi FTIR, dan karakterisasi SEM. Selain itu, penelitian ini juga untuk mengetahui apakah residu larutan ekstrak pasir besi dalam HCl dapat membentuk partikel nanomagnetit demi menghasilkan magnetit yang dapat diaplikasikan pada industri baja, peleburan besi, industri semen dan biomedis berupa pengobatan penyakit *hyperthermia* pada masa yang akan datang.

## METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini merupakan penelitian kualitatif yang dilaksanakan di laboratorium (*laboratory research*).

### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk karakterisasi struktur kristal magnetit, *fourier transfer infrared* (FTIR)

digunakan untuk analisis gugus fungsi magnetit, *scanning electron microscopy* (SEM) digunakan untuk analisis morfologi permukaan magnetit, ayakan *mesh* digunakan untuk memisahkan butiran kasar dari butiran halus pasir besi, *magnetic Stirrer* digunakan untuk mengaduk, oven untuk menguapkan air yang digunakan untuk mengeringkan endapan, neraca digital untuk menimbang pasir besi Sungai Batanghari, Jambi, tabung ukur mengukur volume bahan yang berbentuk cairan, pipet tetes digunakan untuk mengambil cairan HCl, NH<sub>4</sub>OH dan *sodium sodium silicate* dari wadahnya ketabung ukur, *hot plate* adalah alas untuk mengaduk bahan yang didalamnya terdapat sumber suhu saat pengadukan, kertas saring untuk memisahkan residu dari filtrat, mortar digunakan untuk menggerus partikel magnetit dan magnet permanen digunakan untuk memisahkan bahan magnetik dari magnetik dan mengendapkan partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang telah dienkapsulasi dengan silika.

Bahan yang digunakan adalah sebagai berikut:

1. Pasir besi dari Sungai Batanghari, Jambi.
2. Silika dari *sodium silicate solution* merk KGaA.
3. *Ammonium solution* (NH<sub>4</sub>OH) 25%.
4. HCl (Asam Klorida) 12 M.
5. Aquades

### Prosedur Penelitian

1. Pengambilan Pasir Besi dari Sungai Batanghari Jambi yang berada di Jalan Lintas Sumatera, Penyemangat Rendah, Aur Duri, Kecamatan Telanaipura, Kota Jambi.

Proses pengambilan pasir dilakukan di Desa Aur Duri, Jalan Lintas Sumatera Penyemangat Jambi pada bulan November 2020. Pasir kering dari Sungai Batanghari disaring sehingga mendapatkan pasir yang berukuran kecil dan homogen lalu didekatkan dengan magnet permanen agar pasir besi terpisah dari pasir non besi. Proses pemisahan pasir ini dilakukan sebanyak 12 kali untuk mendapatkan pasir besi yang lebih murni. Sebelum disintesis, pasir besi diayak menggunakan ayakan 150 mesh agar diperoleh pasir besi yang lebih murni dari sebelumnya, kemudian dimortar agar ukurannya lebih kecil.

2. Pelarutan Pasir Besi

Pasir besi sungai Batanghari sebanyak 40 gram dilarutkan kedalam HCl (12 M) sebanyak 38 ml pada suhu 45°C diaduk sekitar 60 menit dengan menggunakan *magnetic stirrer* [10]. Larutan yang telah terbentuk, disaring dengan menggunakan kertas saring, dan meninggalkan residu pada kertas saring.

3. Pemurnian Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Residu diambil dan ditambahkan NH<sub>4</sub>OH sebanyak 73 ml kemudian didiamkan selama 1 jam. Residu pasir besi yang terbentuk berwarna hitam pekat dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci menggunakan aquades sebanyak 7 kali. Endapan residu dimasukkan kedalam oven pada suhu 120°C selama 2 jam, agar kadar air yang terdapat dari residu dapat menguap. Residu kemudian disintering pada suhu 400°C selama 2 jam kemudian, digerus dengan mortar [10].

4. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Enkapsulasi dengan Silika

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimasukkan ke dalam larutan silika yang memiliki konsentrasi 6%, 9%, 12%, 24% dan 36%. Prekursor yang digunakan adalah *sodium silicate solution* (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). Dimulai dengan mencampurkan *sodium silicate solution* dengan aquades selama 10 menit diatas stirrer dengan suhu ruangan. Kemudian Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimasukkan kedalam larutan dan aduk selama 5 jam diatas *hotplate* menggunakan *stirrer*. Setelah itu larutan diendapkan dengan bantuan magnet permanen dan dicuci dengan aquades sampai tidak ada bau. Endapan yang dihasilkan dikeringkan, kemudian dianalisis struktur kristal dan ukuran kristalnya menggunakan XRD dan gugus fungsinya menggunakan FTIR [7].

Tabel 1. Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dan variasi konsentrasi silika

Nama sampel	Perbandingan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> : larutan Sodium silicate (SS)
J	2 gram : 0% SS
K	2 gram : 6% SS
L	2 gram : 9% SS
M	2 gram : 12% SS
N	2 gram : 24% SS
O	2 gram : 36% SS

Tabel 1 adalah gambaran yang menunjukkan identitas sampel dan perbandingan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang dienkapsulasi dengan variasi konsentrasi *Sodium Silicate* (SS). Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (magnetit) yang dienkapsulasi adalah sebanyak 2 gram. 2 gram magnetit dicampur dengan 100 ml total volume campuran antara *sodium silicate* dengan aquades. Sehingga volume *sodium silicate* (ml) yang diperlukan tiap variasi konsentrasi campuran antara aquades dan SS adalah sebagai berikut:

- 36% SS maka  $\frac{36}{100} \times 100 \text{ ml} = 36 \text{ ml}$
- 24% SS maka  $\frac{24}{100} \times 100 \text{ ml} = 24 \text{ ml}$
- 12% SS maka  $\frac{12}{100} \times 100 \text{ ml} = 12 \text{ ml}$
- 9% SS maka  $\frac{9}{100} \times 100 \text{ ml} = 9 \text{ ml}$
- 6% SS maka  $\frac{6}{100} \times 100 \text{ ml} = 6 \text{ ml}$
- 0% SS maka  $\frac{0}{100} \times 100 \text{ ml} = 0 \text{ ml}$

**Teknik Analisis Data**

**Tahap Karakterisasi XRD**

Hasil sintesis dan enkapsulasi dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal. Data yang didapat dari karakterisasi XRD adalah difraktogram. Difraktogram menunjukkan puncak-puncak difraksi pada sudut tertentu. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi XRD dibandingkan dengan data yang tersimpan di JCPDS (19-629) sebagai acuan kebenaran data sampel yang dibuat. Untuk menentukan ukuran kristal menurut [11] dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \tag{1}$$

Dimana D, K, λ, β, dan θ secara berturut-turut adalah ukuran kristal (nm), konstanta (0,9-1), panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Amstrong), nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad) dan sudut difraksi (°). Sedangkan untuk mengetahui parameter kisi suatu kristal yang memiliki parameter kisi dengan a = b = c dan α = β = γ = 90° [12] Parameter kisi menurut [12] dapat dihitung dari hubungan jarak antar bidang, dapat menggunakan persamaan:

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \tag{2}$$

Dimana a, d dan hkl secara berturut-turut parameter kisi (nm), jarak antar bidang (Å) dan bidang kristal.

**Tahap Karakterisasi Fourier-Transform Infrared**

Sampel ditekan dengan waktu penekanan tertentu lalu diuji dengan sistem FTIR dalam rentang bilangan gelombang 4000 cm<sup>-1</sup> sampai 600 cm<sup>-1</sup> dan resolusi serta banyak pembacaan

tertentu. Spektrum yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrum software hasil FTIR yang digunakan [13]. Analisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan pada spektrum inframerah menggunakan tabel korelasi dan menggunakan spektrum senyawa pembanding yang sudah diketahui [14].

**Tahap Karakterisasi SEM**

SEM memungkinkan beberapa perbesaran dari perbesaran 10 kali sampai dengan lebih dari 500.000 kali perbesaran [15]. Hasil karakterisasi berupa gambar morfologi sampel dapat dianalisis ukuran partikelnya menggunakan perangkat lunak *Image J*. Diawali dengan memilih gambar hasil SEM yang akan diukur, lalu ukur ulang skala line di *Image J*, pilih *analyse*, kemudian *set scale* lalu ok.

Pilih butir yang akan diukur baik horizontal, *vertical* dan sisi miring bagian kiri dan sisi miring bagian kanan. Setiap ukuran di Ctrl+D dan Ctrl +M. untuk menyimpan file hasil pengukuran klik *save as* lalu olah data di *excel*.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

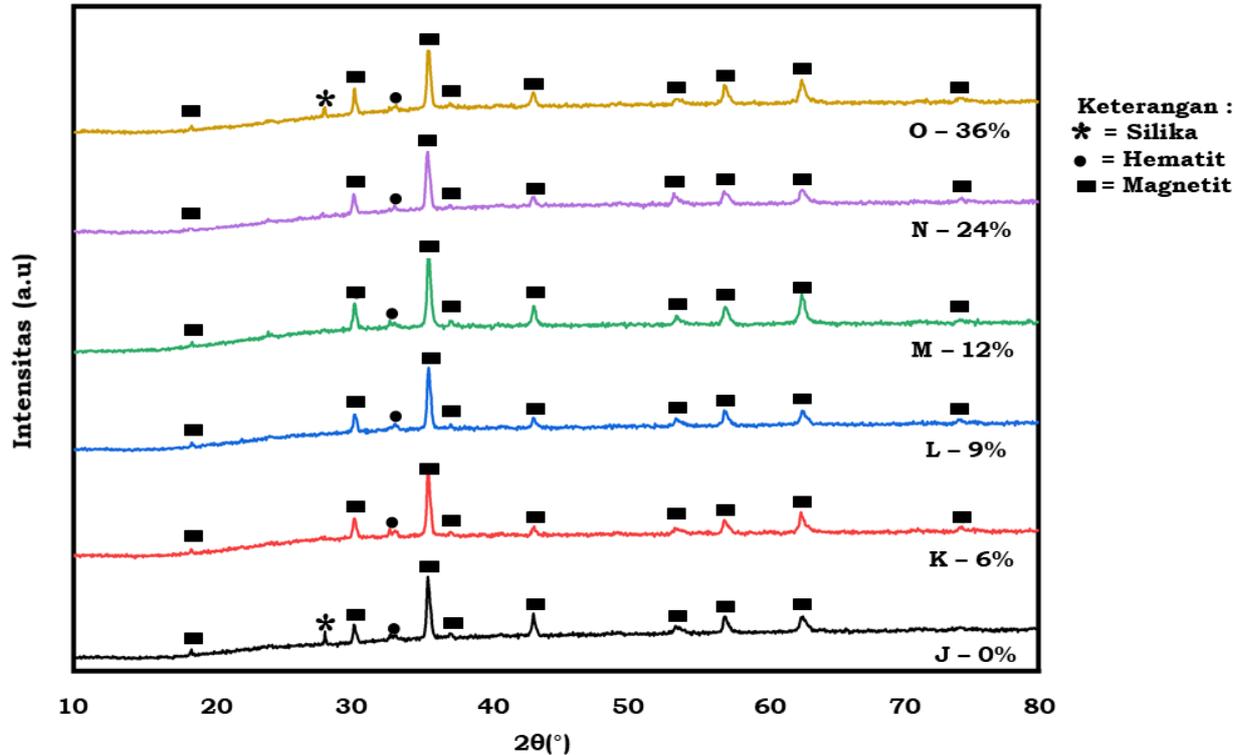
**Hasil Penelitian**

**Hasil Karakterisasi XRD**

*Output* awal XRD berupa 2θ dan intensitas sudut-sudut yang berkaitan yang kemudian diplotkan membentuk difraktogram (hubungan antara intensitas dan sudut difraksi (2θ) dan menunjukkan gambaran puncak-puncak difraksi yang diberikan oleh pola difraksi pada sudut-sudutnya [16]. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 1. Aplikasi MATCH dan persamaan (1) dan (2) menghasilkan nilai pada Tabel 2.

Tabel 2. 2θ, lebar kisi, parameter kisi dan ukuran kristal pada puncak (3 1 1) sampel J (0%); K (6%); L (9%); M (12%); N (24%) dan O (36%).

No	Sampel	2θ (°)	Lebar Kisi (nm)	Parame ter kisi (nm)	Ukuran Kristal (nm)
1	J	35,75	0,25095	0,8323	19,13
2	K	35,70	0,25129	0,8334	20,54
3	L	35,75	0,25095	0,8323	23,50
4	M	35,75	0,25095	0,8323	17,41
5	N	35,70	0,25129	0,8334	20,54
6	O	35,75	0,25095	0,8323	21,07

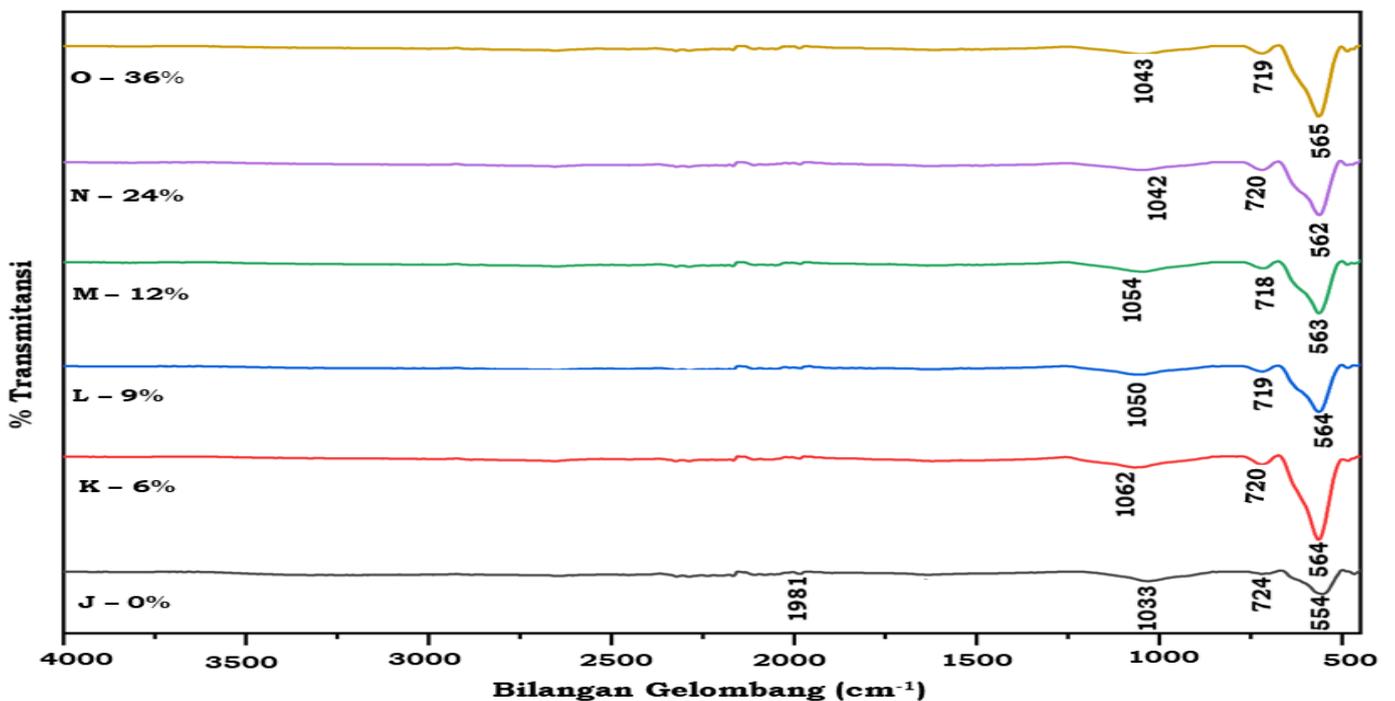


Gambar 1. Pola Spektrum XRD

**Hasil Karakterisasi FTIR**

Hasil karakterisasi FTIR diperoleh berupa bilangan gelombang dan transmitansi yang kemudian diplotkan menggunakan aplikasi origin agar didapatkan puncak-puncak serapannya.

Gugus fungsi adalah sebuah atom atau gugus merupakan bagian molekul yang reaktif. Spektra FTIR dan Interpretasi gugus fungsi terdapat pada Gambar 2 dan Tabel 3.



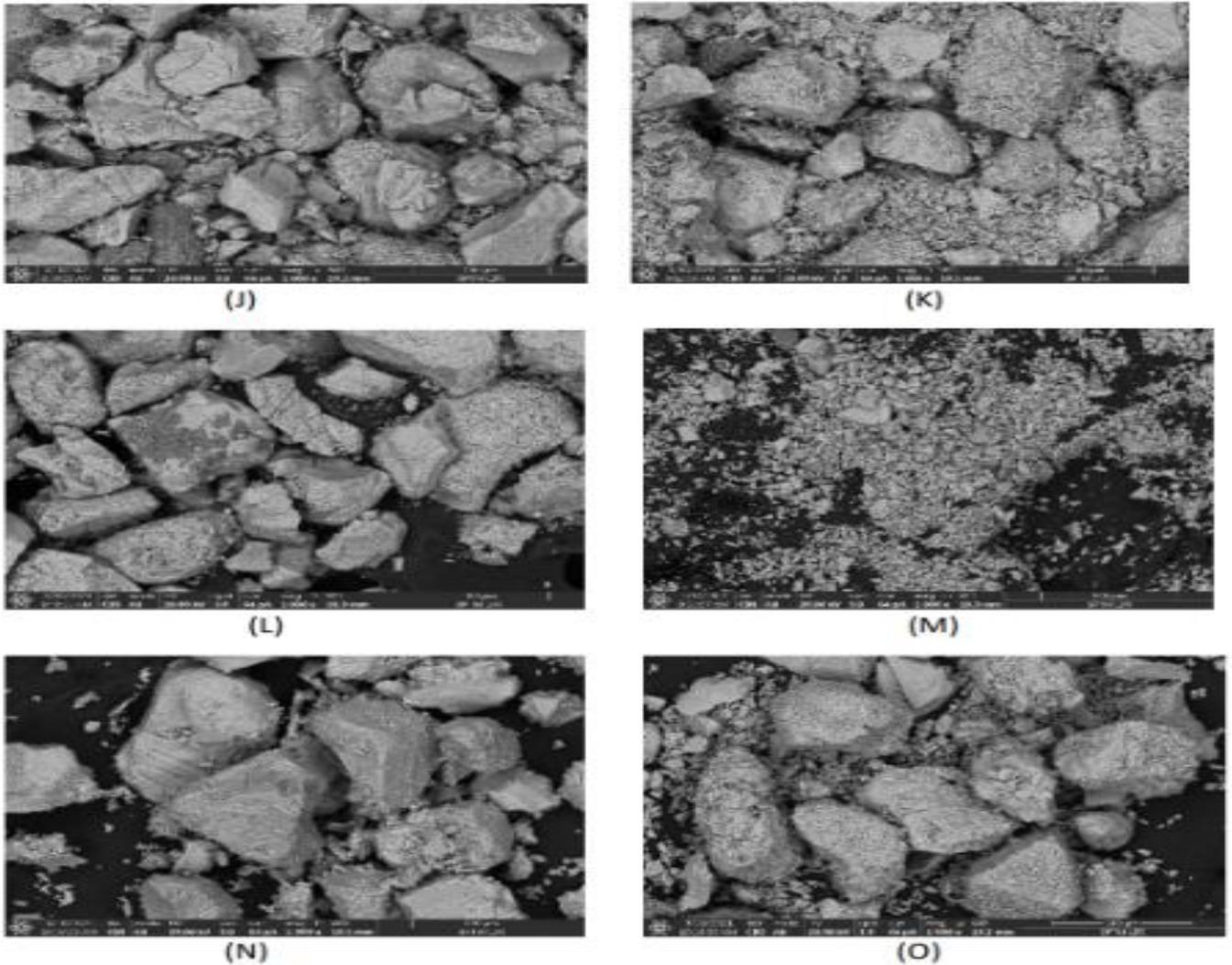
Gambar 2. Spektra FTIR Sampel J (0%) - O (36%)

Tabel 3. Interpretasi Gugus Fungsi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> + Silika

No	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )					
		J (0%)	K (6%)	L (9%)	M (12%)	N (24%)	O (36%)
1	H - Si	1981	-	-	-	-	-
2	Si - O - Si	1033	1062	1050	1054	1042	1043
3	Si - O - Si	724	720	719	718	720	719
4	Fe - O	554	564	564	563	562	565

**Hasil Karakterisasi SEM**

Hasil SEM berupa gambar morfologi dari sampel dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Morfologi Sampel J (0%) - O (36%)

Tabel 4. Ukuran Partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> enkapsulasi Silika

Nama Sampel	Rentang Ukuran Partikel (nm)
J (0%)	30 - 88
K (6%)	29 - 88
L (9%)	31 - 83
M (12%)	10 - 50
N (24%)	30 - 102
O (36%)	30 - 91

## Pembahasan

Pada gambar 1, **10** adalah gambar yang memperlihatkan pola difraksi yang didominasi oleh magnetit. Berdasarkan hasil analisis MACTH, pola difraksi dari seluruh sampel menunjukkan struktur kristal kubik yang merupakan ciri khas struktur kristal dari magnetit yaitu stuktur kubik spinel *inverse* (terbalik) [17]. Pola difraksi pada gambar 1 yang bersimbol persegi panjang merupakan indeks miller (indeks bidang) material magnetit sesuai dengan JPDS nomor 19-2659 antara lain (1 1 1), (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (4 2 2), (5 1 1) dan (4 4 0).

Sampel J (0%) dan O (36%) menunjukkan adanya puncak dengan indeks miller (3 1 0) dilambangkan dengan simbol bintang yang merupakan indeks miller dari material silika sesuai dengan JPDS 45-0131, keberadaan indeks miller silika pada sampel J (0%) dan O (36%) membuktikan analisis MATCH yang menunjukkan adanya rasio fasa silika pada hasil karakterisasi XRD. Hal itu sesuai dengan kandungan pasir besi yang salah satunya merupakan silika ( $\text{SiO}_2$ ), dapat dikatakan fasa tersebut tersisa didalam residu yang digunakan dalam tahap pemurnian (pencampuran dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$ ).

Puncak (1 0 4) atau simbol lingkaran pada gambar 1 yang ditemui pada seluruh sampel yang merupakan indeks miller hematit sesuai dengan JPDS 33-0664. Indeks miller material hematit muncul diindikasikan karena penggunaan residu pada proses pemurnian dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Magnetit yang belum dienkapsulasi yakni sampel J (0%) tidak muncul indeks miller (5 3 3) karena susunan atom pada indeks miller (5 3 3) di sampel J (0%) belum teratur. Namun ketika dienkapsulasi dengan silika, indeks miller (5 3 3) muncul. Silika mempengaruhi susunan atom pada puncak difraksi sampel K (6%) -O (36%) sehingga susunan atomnya lebih teratur dibanding sampel J (0%) [18].

Indeks miller (3 1 1) ditemui disemua sampel dan merupakan puncak yang memiliki intensitas tertinggi. Puncak (3 1 1) adalah ciri khas dari material magnetit sesuai JPDS no 19-2659. Nilai rasio fasa magnetit paling tinggi adalah 87,5% pada sampel M (12%) sedangkan, nilai rasio fasa hematit cenderung turun setelah dienkapsulasi dengan silika. Sampel J (0%) memiliki rasio fasa sebesar 34,8% lalu, turun menjadi 18,1 % pada sampel K (6%).

Sampel L (9%) menunjukkan nilai rasio fasa hematit sebesar 21,2 %. kemudian, turun menjadi 12,5% ketika sampel dienkapsulasi silika dengan konsentrasi 12% (M). sampel N

(24%) memiliki nilai rasio fasa 27,4% dan turun menjadi 6,5% saat sampel dienkapsulasi dengan konsentrasi silika 36% (O). Kecendrungan itu terjadi akibat sampel yang dienkapsulasi silika mengalami penghambatan terhadap Pertumbuhan hematit.

Berdasarkan perhitungan aplikasi MATCH rasio fasa silika ditemui pada sampel J (0%) hal ini diindikasikan berasal dari pasir besi yang salah satu kandungan materialnya adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ) dengan nilai fasa sebesar 15,6%. Fasa tersebut tidak muncul pada sampel K (6%) - N (24%). Namun, muncul lagi pada sampel O (36%) yang diindikasikan karena susunan atom silika yang berasal dari kandungan dari pasir besi pada sampel J (0%) dan O (36%) lebih teratur dibandingkan sampel K (6%) -N (24%) sehingga memungkinkan tidak munculnya fasa silika pada sampel K (6%) - N (24%).

Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (1) dan hasilnya dapat dilihat pada tabel 2. Tabel 2 menunjukkan ukuran kristal sampel setelah dienkapsulasi dengan silika (K (6%), L (9%), N (24%) dan O (36%)) cenderung meningkat karena adanya bahan enkapsulasi yang terdiri dari silika dan molekul air. Sampel (K (6%), L (9%), N (24%) dan O (36%)) dindikasikan adanya hidrolisis dan reaksi kondensasi sehingga terjadi peningkatan nukleasi yang mempengaruhi dan meningkatkan ukuran kristal. Sedangkan sampel M adanya penurunan ukuran kristal disebabkan oleh hidrolisis dan reaksi kondensasi yang tidak sempurna memungkinkan silika untuk menghambat pertumbuhan kristal [19].

Berdasarkan tabel 2, dapat disimpulkan bahwa nilai  $2\theta$  untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebelum dan sesudah terenkapsulasi dengan silika tidak mengalami perubahan yang signifikan. Hal itu menunjukkan bahwa enkapsulasi tidak mempengaruhi struktur kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , sehingga susunan atom pada sampel tidak mengalami pergeseran/perubahan yang signifikan [19].

Gambar 2 adalah hasil uji FTIR menunjukkan adanya puncak dominan yang disebabkan oleh adanya vibrasi. Melalui hasil FTIR diperoleh interpretasi gugus fungsi yang terdapat pada tabel 3 antara lain gugus fungsi Si-O-Si menunjukkan bahwa silika sudah melapisi material pada semua sampel. Adanya gugus fungsi Si-O-Si pada semua sampel mengindikasikan bahwa sampel berhasil dienkapsulasi dengan silika.

Gugus fungsi Si-O-Si muncul pada seluruh sampel yang diindikasikan *stretching* yang merupakan ciri khas dari silika. Gugus fungsi tersebut muncul pada sampel J(0%), K(6%),

L(9%), M(12%), N(24% dan O (36%) dengan puncak bilangan gelombang secara berturut-turut  $1033\text{ cm}^{-1}$ ,  $1062\text{ cm}^{-1}$ ,  $1050\text{ cm}^{-1}$ ,  $1050\text{ cm}^{-1}$ ,  $1042\text{ cm}^{-1}$  dan  $1043\text{ cm}^{-1}$  [19]. Gugus fungsi Si-O-Si dengan vibrasi *bending* juga muncul pada seluruh sampel (J (0%),K (6%),L (9%),M (12%),N (24%),O (36%)) pada puncak gelombang secara berturut-turut  $720\text{ cm}^{-1}$ ,  $719\text{ cm}^{-1}$ ,  $718\text{ cm}^{-1}$ ,  $720\text{ cm}^{-1}$  dan  $719\text{ cm}^{-1}$  [7] Transmittansi gugus fungsi Si-O-Si sebelum dienkapsulasi silika yakni sampel J (0%) lebih tinggi dibandingkan transmittansi sampel yang terenkapsulasi silika (K (6%), L (9%), M (12%), N (24%) dan O (36%). Hal itu menunjukkan absorbansi inframerah pada sampel setelah dienkapsulasi silika lebih tinggi daripada sebelum dienkapsulasi yang menunjukkan bahwa keberadaan silika setelah dienkapsulasi mengalami peningkatan didalam sampel.

Berdasarkan tabel 3 dan gambar 2 sampel J (0%) yang merupakan sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tanpa enkapsulasi silika memiliki gugus fungsi Si-O-Si pada bilangan gelombang  $1033\text{ cm}^{-1}$  dan H-Si pada bilangan gelombang  $1981\text{ cm}^{-1}$  [19]. Keberadaan gugus fungsi khas silika ini menunjukkan bahwa terdapat kandungan silika pada pasir besi sumber  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hal ini bersesuaian dengan hasil XRD sampel J (0%) yang menunjukkan keberadaan fasa silika sebagai fasa pengotor didalam  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tersebut.

Gugus fungsi Fe - O yang diindikasikan *stretching* dapat ditemui pada semua sampel (J (0%), K(6%), L(9%), M (12%), N (24%) dan O(36%)) secara berturut pada puncak gelombang  $554\text{ cm}^{-1}$ ,  $564\text{ cm}^{-1}$ ,  $564\text{ cm}^{-1}$ ,  $563\text{ cm}^{-1}$ ,  $562\text{ cm}^{-1}$  dan  $565\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan bahwa semua sampel mengandung magnetit [6]. Berdasarkan gambar 2 dapat dilihat bahwa gugus fungsi Fe-O yang merupakan ciri khas dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mengalami penurunan puncak serapan setelah terenkapsulasi dengan silika. Puncak serapan gugus fungsi Fe-O mengalami penurunan transmittansi semakin rendah sehingga absorbansi inframerah terhadap molekul dari magnetit semakin besar. Hal itu berkaitan dengan fasa magnetit yang cenderung meningkat keberadaannya setelah dienkapsulasi dengan silika sesuai dengan hasil XRD.

Gambar 3 menunjukkan morfologi dari sampel magnetit sebelum enkapsulasi (J (0%)) dan sampel magnetit setelah dinkapsulasi silika (K (6%)- O (36%)). Hasil uji SEM menunjukkan magnetit sebelum dienkapsulasi (J (0%)) mengalami penggumpalan, dimana partikelnya saling berimpit dan menempel satu sama lain. Kemudian penggumpalan tersebut mulai

berkurang setelah dienkapsulasi dengan silika dimana jarak antar butir mulai terlihat.

Dengan menggunakan perangkat lunak *Image J*, ukuran partikel hasil karakterisasi SEM dapat diketahui dengan mengukur butir demi butir. Tabel 4 menunjukkan rentang ukuran partikel magnetit hasil uji SEM dengan perbesaran 1000x. Semua sampel memiliki ukuran partikel dengan rentang nilai rata-rata 30-90 nm, sehingga dapat disimpulkan bahwa magnetit tersebut adalah nanopartikel [6]. Berdasarkan tabel 4 dapat dilihat bahwa butir-butir magnetit pada sampel M (12%) lebih kecil dibanding sampel lainnya ((J (0%), K (6%), L (9%), N (24%) dan O (36%)) dengan rentang nilai ukuran partikel adalah 10-50 nm. Hal itu sesuai dengan hasil karakterisasi XRD yang menunjukkan bahwa ukuran kristal pada sampel M (12%) adalah paling kecil diantara seluruh sampel. Dari hasil SEM dapat dilihat morfologi butiran-butiran morfologi dari magnetit tersebut berbentuk seragam.

## KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Ukuran kristal cenderung meningkat ketika magnetit dienkapsulasi silika (K (6%), L (9%), N (24%) dan (36%)) karena kondensasi dan hidrolisis pada bahan enkapsulasi terjadi secara sempurna sehingga ukuran kristal meningkat. Sedangkan pada sampel M (12%) terjadi penurunan ukuran kristal karena hidrolisis dan kondensasi pada sampel tersebut tidak terjadi secara sempurna. Struktur kristal pada sampel sebelum dan setelah terenkapsulasi silika tidak berubah.
2. Transmittansi dari gugus fungsi khas magnetit (Fe-O) dan gugus fungsi khas silika (Si-O-Si) cenderung mengalami penurunan setelah dilakukan enkapsulasi dengan silika yang menyebabkan absorbansi inframerah terhadap molekul semakin tinggi sehingga keberadaan magnetit dan silika semakin tinggi didalam sampel yang terenkapsulasi silika.
3. Pengaruh variasi konsentrasi silika terhadap hasil karakterisasi SEM adalah berkurangnya penggumpalan, partikel yang berimpit dan menempel pada sampel beriring dengan bertambahnya konsentrasi silika dengan ukuran partikel paling kecil terdapat pada sampel M (12%) yakni rentang 10-50 nm.
4. Residu larutan ekstrak pasir besi dengan HCl berhasil membentuk nanomagnetit dengan

rentang ukuran partikel rata-rata dibawah 100 nm.

Sebaiknya dilakukan uji VSM dan uji UV-Vis untuk mengetahui sifat magnetik sampel yang berasal dari ekstrak pasir besi Sungai Batanghari yang telah dienkapsulasi dengan silika untuk mengetahui sifat kemagnetannya dan mengetahui sifat optik dari sampel magnetit dan magnetit yang dienkapsulasi dengan bahan silika.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Bilalodin and M. Effendi, "Analisis Kandungan Senyawa Kimia dan Uji Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Ambal", *Jurnal Fisika Indonesia*, vol. 17, no. 50, pp. 29-31, 2013.
- [2] Afdal and L. Niarti, "Karakterisasi Sifat Magnet dan Kandungan Mineral Pasir Besi Sungai Batang Kuranji Padang Sumatera Barat", *Jurnal Ilmu Fisika*, vol. 5, no. 1, pp. 24-30, 2013.
- [3] M. Heriansyah dan E. Suharyadi, "Kajian Sifat Dielektrik Pada Nanopartikel Magnetite ( $Fe_3O_4$ ) yang Dienkapsulasi Polimer Polyethylene Glycol (PEG-4000)", *Spektra: Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, vol. 13, no. 3, pp. 50-55, 2015.
- [4] F.I.P. Sari, "Sintesis, Karakterisasi Nanopartikel Magnetit, Mg/Al  $NO_3$  Hidrotalsit dan Komposit Magnetit-Hidrotalsit", *Jurnal Kimia VALENSI: Jurnal Penelitian dan Pengembangan Ilmu Kimia*, vol. 3, no. 1, pp. 44-49, 2017.
- [5] I, Safitri, "Pengaruh Variasi Suhu Sintering Terhadap Struktur dan Sifat Optik Nanopartikel  $Fe_3O_4$  Pasir Besi Sungai Batanghari", *Skripsi*, Universitas Jambi, 2019.
- [6] O. Elsafitri, M.Z. Nasri dan F. Deswardani "Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel  $Fe_3O_4$  (Magnetite) Dari Pasir Besi Sungai Batanghari Jambi Yang Dienkapsulasi Dengan Polyethylene Glycol (PEG-000)", *Jurnal Pendidikan Fisika Tadulako Online (JPFT)*, vol. 8, no.3, pp. 97-103, 2020.
- [7] S. Taib dan E. Suharyadi, "Sintesis Nanopartikel Magnetite  $Fe_3O_4$  dengan template Silika ( $SiO_2$ ) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya", *Indonesian journal of physics*, vol. 5, no 1, pp.23-30, 2015.
- [8] R. M. Cornell and U. Schwertman, *The Iron Oxide: Structures, Properties, Reactions, Occurrences, and Use, Second Edition*, Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA, 2003.
- [9] S, Merdekani, "Sintesis Partikel Nanokomposit  $Fe_3O_4/SiO_2$  dengan Metode Kopresipitasi", *Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi Nuklir*, pp. 472-477, 2013.
- [10] S.D. Rosanti dan D. Puryanti, "Pengaruh Temperature Terhadap Ukuran Partikel  $Fe_3O_4$  dengan Template PEG-2000 Menggunakan Metode Kopresipitasi", *Jurnal Ilmu Fisika*, vol. 7, no 1, pp.39-44, 2015.
- [11] S. Dewi dan R. Dwi. 2015, "Pengaruh Temperature Terhadap Ukuran Partikel  $Fe_3O_4$  Dengan Template PEG-2000 Menggunakan Metode Kopresipitasi", *Jurnal fisika MIPA*, vol. 3, no. 1, pp.39-44, 2015.
- [12] S.W. Nengsi, A. Budiman dan D. Puryanti, "Karakterisasi Struktur Kristal dan Sifat Magnetik Maghemite ( $\gamma-Fe_2O_3$ ) yang Dioksida dari Magnetit ( $Fe_3O_4$ ) yang Disintesis dari Pasir Besi Batang Sukam Kabupaten Sijunjung Sumatera Barat Dengan Variasi Waktu Oksidasi", *Jurnal Fisika Unand*, vol. 5, no. 3, pp. 248-251, 2016.
- [13] P. Yuli, Ramli dan Ratnawulan, "Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Kristal Magnetit  $Fe_3O_4$  Berbahan Dasar Mineral Vulkanik Dari Gunung Talang Sumatera Barat", *Pillar of Physics*, vol. 10, pp. 102-108, 2017.
- [14] Sulistyani, M, "Spektroskopi Fourier Transform Infrared dengan Metode Reflektansi (ATR-FTIR) pada Optimasi Pengukuran Spektrum Vibrasi Vitamin C", *Laboratorium Kimia FMIPA UNNES*, vol. 1, no. 2, pp. 195-198, 2018.
- [15] K.S. Firdausi, Sirojudin dan C. Anam, "Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji, Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR", *Berkala Fisika*, vol. 10, no. 1, pp. 79-85, 2012.
- [16] L. Reimer, *Scanning Electron Microscopy, Second Edition*, Springer-Verlag, 1998.
- [17] A. Le Bail, *The Profile of a Bragg Reflection for Extracting Intensities*, Cambridge: RSC Publishing, 2008.
- [18] D. S Mathew and R. Shin-Juang, "An Overview of The Structure an Magnetism of Spinel Ferrite Nanoparticles and Their Synthesis in Microemulsions", *Chemical Engineering Journal*, vol. 1-3, pp. 51 - 65, 2007.
- [19] L.O. Rusman, E. Suharyadi. T. Kato, dan S. Iwata, "Crystal Structure and Magnetic Properties of Silica - Encapsulated  $CoZnFe_2O_4$  magnetic nanoparticles", *Journal of Magnetism*, vol. 24, no.1, pp.149-154, 2019.

