

# Pengaruh Konsentrasi Larutan $\text{FeCl}_3$ , $\text{FeCl}_2$ Pada Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Berbahan Dasar Pasir Besi Muara Sungai Batang Gumanti Kab. Solok

Citra<sup>1</sup>, Syamsi Aini<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Kimia, Universitas Negeri Padang  
e-mail: [citra9871@gmail.com](mailto:citra9871@gmail.com)

## Abstrak

Kecamatan Lembah Gumanti Kabupaten Solok menjadi salah satu daerah di Sumatera Barat yang kaya dengan mineral bijih besi. Karakteristik bijih besi di daerah tersebut dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Variasi volume larutan  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$  dalam mensintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui dan menganalisis pengaruh volume larutan  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$  terhadap struktur kristal dan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Metode yang digunakan yaitu kopresipitasi dengan pelarutan menggunakan HCl 6 M dan pengendapan menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$  6,5 M. Uji kekuatan medan magnet dengan teslameter didapatkan kristal optimum pada variasi volume  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$  0,43M yaitu 0,08mT. Uji karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang didapatkan dan XRD untuk menentukan fasa dan ukuran kristal sampel. Dari uji FTIR didapatkan gugus O-H, COO<sup>-</sup> COH dan  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Berdasarkan uji XRD dipersamaan Scherrer-Debay, didapatkan ukuran kristal optimum pada konsentrasi 0,43M yaitu 4,28 nm. Hasil nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang optimum ini dapat digunakan sebagai agen pencerah pada MRI karena memiliki ukuran kristal dibawah 20 nm.

**Kata kunci:** Pasir Besi, Kopresipitasi, Nanopartikel Magnetit,  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$

## Abstract

Lembah Gumanti, Kabupaten Solok, is one of the areas in West Sumatra that is rich in iron ore minerals. The characteristics of iron in this area can be used as raw material in the synthesis of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles. Variations in the volume of the  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$  solution in synthesizing  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles in this study aim to determine and analyze the effect of the volume of the  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$  solution on the crystal structure and particle size of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . The method used is coprecipitation by dissolving using 6M HCl and deposition using 6.5 M  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Testing the magnetic field strength with Teslameter showed that optimum crystals were obtained at varying volumes of  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$  0.43M, namely 0.08mT. Characterization tests were carried out using FTIR to determine the functional groups obtained and XRD to determine the phase and crystal size of the sample. From the FTIR test, O-H, COO-COH and  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  groups were obtained.

Based on XRD test using the Scherrer-Debye equation, the optimum crystal size was obtained at a concentration of 0.43M, namely 4.28 nm. The optimum  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticle results can be used as a brightening agent in MRI because they have a crystal size below 20 nm.

**Keywords :** *Iron sand, Coprecipitation, Magnetite Nanoparticles,  $\text{FeCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$*

## PENDAHULUAN

Indonesia mempunyai sumber daya alam yang melimpah Pada tahun 2013 tercatat bahwa produksi pasir besi di Indonesia mampu menyentuh angka 19.000.000 ton (Hilman, 2014). Pulau Sumatera khususnya daerah di Sumatera Barat yang memiliki pasir besi melimpah diantaranya Pasaman, Pariaman, Solok, Pesisir Selatan, dan Sijunjung (Aini.S, 2020). Pasir besi adalah pasir yang mengandung kandungan besi (Fe), kandungan tersebut banyak teroksidasi membentuk besi oksida seperti magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (Yulianto, 2010). Pasir besi banyak ditemukan di daerah muara sungai karena pasir besi terbentuk dari pencucian batuan vulkanik oleh hujan, dibawa air sungai hingga oksida besi dan silika yang tidak larut dengan air akan menumpuk di daerah muara sungai. (Refles, 2012). Pasir besi memiliki susceptibilitas (kerentanan/kepekaan) terhadap magnet yang cukup tinggi, karena didominasi oleh mineral magnetit yang berwarna hitam (Rizki, 2018).

Kandungan magnetit yang tinggi pada pasir besi berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan industri (Aini, 2021). Untuk meningkatkan nilai jual pasir besi tersebut dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), zat warna, katalis, dan absorben (Wahyuni & Aini, 2021). Beberapa metode yang digunakan untuk sintesis nanopartikel magnetit yaitu hidrotermal (Sari dkk., 2019), elektrokimia (Pratama & Izzati, 2017) dan kopresipitasi (Nengsih, 2019). Metode kopresipitasi sendiri adalah metode yang menjanjikan karena metode ini menggunakan waktu yang singkat dan suhu yang relatif lebih rendah dan dengan peralatan yang sederhana (Susilo dkk, 2016). Telah dilakukan penelitian tentang sintesis nanopartikel magnetit oleh Mairoza dan Astuti (2016). Menggunakan batuan besi Surian Sumatera Barat, Kabupaten Solok dengan variasi penambahan larutan. Didapatkan intensitas tertinggi pada posisi 2 theta di sudut 35,7538 dengan nilai FWHM 0,307, dan ukuran kristalnya 27,2 nm. Siska (2022) juga telah menggunakan biji besi di daerah Nagari Aie Dingin Kabupaten Solok untuk disintesis menjadi nanopartikel magnetit dengan penambahan asam laurat mendapatkan hasil kondisi optimum penambahan asam laurat berada pada massa 2,5 gram dengan diameter kristal yang di peroleh 18.1 nm. Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk mensintesis nanopartikel magnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) berbahan dasar pasir besi Muara Sungai Batang Gumanti Kab. Solok dengan metode kopresipitasi. Selanjutnya nanopartikel magnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang ada di permukaan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk menentukan struktur kristal nanopartikel

$Fe_3O_4$ . Teknik ini dapat mengidentifikasi fase kristalin dari  $Fe_3O_4$  dengan menganalisis pola difraksi sinar-X yang dihasilkan.

## **METODE**

### *Alat dan Bahan*

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah batang magnet, cawan penguap, ayakan, neraca analitik, cawan crucible, magnetic stirrer, oven, desikator, spinbar, instrumen FTIR dan XRD. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir besi, HCl 12 M, HCl 6M,  $NH_4OH$  6,5M, aquades.

### *Prosedur Kerja*

#### 1. Persiapan Bahan Baku

Pasir besi yang telah diambil dari tepian Sungai Batang Gumanti masih tercampur dengan pasir tepian sungai sehingga diperlukan pemisahan pasir batuan dan pasir besi menggunakan magnet. Sebelum dilakukan pemisahan menggunakan magnet, pasir terlebih dahulu dijemur dan dikeringkan. Dilakukan penggilingan jika terdapat bongkahan pada pasir besi. Serbuk pasir besi yang telah dipisahkan kemudian dilakukan pencucian untuk membersihkan pasir besi dari partikel lainnya yg masih tertinggal. Serbuk bijih besi dikeringkan dengan oven pada temperatur  $110^{\circ}C$  sampai massa dari pasir besi tersebut konstan. Fungsi dari pengovenan adalah supaya kadar air di serbuk bijih besi hilang. Serbuk besi di homogenkan menggunakan ayakan (Karbeka dkk.,2020).

#### 2. Sintesis Nanopartikel Magnetit ( $Fe_3O_4$ )

Sintesis nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) dilakukan dengan cara 8 gram Pasir Besi dilarutkan didalam 100 ml HCl 6M dalam erlenmeyer tertutup, diamkan 24 jam. Masing-masing larutan diambil sebanyak 15ml, 25ml dan 35 ml diteteskan ke larutan  $NH_4OH$  6,5M sebanyak 20 ml. Larutan di diamkan selama 30 menit dalam keadaan tertutup, kemudian endapan yang terbentuk disaring. Endapan yang telah disaring, di panaskan di oven pada suhu  $120^{\circ}C$  kemudian hasilnya ditimbang.

#### 3. Karakterisasi Nanopartikel Magnetit

Karakterisasi nanopartikel magnetit dilakukan dengan uji XRD untuk menentukan struktur kristal nanopartikel  $Fe_3O_4$ . Teknik ini dapat mengidentifikasi fase kristalin dari  $Fe_3O_4$  dengan menganalisis pola difraksi sinar-X yang dihasilkan. dan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang ada di permukaan nanopartikel  $Fe_3O_4$ .

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

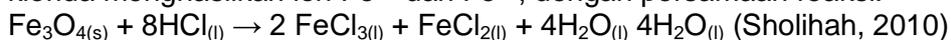
### 1. Sintesis Nanopartikel Magnetit

Sintesis nanopartikel magnetit pada penelitian ini dimulai dari penghalusan bongkahan bijih besi menjadi serbuk bijih besi.

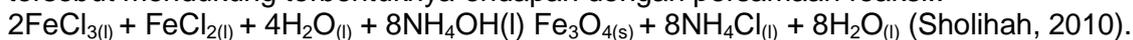


**Gambar 1. Serbuk Bijih Besi**

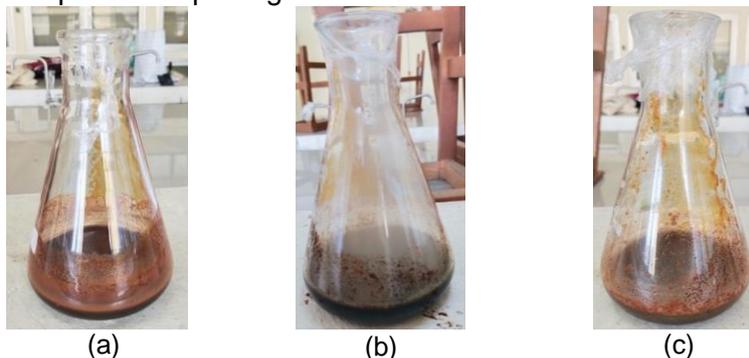
Tahap pembuatan sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan dengan cara presipitasi yaitu pelarutan bijih besi dengan  $\text{HCl}$  6 M selama 24 jam. Pelarutan bijih besi menggunakan  $\text{HCl}$  pekat bertujuan agar kandungan logam besi dalam bijih besi bereaksi cepat dengan asam klorida menghasilkan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Fe}^{2+}$ , dengan persamaan reaksi:



masing masing larutan diambil sebanyak 15 mL, 25 mL dan 30 mL. Untuk menghasilkan presipitasi, ditambahkan larutan pengendap dengan menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$  6,5 M yang akan memberikan suasana basa dalam larutan. Keadaan basa tersebut mendukung terbentuknya endapan dengan persamaan reaksi:



Produk samping yang dihasilkan dari pengendapan dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dapat dihilangkan dengan jalan pemanasan. Hasil proses pengendapan menghasilkan endapan berwarna hitam dapat dilihat pada gambar berikut



**Gambar 2.** Pelarutan bijih besi dengan  $\text{HCl}$  menghasilkan filtrat ( $\text{FeCl}_3$  dan  $\text{FeCl}_2$ ) pada masing masing volume (a) 0,18M, (b) 0,31M dan (c) 0,43M

Endapan yang dihasilkan, disaring dan dipanaskan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan produk samping dari hasil pengendapan dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk mendapatkan oksida besi magnetit. Oksida besi magnetit dapat dilihat pada gambar berikut



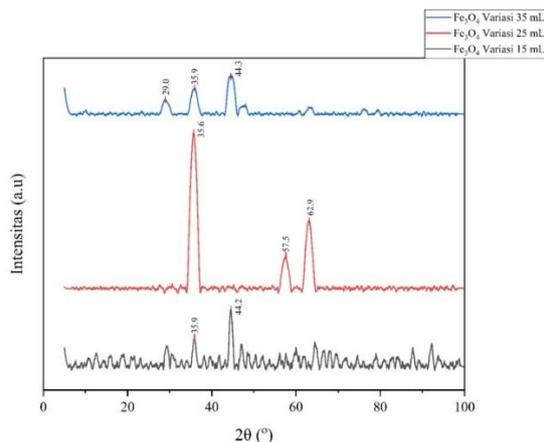
**Gambar 3. Nanopartikel Oksida Besi  $Fe_3O_4$**

Pada pengujian tes uji kemagnetan didapatkan hasil mulai dari 0,18M, 0,31M dan 0,43M berturut-turut 0,05, 0,05 dan 0,08 mT. Sehingga dari hasil uji ini diketahui bahwa larutan  $FeCl_3$ ,  $FeCl_2$  yang paling optimal pada variasi 0,83M.

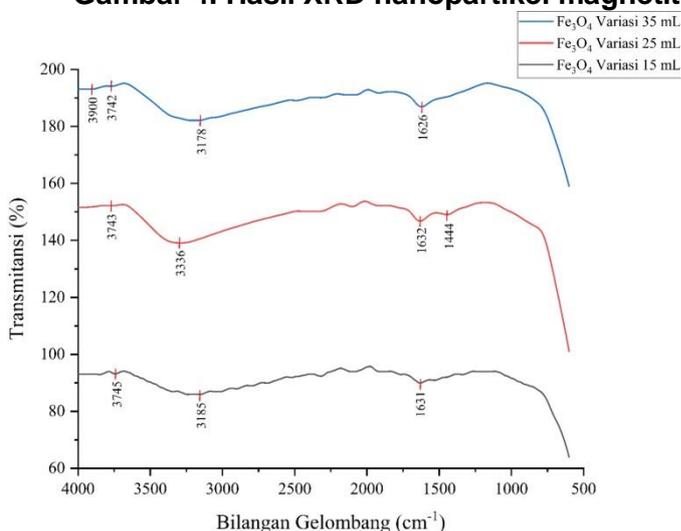
## 2. Karakterisasi XRD dan FTIR Nanopartikel Oksida Besi $Fe_3O_4$

Berdasarkan hasil analisis menggunakan Originlab 2018, puncak tertinggi  $Fe_3O_4$  variasi penambahan 0,18M  $FeCl_2$  dan  $FeCl_3$  dalam  $Fe_3O_4$  adalah pada  $44,2^\circ$ . Puncak tertinggi  $Fe_3O_4$  variasi penambahan 0,31M  $FeCl_2$  dan  $FeCl_3$  dalam  $Fe_3O_4$  adalah pada  $35,6^\circ$ . Puncak tertinggi  $Fe_3O_4$  variasi penambahan 0,83M  $FeCl_2$  dan  $FeCl_3$  dalam  $Fe_3O_4$  adalah pada  $44,3^\circ$ . Keberadaan puncak dominan menunjukkan bahwa sampel memiliki fase  $Fe_3O_4$  yang signifikan.

Diameter kristalit  $Fe_3O_4$  variasi konsentrasi  $FeCl_2$  dan  $FeCl_3$ , yang dihasilkan melalui analisis dan perhitungan menggunakan persamaan Scherrer berturut-turut adalah sebesar 4,22; 3,92; 4,28 nm yang menunjukkan ukuran domain kristalin dalam sampel. Pada material nano, ukuran kristalit yang kecil seperti ini menunjukkan bahwa  $Fe_3O_4$  memiliki partikel nano yang dapat memberikan sifat unik seperti peningkatan reaktivitas permukaan dan kemampuan untuk berinteraksi dengan biomolekul. Diameter kristalit ini dihitung menggunakan persamaan Scherrer yang mempertimbangkan lebar puncak pada setengah tinggi maksimum (FWHM) dari puncak difraksi. Lebar Puncak (FWHM) pada setengah tinggi maksimum memberikan informasi tentang strain dalam kristal dan ukuran kristalit. Semakin sempit puncak, maka semakin besar ukuran kristalinitnya. Hasil perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer menunjukkan ukuran kristal pada konsentrasi 0,60M lebih besar dibandingkan ukuran kristal konsentrasi 0,26M dan 0,43M larutan  $FeCl_2$ ,  $FeCl_3$ .



Gambar 4. Hasil XRD nanopartikel magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



Gambar 5. Hasil FTIR nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Analisis gugus fungsi FTIR dilakukan pada sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Karakterisasi dilakukan dengan analisis terhadap spektra IR untuk mengetahui gugus fungsional dari produk yang dianalisis sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa yang dimaksud merupakan senyawa yang diharapkan. Keberadaan gugus yang dihasilkan dapat dilihat melalui puncak spektra IR. Interpretasi pita serapan IR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dilihat pada table 1

**Tabel 1. Interpretasi Pita Serapan IR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**

Interpretasi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		
	0,18M	0,31M	0,43M
O-H stretching	3745	3743	3900
	3185	3336	3742
			3178
COO <sup>-</sup>	1631	1632	1626
C-OH bending	-	1444	-
γ-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	804	-

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR yang telah dilakukan, semua sampel menunjukkan adanya puncak di sekitar 3700-3900 cm<sup>-1</sup> dan 3100-3300 cm<sup>-1</sup>, yang menandakan kehadiran gugus hidroksil O-H dan air yang teradsorpsi di permukaan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Semua sampel menunjukkan pola serupa dalam kehadiran gugus hidroksil dan air yang teradsorpsi. Hal ini menunjukkan bahwa struktur dasar Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terbentuk dengan baik di ketiga sampel, meskipun dilakukan beberapa variasi. Perbedaan volume larutan FeCl<sub>2</sub> dan FeCl<sub>3</sub> mempengaruhi intensitas dan kehadiran puncak-puncak yang dihasilkan, hal ini menunjukkan bahwa variasi yang dilakukan dapat mempengaruhi komposisi sampel.

## SIMPULAN

Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dengan metode kopresipitasi dilakukan dengan dua cara yaitu pelarutan dan pengendapan. Tahap pelarutan yaitu sampel dilarutkan dalam HCl 6M menghasilkan larutan Feri Klorida dan Fero Klorida (FeCl<sub>3</sub>, FeCl<sub>2</sub>) yang ditandai dengan larutan berwarna kuning kecoklatan.; Kemudian larutan tersebut diendapkan dengan NH<sub>4</sub>OH 6,5M mendapatkan endapan magnetit. Penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan volume larutan FeCl<sub>3</sub> + FeCl<sub>2</sub> untuk mendapatkan kualitas pasir besi paling bagus. Kekuatan magnet yang berbeda yaitu didapatkan hasil paling tinggi 0,08mT untuk sampel dengan konsentrasi tertinggi 0,43M. Pada uji FTIR didapatkan senyawa yang berada di hasil tersebut adalah senyawa yang diharapkan tetapi untuk sampel 0,31M didapatkan pula Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hal ini dikarenakan sampel teroksidasi sehingga membentuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pada tes XRD dapat dilihat bahwa perbedaan volume larutan FeCl<sub>2</sub>, FeCl<sub>3</sub> mempengaruhi ukuran partikel yang terbentuk yaitu paling tinggi 4.8nm pada sampel dengan konsentrasi 0,43M.

Semakin besar konsentrasi larutan FeCl<sub>2</sub>, FeCl<sub>3</sub> yang dipakai maka ukuran kristal Nanopartikel magnetit yang terbentuk semakin besar pula begitupun dengan kekuatan magnetnya beserta banyak produk yang dihasilkan.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Bapak/Ibu beserta Staf Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang Atas Bimbingan Dan Masukannya.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ary, D., Jacobs, L.C. & Razavieh, A. 1976. *Pengantar Penelitian Pendidikan*. Terjemahan oleh Arief Furchan. 1982. Surabaya: Usaha nasional
- Arikunto, S. 1998. *Prosedur Penelitian*. Jakarta: Rinneka Cipta
- Jawa Pos. 22 April 2008. *Wanita Kelas Bawah Lebih Mandiri*, hlm. 3
- Kansil, C.L. 2002. Orientasi Baru Penyelenggaraan Pendidikan Program Profesional dalam Memenuhi Kebutuhan Dunia Industri. *Transpor*, XX(4): 54-5 (4): 57-61
- Karimzadeh, I., Aghazadeh, M., Davoudi, T., Ganjali, M. R., and Koliva, P. H. (2017). *Superparamagnetic iron oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanoparticles coated with PEG/PEI for biomedical applications: A facile and scalable preparation route based on the cathodic electrochemical deposition method*. *Adv. Phys. Chem*, 9437487.
- Kumaidi. 2005. Pengukuran Bekal Awal Belajar dan Pengembangan Tesnya. *Jurnal Ilmu Pendidikan*. Jilid 5, No. 4,
- Kuntoro, T. 2006. *Pengembangan Kurikulum Pelatihan Magang di STM Nasional Semarang: Suatu Studi Berdasarkan Dunia Usaha*. Tesis tidak diterbitkan. Semarang: PPS UNNES
- Kurniawan, R. A., Astuti, & Muldrisnur. (2017). *Pengaruh penambahan asam laurat terhadap sifat fisis nanopartikel magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>*.
- Merdekani, S. (2013). Sintesis Partikel Nanokomposit Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> dengan Metode Kompresipitasi. *Pemanfaatan Sains Dalam Bidang Nuklir dan Pemanfaatan MIPA Dalam Bidang Kesehatan, Lingkungan Dan Industri Untuk Pembangunan Berkelanjutan*. 472-477.
- Pitunov, B. 13 Desember 2007. Sekolah Unggulan Ataukah Sekolah Pengunggulan ? *Majalah Pos*, hlm. 4 & 11
- Waseso, M.G. 2001. *Isi dan Format Jurnal Ilmiah*. Makalah disajikan dalam Seminar Lokakarya Penulisan artikel dan Pengelolaan jurnal Ilmiah, Universitas Lambungmangkurat, 9-11 Agustus