

TEKNOLOGI PEMBUATAN MAGNETITE NANOPARTIKEL DENGAN METODE SOL-GEL UNTUK LAPISAN AKTIF SENSOR GAS

Slamet Widodo

Pusat Riset Telekomunikasi (PR-Tel), Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN)

korespondensi: slametwido50@gmail.com

ABSTRACT

In this paper is described synthesis hematite nano particles (smaller 100 nm) have been successfully synthesized by Sol-Gel method by using Ferric nitrate ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) and Ethylene glycol ($C_2H_6O_2$) as precursors indifferent annealing temperatures, namely: 200, 300 and 400 °C. The obtained nano particles have been characterized by X-Ray diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), X-ray energy dispersive spectrometer (EDS) and Particle Size Analyzer. XRD measurements indicate that the obtained nano particles are single phase and the particle size increased by increasing the temperature. By getting the nano-size particles of about 60 nm Magnetite is showing as active layers in gas sensors become more sensitive.

Keywords: Sol-Gel method, Magnetite, nanoparticles, active layer, gas sensor devices

ABSTRAK

Dalam artikel ini digambarkan hematite nano partikel (lebih kecil dari 100 nm) telah berhasil disintesis dengan metode Sol-Gel dengan menggunakan Ferri nitrat ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) dan Ethylene glycol ($C_2H_6O_2$) sebagai prekursor pada temperature anil yang berbeda yaitu pada 200, 300 dan 400 °C. Nanopartikel magnetite yang diperoleh telah ditandai dengan alat X-Ray difraksi (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), energi X-ray spectrometer dispersif (EDS) dan alat Partikel Analyzer. Pengukuran XRD menunjukkan bahwa nano partikel yang diperoleh adalah fase tunggal dan ukuran partikel meningkat dengan meningkatnya suhu. Dengan mendapatkan ukuran nanopartikel Magnetite sekitar 60 nm ini menunjukkan Magnetite sebagai lapisan aktif pada sensor gas menjadi lebih sensitif.

Kata kunci: Metode Sol-Gel, Magnetite, nano partikel, lapisan aktif, devais sensor gas

PENDAHULUAN

Magnetite (Fe_3O_4) adalah sering disebut magnetic besi oksida dan memiliki struktur spinel kubik terbalik dengan oksigen membentuk FCC menutup kemasan dan kation Fe menempati lokasi tetrahedral interstitial dan situs okta hedral (1). Sintesis nano partikel magnetit telah intensif dikembangkan tidak hanya untuk kepentingan ilmiah mendasar yang besar, tetapi juga untuk banyak aplikasi teknologi dalam biologi, seperti ekstraksi DNA genom (2), kepadatan *ultrahigh* media penyimpanan magnetic (3),

aplikasi medis (seperti pengiriman, pelabelan, pemisahan obat) (4–6). Berbagai metode telah dikembangkan untuk mensintesis magnetit partikel *nanosized* seperti kopresipitasi atau pengendapan, metode Sol-Gel, teknik Emulsi, pengolahan *mechano chemical*, *hidrotermal* dan metode DC *Thermal Arc-Plasma* (7). Di antara metode ini untuk oksida logam, proses sol-gel menawarkan beberapa keunggulan dibandingkan dengan metode lain, termasuk homogenitas yang baik, murah, dan kemurnian tinggi. Baru-baru ini, metode sol-gel telah dikembangkan untuk persiapan nano

partikel magnetit (lebih kecil dari 100 nm) menggunakan precursor metallo-organik (8). Pada artikel ini, nano partikel magnetit berhasil disintesis melalui metode sol-gel dikombinasikan dengan anil dengan biaya yang murah, besi nitrat tidak beracun dan etilena glikol sebagai bahan awal. Magnetite nano partikel diubah menjadi Hematite dengan proses annealing pada suhu 900 °C (9,10) yang berguna untuk lapisan aktif pada sensor gas, magnetite juga berguna untuk menghilangkan zat warna dan digunakan sebagai adsorben yang efektif dalam pengolahan air limbah. Metode ini menggunakan Sol Gel akan didapatkan partikel-partikel nano partikel karena reaksi antar ion-ion atau atom-atomnya, sedang selain Sol Gel seperti Ball Mill akan didapat butiran-butiran mikro partikel karena bukan pengaruh reaksi kimia (energi mekanikal/fisik) (11–14).

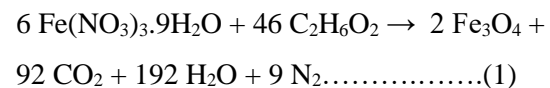
METODE

Bahan

Besi Nitrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dan etilena glikol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) kelas analitis yang digunakan untuk mempersiapkan Magnetite nano partikel dan itu diperoleh dari *Finar chemicals corporation*. Reagen yang digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut.

Sintesis Nano partikel Magnetite

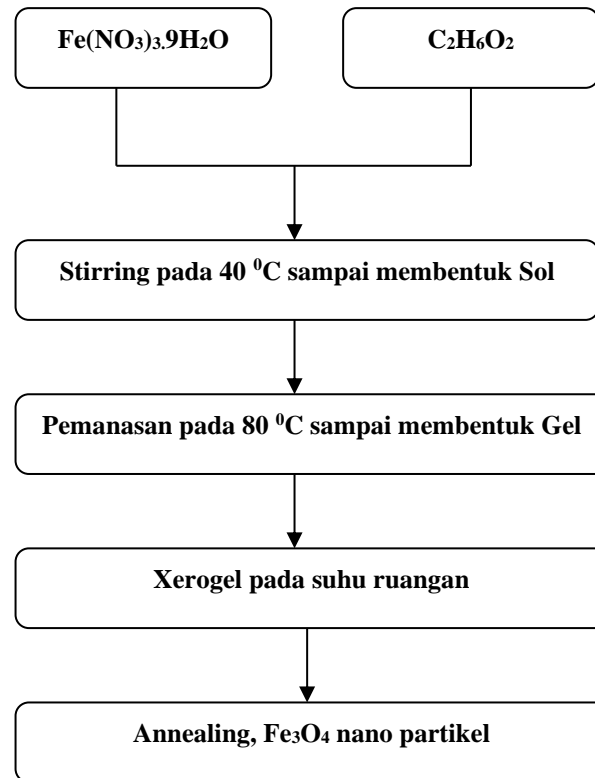
Prosedur mensintesis nano partikel magnetit digambarkan sebagai berikut: Ferri Nitrat dan etilena glikol dilarutkan dalam rasio yang tepat dan diaduk selama 2 jam pada 40°C. Kemudian, sol dipersiapkan dipanaskan untuk 80°C mendapatkan gel coklat. Gel berusia pada suhu kamar selama sekitar 1 jam dan kemudian xerogel itu anil pada 200, 300 dan 400°C di tungku bawah atmosfer udara. Akhirnya, nano partikel magnetit dalam berbagai ukuran disintesis, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Reaksi Sol Gel pembuatan Magnetit ini dihasilkan nano partikel, hasil xerogel nya di anil pada suhu 200 °C, 300 °C dan 400 °C.

Karakterisasi

Magnetite nano partikel yang diperoleh dikarakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD) (XRD, Bruker D8 *Advance*) dengan radiasi Cu K α ($\lambda = 0,15418 \text{ nm}$). Topografi permukaan, dan analisis komposisi nano partikel magnetite diperoleh dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (S-3400) dilengkapi dengan X-ray Energi dispersif Spectrometer (EDS) dan ukuran partikel diperoleh dengan alat partikel Analyzer.



Gambar 1: Skema sintesis Magnetite nano partikel

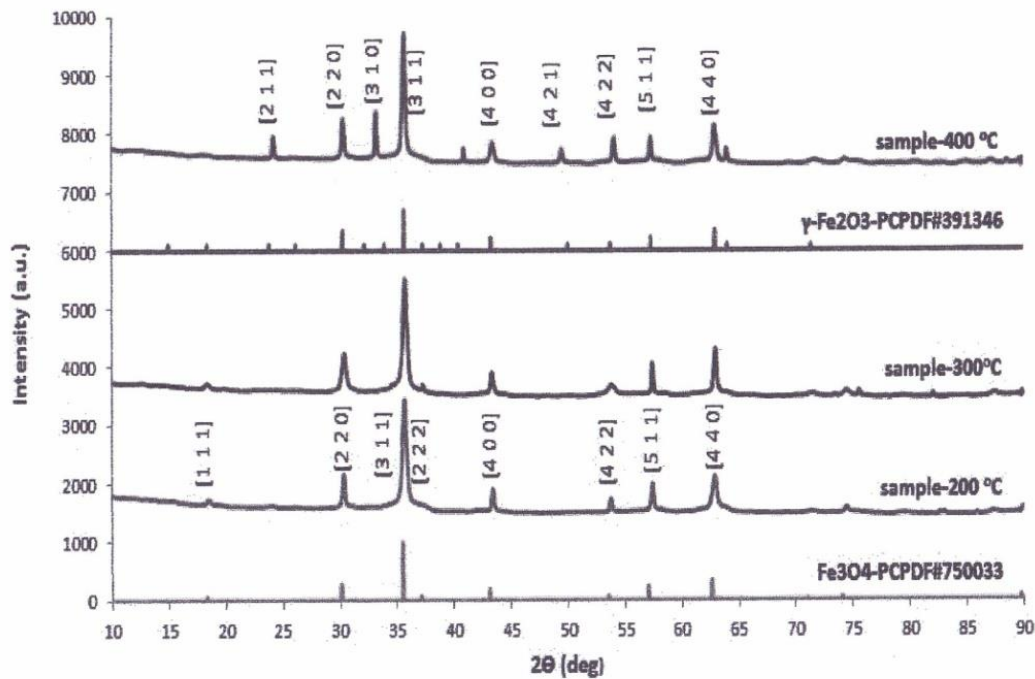
HASIL DAN PEMBAHASAN

XRD

Puncak difraksi pada $2\theta = 30^\circ, 35^\circ, 43^\circ, 57^\circ$ dan 62° ditunjukkan pada bidang (2 2 0), (3 1 1), (4 0 0), (5 1 1) dan (4 4 0) dari Fe_3O_4 (PCPDF # 750033) pada suhu 200°C dan 300°C . Sedang pada suhu 400°C ada lebih puncak pada $26^\circ, 33^\circ$ dan 50° yang dapat ditunjukkan pada bidang (2 1 1), (3 1 0), (4 2 1) dan dibandingkan dengan (PCPDF # 391346), itu menunjukkan bahwa puncak ini terkait dengan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Ukuran Kristal dari nano partikel dihitung dengan rumus Scherrer:

$$D = K \lambda / (\beta \cdot \cos \theta) \dots\dots\dots(2)$$

dimana K adalah factor bentuk berdimensi, λ adalah panjang gelombang sinar-X, β adalah garis memperluas pada setengah intensitas maksimum (FWHM) dan θ adalah sudut Bragg. Ukuran kristal rata-rata nano partikel Fe_3O_4 disintesis pada 200°C , 300°C dan 400°C adalah 28,7 nm, 30,5 nm dan 34,9 nm masing-masing. Hal ini menunjukkan bahwa dengan meningkatkan suhu anil ukuran nano partikel Fe_3O_4 meningkat, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.

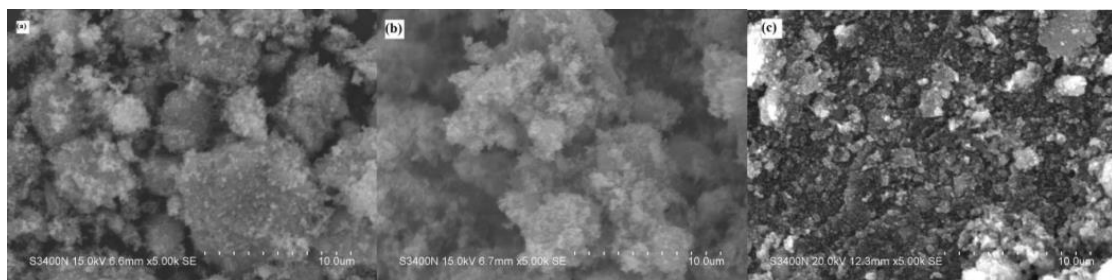


Gambar 2: XRD dari sampel dengan temperatur annealing pada 200, 300 dan 400 °C dan PCPDF card Fe₃O₄ dan γ-Fe₂O₃

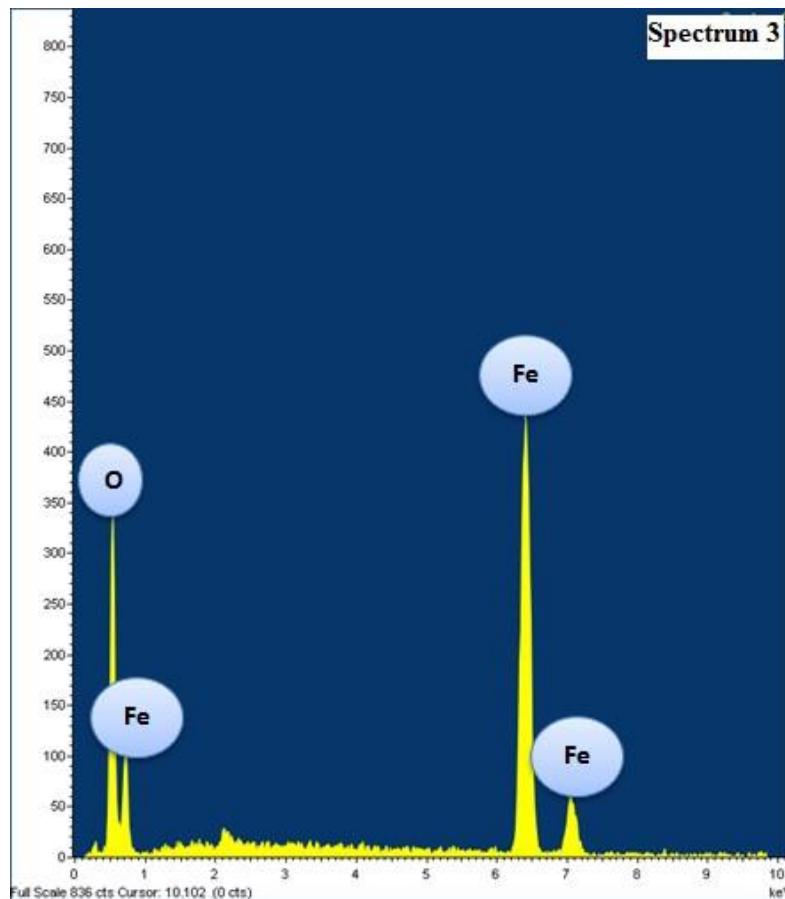
SEM dan EDS

Gambar 3 menunjukkan gambar SEM nano partikel Fe₃O₄ pada 200, 300 dan 400°C. Hal ini menunjukkan bahwa nano partikel diaglomerasi karena xerogel. Gambar EDS

menunjukkan bahwa nano partikel terdiri dari Fe dan O elemen (Gambar 4). Hasil dari Tabel 1 menegaskan penampilan nano partikel Fe₃O₄.



Gambar 3: SEM dari sampel Fe₃O₄ pada suhu annealing (a) 200 °C (b) 300 °C (c) 400 °C



Gambar 4: EDS dari Magnetite nanopartikel

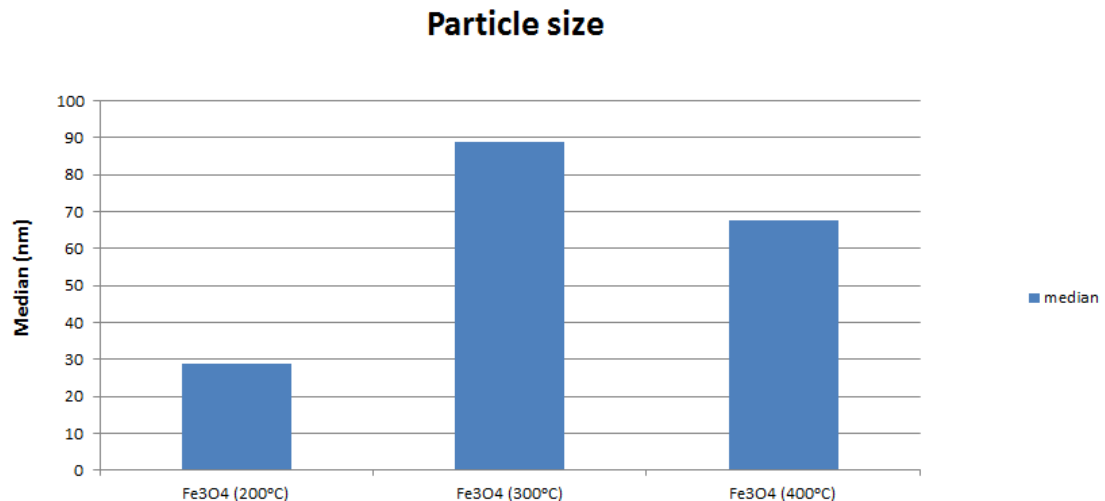
Tabel 1: Persentasi unsur-unsur dalam Fe₃O₄ nano partikel

Unsur	% Berat	% Atom
CK	7,16	15,07
OK	38.69	61.11
FeK	52.02	23.54
AuM	2.12	0.27
Totals	100.00	

Analisis Ukuran Partikel

Gambar 5 menunjukkan perbandingan ukuran nano partikel pada 200⁰C, 300⁰C dan 400⁰C. Ukuran (median) nilai setiap nano

partikel masing-masing adalah 28,9 nm, 88,7 nm dan 67,6 nm dan ukuran rata-ratanya adalah 61,73 nm.



Gambar 5: Perbandingan median Fe₃O₄ pada suhu 200⁰C, 300⁰C dan 400⁰C

Pembahasan

Fe₃O₄ nano partikel yang disintesis dapat diubah dengan mudah menjadi γ -Fe₂O₃, α -Fe₂O₃ atau α -Fe dengan melakukan pada suhu yang berbeda pada tekanan atmosfer. Hal ini diketahui bahwa nano partikel Fe₃O₄ dapat dioksidasi menjadi γ -Fe₂O₃, yang dapat diubah menjadi α -Fe₂O₃ pada suhu yang lebih tinggi (12). Hasil penelitian menunjukkan bahwa oksidasi Fe₃O₄ di udara pada 400⁰C menjadi γ -Fe₂O₃ dan pada suhuanil di bawah udara harus berada dalam kisaran antara 200 - 350⁰C. Menurut(7), transformasi Fe₃O₄ untuk α -Fe₂O₃ dapat diamati pada 500⁰C di udara. Karena reagen organik (etilenaglikol) sebagai bahan awal dan system tertutup untuk reaksi anil, nano partikel Fe₃O₄ mungkin menyerap beberapa bahan reduktif bahansisa organik pada permukaannya dan nanopartikel Fe₃O₄ dapat direduksi menjadi magnetite (α -Fe₂O₃) pada suhu 900⁰C dengan butiran nano partikel sebagai bahan aktif sensor gas (15,16,25–27,17–30).

KESIMPULAN

Telah berhasil disintesis Fe₃O₄ nano partikel dibuat dengan metode sol-gel dikombinasikan dengan suhu anil 200, 300 dan 400⁰C. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa ukuran nano partikel Fe₃O₄ dapat mengubah dengan memvariasikan suhu pendinginan. Metode Sol-Gel menawarkan beberapa keuntungan untuk pembuatan nano partikel Fe₃O₄. Pertama, proses sintesis ekonomis dan ramah lingkungan, karena melibatkan garam besimurah dan tidak beracun. Kedua, ukuran-dikendalikan, diproduksi oleh suhuanil yang berbeda. Di antara jenis adsorben, terutama magnetic oksida besi seperti magnetit (Fe₃O₄) telah diteliti secara intensif untuk lingkungan dan bio-aplikasi. Nano partikel Fe₃O₄ menunjukkan sifat magnetik yang baik, toksisitas rendah, dan didapatkan butiran magnetite nano partikel rata-rata sebesar 61,73 nm atau dibawah 100 nm maka luas permukaannya menjadi tinggi, sehingga magnetite sebagai lapisan sensitif pada sensor gas mempunyai kepekaan yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Salamun N, Ni HX, Triwahyono S, Jalil AA, Karim AH. reduction methods. 2011;7(1):89–92.
2. Xie X, Zhang X, Yu B, Gao H, Zhang H, Fei W. Rapid extraction of genomic DNA from saliva for HLA typing on microarray based on magnetic nanobeads. *J Magn Magn Mater.* 2004;280:164–8.
3. Zeng H, Li J, Liu JP, Wang ZL, Sun S. Exchange-coupled nanocomposite magnets by nanoparticle self-assembly. *Nature.* 2002;420(6914).
4. Koh I, Wang X, Varughese B, Isaacs L, Ehrman SH, English DS. Magnetic iron oxide nanoparticles for biorecognition: Evaluation of surface coverage and activity. *J Phys Chem B.* 2006;110(4).
5. Sun C, Lee JSH, Zhang M. Magnetic nanoparticles in MR imaging and drug delivery. Vol. 60, *Advanced Drug Delivery Reviews.* 2008.
6. Laurent S, Forge D, Port M, Roch A, Robic C, Elst L Vander, et al. Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations and biological applications. *Chem Rev.* 2008;108(6).
7. Xu J, Yang H, Fu W, Du K, Sui Y, Chen J, et al. Preparation and magnetic properties of magnetite nanoparticles by sol-gel method. *J Magn Magn Mater.* 2007;309(2).
8. Biddlecombe GB, Gun'ko YK, Kelly JM, Pillai SC, Coey JMD, Venkatesan M, et al. Preparation of magnetic nanoparticles and their assemblies using a new Fe(II) alkoxide precursor. *J Mater Chem.* 2001;11(12).
9. Aydin C, Mansour SA, Alahmed ZA, Yakuphanoglu F. Structural and optical characterization of sol-gel derived boron doped Fe₂O₃ nanostructured films. *J Sol-Gel Sci Technol.* 2012;62(3):397–403.
10. Cao SW, Zhu YJ, Cheng GF, Huang YH. Preparation and photocatalytic property of α -Fe₂O₃ hollow core/shell hierarchical nanostructures. *J Phys Chem Solids* [Internet]. 2010;71(12):1680–3. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jpcs.2010.09.006>
11. Jain R, Sikarwar S. Photocatalytic and adsorption studies on the removal of dye Congo red from wastewater. *Int J Environ Pollut.* 2006;27(1–3).
12. Chatterjee S, Lee DS, Lee MW, Woo SH. Enhanced adsorption of congo red from aqueous solutions by chitosan hydrogel beads impregnated with cetyl trimethyl ammonium bromide. *Bioresour Technol.* 2009;100(11).
13. Crini G. Non-conventional low-cost adsorbents for dye removal: A review. Vol. 97, *Bioresource Technology.* 2006.
14. Weiss A. D. J. Craik (Editor): *Magnetic Oxides, Part 1 + 2*, J. W. Wiley & Sons, London/New York/Sydney/Toronto 1975, 798 Seiten, Preis:£ 30.00. *Berichte der Bunsengesellschaft für Phys Chemie* [Internet]. 1976;80(2):175. Available from: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/bbpc.19760800218>
15. Fu D, Keech PG, Sun X, Wren JC. Iron oxyhydroxide nanoparticles formed by forced hydrolysis: Dependence of phase composition on solution concentration. *Phys Chem Chem Phys.* 2011;13(41).
16. Gajović A, Silva AMT, Segundo RA, Šturm S, Jančar B, Čeh M. Tailoring the phase composition and morphology of Bi-doped goethite-hematite nanostructures and their catalytic activity in the degradation of an actual pesticide using a photo-

- Fenton-like process. *Appl Catal B Environ.* 2011;103(3–4).
17. Guo P, Wei Z, Wang B, Ding Y, Li H, Zhang G, et al. Controlled synthesis, magnetic and sensing properties of hematite nanorods and microcapsules. *Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp.* 2011;380(1–3).
 18. Gupta AK, Gupta M. Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications. Vol. 26, *Biomaterials.* 2005.
 19. Gupta RK, Ghosh K, Dong L, Kahol PK. Structural and magnetic properties of nanostructured iron oxide. *Phys E Low-Dimensional Syst Nanostructures.* 2011;43(5).
 20. Han LH, Liu H, Wei Y. In situ synthesis of hematite nanoparticles using a low-temperature microemulsion method. *Powder Technol.* 2011;207(1–3).
 21. Karami H. Synthesis and characterization of iron oxide nanoparticles by solid state chemical reaction method. *J Clust Sci.* 2010;21(1).
 22. Li Z, Lai X, Wang H, Mao D, Xing C, Wang D. Direct hydrothermal synthesis of single-crystalline hematite nanorods assisted by 1,2-propanediamine. *Nanotechnology.* 2009;20(24).
 23. Lian J, Duan X, Ma J, Peng P, Kim T, Zheng W. Hematite (α -Fe₂O₃) with various morphologies: Ionic liquid-assisted synthesis, formation mechanism, and properties. *ACS Nano.* 2009;3(11).
 24. Siregar J, Septiani NLW, Abrori SA, Sebayang K, Irzaman, Fahmi MZ, et al. Review—A Pollutant Gas Sensor Based On Fe₃O₄ Nanostructures: A Review. *J Electrochem Soc [Internet].* 2021;168(2):27510. Available from: <http://dx.doi.org/10.1149/1945-7111/abd928>
 25. Muhajir M, Puspitasari P, Razak JA. Synthesis and Applications of Hematite α -Fe₂O₃: a Review. *J Mech Eng Sci Technol.* 2019;3(2).
 26. Mohammed S, Mohammed H. Characterization of Magnetite and Hematite Using Infrared Spectroscopy. *J Eng Sci Inf Technol.* 2018;2(1).
 27. Morales-Morales JA, Nanopowder R. Synthesis of Hematite α -Fe₂O₃ Nano Powders by the controlled precipitation method. *Cienc en Desarro.* 2017;8(1).
 28. Widodo, Slamet, 2010, *Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas*, Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses, Jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro (UNDIP) Semarang.
 29. Widodo, Slamet, 2019, "Review Sensor Gas Berbasis Metal Oksida Semikonduktor Untuk Mendeteksi Gas Polutan Yang Selektif Dan Sensitif", *Jurnal Techno-Socio Ekonomika*, Volume 12- Nomor 2, Oktober 2019, ISSN 1979-4835, Hal. 92-112.
 30. Widodo, Slamet, 2020, "Kajian Perkembangan Teknologi Sensor Gas Untuk Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor", *Jurnal Techno-Socio Ekonomika*, Volume 13, Nomor 1, April 2020, ISSN 1979-4835, e-ISSN:2721-2335, Hal.71-80.