

Citra Morfologi Dan Pola Kristal Polyetilen Glicol (PEG-4000)-Coated Oksida Besi (Fe₃O₄) Menggunakan Transmission Electron Microscopy (TEM)

Alfrie Musa Rampengan

Universitas Negeri Manado

alfrierampengan@unima.ac.id

ABSTRAK

Telah disintesis material oksida besi (Fe₃O₄) menggunakan metode kopresipitasi. Citra morfologi, pola difraksi dan ukuran partikel oksida besi (Fe₃O₄) dilihat dari hasil karakterisasi material menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) yang menunjukkan ukuran partikel material oksida besi (Fe₃O₄) adalah ±14 nm, indeks miller dari cincin paling dalam sampai terluar berturut-turut: (220), (311), (400), (511), (440). Selanjutnya material oksida besi (Fe₃O₄) yang dimodifikasi dengan polimer polyetilen glycol (PEG-4000) menunjukkan ukuran partikel ±11 nm, indeks miller dari cincin paling dalam sampai terluar berturut-turut: (111) (220) (311) (400) (511) (440). Penambahan polimer menyebabkan muncul indeks yang baru.

Kata kunci: oksida besi (Fe₃O₄), citra morfologi, pola kristal, ukuran partikel

ABSTRACT

The iron oxide (Fe₃O₄) material has been synthesized using the coprecipitation method. Morphological images, diffraction patterns and iron oxide particle size (Fe₃O₄) seen from the results of the material characteristics using *Transmission Electron Microscopy* (TEM) which shows the particle size of iron oxide material (Fe₃O₄) is ± 14 nm, miller index from the innermost to the outer ring participated: (220), (311), (400), (511), (440). Furthermore, the iron oxide (Fe₃O₄) material modified with polyethylene glycol polymer (PEG-4000) shows a particle size of ± 11 nm, the miller index from the inner to the outer ring, respectively: (111) (220) (311) (400) (511) (440). The addition of polymers results in a new index.

Keywords: iron oxide (Fe₃O₄), morphological image, crystal pattern, particle size

PENDAHULUAN

Sifat permukaan, sifat kemagnetan dan ukuran butir partikel merupakan keunggulan dari oksida besi *magnetite* Fe₃O₄ (Listiyawati, D., 2012), sehingga mudah termodifikasi atau dilapisi dengan material yang lain. Keaktifan atom besi Fe pada permukaan oksida besi *magnetite* Fe₃O₄ terhadap elemen material lain merupakan salah satu keunggulan, dimana atom Fe pada permukaan oksida besi *magnetite* Fe₃O₄ dalam medium air berinteraksi dengan gugus hidroksil (-OH) yang akan membentuk ikatan Fe-OH. Salah satu material lain yang bisa dimodifikasi

dengan oksida besi Fe₃O₄ adalah *polyetilen-glycol* (PEG) karena bersifat polimer (Loh dkk, 2008). PEG adalah salah satu jenis polimer yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran partikel. PEG dapat juga berfungsi sebagai *templete*, yang membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat lebih lanjut, disebabkan PEG menempel pada permukaan partikel dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergantung dan membesar, sehingga pada akhirnya akan diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. (Imperial Industrial Chemicals. Thailand. 1999). Untuk melihat citra

morfologi material oksida besi, kita bisa mengarakterisasinya dengan menggunakan TEM, selain citra morfologi dari sampel yang dianalisis, TEM juga menghasilkan pola difraksi dari sampel tersebut, bahkan kita bisa menghitung ukuran partikel material oksida besi tersebut. Proses menghasilkan dapat dilakukan dengan menyesuaikan lensa magnetik hingga diperoleh pola difraksi. Untuk sampel kristalin, TEM akan menghasilkan gambar yang mengandung pola titik-titik dalam kasus kristal tunggal (*single crystal*), atau deret cincin dalam kasus polikristal atau material padat amorf. Dalam kristal tunggal, pola titik-titik yang diperoleh berkaitan dengan simetri grup ruang (*space group*).

METODE

Proses sintesis oksida besi *magnetite* Fe_3O_4 yang dilakukan dalam penelitian ini menggunakan beberapa bahan dasar yang terdiri dari: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, larutan NH_4OH , aquades. Pemodelasian oksida besi Fe_3O_4 menggunakan polimer *polietylen glicol* 4000 (PEG-4000).

Rentang distribusi ukuran partikel oksida besi *magnetite* Fe_3O_4 , keterkaitan dengan ukuran kristalannya dan citra morfologinya dapat diketahui dengan alat *Transmission Electron Microscope* (Smallman, R.E., dan Bishop, R.J., 1999). Distribusi fraksi ukuran butir didapat dengan mengukur diameter masing-masing butir dengan menggunakan program *ImageJ* hasil gambar dari TEM. Diameter yang didapat, fraksi ukuran dicari menggunakan persamaan sebagai berikut:

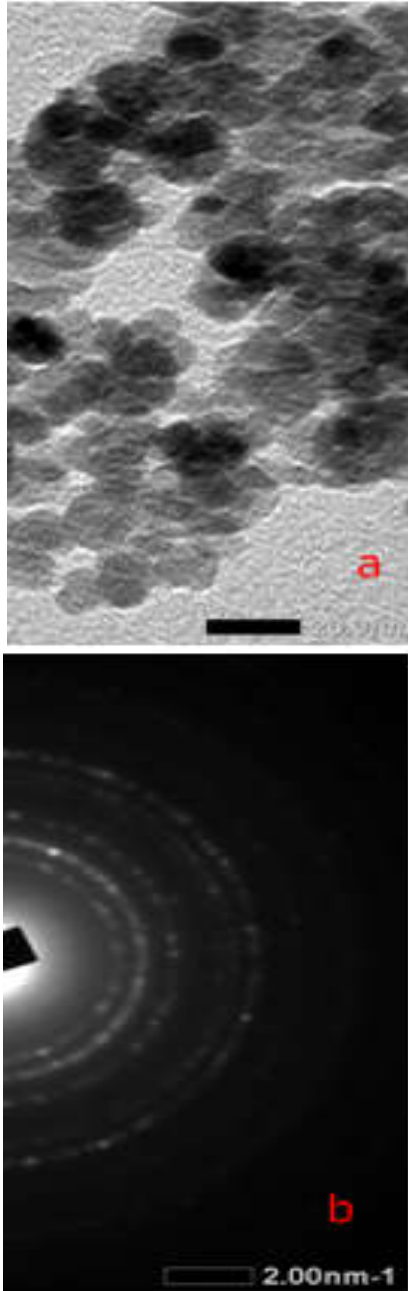
$$f = \frac{\text{jumlah ukuran partikel yang sama}}{\text{jumlah seluruh partikel yang diukur}}$$

f adalah fraksi ukuran butir. Selanjutnya, dibuat grafik hubungan fraksi ukuran butir dengan ukuran diameter butir yang terukur untuk menentukan ukuran butir rata-rata dari Fe_3O_4 .

HASIL DAN PEMBAHASAN

TEM oksida besi Fe_3O_4

Pada gambar 1 (a) menunjukkan citra morfologi oksida besi Fe_3O_4 , dimana ukuran partikel tidak merata, namun perbedaannya tidak signifikan antara partikel yang satu dengan yang lain, dimana ukuran partikelnya ± 14 nm. Terbentuknya struktur polikristal di dalam sampel dapat diamati dari pola difraksi hasil analisis TEM pada gambar 1 (b) yang menampilkan pola cincin yang mencirikan bahwa terdapat struktur polikristal di dalam sampel yang uji.



Gambar 1 (a) Citra morfologi dan (b) pola difraksi oksida besi Fe_3O_4

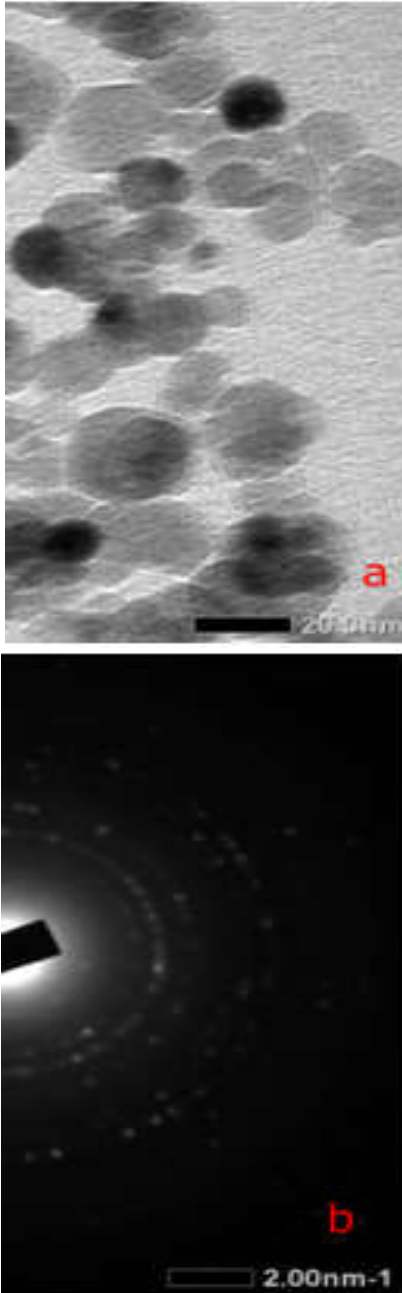
Garis putus-putus pada pola cincin gambar 1 (b) menunjukkan kristalinitasnya yang tinggi, dimana sifat kristalin semakin baik akan terlihat dari *discontinue* atau *continue* dari cincin (*ring*) tersebut. Cincin-cincin

terang tersebut menunjukkan terjadinya difraksi (Kittle, C., 1991), sehingga dapat diidentifikasi indeks miller dari cincin paling dalam sampai terluar berdasarkan persamaan $Rd = \lambda L$ berturut-turut: (220), (311), (400), (511), (440). Dengan R adalah jarak cincin difraksi dari pusat lingkaran, d adalah jarak antar bidang difraksi, λ adalah panjang gelombang yang digunakan dalam alat TEM ($\lambda = 3,35 \times 10^{-3}$ mm), dan L adalah jarak lensa pada alat TEM ($L = 284,29$ nm).

TEM oksida besi Fe_3O_4 yang termodifikasi dengan *Polymer Poliethylen-Glicol (PEG-4000)*

Pada gambar 2 (a) menunjukkan citra morfologi oksida besi Fe_3O_4 yang telah termodifikasi dengan polimer PEG-4000. Dengan penambahan polimer PEG-4000 yang dipengaruhi oleh berat molekulnya membuat jumlah rantai PEG yang melapisi permukaan sampel Fe_3O_4 semakin banyak. Semakin banyak permukaan partikel Fe_3O_4 semakin menghambat pertumbuhan partikel, sehingga ukuran partikel semakin kecil menjadi ± 11 nm. Gambar 2 (a) dapat dilihat bahwa distribusi ukuran butir oksida besi menunjukkan bentuk yang lebih bulat, dan halus karena sifat dari polimer PEG-4000 yang mampu memodifikasi permukaan material, membentuk ukuran, mengontrol ukuran dan juga struktur pori oksida besi Fe_3O_4 . Indeks miller dari cincin paling dalam sampai terluar berturut-turut: (111) (220)

(311) (400) (511) (440). Kemunculan indeks yang baru diakibatkan oleh penambahan polimer PEG-4000.



Gambar 2 (a) Citra morfologi dan (b) pola difraksi oksida besi Fe_3O_4 yang telah termodifikasi dengan polimer PEG-4000

PENUTUP

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, telah disintesis material oksida besi (Fe_3O_4) menggunakan metode kopresipitasi. Hasil karakterisasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM) pada oksida besi (Fe_3O_4) menunjukkan citra morfologi dengan ukuran partikel ± 14 nm, indeks millernya berturut-turut: (220), (311), (400), (511), (440). Karakteristik TEM pada oksida besi (Fe_3O_4) yang dimodifikasi dengan polimer polyetilen glicol (PEG-4000) menunjukkan citra morfologi dengan ukuran partikel ± 11 nm, indeks millernya berturut-turut : (111) (220) (311) (400) (511) (440).

DAFTAR PUSTAKA

- Imperial Industrial Chemicals. Thailand. 1999.
<http://www.iic.co.th/product/PEG-4000.asp>,
- Kittle, C., 1991, *Introduction to Solid State Physics*, John Wiley & Sons, Inc., Sixth Edition
- Listiyawati, D., 2012, Fabrikasi Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles (SPIONs) Magnetit (Fe_3O_4) dengan Metode Kopresipitasi, *Skripsi*, Universitas Gadjah Mada.
- Loh, K., Lee, Y. K., Musa, A., Salmah, A. A., dan Zamri, I., 2008, Use of Fe_3O_4 for Anhancement of Biosensor Respon to the Herbicide 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid, *Sensor*, 8, 5775-5791.
- Smallman, R.E., dan Bishop, R.J., 1999, *Modern Physics Metallurgy and*

Materials Engineering, Great
Britain, Bath Press.

RIWAYAT HIDUP PENULIS

Alfrie Musa Rampengan, S.Si., M.Sc.

Lahir di Tomohon, tanggal 13 April 1988. Staf pengajar di Jurusan Fisika Universitas Negeri Manado, Studi S1 bidang Fisika di Universitas Negeri Manado, lulus tahun 2010; Studi S2 Bidang Fisika Nanopartikel Universitas Gadjah Mada Yogyakarta, lulus tahun 2013