

## KAJIAN KOMPARASI METODE DALAM SINTESIS MAGNETIT ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) DENGAN METODE HIDROLISIS OKSIDATIF DAN METODE KOPRESIPITASI

**S u y a n t a**

Jurusan Kimia FMIPA UGM Yogyakarta

Email : suyantakimiaugm@yahoo.co.id

### ABSTRAK

Dalam penelitian ini dilakukan kajian komparasi metode dalam sintesis magnetit, yaitu antara metode hidrolisis oksidatif dan metode kopresipitasi. Metode hidrolisis oksidatif dilakukan dengan menambahkan larutan 22,45 g KOH dan 3,23 g  $\text{KNO}_3$  dalam 120 ml akuades ke dalam larutan 40,00 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dalam 280 ml akuades dengan atmosfer gas  $\text{N}_2$  pada temperatur  $90^\circ\text{C}$ . Metode kopresipitasi dilakukan dengan menambahkan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 M tetes demi tetes ke dalam 200 ml campuran yang mengandung 0,1 M  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 0,1 M  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  hingga pH 11,5. Endapan yang terbentuk dalam masing-masing metode tersebut disaring, dicuci dan dikeringkan. Karakterisasi dengan FTIR, XRD, sifat kemagnetan dan warnanya menunjukkan bahwa sintesis magnetit dengan metode hidrolisis oksidatif menghasilkan randemen yang lebih tinggi (99,05 %) dibanding metode kopresipitasi (81,25 %), selain itu magnetit yang dihasilkan dengan metode hidrolisis oksidatif juga memiliki kemurnian dan kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan magnetit yang dihasilkan dengan metode kopresipitasi.

Kata kunci : magnetit, hidrolisis oksidatif, kopresipitasi

### LATAR BELAKANG

Dalam beberapa tahun terakhir aplikasi partikel-partikel magnetik untuk mengatasi masalah-masalah lingkungan merupakan salah satu metode yang mendapat banyak perhatian [1]. Salah satu materi yang telah banyak digunakan untuk keperluan tersebut adalah magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), yang memiliki kelebihan karena sifat kristal dan kemagnetannya sehingga lebih mudah untuk diregenerasi [2]. Partikel-partikel magnetit dapat digunakan untuk menyerap kontaminan dari limbah cair maupun gas, selanjutnya adsorben tersebut dapat dipisahkan dari medium dengan suatu proses magnetik sehingga dapat digunakan kembali [2].

Magnetit dapat disintesis dengan banyak metode, diantaranya : oksidasi logam besi oleh oksigen atau oksidator lain, reduksi oksida feri,

dekomposisi garam-garam fero atau feri, perendaman campuran stoikiometrik antara hidroksida Fe(II) dan Fe(III) dalam media air, hidrolisis oksidatif (oksidasi parsial sistem suspensi ferro hidroksida dalam media air), dan kopresipitasi [3]. Masing-masing metode tersebut memiliki kelemahan dan kelebihan. Dalam paper ini dilaporkan kajian komparasi metode dalam sintesis magnetit, yaitu dengan menggunakan metode hidrolisis oksidatif dan metode kopresipitasi.

## **METODOLOGI**

**a. Bahan.** Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini berkualitas analitik (*analytical grade*), semuanya buatan E. Merck, kecuali akuades yang diproduksi oleh Laboratorium Kimia Analit Jurusan Kimia FMIPA UGM. Bahan-bahan tersebut meliputi feri klorida heksa hidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), fero sulfat hepta hidrat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), asam klorida (HCl 37%), kalium hidroksida (KOH), larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$ , gas nitrogen,  $\text{KNO}_3$ , dan akuades.

**b. Alat.** Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: (1) peralatan gelas seperti: labu takar, gelas pengaduk, erlenmeyer, gelas ukur, gelas beker, pipet volume, corong gelas dan cawan porselin; (2) peralatan karakterisasi oksida besi, yaitu spektrofotometer inframerah merk Shimadzu FTIR-8010PC dan Difraktometer Sinar-X Shimadzu model XD-3H (3) peralatan penunjang seperti: pH meter merk Orion model 710A, neraca analitik Mettler AE200, pengaduk magnetik P/N 510-652, kertas saring Whatman 42.

## **c. Prosedur**

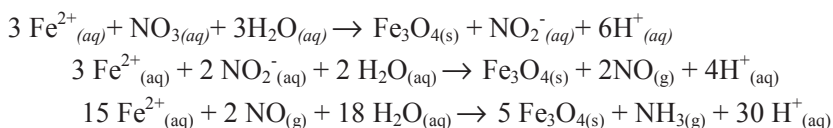
**Sintesis magnetit dengan metode hidrolisis oksidatif.** Sintesis magnetit dengan metode hidrolisis oksidatif dilakukan berdasarkan metode yang dikembangkan oleh peneliti lain [3]. Sebanyak 280 ml akuades dan 40,00 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu leher 4. Ke dalam campuran tersebut dialirkan gas  $\text{N}_2$  secara kontinyu untuk mengusir keberadaan  $\text{O}_2$ , kemudian dipanaskan hingga suhu  $90^\circ\text{C}$ . Campuran lain yang mengandung 120 ml akuades, 3,23 gram  $\text{KNO}_3$  dan 22,45 gram KOH ditambahkan ke dalam labu leher 4 tersebut tetes demi tetes sambil

diaduk. Endapan yang terbentuk dipisahkan dan dicuci dengan akuades kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer inframerah dan difraktometer sinar-X.

**Sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi.** Sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi dalam penelitian ini mengacu pada metode yang telah dilakukan oleh peneliti lain [4]. Sebanyak 55,6 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  yang dilarutkan dalam 100 mL akuades dicampurkan dengan 54,1 gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang telah dilarutkan dalam 100 mL akuades. Ke dalam campuran tersebut ditambahkan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 M tetes demi tetes sambil diaduk hingga pH 11,5. Endapan hitam yang terjadi disaring dengan penyaring Buchner, dicuci dengan akuades, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Endapan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah, difraktometer sinar-X, dan uji kemagnetan

## HASIL DAN PEMBAHASAN

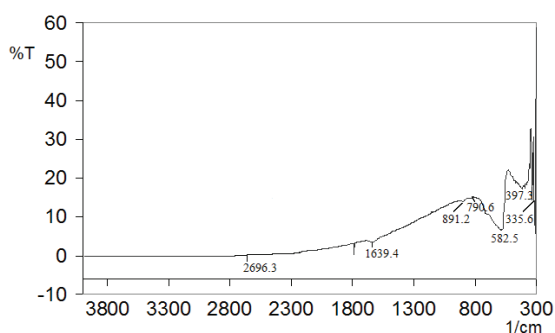
**Magnetit hasil sintesis dengan metode hidrolisis oksidatif.** Reaksi hidrolisis oksidatif  $\text{Fe}^{2+}$  menghasilkan magnetit dengan adanya elektrolit pendukung berupa ion nitrat sebagaimana dilakukan dalam penelitian ini adalah [5] :



Jika reaksi berlangsung sempurna, maka 55,6 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  akan menghasilkan 11,1271 gram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , sedang dalam penelitian ini dihasilkan 11,0210 gram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , jadi randemennya mencapai 99,05 %.

Metode spektrofotometri inframerah digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa. Interpretasi spektra inframerah dalam penelitian ini difokuskan pada daerah dengan bilangan gelombang 300-1200  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan daerah penyerapan radiasi inframerah pada mineral oksida besi pada umumnya. Spektra inframerah serbuk hasil sintesis tersebut disajikan pada Gambar 1. Serapan utama

yang muncul pada bilangan gelombang 582,5 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi rentang dari Fe-O pada magnetit [6]. Munculnya serapan lemah pada bilangan gelombang 1650 cm<sup>-1</sup> menunjukkan masih adanya H<sub>2</sub>O yang terjebak dalam ruang antar partikel oksida besi. Serapan pada panjang gelombang 891,2 cm<sup>-1</sup> dan 790,6 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi tekuk Fe-O-H dari goethit, sedangkan serapan lemah yang muncul pada daerah panjang gelombang antara 397,3 cm<sup>-1</sup> dan 582,5 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya vibrasi rentang Fe-O pada maghemit [7]



**Gambar 1.** Spektra FTIR serbuk hasil sintesis dengan metode hidrolisis oksidatif

Difraksi sinar-X dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal karena setiap kristal memiliki harga *d* (jarak kisi) dengan intensitas yang karakteristik. Difraktogram tersebut menyajikan data mengenai cacah (*count*), jarak antar bidang (*d-spacing*) dan intensitas relatif, kemudian interpretasi difraktogram padatan hasil sintesis dilakukan dengan cara membandingkan data harga jarak kisi kristal standar yang terkait, diantaranya dengan kristal standar pereaksinya, kristal standar magnetit dan kristal standar senyawa yang mungkin terbentuk berdasarkan hasil interpretasi spektrum inframerah, yaitu goethit dan maghemit.

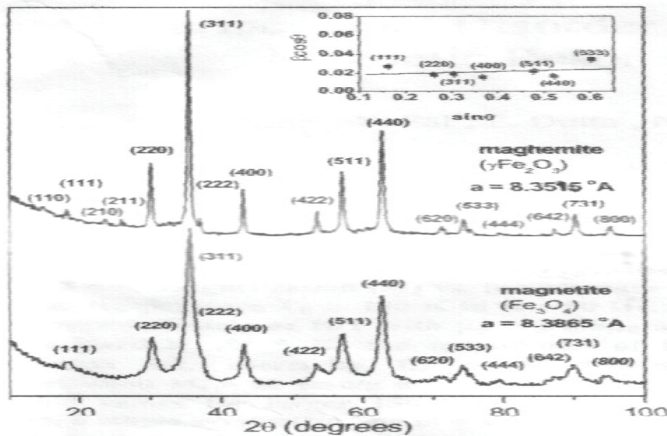
Difraktogram magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dan maghemit (-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) hampir sama sehingga sulit dibedakan sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2 [8]. Harga *d* karakteristik untuk magnetit dan beberapa senyawa yang mungkin ada (sebagai hasil samping ataupun sisa) dalam sintesis magnetit disajikan pada tabel 1 [9].

**Tabel 1** Harga d karakteristik untuk magnetit dan beberapa senyawa terkait

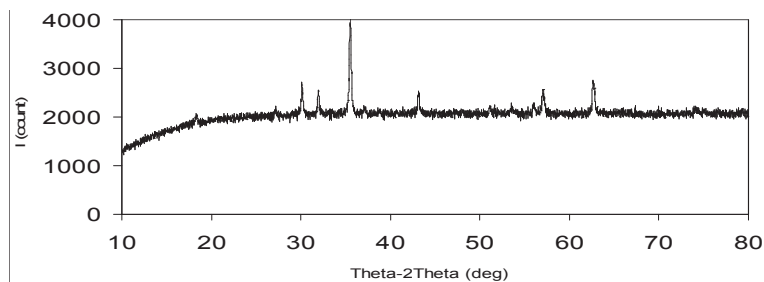
Magnetit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>		Goethit α-FeOOH		Maghemit β-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Lepidokrosit γ-FeOOH		FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	
d (Å)	I/I <sub>0</sub>	d (Å)	I/I <sub>0</sub>	d (Å)	I/I <sub>0</sub>	d (Å)	I/I <sub>0</sub>	d (Å)	I/I <sub>0</sub>
2,97	28	4,98	10	2,95	27	6,35	100	4,85	50
2,53	100	4,18	100	2,52	100	3,30	100	3,42	100
2,42	11	3,38	10	2,08	14	2,47	100	3,25	25
2,1	32	2,69	30	1,70	33	2,36	24	3,13	38
1,71	16	2,45	25	1,60	15	2,09	16	2,57	25
1,61	64	2,25	10	1,49	66	2,01	2	2,50	25
1,48	80	2,19	20					2,24	15
1,33	6	1,92	6					2,07	18
1,28	20	1,72	20					2,00	15
		1,69	10					1,71	10
		1,56	16					1,68	13
		1,50	10						

Difraktogram serbuk yang dihasilkan dalam penelitian ini disajikan pada Gambar 3 dengan lima puncak utama yang disajikan pada tabel 2. Lima puncak utama yang terdapat pada difraktogram tersebut karakteristik untuk magnetit maupun maghemit, yaitu puncak-puncak pada sudut difraksi 30,1° (d=2,97), 35,5°(d=2,53), 43,1°(d=2,10), 57,0°(d=1,61), dan 62,6°(d=1,48). Puncak-puncak tersebut cukup tajam dan memiliki intensitas yang besar, hal ini menunjukkan tingginya kristalinitas oksida besi yang dihasilkan. Adapun senyawa lain yang terdeteksi pada spektra FTIR yaitu goethit ternyata tidak muncul pada difraktogram sinar-X. Hal ini menunjukkan bahwa pola ikatan goethit sudah terbentuk namun masih bersifat amorf, dengan kata lain pertumbuhan kristal senyawa tersebut belum terjadi dengan baik. Sifat kemagnetan sampel tersebut (Gambar 4) memperkuat interpretasi yang didasarkan pada spektra FTIR dan difraktogram XRD mengingat baik magnetit maupun maghemit memiliki sifat kemagnetan. Berdasarkan pada spektra FTIR, difraktogram XRD dan sifat kemagnetannya saja masih terdapat dua kemungkinan jenis senyawa yang dihasilkan yaitu magnetit atau maghemit, akan tetapi warnanya yang hitam memberi kepastian bahwa sampel tersebut adalah magnetit, karena magnetit berwarna hitam sedang maghemit berwarna merah coklat[10].

Dengan demikian berdasarkan pada difraktogram XRD, spektra FTIR, sifat kemagnetan dan warnanya dapat disimpulkan bahwa serbuk yang dihasilkan dalam penelitian ini adalah magnetit dengan kemurnian dan kristalinitas yang cukup tinggi.



**Gambar 2** Kemiripan difraktogram magnetit dan maghemit



**Gambar 3** Difraktogram padatan hasil sintesis dengan metode hidrolisis oksidatif

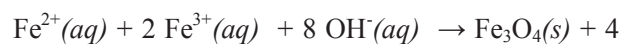
**Tabel 2** Puncak-puncak utama difraktogram padatan hasil sintesis dengan metode hidrolisis oksidatif

d (Å)	I/I <sub>0</sub>	Interpretasi
2,97	28	Magnetit/maghemit
2,53	100	Magnetit/maghemit
2,10	22	Magnetit/maghemit
1,61	29	Magnetit/maghemit
1,48	42	Magnetit/maghemit



Gambar 4 Sifat kemagnetan serbuk hasil penelitian

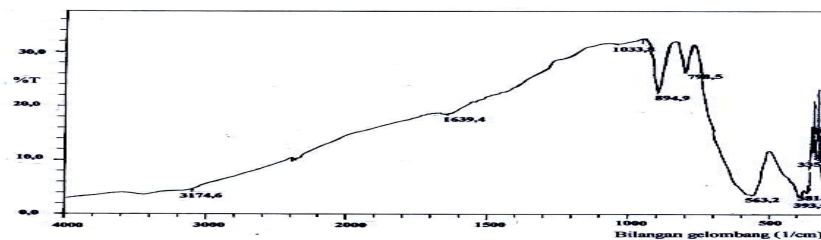
**Magnetit hasil sintesis dengan metode kopresipitasi.** Kim *et al.*, (2003) menyatakan bahwa reaksi kopresipitasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  dalam suasana basa adalah :



$\text{H}_2\text{O}(\text{l})$

Jika reaksi berlangsung sempurna, maka 55,6 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 54,1 gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan  $\text{OH}^{-}$  berlebih akan menghasilkan 23,2 gram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , sedang dalam penelitian ini dihasilkan 18,85 gram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , jadi randemennya mencapai 81,25 %. Produk dalam sintesis ini juga berwarna hitam dan memiliki sifat kemagnetan.

Metode spektrofotometri inframerah digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa. Interpretasi spektra inframerah sampel yang dihasilkan melalui metode kopresipitasi ini difokuskan pada daerah dengan bilangan gelombang 300-1200  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan daerah penyerapan radiasi inframerah pada mineral oksida besi pada umumnya. Spektra inframerah serbuk hasil sintesis tersebut disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektra FTIR serbuk hasil sintesis

Serapan utama yang muncul pada bilangan gelombang  $563,2 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentang dari Fe-O pada magnetit [6]. Selain itu muncul dua serapan yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang  $798,5 \text{ cm}^{-1}$  dan  $894,9 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk Fe-OH dari goethit. Pita serapan yang tajam pada bilangan gelombang  $393,5 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi Fe-O dari maghemit [7]. Munculnya serapan lemah pada bilangan gelombang  $1639,4 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan masih adanya  $\text{H}_2\text{O}$  yang terjebak dalam ruang antar partikel oksida besi. Dengan demikian sebenarnya bilangan gelombang pita-pita serapan dalam spektra pada Gambar 5 dan Gambar 1 pada dasarnya sama, perbedaannya terletak pada intensitasnya dimana intensitas pita serapan yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk Fe-OH dari goethit dan vibrasi Fe-O dari maghemit pada Gambar 5 lebih tinggi.

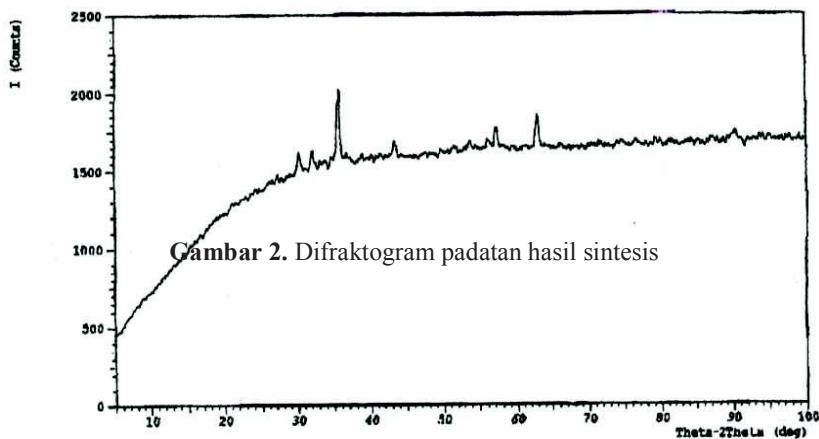
Difraktogram padatan hasil yang disintesis dengan metode kopresipitasi dalam penelitian ini disajikan pada Gambar 6, dengan puncak-puncak utama disajikan pada tabel 2. Jelas bahwa kelima puncak utama pada tabel 1 ternyata juga terlihat pada tabel 3, hal ini menunjukkan bahwa komponen utama dalam sampel tersebut juga magnetit. Akan tetapi selain kelima puncak utama tersebut difraktogram ini juga memperlihatkan puncak-puncak lain dengan intensitas yang cukup tinggi sebagaimana terlihat pada tabel 2. Hal ini berarti bahwa pertumbuhan kristal hasil samping (terutama goethit) lebih baik jika sintesis magnetit dilakukan dengan metode kopresipitasi. Selain itu nampak pula sisa-sisa  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  yang tidak habis bereaksi, hal ini didukung oleh randemennya yang lebih rendah (81,25 %). Kedua hal tersebut mengakibatkan tingkat kemurnian magnetit yang dihasilkan dalam metode kopresipitasi tidak sebaik yang dihasilkan dalam metode hidrolisis oksidatif.

## **KESIMPULAN**

Berdasarkan pada hasil penelitian dan pembahasan tersebut dapat disimpulkan bahwa sintesis magnetit dengan metode hidrolisis oksidatif menghasilkan randemen yang lebih tinggi (99,05 %) dibanding metode kopresipitasi (81,25 %), selain itu magnetit yang dihasilkan dengan metode hidrolisis oksidatif juga memiliki kemurnian dan kristalinitas



yang lebih tinggi dibandingkan magnetit yang dihasilkan dengan metode kopresipitasi.



**Tabel 3** Puncak-puncak utama difraktogram padatan hasil sintesis dengan metode kopresipitasi

d (Å)	I/I <sub>0</sub>	Interpretasi
3,39	10	Goethit
3,25	15	FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O
2,95	30	Magnetit/maghemit
2,69	9	Goethit
2,51	100	Magnetit/maghemit
2,41	9	Goethit
2,24	11	FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O
2,08	24	Magnetit/maghemit
1,71	11	Magnetit/maghemit
1,61	31	Magnetit/maghemit
1,48	49	Magnetit/maghemit
1,09	13	Magnetit/maghemit

**DAFTAR PUSTAKA**

1. Oliveira, L.C.A., Rios, R.V.R.A, Fabris, J.D., Sapag, K., Garg, V.K, Largo, R.M., 2003, Clay-Iron oxide Magnetic Composites for the Adsorption Contaminan in Water., *Appl. Clay Sci.*,22, 169-177.
2. Booker, N.A., Keir, D., Prestly, A., Rithchie, C.D., Sudarmana, D.L., dan Woods, M.A., 1991, Sewage Clarification With Magnetite Particle, *Water Sci. Technol.*, 123, 1703-1712.
3. Schwertmann U. and Cornell R. M., 1991, *Iron oxide in the Laboratory-Preparation and Characterization*, VCH Publishers, Inc., New York.
4. Vaclavikova, M., Jagabsky, S., and Hredzak, S., 2003, *Magnetit Nanoscales Particles for Removal of Heavy Metal Ion*, [http://drexel.edu/coe/research/conferences/NATO ASI 2003/manuscripts/5.2.vaclavikova.pdf](http://drexel.edu/coe/research/conferences/NATO_ASI_2003/manuscripts/5.2.vaclavikova.pdf). Diakses tanggal 26 November 2005.
5. Sugimoto, T., Matijevic. E., 1980, "Formation of Uniform Spherical Magnetite Particle by Cystrallization from Ferrous Hydroxide Gels", *Journal of Colloid and Interface Science*, 74, 1, 227-242
6. Kagel, R.O. dan Nyquist, R.A., 1971, *Infrared Spectra of Inorganic Compounds*, Vomume 4, Academic Press, Inc.
7. Parida, K., and Das, J., 1996, Studies on Ferric Oxide Hydroxide: Structural Properties of Goethite Sample Prepared by Homogeneous Precipitation from  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  Solution in the Presence of Sulfat Ion, *Jurnal of Colloid and Interface Sci.*, 215, 586-598.
8. Pal, S., Dutta, P., Shah, N., Huffman, P., dan Seehra, S., 2006, Surface Spin Disorder in  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Nanoparticles Probed by Electron Magnetic Resonance Spectroscopy and Magnetometry, *IEEE Transaction of Magnetic*.1-3.
9. ———, ASTM (American Society for Testing Material) Index to the X-ray Data File, 1916, Philadelphia.
10. Music, S., Santana, G.P., Smit, G., dan Garg, K., 1999,  $^{57}\text{Fe}$  Mosbauer, FT-IR and TEM Observations of Oxide Phases Precipitated from Concentrated  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  Solution, *CCACAA* 72 (1) 87-102.