



Pengaruh Asam Laurat Terhadap Ukuran Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) dari Pasir Besi Sijunjung

Milla Walfauziah Verina*

Universitas Negeri Padang, Indonesia

E-mail: millawv28@gmail.com

Syamsi Aini

Universitas Negeri Padang, Indonesia

E-mail: syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

*) Corresponding Author

Article History:

Received: 25 Juni 2022

Revised: 28 Agustus 2022

Accepted: 25 September 2022

Abstract: Magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles have been successfully synthesized from natural iron sand originating from the rest of the gold panning area of Sijunjung Regency, West Sumatra, Indonesia. This study aims to determine and analyze the effect of mass variation of lauric acid on the size of magnetite nanoparticles. The method used in this study is the coprecipitation method with the addition of lauric acid to obtain a uniform particle size and control the crystal size. with variations in the mass of lauric acid of 0 g, 1.25 g, 2.5 g, 3.75 g, and 5 g. And variations in the mass of iron sand used are 8 g, 10 g, 12 g, 14 g, and 16 g. The difference in mass of iron sand produces a solution of FeCl_3 , and FeCl_2 , with different percentages of iron oxide solubility. The results of the synthetic powder tested by XRD on samples without the addition of lauric acid were dominated by the hematite phase, and in samples with the addition of 1.25 g, 2.5 g, 3.75 g, and 5 g of lauric acid, a cubic crystal structure with a single phase magnetite was obtained. The optimum conditions obtained in the Scherrer-Debye equation, it was obtained by adding 2.5 g of lauric acid with a crystal size of 22.3 nm.

Abstrak: Nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) telah berhasil disintesis dari pasir besi alam yang berasal dari sisa pendulangan emas daerah Kabupaten Sijunjung, Sumatera Barat, Indonesia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui dan menganalisis pengaruh variasi massa asam laurat terhadap ukuran nanopartikel magnetit. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode kopresipitasi dengan penambahan asam laurat digunakan untuk mendapatkan ukuran partikel yang seragam dan untuk mengontrol ukuran kristal. Dengan variasi massa asam laurat 0 g, 1,25 g, 2,5 g, 3,75 g, dan 5 gram. Dan variasi massa pasir besi yang digunakan adalah 8 g, 10 g, 12 g, 14 g, dan 16 g. Perbedaan massa pasir besi menghasilkan larutan FeCl_3 , FeCl_2 dengan persentase kelarutan besi oksida yang berbeda. Hasil serbuk sintesis yang diuji dengan XRD pada sampel tanpa penambahan asam laurat didominasi oleh fasa hematit dan pada sampel dengan penambahan asam laurat 1,25 g, 2,5 g, 3,75 g, dan 5 gram diperoleh struktur kristal kubik dengan fasa tunggal magnetit. Dengan kondisi optimum yang didapatkan pada persamaan Scherrer-Debye diperoleh pada penambahan 2,5 g asam laurat dengan ukuran kristal yang didapat 22,3 nm.

Keywords: Pasir Besi, Nanopartikel Magnetit, Asam Laurat.

PENDAHULUAN

Pasir besi sering ditemukan di Indonesia karena pasir besi merupakan sumber daya alam yang melimpah. Pasir besi memiliki endapan yang salah satunya mengandung partikel besi (magnetit) (Prasetyowati et al., 2014). Salah satu provinsi yang memiliki sumber daya alam yang melimpah adalah Sumatera Barat dengan salah satu sumber dayanya adalah pasir besi (Suhala & Arifin, 1997).

Pasir besi merupakan endapan besi yang terdapat dalam batuan sedimen. Di sungai-sungai besar seperti di Sumatera Barat pasir besi banyak ditemukan, salah satunya di sungai batang sukam di Kabupaten Sijunjung Sumatera Barat (Salomo et al., 2018). Batang Sukam Sijunjung Sumatera Barat memiliki potensi galian emas. Galian emas tersebut dieksploitasi secara tradisional oleh masyarakat dengan teknik dan cara sederhana yang dikenal dengan mendulang emas (Refles, 2012). Pasir besi merupakan limbah dari pendulangan emas tersebut, dimana limbah tersebut dibuang begitu saja ke tanah atau sungai terdekat (Aini dkk., 2019). Umumnya, pasir besi terdapat dalam bentuk oksidasi seperti magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (Wahyuni, 2013).

Menurut Wisnu Wardhana (2022) harga patokan ekspor (HPE) produk pasir besi pada tahun 2021 sebesar US\$72,14/ton, dan pada tahun 2022 harga patokan ekspor (HPE) mengalami penurunan sebesar US\$64,01/ton. Pasir besi dapat dimanfaatkan sebagai komoditas industri dengan nilai ekonomi yang tinggi karena memiliki kandungan mineral magnetit yang tinggi (Prasetia Aji et al., 2007). Salah satu upaya untuk meningkatkan nilai jual pasir besi adalah dengan menjadikan pasir besi sebagai bahan dasar dalam sintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 . Nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) telah banyak dikembangkan pada bidang industri sebagai katalis, absorben, zat warna serta di bidang biomedis

nanopartikel magnetit juga diaplikasikan sebagai contrast agent dalam diagnosa penyakit dengan menggunakan Magnetic Resonance Imaging (MRI) (Fuad et al., 2010).

Diharapkan sintesis partikel magnetit yang berukuran nano menghasilkan partikel yang seragam menggunakan metode kopresipitasi (Mairoza & Astuti, 2016). Untuk mendapatkan partikel yang seragam perlu adanya penambahan surfaktan agar ukuran kristal dapat dikontrol. Sintesis nanopartikel tanpa penambahan surfaktan menghasilkan ukuran kristal yang tidak seragam (Rodliya, 2018). Salah satu surfaktan yang bisa digunakan yaitu asam laurat (Mairoza & Astuti, 2016). Ataefard dkk (2014) telah melakukan penelitian mengenai ukuran partikel Fe_3O_4 dengan penambahan surfaktan asam laurat 218 g/liter. Pada kondisi ini fasa yang terbentuk hanya Fe_3O_4 dengan puncak-puncak yang didapatkan mendekati puncak standar magnetit yang terdapat pada JCPDS: 00-011-0614.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui dan menganalisis pengaruh variasi massa asam laurat terhadap ukuran nanopartikel magnetit menggunakan bahan pasir besi sisa pendulangan emas di Kabupaten Sijunjung

METODE

Penelitian ini menggunakan metode kopresipitasi dengan memvariasikan massa asam laurat dengan larutan asam untuk melarutkan bahan utama yang berupa bahan alam dengan larutan asam yang digunakan HCl (Andimutiafitri, 2018). Penggunaan asam sebagai pelarut karena logam besi dapat bereaksi cepat dengan HCl yang membentuk ion Fe^{3+} dan Fe^{2+} . Untuk menghasilkan presipitasi perlu ditambahkan larutan pengendap. Salah satu larutan pengendap yang bisa digunakan yaitu NH_4OH . NH_4OH yang akan memberikan suasana basa dalam larutan (Rahimah dkk., 2019). Dimana keadaan basa tersebut mendukung terbentuknya

endapan. Produk samping yang dihasilkan dari pengendapan dengan NH_4OH dapat dihilangkan dengan jalan pemanasan (Merdekani, 2013).

Alat dan Bahan

Lumpang dan alu, magnet permanen, ayakan 80 mesh, cawan crucible, cawan penguap, neraca analitik, kaca arloji, erlenmeyer, sumbat gabus, gelas kimia, labu ukur, pipet tetes, pipet volume, pipet pump, corong buncher, batang pengaduk, spatula, magnetik stirer, spinbar, oven, desikator, furnace, masker dan sarung tangan, XRD, pasir besi sisa pendulangan emas Sijunjung, HCl 12 M, NH_4OH 6,5 M, aquades, asam laurat, aluminium foil dan kertas saring whatman no.42.

Prosedur Kerja

1) Pemurnian pasir besi secara fisika

Pasir besi diambil dari sisa pendulangan emas Sijunjung. Setelah itu dicuci dan di jemur di bawah sinar matahari. Pasir besi yang sudah kering dipisahkan dengan pengotor menggunakan magnet. Pasir besi yang telah di magnet digerus kemudian disaring dengan ayakan 80 mesh (Karbeka et al., 2020).

2) Pemurnian pasir besi secara kimia

Melarutkan 8 g, 10 g, 12 g, 14 g dan 16 g pasir besi yang sudah diayak dengan 20 ml HCl 12 M. Kemudian didiamkan selama satu hari. Setelah itu diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 60 menit pada suhu 90°C pada kecepatan 350 rpm sampai larutan homogen (Kurniawan et al., 2017). Setelah diaduk, larutan disaring dengan kertas saring whatman no.42 agar terpisah dengan pengotornya.

3) Sintesis nanopartikel magnetit

Serbuk pasir besi yang paling banyak larut pada pelarutan dengan HCl dilanjutkan dengan proses pengendapan dengan NH_4OH .

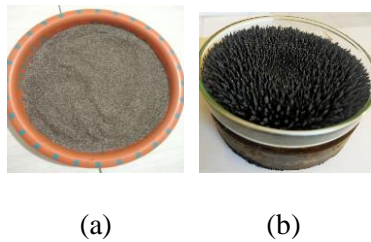
Pengendapan dilakukan dengan meneteskan filtrat (FeCl_2 dan FeCl_3) yang telah disaring kedalam wadah yang telah berisi campuran 25 ml larutan NH_4OH 6,5 M dan asam laurat dengan variasi 0 g, 1,25 g, 2,5 g, 3,75 g dan 4 g (pencampuran amoniak dengan asam laurat dilakukan pada suhu ruang sampai campuran terbentuk homogen). Endapan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan Fe_3O_4 berwarna hitam. Endapan Fe_3O_4 yang berwarna hitam pekat dipisahkan dari larutannya, kemudian dicuci menggunakan aquades sebanyak 3 kali (Kurniawan et al., 2017). Mengoven endapan pada suhu 115°C sampai kering untuk mengurangi kadar air yang terkandung. Pada suhu 400°C dilakukan kalsinasi selama 1 jam (Fahlepy et al., 2018). Hasil dari sintesis Fe_3O_4 diperoleh dalam bentuk serbuk. Serbuk magnetik hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan tahapan analisis yang melihat pengaruh variasi massa asam laurat terhadap ukuran nanopartikel magnetit menggunakan bahan pasir besi sisa pendulangan emas di Kabupaten Sijunjung diperoleh hasil ebagai berikut.

1) Variasi massa pasir besi

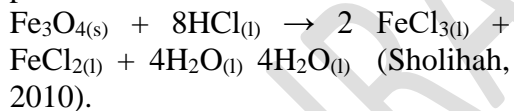
Pasir besi Sijunjung yang sudah diambil dicuci dengan air yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang dapat larut dengan air. Kemudian pasir besi dikeringkan dibawah sinar matahari untuk menghilangkan kadar airnya. Lalu pasir besi ditarik menggunakan magnet permanen untuk memisahkan mineral magnetik dengan mineral non magnetik.



Gambar 1. (a) pasir besi (b) pasir besi setelah pemurnian secara fisika

Pada Gambar (a) dapat dilihat bahwa pasir besi sebelum dilakukan pemurnian berwarna hitam ke abu-abuan. Sedangkan pasir besi setelah pemurnian secara fisika berwarna hitam seperti yang ditunjukkan oleh gambar (b).

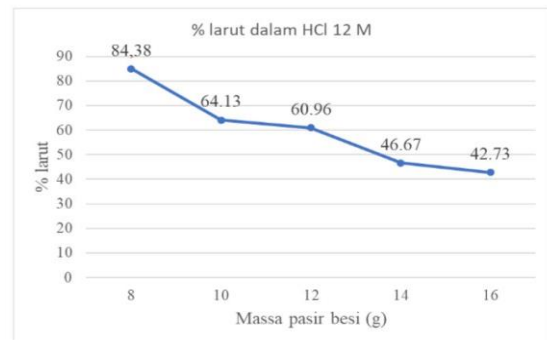
Variasi massa pasir besi dilakukan untuk mengetahui persentase paling tinggi pada pasir besi yang bereaksi dengan larutan HCl 12 M. Pelarutan pasir besi dengan HCl 12 M menggunakan volume yang sama yaitu masing-masing 20 ml dengan massa pasir besi yang berbeda yaitu 8 gram, 10 gram, 12 gram, 14 gram dan 16 gram (Nurjanah, 2018). Dengan persamaan reaksi:



Gambar 2. Pelarutan pasir besi dengan HCl

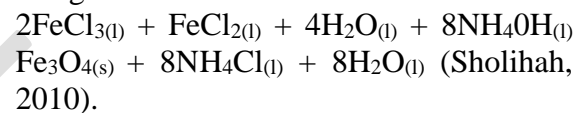
Gambar 2 merupakan pelarutan pasir besi dengan HCl 12 M yang didiamkan selama 24 jam. Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring whattman no.42 untuk mendapatkan filtrat yang tersaring dengan sempurna. Hasil dari pelarutan tersebut dihitung untuk mendapatkan

persentase kelarutan pasir besi yang optimum.

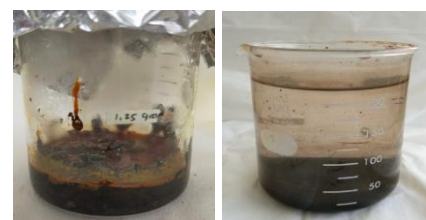


Gambar 3. Persentase kelarutan pasir besi

Dari gambar 3 dapat dilihat bahwa persentase kelarutan pasir besi optimum didapatkan pada variasi massa pasir besi 8 gram yaitu 84.38%. Filtrat dengan % rendemen tertinggi diendapkan dengan larutan NH_4OH 6,5 M yang telah dicampurkan dengan asam laurat yang divariasikan. Dengan variasi yang digunakan 1,25 gram, 2,5 gram, 3,75 gram, dan 5 gram. Metode pengendapan ini disebut dengan metode kopresipitasi. Dengan reaksi:



Penambahan asam laurat bertujuan untuk melapisi magnetit untuk mencegah terjadinya aglomerasi. Untuk mendapatkan endapan, filtrate tersebut diteteskan kedalam campuran tersebut. Magnetit akan mulai terbentuk pada pH 9-14 (Maylani dkk., 2016). Endapan yang didapatkan dibilas menggunakan aquadest sampai mendapatkan pH =7 yang berfungsi untuk menghilangkan anion dan kation yang larut.



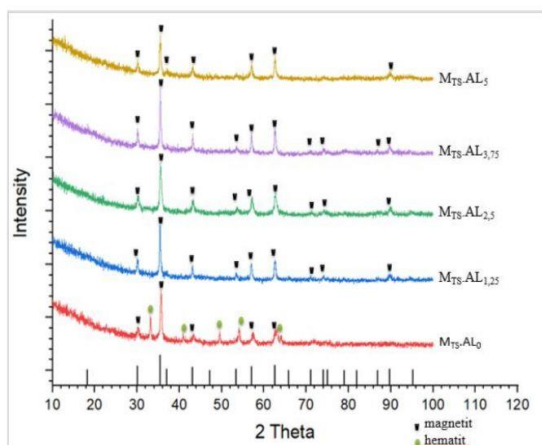
(a) (b)

Gambar 4. (a) Pengendapan dengan NH_4OH (b) Pencucian dengan aquadest

Dari Gambar 4.a dapat dilihat bahwa endapan yang didapat berwarna hitam. Dan pada Gambar 4.b merupakan endapan setelah dibilas menggunakan aquadest sampai mendapatkan pH=7. Endapan kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 115°C bertujuan untuk menghilangkan kadar airnya. Dan dilakukan sintering dengan furnace dengan suhu 400°C untuk mendapatkan oksida besi magnetit.

2) Karakterisasi XRD

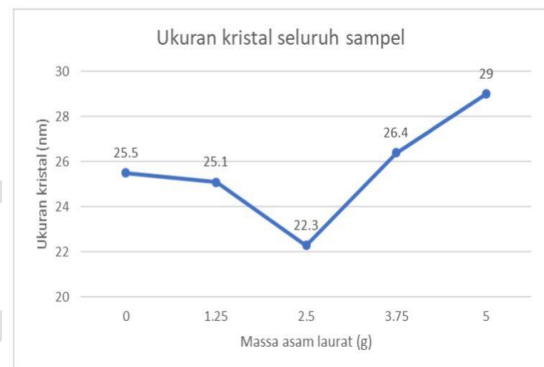
Analisi uji XRD bertujuan untuk menganalisis fasa, dan ukuran kristal pada sampel dengan cara menentukan parameter struktur kisi dan mendapatkan ukuran partikel (Syukriani, 2017).



Gambar 5. Hasil uji XRD serbuk hasil sintesis Fe_3O_4 dengan variasi penambahan massa asam laurat.

Dari Gambar 5 dapat dilihat hasil difraktogram hasil sintesis, dimana puncak-puncak difraksi yang dihasilkan sesuai dengan data standar magnetit yang diperoleh. Puncak-puncak tertinggi setiap sampel berkisar pada sudut $2\theta = 35$, tetapi pada sampel $M_{TS}\text{-}AL_0$ terdapat pengotor hematit karena senyawa magnetit mudah teroksidasi membentuk hematit, sehingga struktur yang dihasilkan kubik dan rhombohedral. Untuk menghilangkan kecenderungan magnetit mudah teroksidasi, maka perlunya penambahan surfaktan. Pada sampel $M_{TS}\text{-}AL_{1,25}$; $M_{TS}\text{-}AL_{2,5}$; $M_{TS}\text{-}AL_{3,75}$; $M_{TS}\text{-}AL_5$ merupakan dengan

penambahan asam laurat (1,25 gram, 2,5 gram, 3,75 gram dan 5 gram) terbentuk fasa magnetit tunggal dengan struktur kubik. Ukuran sampel dapat diidentifikasi dari nilai lebar setengah puncak maksimum (FWHM) pada puncak tertinggi. Sampel dengan FWHM yang lebar akan memiliki ukuran kristal yang kecil. Begitupun sebaliknya sampel dengan memiliki FWHM yang sempit maka akan memiliki ukuran kristal besar. Kemudian hasil dari data XRD yang diperoleh kemudian dihitung menggunakan persamaan *Scherrer-Debye* sehingga dapat dihasilkan dan diketahui ukuran kristal pada masing-masing produk hasil sintesis yang dapat dilihat pada Gambar 6.

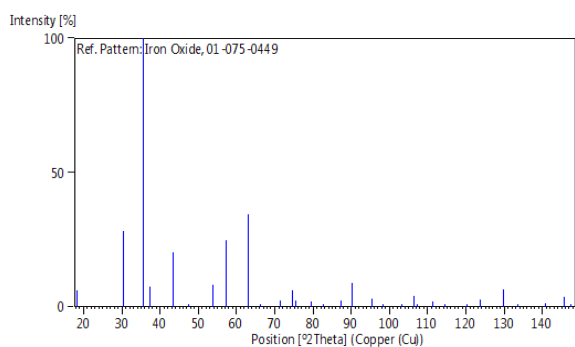


Gambar 6. Ukuran kristal seluruh sampel

Pada Gambar 6 dapat dilihat bahwa semakin banyak penambahan asam laurat maka semakin kecil ukuran kristal magnetit yang terbentuk, tetapi ada batasan penambahan asam laurat untuk memperkecil ukuran kristal, karena dengan penambahan asam laurat yang berlebih akan mengalami aglomerasi dan pembentukan ukuran kristal yang besar (Ataeefard et al., 2014). Dengan kondisi optimum yang didapatkan pada persamaan *Scherrer-Debye* diperoleh pada sampel $M_{TS}\text{-}AL_{2,5}$ dengan ukuran kristal yang didapatkan 22,3 nm.

Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa variasi massa asam laurat pada sintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dapat memperkecil ukuran partikel dan dapat menghasilkan distribusi partikel Fe_3O_4 yang seragam serta dapat

mencegah terjadinya oksidasi dari Fe_3O_4 (Mairoza & Astuti, 2016). Hasil dari uji XRD menunjukkan serbuk hasil sintesis Fe_3O_4 dengan penambahan asam laurat sesuai dengan pola XRD magnetit standar yang didapatkan dari data *Joint Committee Powder Diffraction Standards I* (JCPDS : 01-075-0449).



Gambar 7. Spektrum XRD Fe_3O_4 standar (Bragg, W.L., 1915).

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa variasi massa asam laurat berpengaruh terhadap ukuran nanopartikel magnetit. Hal ini juga didukung oleh data eksperimen dari hasil puncak tertinggi setiap sampel berkisar pada sudut 2 theta = 35, dimana hal ini sesuai dengan data XRD magnetit standard JCPDS : 01-075-0449 (Bragg, W.L., 1915).

KESIMPULAN DAN SARAN

Perbedaan massa pasir besi menghasilkan larutan FeCl_3 dan FeCl_2 dengan persentase kelarutan besi oksida yang berbeda. Kelarutan besi oksida tertinggi berada pada massa 8 gram yaitu sebanyak 84,38%. Penambahan asam laurat dapat mempengaruhi ukuran kristal dan ukuran nanopartikel Fe_3O_4 . Penambahan asam laurat dapat memperkecil ukuran kristal Fe_3O_4 . Pada saat penambahan 5 gram asam laurat ukuran kristal kembali menjadi besar dikarenakan penambahan asam laurat yang berlebihan akan memicu terjadinya pertumbuhan kristal dan agregasi. Sampel tanpa penambahan asam laurat didominasi oleh fasa hematit dan pada sampel dengan

penambahan asam laurat diperoleh struktur kristal kubik dengan fasa tunggal magnetit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada pembimbing penelitian, dan segenap staf laboratorium kimia FMIPA UNP yang telah mendukung baik dalam fasilitas maupun peralatan untuk keberhasilan dan kelancaran pada penelitian.

REFERENSI

- Ataefard, M., Ghasemi, E., & Ebadi, M. (2014). Effect of micro- and nanomagnetite on printing toner properties. *The Scientific World Journal*, 2014(April). <https://doi.org/10.1155/2014/706367>.
- Bragg, W.L. (1915). *Standard magnetite XRD*.
- Fahlepy, M. R., Tiwow, V. A., & Subaer. (2018). Characterization of magnetite (Fe_3O_4) minerals from natural iron sand of Bonto Kanang Village Takalar for ink powder (toner) application. *Journal of Physics: Conference Series*, 997(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/997/1/012036>.
- Fuad, A., Wulansari, R., Taufiq, A., & Sunaryono. (2010). Sintesa dan Karakterisasi Sifat Struktur Nano Partikel $\text{Fe}_3\text{-X MnXO}_4$ dengan Metode Kopersipitasi. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIV HFI Jateng & DIY*, 139–145.
- Karbeka, M., Koly, F. V. L., & Tellu, N. M. (2020). Karakterisasi Sifat Kemagnetan Pasir Besi Pantai Puntaru Kabupaten Alor-NTT. *Lantanida Journal*, 8(2), 108–116.
- Kurniawan, R. A., Astuti, & Muldarisnur. (2017). *Pengaruh Penambahan Asam*

- Laurat Terhadap Sifat Fisis dan Magnetik Nanopartikel Fe₃O₄*. 6(4), 362–367.
- Mairoza, A., & Astuti, A. (2016). Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dari Batuan Besi Menggunakan Asam Laurat sebagai Zat Aditif. *Jurnal Fisika Unand*, 5(3), 283–286.
<https://doi.org/10.25077/jfu.5.3.283-286.2016>.
- Maylani, A. S., Sulistyaningsih, T., & Ella, K. (2016). Preparasi Nanopartikel Fe₃O₄ (Magnetit) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logamkadmium. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 5(2), 1–6.
- Merdekani, S. (2013). Sintesis Partikel Nanokomposit Fe₃O₄/SiO₂ dengan Metode Kopersipitasi. *Pemanfaatan Sains Dan Teknologi Nuklir Serta Peranan MIPA Di Bidang Kesehatan, Lingkungan Dan Industri Untuk Pembangunan Berkelanjutan*, 472–477.
- Nurjanah, S. (2018). **SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIK Fe₃O₄ PASIR BESI GLAGAH KULON PROGO DENGAN METODE KOPRESIPITASI.**
- Prasetya Aji, M., Yulianto, A., & Bijaksana, S. (2007). Sintesis Nano Partikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal. *Indonesian Journal of Materials Science*, 106–108.
- Prasetyowati, Hermanto, M., & Farizy, S. (2014). Pembuatan asap cair dari cangkang buah karet sebagai koagulan lateks. *Jurnal Teknik Kimia*, vol 20(1), 14–21.
- Rahimah, Fadli, A., Yelmida, Nurfajriani, & Zakwan. (2019). Synthesis and Characterization Nanomagnetite by Co-precipitation. *Indonesian Journal of Chemistry Science and Technology*, 02(2), 90–96.
- Refles. (2012). *Kegiatan Pertambangan Emas Rakyat dan Implikasinya Terhadap Kondisi Sosial Ekonomi Masyarakat di Kenagarian Mundam Sakti Kecamatan IV Nagari, Kabupaten Sijunjung. Arikel ilmiah pada Program Studi Pembangunan Wilayah dan Pedesaan, Program Pascasarjana Univ.*
- Rodliya, L. S. (2018). *Sintesis Pigmen Maghemit (γ-Fe₂O₃) dari Limbah Bubuk Industri Kerajinan Besi dengan Variasi Suhu Kalsinasi.* Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Salomo, S., Erwin, E., Malik, U., & Putra, S. U. (2018). Sifat Magnetik Dan Ukuran Partikel Magnetik Serta Komposisi Material Pasir Besi Pantai Kata Pariaman Sumatera Barat Di Sintesa Dengan Iron Sand Separator Dan Ball Milling. *Journal Online of Physics*, 3(2), 11–14.
<https://doi.org/10.22437/jop.v3i2.5730>.
- Sholihah, L. K. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe₃O₄ Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (Aldrich). *Institute Teknologi Sepuluh November*, 2–15.
- Suhala, S., & Arifin, M. (1997). *Bahan Galian Industri, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Industri.*
- Syukriani, H. dkk. (2017). *dan Struktur Stronsium Ferit (SrFe₂O₁₉) Pasir Besi Batang Sukam Kabupaten Sijunjung Sumatera Barat*. 6(3), 225–231.

Wahyuni, L. dkk. (2013). *Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Pigmen (Biru) Prussian Blue*

Ferric(III)Hexacyanoferrate(II) (Fe₄[Fe(CN)₆]₃) Berbahan dasar pasir besi alam. Iii.

NATURAL SCIENCE