

BAB III

EKSPERIMEN

III.1. SINTESIS PARTIKEL NANOMAGNETIK JACOBSITE

Proses sintesis partikel nanomagnet Jacobsite yang digunakan oleh penulis menggabungkan metode *co-precipitation* seperti yang dilakukan oleh Z. J. Zhang et. al. [15] dan Shuijin Lei et. Al. [20]. Terdapat dua macam cara sintesis partikel nanomagnetik yang diteliti dalam tulisan ini, yaitu proses sintesis tanpa menggunakan bantuan ultrasonik dan dengan menggunakan bantuan ultrasonik. *Reagent* yang digunakan dalam penelitian ini adalah *reagent* dengan kualitas *pro analyst*, yaitu: Manganese(II)Sulfate Monohydrate (98%, Merck), Eisen(III)Chloride Hexahydrate (98%, Riedel de-Haen), dan Sodium Hydroxide (97+%, Sigma-Aldrich); *reagent* tersebut digunakan langsung tanpa pemurnian lebih lanjut.

Secara singkat proses sintesis partikel nanomagnetik Jacobsite dengan metode *co-precipitation* yang dilakukan dalam penelitian ini dapat dituliskan dalam persamaan reaksi seperti dalam persamaan (1) di bawah ini:



dengan x dan y adalah besar molaritas *reagent* tersebut yang akan divariasikan kemudian.

Sintesis partikel nanomagnetik Jacobsite dilakukan dengan melarutkan *Manganese Sulfate Monohydrate* ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dan *Eisen Chloride Hexahydrate* ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) berturut-turut ke dalam aquades dengan molaritas masing-masing sebesar 0.4 dan 0.8 molar. Untuk partikel nanomagnetik yang disintesis tanpa menggunakan bantuan ultrasonik maka larutan $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ langsung dicampurkan dengan basa sodium hidroksida, sedangkan untuk proses sintesis dengan bantuan ultrasonik larutan garam $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ diletakkan terlebih dahulu pada *ultrasonic bath* dengan frekuensi 40kHz selama 30 menit. Diharapkan dengan menggunakan bantuan ultrasonik kedua bahan kimia tersebut lebih mudah bereaksi dan tercampur dengan sempurna untuk membentuk partikel nanomagnetik Jacobsite dapat terbentuk [20]. 150 ml NaOH dengan molaritas sebesar 1,5 molar ditambahkan ke dalam larutan tersebut secara perlahan-lahan dan diaduk selama 30 menit; setelah 30 menit warna larutan akan berubah menjadi coklat kehitaman. Langkah selanjutnya adalah memisahkan antara partikel yang terbentuk dan pelarutnya dengan menggunakan centrifuge pada kecepatan 3600 rpm selama 10 menit yang dilakukan sebanyak tiga kali. Proses centrifuge dilakukan ulang sebanyak dua kali dengan menambahkan ethanol ke dalam partikel agar tidak terjadi penggumpalan pada sampel. Sampel dikeringkan pada $100\text{ }^\circ\text{C}$ setelah proses *ageing* pada temperatur ruangan selama lebih dari 48 jam.

Pada dasarnya proses *ageing* adalah proses oksidasi partikel nanomagnetik tersebut sehingga partikel yang diinginkan dapat terbentuk dengan bantuan oksidasi dan dalam waktu yang lama. Proses *ageing* dapat membantu dalam menghasilkan sampel kristal partikel nanomagnetik [25]. Proses *ageing* dilakukan untuk membantu proses menumbuhkan kristal setelah disintesis. Selama proses *ageing* pertumbuhan kristal terjadi secara lambat dengan cara *self assembly* dari atom-atom penyusun pada waktu yang lama. Proses *ageing* diharapkan dapat membantu pertumbuhan kristal sebelum dikeringkan.

Untuk mengetahui efek dari perbandingan molaritas garam $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ terhadap sifat struktur partikel nanomagnetik yang dihasilkan maka dilakukan perbandingan molaritas garam $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan dalam sintesis. Perbandingan molaritas yang dilakukan adalah 1 : 1, 1 : 2, dan 1 : 3. Variasi perbandingan molaritas garam $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilakukan baik pada proses sintesis dengan bantuan ultrasonik ataupun tanpa bantuan ultrasonik dengan perbandingan konsentrasi yang sama.

Perlakuan termal annealing yang dilakukan pada sampel partikel nanomagnetik Jacobsite dilakukan pada partikel nanomagnetik yang disintesis tanpa dan dengan bantuan ultrasonik dengan dua macam variasi, yaitu: variasi waktu annealing dan variasi temperatur annealing untuk melihat

pertumbuhan kristal yang terjadi pada sampel. *Annealing* hanya dilakukan pada sampel dengan perbandingan molaritas Mn/Fe = 1/2. Waktu *annealing* divariasikan, di mana variasi waktu *annealing* dilakukan selama: 0,5 jam, 1 jam, 2 jam, dan 4 jam. Temperatur *annealing* yang divariasikan adalah: 240 °C, 300 °C, 400 °C, dan 600 °C. Proses *annealing* yang dilakukan berlangsung pada keadaan tekanan rendah untuk menghindari adanya pengotor dari luar yang dapat bercampur ketika proses berlangsung, dengan tekanan rata-rata pada setiap proses kurang dari 20 milibar. Warna sampel tidak mengalami perubahan setelah proses *annealing* yaitu masih tetap berwarna coklat kehitaman.

III.2. KARAKTERISASI SAMPEL

Seluruh sampel dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar X pada Pusat Ilmu Pengetahuan BATAN dengan menggunakan Philips PW-1710. Pola difraksi sinar X direkam antara sudut 20° dan 80° dengan menggunakan lampu Cu. Analisis Rietveld pada pola difraksi sinar X dilakukan dengan menggunakan program Rietan-2000 [26].

Perhitungan *grain size* (ukuran partikel) dilakukan dengan menggunakan formula Debye-Scherrer [27] dengan formula sebagai berikut:

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

B adalah nilai *Full Width Half Max* (FWHM) dari puncak difraksi dan D adalah ukuran partikel. Nilai FWHM yang digunakan untuk menghitung ukuran partikel diambil dari puncak difraksi tertinggi.

Perhitungan kuantitatif untuk persentase berat fasa dari sampel dijelaskan pada [26]. Perhitungan persentase berat fasa dilihat dari intensitas refleksi yang mungkin dihasilkan oleh kontribusi atom-atom yang tersusun dalam kristal tersebut. Apabila terdapat cacat kristal seperti *vacancy* pada atom di posisi tertentu atau *strain* pada kisi kristal maka intensitas difraksi sinar X akan berkurang atau bergeser. Setelah dilakukan perhitungan tersebut diketahui berat molar atom atau molekul yang berkontribusi terhadap intensitas refleksi pada sudut tertentu. Perbandingan berat molar ini yang digunakan dalam menentukan persentase berat suatu fasa untuk analisis kuantitatif difraksi sinar X.

Pada tulisan ini metode DSC juga dilakukan untuk mengklarifikasi adanya fasa yang terkandung pada sampel dengan cara melihat perubahan fasa yang terjadi pada sampel tersebut. Pengukuran DSC dilakukan dari temperatur ruangan sampai dengan temperatur 625°C. Bubuk alumina digunakan sebagai referensi selama proses karakterisasi DSC karena alumina memiliki temperatur transformasi yang jauh dari jangkauan temperatur operasi DSC yaitu pada 1200°C.