Akreditasi LIPI Nomor : 536/D/2007
Tanggal 26 Juni 2007

ANALISIS UKURAN DAN KORELASI NANO PARTIKEL Fe_3O_4 DALAM FLUIDA MAGNETIK DENGAN TEKNIK HAMBURAN NEUTRON SUDUT KECIL

Sistin A. Ani[1], E. Giri Rachman Putra[2], Abarrul Ikram[2], Suminar Pratapa[1], Sriyani Purwaningsih[1], Triwikantoro[1] dan Darminto[1]

[1]Jurusan Fisika, FMIPA - ITS
Kampus ITS, Sukolilo, Surabaya 60111
[2]Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

ABSTRAK

ANALISIS UKURAN DAN KORELASI NANO PARTIKEL Fe_3O_4 DALAM FLUIDA MAGNETIK DENGAN TEKNIK HAMBURAN NEUTRON SUDUT KECIL. Telah dilakukan analisis ukuran dan korelasi nanopartikel Fe_3O_4 dalam fluida magnetik menggunakan Teknik Hamburan Neutron Sudut Kecil. Analisis ukuran partikel dilakukan dengan pendekatan daerah Guinier untuk memperoleh ukuran jari-jari girasi dalam partikel yang selanjutnya digunakan untuk menentukan rerata jari-jari partikel magnetit. Ukuran jari-jari partikel magnetit berkisar antara 17,8 nm hingga 53,6 nm. Pendekatan dengan model *Poly Core Shell Ratio* menunjukkan harga ukuran rerata jari-jari partikel sebesar 25 nm dengan polidispersitas sebesar 0,4. Pengaruh konsentrasi fluida magnetik terhadap ketebalan lapisan surfaktan tidak menunjukkan perubahan harga yang signifikan yaitu sebesar 6 Å hingga 8 Å dan dalam kisaran variasi 0,5 M hingga 3 M belum ditemukan adanya korelasi antar partikel magnetit dalam fluida magnetik**.**

***Kata kunci** : Nanopartikel Fe_3O_4 , Fluida magnetik, Hamburan neutron sudut kecil*

ABSTRACT

SIZE AND CORRELATION ANALYSES OF Fe_3O_4 NANO PARTICLES IN MAGNETIC FLUIDS BY SMALL ANGLE NEUTRON SCATTERING TECHNIQUE. Size and correlation analyses of Fe_3O_4 nanoparticles have been carried out by the measurement of small angle neutron scattering. Particle size of magnetite is analyzed by employing Guinier region approximation in order to obtain gyration radius, which will be used to further determine the average radius of magnetite particles resulting in the value between 17.8 nm and 53.6 nm. Further approximation using Poly Core Shell Ratio Model shows the average particle size of 25 nm with polydispersity of 0.4. The effect of magnetic fluids concentration on the thickness of surfactant layer on the particles surface has not shown a significant change with the value between 6 Å and 8 Å relating to the molar concentration between 0.5 M and 3 M, signifying no correlation among the particles in magnetic fluids.

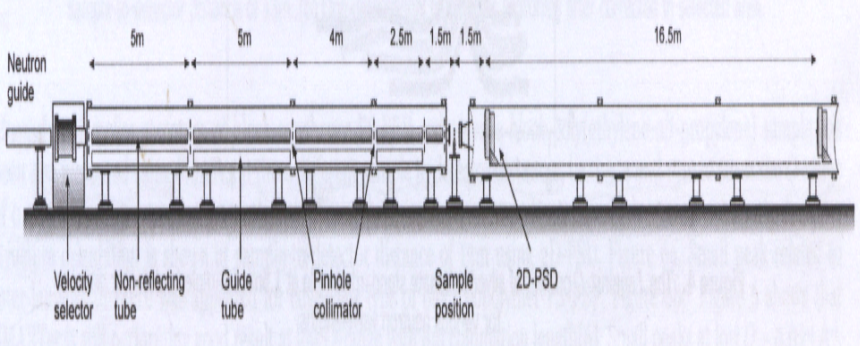
***Key words** : Fe_3O_4 nanoparticle, Magnetic fluids, Small angle neutron scattering*

PENDAHULUAN

Fenomena pada bahan dengan struktur berukuran puluhan sampai ribuan angstrom dapat diamati dengan menggunakan teknik hamburan neutron sudut kecil (*SANS*) sebagai salah satu teknik alternatif. Kelebihan teknik ini terletak pada daya tembus neutron yang besar pada hampir semua bahan, sehingga penggunaan cuplikan dalam bentuk *bulk* maupun *fluida* dapat dilaksanakan tanpa membutuhkan keahlian tersendiri dalam penyiapan cuplikan [2].

Metode hamburan neutron telah banyak digunakan sejak 20 tahun lalu untuk penentuan sifat dan struktur cairan magnetik dalam tingkat mikroskopik. Selain itu metode ini dapat dikembangkan untuk penentuan ukuran partikel, pengamatan fenomena gumpalan atau agregasi, dinamika cairan magnetik, interaksi partikel dengan surfaktan serta perilaku magnetik dari sampel. Hal ini disebabkan karena neutron memiliki spin magnetik sehingga selain dapat mengenal partikel penghambur, neutron juga dapat berinteraksi dengan momen magnetik dari sampel bahan magnet. Selain digunakan untuk menentukan struktur partikel magnetik, metode hamburan neutron khususnya teknik

Edisi Khusus Oktober 2007, hal : 83 - 87
ISSN : 1411-1098



Gambar 1. Diagram skematik alat Spektrometer Hamburan Neutron Sudut Kecil [6,7].

hamburan neutron sudut kecil juga banyak diaplikasikan untuk menentukan panjang rantai polimer [1].

Teknik pengukuran hamburan neutron sudut kecil memanfaatkan jangkauan momentum transfer yang cukup besar dan jangkauan panjang gelombang dari 3 Å sampai dengan 6 Å sehingga dapat digunakan untuk mengamati struktur partikel dalam sistem hamburan secara lebih dekat dengan jarak daerah yang diukur antara 20 sampai dengan 1250 Å.

Kelebihan ini banyak dimanfaatkan untuk menentukan ukuran partikel dalam sistem hamburan baik berupa padatan, cairan maupun gas. Penentuan ukuran partikel akan menjadi lebih mudah apabila keadaan dalam sistem hamburan diketahui dengan jelas.

Dalam penelitian ini akan dilakukan analisis mengenai ukuran partikel dalam sistem hamburan berupa fluida magnetik menggunakan teknik hamburan neutron sudut kecil. Ukuran partikel dianalisis menggunakan pendekatan daerah Guinier. Selain hal tersebut, penelitian ini juga akan membahas mengenai pengaruh konsentrasi fluida magnetik terhadap ketebalan lapisan surfaktan dan ukuran partikel dalam fluida magnetik.

METODE PERCOBAAN

Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini berupa cairan magnetik (ferofluida) atau biasa dikenal sebagai fluida magnetik Sampel yang digunakan merupakan pasir alam yang berasal dari daerah yaitu Madiun yang diambil dari aliran anak sungai Brantas. Pasir alam diekstraksi dengan menggunakan magnet permanen sehingga diperoleh pasir yang mengandung besi. Pasir besi ditimbang sebanyak 20 gram. Selanjutnya pasir besi dilarutkan dalam larutan HCl 12,063 M sambil dipanaskan pada temperatur 70 °C selama 20 menit dan larutan diaduk menggunakan pengaduk magnetik.

Kemudian dilakukan penambahan larutan NH_4OH 6,5 M ke dalam larutan sampai larutan yang terbentuk berwarna coklat kehitaman. Larutan dituangkan ke dalam gelas ukur sambil disaring menggunakan *aquadest* sampai diperoleh larutan yang bening. Endapan yang terbentuk merupakan partikel magnetit Fe_3O_4. Masing-masing ditimbang sebanyak 5 gram kemudian ditambahkan larutan tetrametil amonium hidroksida yang berfungsi sebagai surfaktan untuk menjaga agar partikel tetap terpisah dan tidak terjadi aglomerasi. Dari fluida magnetik yang telah dibuat, dilakukan pengenceran untuk memvariasi konsentrasi partikel magnetit dalam fluida magnetik yang terbentuk dengan menambahkan surfaktan. Konsentrasi cairan magnetik bervariasi sebesar 0,5 M; 1 M; 2 M; 3 M.

Karakterisasi Sampel

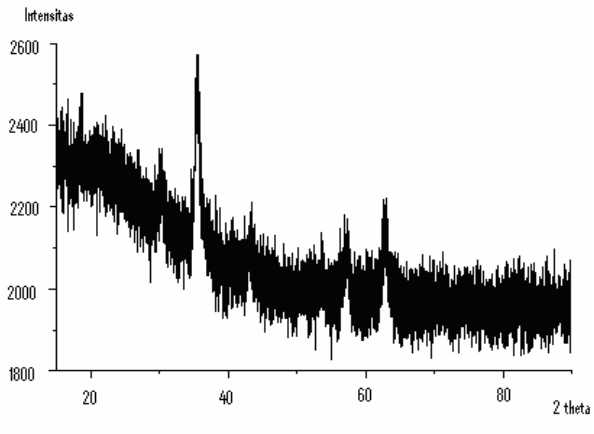
Karakterisasi ukuran nanopartikel dalam fluida magnetik dilakukan menggunakan Difraktometer Sinar-X JEOL JDX 3530, *Magnetic Force Microscope* (*MFM*) dan Spektrometer Hamburan Neutron Sudut Kecil di Laboratorium Hamburan Neutron BATAN Serpong.

Setiap pengukuran dilakukan pada jarak detektor dengan sampel sebesar 1,5 m; 4 m; dan 13 m. Pengambilan data untuk setiap jarak detektor dilakukan selama 2 jam. Panjang kolimator, letak pinhole dan jarak sampel dengan detektor dapat diubah-ubah dengan menggunakan kontrol mekanisme melalui komputer yang sudah dihubungkan dengan alat *SANS*. Panjang gelombang yang digunakan adalah 0,39 nm sampai dengan 0,49 nm dengan selektor kecepatan 5000 rpm dan 4000 *rpm*.

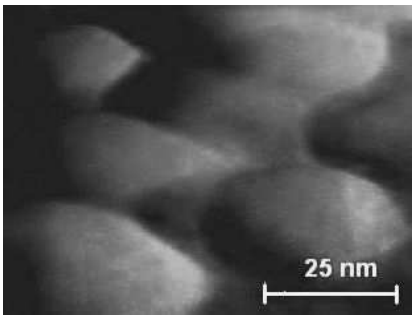
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran dengan alat difraktometer sinar-x JEOL JDX 3530 dilakukan di Laboratorium Dasar Bersama Universitas Airlangga. Hasil penelitian menggunakan metode difraksi sinar-x menghasilkan pola seperti pada Gambar 2 dan analisis dengan program *Rietica* memperoleh hasil ukuran kristal dari Fe_3O_4 besar 7,06 nm [5]. Ukuran ini berlaku jika partikel merupakan partikel primer yang terdiri dari kristal tunggal. Penentuan ukuran partikel dilakukan menggunakan *Magnetic Force Microscope* [3] di Malaysia. Hasil pengujian dengan *MFM* menunjukkan adanya ukuran partikel sebesar 25 nm seperti pada Gambar 3.

Penentuan ukuran dan korelasi nanopartikel Fe_3O_4 dilakukan menggunakan Spektrometer Hamburan Neutron Sudut Kecil. Hasil data percobaan akan



Gambar 2. Pola hasil difraksi serbuk Fe_3O_4



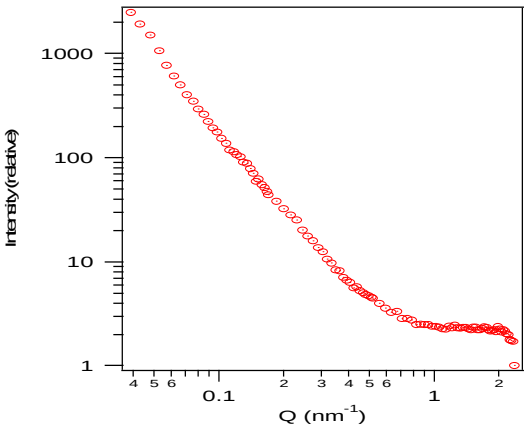
Gambar 3. strukturmikro fluida magnetik menggunakan *MFM* dengan diameter rata-rata partikel 25 nm.

dianalisis menggunakan 2 metode yaitu program *fitting* pendekatan daerah *Guinier* pada interval Q antara 0,8 nm^{-1} dan 1,2 nm^{-1} untuk menentukan ukuran rata-rata partikel. *Gradien* grafik hubungan ln (I) terhadap Q^2 digunakan untuk menentukan jari-jari girasi partikel (R_g) yang selanjutnya akan digunakan untuk penentuan ukuran rata-rata partikel. *Gradien* garis pada daerah Guinier sebanding dengan $-^1/_3 R_g$. Pola hamburan fluida magnetik 0,5 M disajikan dalam Gambar 5.

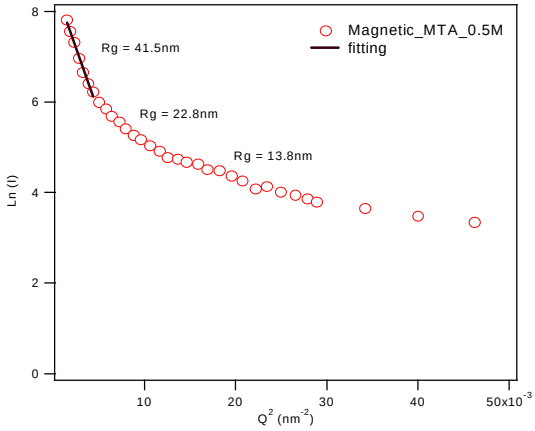


Gambar 4. Fluida magnetik Fe_3O_4 + tetrametil amonium hidroksida dalam pengaruh magnet permanen.

Karakteristik ukuran partikel dalam fluida magnetik 0,5 M dengan konsentrasi partikel magnetitnya sebesar 0,28 % menghasilkan tiga jenis ukuran ukuran yang bervariasi (Gambar 6) dalam interal 17,8 nm; 29,4 nm dan 53,6 nm dengan mengasumsikan semua partikel berbentuk bola dan partikel diasumsikan terpisah satu sama lain karena partikel sudah berada pada *dilute*



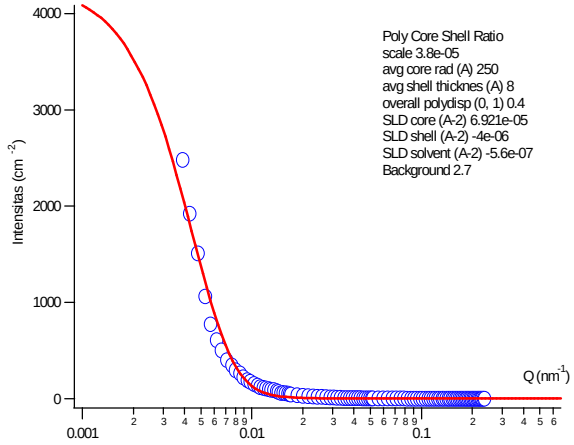
Gambar 5. Pola hamburan dari fluida magnetik dengan konsntrasi 0,5 M.



Gambar 6. Hasil *fitting* pola hamburan fluida magnetik 0,5 M untuk penetuan ukuran partikel MTA = Magnetik + tetrametil amonium hidroksida

system sehingga interaksi antar partikel dapat diabaikan atau S(Q) = 1.Adanya variasi ukuran partikel disebabkan oleh adanya polidispersitas dalam fluida magnetik.

Sebagai metode pembanding digunakan program *fitting* permodelan *Poly Core Shell Ratio* (Gambar 7), model ini dipilih karena lebih sesuai dengan sistem hamburan yang diukur yaitu terdiri dari partikel magnetit



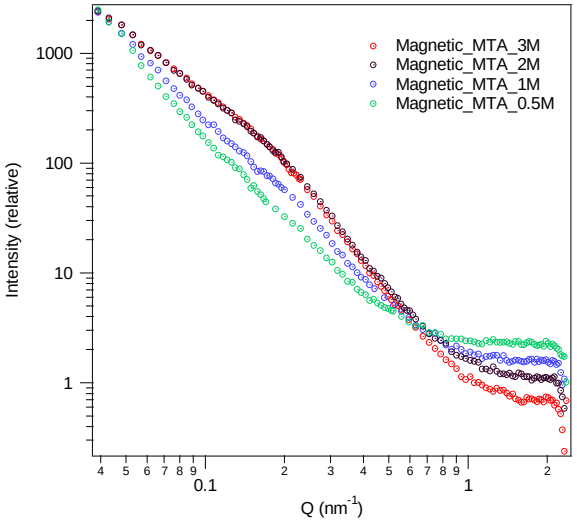
Gambar 7. Penentuan ukuran partikel dengan bantuan *Poly Core Shell Ratio Model.*

Edisi Khusus Oktober 2007, hal : 83 - 87
ISSN : 1411-1098

sebagai *core* dan surfaktan sebagai *shell*. Selain itu model ini diharapkan dapat menjawab pertanyaan yang timbul dari analisis pendekatan daerah *Guinier* yang berhubungan dengan *polidispersitas* dari ukuran partikel dalam fluida magnetik. Berdasarkan hasil pencocokan dengan model *poly core shell ratio* dapat diperoleh beberapa informasi tentang ukuran rata-rata jejari partikel magnetit yaitu sebesar 25 nm dengan harga kepolidispersifan sebesar 0,4 yang berarti hampir sebagian partikel magnetit berukuran rata-rata 50 nm. Ketebalan lapisan surfaktan juga dapat ditentukan dari model ini yaitu rata-rata tebal lapisan sebesar 8 Å.

Hasil *fitting* pada pendekatan daerah Guinier yang menunjukkan ukuran jari-jari partikel sebesar 53,6 nm memungkinkan adanya aglomerasi antar partikel. Hal ini dapat terjadi karena kurangnya kontrol mekanisme pada saat pembuatan sampel sehingga di antara partikel telah terjadi aglomerasi sebelum surfaktan tercampur sempurna untuk melapisi tiap-tiap partikel. Partikel magnetit mudah beraglomerasi karena mempunyai sifat magnet yang kuat dan didukung oleh sifat ingin menstabilkan diri dengan cara bergabung dengan partikel lain karena ukuran partikel yang sangat kecil.

Untuk mengetahui pengaruh ketebalan lapisan surfaktan terhadap korelasi antar partikel, pada penelitian ini digunakan cairan magnetik Fe_3O_4 dengan konsentrasi masing-masing 0,5 M, 1 M, 2 M dan 3 M. Masing-masing sampel diukur dalam waktu 2 jam pada jarak detektor-sampel sebesar 1,5 m, 4 m dan 13 m. Dari hasil analisis data seperti yang telah dilakukan pada percobaan sebelumnya, maka dapat diperoleh hubungan antar intensitas hamburan (I) terhadap vektor hamburan (Q) untuk masing-masing konsentrasi cairan magnetik seperti terlihat pada Tabel 1.



Gambar 8. Grafik hubungan antara intensitas (I) terhadap Q pada konsentrasi fluida magnetik yang bervariasi.

Tabel 1. Hasil analisis pola hamburan pada variasi konsentrasi cairan magnetik.

Konsentrasi fluida magnetik (M)	Prosen volume partikel magnetit Fe_3O_4 (%)	Q (nm^{-1})	Intensitas (cm^{-2})	Tebal lapisan surfaktan (Å)
0,5	0,28	0,112	118,65	8
1	0,55	0,112	193,73	7
2	1,11	0,112	344,18	6
3	1,67	0,112	344,18	6

Berdasarkan Gambar 7 dapat dijelaskan bahwa semakin tinggi konsentrasi cairan magnetik maka intensitas hamburan yang dihasilkan juga semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi konsentrasi cairan magnetik berarti kandungan partikel magnetit sebagai partikel penghambur semakin besar, sedangkan jumlah surfaktannya lebih sedikit. Hal inilah yang menyebabkan intensitas *background* semakin turun dengan bertambahnya kandungan partikel magnetit Fe_3O_4. Pada saat konsentrasi partikel magnetit sebesar 2 M dan 3 M menunjukkan pola hamburan yang hampir berhimpit meskipun intensitas *background* pada konsentrasi 3 M lebih kecil dibandingkan dengan intensitas *background* pada konsentrasi cairan magnetik sebesar 2 M.

Berdasarkan hasil analisis yang diperoleh melalui proses pencocokkan (*refinement*) dengan pendekatan model *Poly Core Shell Ratio* seperti disajikan dalam Tabel 1 maka dapat disimpulkan bahwa ketebalan lapisan surfaktan yang melingkupi partikel magnetit berubah terhadap variasi konsentrasi fluida magnetik. Ketebalan lapisan surfaktan menurun ketika konsentrasi fluida magnetik dibuat lebih besar. Hal ini disebabkan karena jumlah fraksi volume dari surfaktan dan pelarut akan semakin rendah ketika konsentrasi fluida magnetik semakin tinggi. Saat konsentrasi fluida magnetik sebesar 2 M dan 3 M, dihasilkan tebal lapisan surfaktan yang sama yaitu sebesar 6 μ.

Hal ini menunjukkan bahwa ada batasan tertentu untuk ketebalan lapisan surfaktan yang melapisi permukaan partikel magnetit baik untuk konsentrasi fluida magnetik yang rendah maupun tinggi, ketebalan lapisan surfaktan akan sedikit lebih besar apabila fluida magnetik sangat encer. Namun ukuran partikel magnetitnya tidak mengalami perubahan. Ukuran partikel tetap berada pada kisaran 17,8 nm hingga 53,6 nm yang menandakan bahwa dalam kisaran konsentrasi yang digunakan dalam penelitian belum ada korelasi partikel magnetit dalam fluida magnetik. Peningkatan konsentrasi fluida magnetik akan menurunkan intensitas background yang disebabkan oleh pelarut dan surfaktan karena jumlah partikel penghamburnya semakin besar. Hal ini tampak dalam intensitas hamburan yang semakin tinggi dengan meningkatnya konsentrasi partikel magnetit menunjukkan adanya partikel penghambur yang semakin besar sehingga intensitas surfaktan dan pelarut yang berperan sebagai *background* semakin rendah.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat diperoleh beberapa simpulan sebagai berikut :

1. Metode pengukuran menggunakan teknik hamburan neutron sudut kecil cukup efektif untuk menentukan ukuran partikel dan mengetahui pengaruh ketebalan lapisan surfaktan terhadap korelasi antar partikel dalam fluida magnetik.
2. Hasil pengukuran dengan menggunakan pendekatan daerah *Guinier* menunjukkan ukuran jari-jari partikel sebesar 17,8 nm hingga 53,6 nm.
3. Hasil pengukuran dengan menggunakan model *poly core shell ratio* menunjukkan ukuran rata-rata jejari partikel sebesar 25 nm dengan derajat polidispersif 0,4 dan ketebalan lapisan surfaktan sebesar 8 μ.
4. Pengaruh konsentrasi fluida magnetik terhadap ketebalan lapisan surfaktan dan ukuran partikel magnetit dapat dianalisis dengan teknik hamburan neutron sudut kecil dan diperoleh hasil bahwa semakin besar konsentrasi fluida magnetik (jumlah partikel magnetit Fe_3O_4 semakin besar) maka intensitas hamburan yang dihasilkan juga semakin tinggi namun sebaliknya ketebalan lapisan surfaktan semakin menurun.
5. Korelasi antar partikel belum ditemukan dalam kisaran variasi konsentrasi fluida magnetik yang digunakan sehingga distribusi ukuran partikel magnetit mempunyai ukuran jari-jari partikel berkisar antara 17,8 nm hingga 53,6 nm.

DAFTAR ACUAN

[1]. BALASOIU, M., M. V. AVDEEV, V. L. AKSENOV, V. GHENESCU, M. GHENESCU, D. BICA, L. VEKAS, *Romanian Reports in Physics*, **56** (4) (2004) 601-607

[2]. DARMINTO, *Diktat Fisika Zat Padat I*, Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, (2004)

[3]. DARMINTO, Pengembangan Prototipe Bahan Pelapisan-Nano, *Laporan Insentif Litbangrap Teknologi Nano*, Kementerian Negara Riset dan Teknologi, Jakarta (2006)

[4]. KOHLBRECHER, J., Characterization of Nanomagnetic Structures by Polarized Small Angle Neutron Scattering, *Condensed Matter Research with Neutron and Muons*, Paul Scherrer Institute (2005)

[5]. KURNIAWAN, D., Sintesis dan Karakteristik Nanopartikel Ferrit MFe_2O_4 (M = Fe, Ni, Zn, Mn) dari Pasir Besi untuk Preparasi Fluida Magnet, *Tugas Akhir*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya (2006)

[6]. PUTRA, EDDY GIRI R., A. IKRAM, E. SANTOSO, BHAROTO, Performance of 36m SANS BATAN (SMARTer) at Serpong Indonesia, *Presented in the XIII-th International Conference 0n Small Angle Scattering Kyoto Japan*, National Nuclear Energy Agency-BATAN, Serpong, Indonesia (2006)

[7]. PUTRA, EDDY GIRI R., E. SANTOSO, BHAROTO, Y. A. MULYANA, Small Angle Neutron Scattering Spectrometer (SMARTer) for Nanostructure Studies of Soft Condensed Matters, *Submitted to Neutron News*, Neutron Scattering Laboratory, Centre for Nuclear Industrials Materials Technology, National Nuclear Energy Agency-BATAN, Serpong, Indonesia (2006)