

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL
MAGNETIT (Fe₃O₄) BERBAHAN BAKU PASIR BESI MUARA
BATANG MASANG GADANG PASAMAN**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan memperoleh gelar
Sarjana Sains*



SINDY AFRIANTI

NIM.18036097/2018

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2022**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4)
Berbahan Baku Pasir Besi Muara Batang Masang Gadang
Pasaman

Nama : Sindy Afrianti

TM/NIM : 2018/18036097

Program Studi : Kimia

Departemen : Kimia

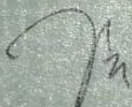
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

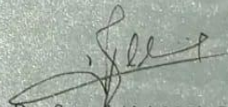
Padang, November 2022

Disetujui Oleh:

Kepala Departemen Kimia

Dosen Pembimbing


Budhi Oktavia, S.Si, M. Si, Ph.D
NIP. 197210241998031001


Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D
NIP. 196507271992032010

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

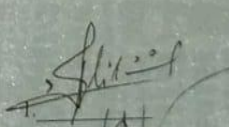
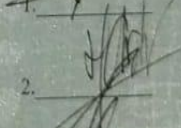
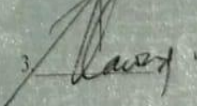
Nama : Sindy Afrianti
TM/NIM : 2018/18036097
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIT
(Fe₃O₄) BERBAHAN BAKU PASIR BESI MUARA BATANG MASANG
GADANG PASAMAN**

Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, November 2022

Tim Penguji

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D	
2	Anggota	Dr. Hardeli, M.Si	
3	Anggota	Dr. Mawardi, M.Si	

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

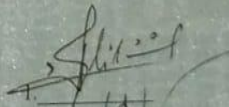

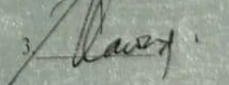
Nama : Sindy Afrianti
TM/NIM : 2018/18036097
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL MAGNETIT
(Fe₃O₄) BERBAHAN BAKU PASIR BESI MUARA BATANG MASANG
GADANG PASAMAN**

Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, November 2022

Tim Penguji

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D	
2	Anggota	Dr. Hardeli, M.Si	
3	Anggota	Dr. Mawardi, M.Si	

Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) Berbahan Baku Pasir Besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman

Sindy Afrianti

ABSTRAK

Persebaran mineral pasir besi di Indonesia sangat luas, biasanya dapat ditemukan di Muara karena pasir besi terbentuk dari pencucian batuan vulkanik oleh hujan, sehingga terjadinya penumpukan. Salah satu daerah yang terdapat endapan pasir besi di Sumatera Barat diantaranya Pasaman Barat, Pariaman, Sijunjung dan Solok. Kandungan mineral utama pasir besi ini yaitu hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Pasir besi memiliki kandungan mineral yang cukup tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan sintesis nanopartikel magnetit. Penelitian sintesis nanopartikel magnetit menggunakan larutan HCl 12 M untuk melarutkan pasir besi, kemudian filtrat yang didapatkan diendapkan menggunakan metode kopresipitasi yang menggunakan larutan NH_4OH sebagai larutan pengendap, tetapi dengan metode kopresipitasi sulit untuk mendapatkan ukuran yang seragam, sehingga perlunya penambahan asam laurat untuk melapisi partikel agar tidak terjadinya aglomerasi. Ukuran dan struktur kristal yang didapatkan menggunakan instrumen XRD. Hasil penelitian dengan variasi asam laurat memberikan struktur kristal yang sama yaitu kubik, tetapi ukuran kristal yang berbeda. Semakin banyak asam laurat yang ditambahkan, maka semakin kecil ukuran kristal yang didapatkan, tetapi ada batasan untuk penambahan asam laurat, karna dengan asam laurat yang berlebih akan terjadi aglomerasi dan ukuran yang didapatkan besar. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, hasil optimum yang didapatkan pada sampel $\text{M}_p\text{AL}_{1,25}$ menghasilkan ukuran kristal 20,2 nm, sedangkan morfologi yang dihasilkan berbentuk *spherical* (bulat), dengan distribusi ukuran butir partikel yang didapatkan rentang 10-50 nm dan ukuran rata-ratanya 23,66 nm.

Kata Kunci: Pasir Besi, Nanopartikel Magnetit dan Asam Laurat

Synthesis and Characterization of Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles Made From Iron Sand Muara Batang Masang Gadang Pasaman

Sindy Afrianti

ABSTRACT

The distribution of iron sand minerals in Indonesia is very wide, usually found in estuaries because iron sand is formed from washing of volcanic rocks by rain, resulting in accumulation. One of the areas that have iron sand deposits in West Sumatra include West Pasaman, Pariaman, Sijunjung and Solok. The main mineral content of this iron sand is hematite (α -Fe₂O₃), magnetite (Fe₃O₄), maghemite (γ -Fe₂O₃). Iron sand has a fairly high mineral content so that it can be used as a basic material for the synthesis of magnetite nanoparticles. The research on the synthesis of magnetite nanoparticles used a 12 M HCl solution to dissolve iron sand, then the filtrate obtained was precipitated using the coprecipitation method using NH₄OH solution as a precipitating solution, but with the coprecipitation method it was difficult to obtain a uniform size, so it was necessary to add lauric acid to coat the agar particles. no agglomeration occurs. The size and crystal structure were obtained using XRD instruments. The results of the study with lauric acid variations gave the same crystal structure, namely cubic, but different crystal sizes. The more lauric acid is added, the smaller the crystal size is obtained, but there is a limit to the addition of lauric acid, because with excess lauric acid there will be agglomeration and the size obtained is large. From the results of the research that has been carried out, the optimum results obtained in the M_pAL_{1.25} sample produce a crystal size of 20.2 nm, while the resulting morphology is spherical, with a particle size distribution ranging from 10-50 nm and the average size is 23,66 nm.

Keywords: Iron Sand, Magnetite Nanoparticles and Lauric Acid

KATA PENGANTAR



Puji dan syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat, nikmat dan karunia-Nya. Shalawat beserta salam tidak lupa penulis kirimkan kepada nabi besar kita yakni nabi Muhammad SAW yang telah menjadi tauladan bagi kita semua dalam menjalankan kehidupan ini, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) Berbahan Baku Pasir Besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman”**.

Skripsi ini diajukan untuk memenuhi mata kuliah Seminar Akhir pada Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih atas bimbingan, dorongan dan semangat kepada :

1. Ibu Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D sebagai penasehat akademik sekaligus dosen pembimbing.
2. Bapak Dr. Hardeli, M.Si dan Bapak Dr. Mawardi, M.Si sebagai dosen pembahas.
3. Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D sebagai Kepala Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
4. Kepada orang tua Sofia Elida (Mama), Yosep Adoni (ayah), saudara-saudara kandung Sally Della Putri, S.Ap, Apt. Selsy Permata Sari, S.

Farm, Yoga Sahputra, Yolanda Cantika, abang ipar Dasril Reta Hadisuri, S.Pd, anakku Muhammad Razaki Medialynril dan orang spesial Ade Andrian yang telah memberikan semangat serta dukungan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Untuk kesempurnaan skripsi ini, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis ucapkan terima kasih.

Padang, November 2022

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian.....	5
F. Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
A. Pasir besi	6
B. Nanopartikel Magnetit.....	8
C. Sifat Magnet Bahan.....	11
1. Diamagnetik	11
2. Ferromagnetik	12
3. Antiferromagnetik	12
4. Ferrimagnetik	12
5. Paramagnetik	12
6. Superparamagnetik	13
D. Asam Laurat	13
E. Metode Kopersipitasi	14
F. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	16
G. <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	19
BAB III METODE PENELITIAN.....	21
A. Waktu dan Tempat Penelitian	21
B. Objek Penelitian	21
C. Variabel Penelitian	21
D. Alat dan Bahan Penelitian	21
1. Alat	21

2. Bahan.....	22
E. Prosedur Penelitian.....	22
1. Pemurnian Pasir Besi Secara Fisika	22
2. Pemurnian Pasir Besi Secara Kimia	22
3. Sintesis Nanopartikel Magnetit	22
4. Karakterisasi Nanopartikel Magnetit.....	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
1. Hasil Sintesis Nanopartikel Magnetit.....	24
2. Analisa Karakterisasi dengan XRD.....	28
3. Analisa Karakterisasi dengan SEM.....	30
BAB V PENUTUP.....	32
A. Kesimpulan.....	32
B. Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN.....	38

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Lokasi pengambilan pasir besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman.....	6
Gambar 2. Pasir besi kehitaman.....	7
Gambar 3. Struktur kristal magnetit (Fe_3O_4).....	9
Gambar 4. Struktur molekul asam laurat.	13
Gambar 5. Interaksi asam laurat dengan Fe_3O_4	14
Gambar 6. Hasil XRD sintesis uji pendahuluan pasir besi muara Pantai Sunur...	17
Gambar 7. Spektrum XRD Fe_3O_4 standar.....	18
Gambar 8. Hasil Morfologi dari (a) Fe_3O_4 tanpa asam laurat, (b) Fe_3O_4 dengan 5 g asam laurat (c) Fe_3O_4 dengan 10 g asam laurat (d) Fe_3O_4 dengan 20 g asam laurat dan (e) Fe_3O_4 dengan 30 g asam laurat	20
Gambar 9. (a) Pasir besi sebelum ditarik (b) Pasir besi setelah ditarik.....	24
Gambar 10. Pelarutan pasir besi dengan HCl 12 M.....	25
Gambar 11. Porsen massa pasir besi yang larut	26
Gambar 12. Endapan nanopartikel Fe_3O_4	26
Gambar 13. Serbuk Magnetit	27
Gambar 14. Hasil karakterisasi menggunakan XRD	28
Gambar 15. Hubungan massa asam laurat dengan ukuran nanopartikel magnetit	29
Gambar 16. Morfologi Fe_3O_4 dengan penambahan asam laurat 1,25 g	30
Gambar 17. Distribusi ukuran partikel Fe_3O_4 dengan penambahan asam laurat 1,25 g	31

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Komposisi kimia dari pasir besi Kabupaten Pasaman.	8
Tabel 2. Sifat fisik magnetit.....	9
Tabel 3. Data XRD magnetit standar.....	18
Tabel 4. Parameter hasil XRD dan ukuran kristal seluruh sampel	28

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Pemurnian Pasir Besi Secara Fisika	38
Lampiran 2. Pemurnian Pasir Besi Secara Kimia	38
Lampiran 3. Sintesis Nanopartikel Magnetit	39
Lampiran 4. Karakterisasi Nanopartikel Magnetit.....	39
Lampiran 5. Dokumentasi Persiapan Bahan Baku.....	40
Lampiran 6. Dokumentasi Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4).....	42
Lampiran 7. Perhitungan Persentase Pasir Besi	48
Lampiran 8. Pengujian Difraksi Sinar-X	50
Lampiran 9. Perhitungan Ukuran Kristal Persamaan <i>Scherer</i>	55
Lampiran 10. Hasil Analisa SEM	57

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Persebaran mineral pasir besi di Indonesia sangat luas, biasanya dapat ditemukan di Muara karena pasir besi terbentuk dari pencucian batuan vulkanik oleh hujan, sehingga terjadinya penumpukan. Indonesia merupakan salah satu wilayah yang memiliki perairan yang besar sehingga memiliki kandungan besinya yaitu 77% (Juharni, 2016). Salah satu daerah yang terdapat endapan pasir besi di Sumatera Barat diantaranya Pasaman Barat, Pariaman, Sijunjung dan Solok. Kandungan Besi (Fe) daerah Pariaman (53.997 %) dan Solok (66.475 %) lebih rendah dibandingkan daerah Pasaman (69.548 %) dan Sijunjung (76,365 %) karena pasir besi daerah Pariaman dan Solok memiliki pengotor dalam bentuk kalsium (Ca) dan silika (Si) yang lebih tinggi. Kandungan mineral utama pasir besi ini yaitu hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan senyawa pengotor berupa Ti, Si, Mn, Mg, Ca dan V dengan warna abu-abu kehitaman (Aini dkk., 2020).

Saat ini pasir besi banyak dimanfaatkan sebagai bahan campuran semen untuk pembuatan beton. Pemanfaatan pasir besi seperti ini kurang optimal, pada kenyataannya pasir besi yang mengandung oksida besi yang berpotensi untuk diolah menjadi berbagai produk dengan nilai jual tinggi (Yulianto dkk, 2003). Menurut Wisnu Wardhana (2022) harga patokan ekspor (HPE) produk pasir besi pada bulan Februari 2022 yaitu US\$64,01 per ton dan pada bulan Maret 2022 yaitu US\$73,93 per ton. Kandungan mineral magnetit yang tinggi pada pasir besi

dapat dimanfaatkan sebagai komoditas industri dengan nilai ekonomi yang tinggi (Yulianto dkk, 2003). Sehingga pasir besi dapat dimanfaatkan untuk sintesis nanopartikel magnetit (Presetyowati et al., 2021).

Beberapa riset yang telah dilakukan dalam pembuatan nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) umumnya menggunakan bahan sintesis untuk meningkatkan nilai ekonomis dari pasir besi. Nanopartikel magnetit bisa digunakan di berbagai bidang, seperti di bidang industri sebagai teknologi pemisahan, katalis dan salah satu bahan dasar pembuatan zat warna. Berdasarkan klasifikasinya zat warna oksida besi dapat dikategorikan ke dalam *metal effect pigment* (hematit) dengan warna yang dihasilkan merah, *colored pigment* (maghemit) dengan warna yang dihasilkan berwarna coklat, dan *black pigment* (magnetit) dengan warna yang dihasilkan hitam (Saputra, 2017). Selain itu nanopartikel magnetit juga bisa digunakan di bidang biomedis sebagai antibakteri, antijamur, hipertermia, antikanker (Khaira dkk., 2020) dan *contrast agent* dalam diagnosa pengakit menggunakan MRI (*Magnetic Resonance Imaging*) (Taufiq., dkk, 2008). Nanopartikel magnetit berukuran < 20 nm dapat menurunkan intensitas sinyal dari pengeruh penggelapan MRI yang mengasilkan citra gambar yang lebih jelas (Permana dkk., 2017).

Telah banyak metode yang digunakan dalam sintesis magnetit seperti metode kopresipitasi, metode sol-gel, dekomposisi termal (Indrayana, 2019), serta masih banyak metode yang lainnya. Metode kopresipitasi lebih mudah digunakan karena penggunaan waktu yang relatif lebih cepat, suhu yang rendah (kurang dari 100°C) dan peralatan yang sederhana (Taufiq dkk., 2010). Sintesis nanopartikel magnetit dengan metode kopresipitasi diharapkan memiliki partikel yang seragam (Mairoza

& Astuti, 2016). Namun dengan metode kopresipitasi sulit didapatkan partikel magnetit yang seragam, karena reaksinya berlangsung spontan dan mudah teraglomerasi sehingga tidak mudah untuk mengontrol proses kristalisasi (Wang & Jiang, 2009). Oleh karena itu, perlu adanya penambahan surfaktan agar ukuran kristal dapat dikontrol (Indrayana, 2019). Surfaktan yang biasa digunakan sebagai molekul pelapis nanopartikel magnetit yaitu senyawa karboksilat seperti asam laurat dan asam oleat (Hakim, 2008).

Pada penelitian Ataefard dkk., (2014) melakukan sintesis magnetit dengan penambahan asam laurat sebagai surfaktan menghasilkan ukuran partikel Fe_3O_4 berkisar 18 nm hingga 22 nm. Sedangkan penelitian Nalle., dkk, (2019) mensintesis nanopartikel magnetit dengan penambahan asam oleat sebagai surfaktan, menghasilkan ukuran partikel Fe_3O_4 berkisar 6,60 nm hingga 9,48 nm. Dari beberapa penelitian di atas hasil yang didapatkan berbeda karena dengan bahan dasar dan surfaktan yang berbeda akan membutuhkan kondisi reaksi yang berbeda.

Sehingga dengan membandingkan penelitian sebelumnya, penulis tertarik untuk mempelajari sintesis nanopartikel magnetit berbahan baku pasir besi Pasaman menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi penambahan asam laurat, oleh karena itu, penelitian ini berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) Berbahan Baku Pasir Besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman”**.

B. Identifikasi Masalah

Identifikasi masalah yang didapatkan dari latar belakang ini sebagai berikut:

1. Pasir besi banyak terdapat di daerah Sumatera Barat dan belum diolah untuk meningkatkan harga jualnya.
2. Sintesis nanopartikel magnetit dari bahan alam memerlukan beberapa metode.
3. Sintesis nanopartikel magnetit dari bahan dasar yang berbeda memerlukan kondisi reaksi (konsentrasi, suhu, pH, waktu pengadukan dan surfaktan) yang berbeda.

C. Batasan Masalah

Batasan masalah yang terdapat pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Pasir besi yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir besi dari Muara Batang Masang Gadang Pasaman.
2. Metode yang digunakan dalam sintesis magnetit pada penelitian ini adalah metode kopresipitasi.
3. Variabel bebas yang diteliti adalah variasi massa pasir besi dan massa asam laurat.
4. Karakterisasi magnetit Fe_3O_4 yang dilakukan pada penelitian ini menggunakan instrumen XRD dan SEM.

D. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini sebagai berikut :

1. Apa pengaruh perbedaan massa pasir besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman untuk mendapatkan filtrat FeCl_2 , FeCl_3 dengan rendemen tertinggi sebagai bahan dasar sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4)?

2. Bagaimana pengaruh variasi massa asam laurat terhadap ukuran nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) yang dihasilkan?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Menentukan pengaruh perbedaan massa pasir besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman untuk mendapatkan filtrat FeCl_2 , FeCl_3 dengan rendemen tertinggi sebagai bahan dasar sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4).
2. Menentukan pengaruh variasi massa asam laurat terhadap ukuran nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) yang dihasilkan.

F. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

1. Meningkatkan kemampuan dalam melakukan sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) yang diekstrak dari pasir besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman.
2. Meningkatkan kemampuan dalam analisis data hasil karakterisasi menggunakan instrumen XRD dan SEM.
3. Dapat meningkatkan nilai ekonomis dari pasir besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman.
4. Sebagai referensi lebih lanjut untuk penelitian mengenai sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) yang diambil dari pasir besi Muara Batang Masang Gadang Pasaman sehingga dapat dimanfaatkan secara maksimal.