



Pengaruh Penyaringan dan Pengeringan Terhadap Ukuran Partikel Oksida Besi: Tinjauan Karakterisasi Kualitatif Menggunakan Mikroskop Optik

Uripto Trisno Santoso, Rodiansono, Ahmad Budi Junaidi, Citra Ariyanti, Radhina Oktari,
Puput Novitasari, Hasanah

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat
Jl. A. Yani Km 36 Banjarbaru, Kalimantan Selatan

Email korespondensi: uriptotrisnosantoso@gmail.com

Submitted 10 Desember 2018, accepted 21 Februari 2019

ABSTRAK-Karakterisasi ukuran partikel menjadi salah satu parameter yang sangat penting dalam uji keberhasilan sintesis mikro- maupun nanomaterial. Walaupun secara teori sudah diketahui bahwa beberapa perlakuan fisika seperti proses penyaringan dan pengeringan dapat berpengaruh terhadap ukuran partikel sampel, tetapi perlakuan ini sering diabaikan sehubungan dengan beberapa teknik karakterisasi, misalnya SEM (*scanning electron microscopy*) mempersyaratkan sampelnya berbentuk serbuk kering. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan data imiahtentang pengaruh penyaringan dan pengeringan terhadap ukuran partikel oksida besi dengan karakterisasi secara kualitatif menggunakan mikroskop optik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses penyaringan dan pengeringan dapat mempengaruhi ukuran partikel.

KEYWORD : mikroskop, partikel, oksida besi, ukuran.

I. PENDAHULUAN

Ukuran partikel merupakan salah satu parameter yang sangat penting dalam berbagai industri modern terutama industri dengan bahan atau produk berupa bubuk (*powder*), suspensi, emulsi, dan aerosol. Ukuran partikel bubuk dapat mempengaruhi sifat alir dan kekompakan material. Partikel yang berukuran lebih besar akan dapat mengalir lebih mudah daripada partikel yang lebih kecil. Partikel-partikel yang berukuran lebih kecil akan lebih mudah dan cepat membentuk suspensi yang lebih kental daripada partikel yang lebih besar. Ukuran tetesan cairan yang lebih kecil juga cenderung meningkatkan stabilitas suspensi dan emulsi. Ukuran butiran bubuk atau tetesan dalam orde ukuran aerosol juga akan dapat menembus saluran paru-paru lebih dalam daripada butiran yang lebih besar. Oleh karenanya, pengukuran dan kontrol distribusi

ukuran partikel merupakan parameter yang sangat penting khususnya untuk material dengan ukuran dalam orde mikro- dan nanometer (mikro- dan nanomaterial).

Salah satu metode yang umum digunakan untuk mengukur distribusi ukuran mikro- dan nanopartikel adalah mikroskop elektron (*electron microscopes*). Metode ini, misalnya SEM (*scanning electron microscopy*), pada prinsipnya kita bekerja dengan mengambil foto partikel-partikel yang tersebar sedemikian rupa dan kemudian menganalisisnya. Hasil pengukuran mikroskop elektron relatif sangat akurat karena metode ini mengamati bentuk dan ukuran partikel secara langsung. Namun demikian, metode ini hanya mengamati sebagian kecil dari area sampel sehingga akurasi bisa menjadi lebih rendah terutama jika ukuran partikel sangat tidak homogen. Selain itu, sampel harus dalam bentuk kering dan disebar pada permukaan silika

atau platina agar terbentuk lapisan tipis. Proses pelapisan ini bisa saja mengakibatkan kontraksi antarpartikel. Metode mikroskop elektron yang lebih canggih (*transmission electron microscopy*, TEM), juga dapat memiliki keterbatasan terkait dengan tingkat kontras antara partikel dan latar belakang, tipe *image* (*bright* atau *dark image*), dan tingkat perbesaran, yang dapat menimbulkan galat hingga 30-50% untuk partikel-partikel berukuran 1-1,5 nm (Lee *et al.* 2013).

Langkah pertama dalam karakterisasi partikel-partikel kecil dapat dilakukan dengan menggunakan mikroskop biasa (mikroskop optis). Bergantung pada ukuran dan sifat partikel, salah satu tipe/mode mikroskop yang dapat dipilih antara lain *brightfield*, *darkfield*, *polarized light*, *phase contrast*, dan sebagainya. Langkah selanjutnya adalah karakterisasi dengan perbesaran dan tingkat resolusi yang lebih tinggi seperti SEM atau TEM. Salah satu kelebihan mikroskop optis dibandingkan dengan SEM atau TEM adalah sampel yang akan dianalisis tidak harus dalam bentuk kering dan tidak perlu harus dibentuk menjadi lapisan tipis. Liu *et al* (2014) menunjukkan bahwa perlakuan pengeringan dapat mempengaruhi ukuran partikel sampel mikropartikel. Temperatur yang lebih tinggi cenderung menghasilkan ukuran mikropartikel yang lebih besar.

Pada artikel ini dilaporkan hasil kajian pengaruh proses pengeringan terhadap ukuran mikropartikel oksida besi yang disintesis dengan metode kopresipitasi dengan karakterisasi secara kualitatif menggunakan mikroskop optik. Selain produk yang berupa endapan, hasil sintesis partikel oksida besi dengan metode kopresipitasi juga berupa suspensi yang relatif stabil yang kemungkinan merupakan suatu nanopartikel atau mikropartikel yang lebih kecil daripada produk endapannya. Oleh karenanya, selain pengaruh pengeringan, pengaruh proses penyaringan terhadap ukuran partikel oksida besinya juga dilaporkan dalam artikel ini.

II. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas standar laboratorium, neraca digital (*OHAUS Galaxy 400*), pengaduk magnetik, oven, pompa vakum, magnet, *hot plate stirrer* CB 302 Stuart®; *Optical Microscope* (OM) Olympus CX21.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Merck), $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck), NaOH (p.a), HCl pekat (37%, $\rho = 1,19 \text{ kg/L (b/v)}$) (p.a), asam sitrat (Merck), akuades, indikator pH universal (*Fix 1-14*), dan kertas saring (*Whatman No.42*).

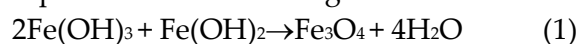
2.2 Prosedur

Sintesis mikropartikel oksida besi dilakukan mengikuti metode Santoso *et al* (2016). Produk mikropartikel oksida besi selanjutnya distabilisasikan dengan asam sitrat. Campuran mikropartikel oksida besi dan asam sitrat masing-masing diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 90°C selama 1 jam. Endapan hitam yang diperoleh dipisahkan menggunakan magnet eksternal kemudian disaring dan dicuci dengan akuades untuk menghilangkan sisa asam sitrat. Oksida besi yang diperoleh selanjutnya dikeringkan menggunakan pompa vakum hingga berat konstan. Sebagian sampel produk oksida besi juga dikeringkan dengan metode pemanasan dalam oven pada suhu 80°C hingga berat konstan.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan mikropartikel oksida besi pada penelitian ini dilakukan dengan melibatkan kopresipitasi larutan garam Fe^{2+} dan Fe^{3+} oleh penambahan basa (NaOH). Endapan hidroksida dari Fe(II) dan Fe(III) yang dihasilkan berupa endapan oksida besi yang berwarna hitam dan merupakan Fe_3O_4 (Kazeminezhad & Mosivand, 2014).

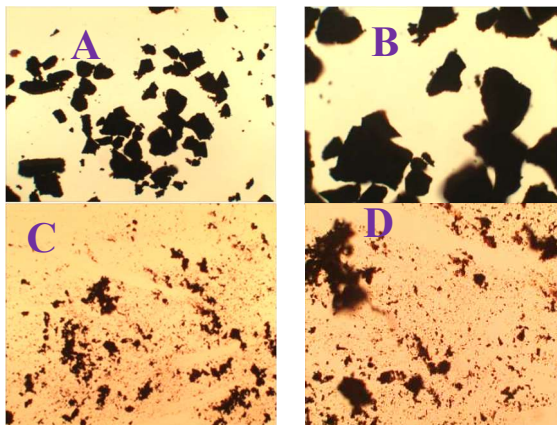
Proses pembentukan besi oksida Fe_3O_4 diperkirakan sesuai dengan reaksi:



(Mascolo *et al.* 2013).

Hasil karakterisasi menggunakan XRD yang menunjukkan bahwa oksida besi ini merupakan campuran antara fasa Fe_3O_4 dan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Santoso *et al*, 2016). Perlakuan stabilisasi mikropartikel oksida besi menggunakan asam sitrat tidak mengubah struktur kristal produk mikropartikel oksida besi ini.

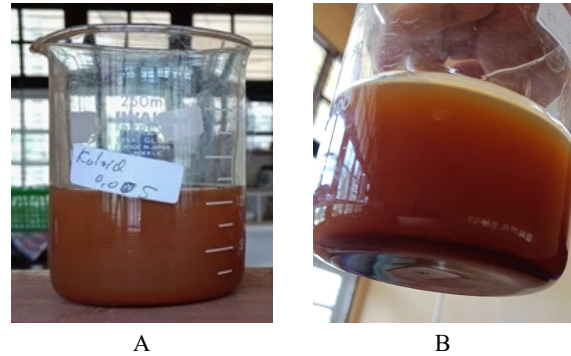
Hasil karakterisasi menggunakan mikroskop optik terhadap sampel endapan oksida besi kering sebelum dan sesudah digerus disajikan pada Gambar 1. Tampak jelas sekali bahwa sampel kering yang sebelum digerus memiliki ukuran yang jauh lebih kecil daripada sampel yang digerus. Sebelum digerus partikel-partikel cenderung menggumpal dimungkinkan karena pengaruh agregasi selama proses pengendapan. Agregasi antarpartikel ini tampaknya hanya merupakan intraksi fisika dan relatif lemah karena proses disagregasi antarpartikel melalui penggerusan sampel ini relatif mudah dilakukan.



Gambar 1. Foto karakterisasi mikroskop optik sampel oksida besi sebelum digerus dengan perbesaran optis 4×13 (A) dan perbesaran 10×13 (B) serta foto sampel oksida besi setelah digerus dengan perbesaran optis 4×13 (C) dan perbesaran 10×13 (D).

Secara teori, semakin kecil ukuran partikel maka akan semakin mudah partikel-partikel terdispersi dalam suatu fasa pendispersi. Sebaliknya semakin besar ukuran partikel, akan semakin sulit partikel-partikel terdispersi bahkan partikel yang lebih besar akan cenderung mengendap. Sampel partikel oksida besi teraktivasi asam sitrat mula-mula membentuk system koloid yang relatif homogen yang tidak mengendap walaupun didiamkan hingga 24 jam

(Gambar 2A). Namun setelah didiamkan selama 120 jam (5 hari) tampak sebagian partikel ada yang mengendap dan sebagian masih tetap dalam bentuk suspensi (Gambar 2B). Ini menunjukkan bahwa sebagian partikel berukuran lebih besar dan sebagian partikel yang lain berukuran lebih besar.



Gambar 2. Sistem koloid partikel oksida besi teraktivasi asam sitrat setelah didiamkan selama 24 jam (A) dan 120 jam (B).

Mengingat bahwa ukuran partikel sistem suspensi > 100 nm, ukuran partikel koloid 1-100 nm, dan larutan < 1 nm, maka, partikel-partikel yang terdapat dalam sistem koloid yang stabil ini kemungkinan besar memiliki ukuran dalam orde nanometer (nanopartikel) sedangkan bagian yang tidak stabil dan mengendap merupakan sistem suspensi kasar yang memiliki ukuran partikel > 100 nm, bahkan mungkin dalam orde micrometer (mikropartikel). Jika Gambar 2 dibandingkan dengan Gambar 1 maka secara kualitatif dapat dinyatakan bahwa proses pengendapan hingga pengeringan partikel oksida besi dapat mempengaruhi ukuran partikel.

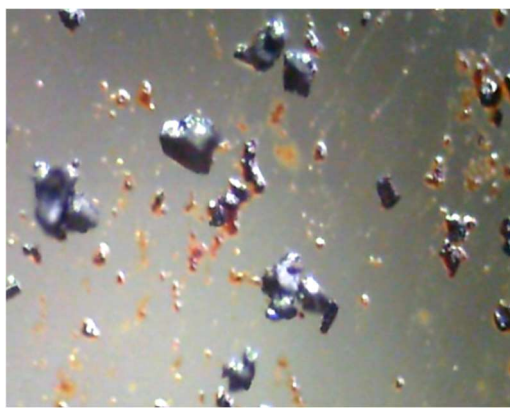
Variasi ukuran partikel oksida besi hasil sintesis ini dapat diamati pada foto mikroskop sampel partikel oksida besi yang disaring dengan kertas saring yang memiliki ukuran pori rerata berbeda (Gambar 3). Sampel endapan oksida besi teraktivasi asam sitrat yang tidak lolos kertas saring Whatman No. 1 memiliki ukuran yang relatif lebih tidak homogen dan lebih besar daripada partikel yang lolos kertas saring Whatman No. 42.

Karakterisasi dengan mikroskop optik terhadap sampel yang lolos kertas saring

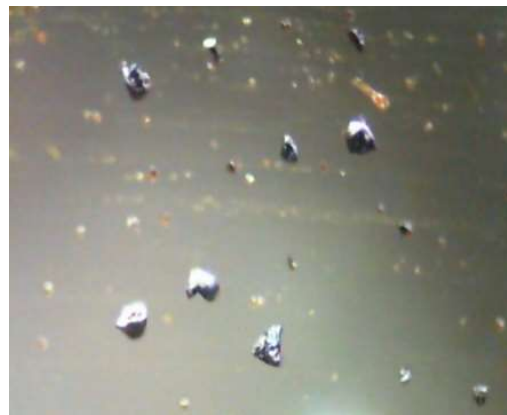
Whatman nomor 42 (Gambar 4A) menunjukkan ukuran partikel yang relatif lebih kecil dan homogen daripada sampel yang tidak lolos kertas saring Whatman nomor 42. Ini menunjukkan bahwa proses penyaringan cukup efektif untuk memperoleh mikropartikel dengan ukuran yang relatif lebih kecil dan homogen.

Jika diamati lebih jauh, tampak bahwa latar belakang (*background*) pada Gambar 4A masih mengandung partikel-partikel yang lebih kecil. Sebagaimana dapat diamati pada

Gambar 4B, dengan perbesaran 520 kali keberadaan partikel-partikel yang lebih kecil di latar belakang terekspos menjadi relatif lebih jelas. Secara umum hasil penelitian menunjukkan bahwa penyaringan menggunakan kertas saring Whatman nomor 42 cukup efektif untuk mendapatkan mikropartikel yang relatif kecil dan seragam tetapi tidak cukup efektif untuk mendapatkan mikropartikel dengan distribusi ukuran yang lebih sempit.



A



B

Gambar 3 Foto karakterisasi mikroskop optik dengan perbesaran optis 130 kali terhadap sampel oksida besi teraktivasi asam sitrat yang tidak lolos kertas saring Whatman No. 1 (A) dan kertas saring Whatman No. 42 (B).



Gambar 4. Foto karakterisasi mikroskop optik dengan perbesaran optis 130 kali terhadap sampel oksida besi teraktivasi asam sitrat yang lolos kertas saring Whatman No. 42 pada perbesaran optis 130 kali (A) dan perbesaran optis 520 kali (B).

IV. KESIMPULAN

Hasil penelitian secara umum menunjukkan bahwa proses penyaringan dan

pengeringan dapat mempengaruhi ukuran partikel. Proses sintesis partikel oksida besi teraktivasi asam sitrat dengan metode

kopresipitasi sederhana dapat menghasilkan baik mikro- maupun nanopartikel. Teknik penyaringan menggunakan kertas saring Whatman nomor 42 cukup efektif untuk mendapatkan mikropartikel yang relatif kecil dan seragam tetapi tidak cukup efektif untuk mendapatkan mikropartikel dengan distribusi ukuran yang lebih sempit.

V. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Kemristekdikti yang telah mendanai kegiatan penelitian ini Surat Keputusan Nomor 0045/E3/LL/2018 dan Perjanjian Kontrak Nomor 040/UN8.2/PL/2018.

VI. DAFTAR PUSTAKA

- Kazeminezhad, I., & Mosivand, S., 2014, Phase Transition of Electrooxidized Fe_3O_4 to γ and α - Fe_2O_3 Nanoparticles Using Sintering Treatment. *Acta Physica Polonica A*. 125, Hal: 1210-1214.
- Lee, D.H., Cho, G.S., Lim, H.M., Kim, D.S., Kim, C., & Seung-Ho., 2013. Comparisons of particle size measurement method for colloidal silica, *Journal of Ceramic Processing Research*, 14 (2), Hal: 274-278.
- Liu, J., Jiang, W., Zeng, J.B., Yang, Q., Wang, Y.J., & Li, F.S., 2014. Effect of Drying on Particle Size and Sensitivities of Nano hexahydro-1,3,5-trinitro-1,3,5-triazine, *Defence Technology*, 10, Hal: 9-16.
- Mascolo, M. C., Yongbing Pei, & Ring,T.A., 2013. Room Temperature Co-Precipitation Synthesis of Magnetite Nanoparticles in a Large pH Window with Different Bases, *Materials*. 6, Hal: 5549-5567.
- Santoso,U.T., Junaidi, A.B., & Mujiyanti, D., 2016. Teknik Sederhana Sintesis Mikropartikel Fe_3O_4 dengan Metode Kopresipitasi tanpa Penambahan Gas Lembam, *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya*, Universitas Negeri Malang, Hal: 566-570.