

KINETIKA REAKSI SINTESIS MAGNETITE MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI DENGAN PENDEKATAN MODEL AVRAMI

Adela Shofia Addabsi¹, Ahmad Fadli², Komalasari²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia S1, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas km 12,5 Pekanbaru 28293

adela.addabsi4569@student.unri.ac.id

ABSTRACT

Magnetite is a material that can be used in a drug delivery application. The purpose of this study is to determine the effect of temperature and stirring rate on the magnetite crystal size and determine the kinetic equation of magnetite synthesis with Avrami model approach. The magnetite was synthesized using coprecipitation method by reacting FeCl_3 and FeCl_2 in 2:1 mole ratio and NH_4OH 10% at temperature range of 40°C , 60°C , 80°C , and a stirring rate were 300, 400, 500 rpm in a beaker. Samples were taken about 20 mL in every 5 minutes for 30 minutes. Then the sample was filtered to separate solids and filtrate. Analysis of Fe concentrations in the filtrate was using AAS, while the precipitate was washed until neutral and dried at 100°C for 2 hours. Then the magnetite powder was characterized by XRD and SEM-EDX. From the characterization we found a cubic structure of magnetite and crystals size of magnetite is about 10-12 nm formed. The morphology of the magnetite particles tended to be agglomerated but if the temperature and stirring rate increased, the agglomeration of the particles would be uniform. This synthesis of the magnetite could be approximated by the Avrami model with the core of forming function value (n) is ranging from 1.3-1.6. If the temperature and the stirring rate increased, the value of the rate constant of transformation (k) increased too. At temperature 30°C ; 300 rpm obtained the constant rate of transformation of 0.01 min^{-1} and 0.08 min^{-1} at temperature 80°C ; 500 rpm.

Keywords: *agglomeration, avrami, coprecipitation, drug delivery, magnetite*

1. Pendahuluan

Kanker merupakan salah satu penyakit yang sangat mematikan. Penanganan kanker seperti kemoterapi dapat memberikan efek samping terhadap penderita kanker yaitu metabolisme obat yang terlalu cepat, distribusi obat yang tidak sesuai dan adanya efek pada jaringan yang normal. Teknologi nanopartikel yang saat ini sedang dikembangkan dibidang biomedis yaitu *drug delivery*. Keunggulan teknologi *drug delivery* diantaranya adalah kemampuannya untuk menghantarkan obat pada target yang spesifik didalam tubuh sehingga dapat

mengurangi efek samping dari pengobatan kemoterapi (Lubis dkk, 2014).

Material yang saat ini tengah dikembangkan sebagai *drug delivery* yaitu magnetit (Mahmoudi dkk, 2009). Magnetit ialah senyawa kimia anorganik dengan rumus Fe_3O_4 yang mengandung baik ion Fe^{+2} maupun Fe^{+3} dan terkadang dirumuskan sebagai $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$. Salah satu ciri magnetit yaitu berwarna hitam, bersifat *non-toxic*, biokompatibel, memiliki medan koersivitas yang tinggi dan dalam ukuran nanopartikel bersifat superparamagnetis. Sifat magnetit tersebut membuat magnetit dapat dimanfaatkan dalam banyak aplikasi,

diantaranya pemanfaatan sebagai pigmen warna hitam, katalis, *information storage* dan sebagai adsorben.

Dalam bidang biomedis, magnetit tidak hanya dapat dimanfaatkan sebagai *drug delivery*, tetapi juga dapat dimanfaatkan sebagai agen pencerah pada MRI (*magnetic resonance imaging*) dan *hyperthermia* untuk terapi kanker. Untuk dapat dimanfaatkan sebagai *drug delivery*, ukuran magnetit haruslah sebesar 10 nm - 200 nm (Winarti, 2013). Dengan demikian perlu diketahui morfologi partikel dan ukurannya dalam proses sintesa magnetit.

Sintesis magnetit (Fe_3O_4) telah banyak dilakukan dengan menggunakan berbagai metode. Akan tetapi belum banyak yang mempelajari kinetika pembentukan magnetit (Fe_3O_4) tersebut. Data kinetika dapat digunakan untuk membantu memberikan pemahaman terhadap faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan magnetit sehingga dalam pemanfaatannya dapat digunakan secara maksimal. Menurut Callister (2007) kinetika pembentukan fasa solid dari fasa liquid mengikuti model persamaan Avrami. Penelitian ini mempelajari tentang kinetika pembentukan magnetit berdasarkan pendekatan model Avrami dengan menggunakan metode kopresipitasi.

2. Metode Penelitian

2.1 Bahan dan Alat

Bahan baku dalam penelitian ini diantaranya yaitu $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, NH_4OH dan akuades.

Sedangkan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, gelas piala 200 mL, 300 mL, gelas ukur 100 mL, labu ukur 100 mL, erlenmeyer 250 mL, buret, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, indikator pH. Sedangkan alat pendukung diantaranya adalah oven, batang pengaduk, corong, magnet, pipet tetes, *aluminium foil*, statif dan klem, serta botol penyimpanan.

2.2 Proses Sintesis Magnetit

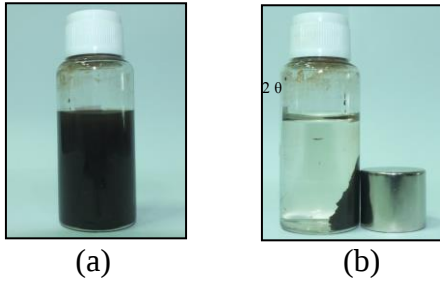
Magnetit disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan melarutkan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 mL akuades, lalu kedua larutan dicampurkan hingga homogen dan dipanaskan selama 10 menit pada variasi suhu sambil diaduk. Setelah dipanaskan larutan ditambahkan NH_4OH 10% sedikit demi sedikit sambil terus diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga pH mencapai 10. Lalu sampel diambil sebanyak 10 ml pada rentang waktu tiap 5 menit selama 30 menit. Sampel yang telah diambil dimasukkan ke botol sampel dengan menggunakan pipet takar dan didinginkan.

Selanjutnya cairan dan endapan (presipitat) dipisahkan dengan cara mendekatkan magnet eksternal pada bagian bawah botol sampel sehingga endapan tertahan dan cairan dikeluarkan secara dekantasi. Kemudian pada filtrat dilakukan pengujian konsentrasi Fe menggunakan analisa AAS. Presipitat dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 2 jam. Serbuk magnetit yang telah didapatkan dianalisa morfologi menggunakan SEM-EDX serta kristalinitasnya menggunakan XRD. Kemudian dilakukan penelitian selanjutnya dengan variasi suhu reaksi yaitu 40 °C, 60 °C dan 80 °C, variasi kecepatan yaitu 300 rpm, 400 rpm dan 500 rpm.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Sintesis Magnetit

Kristal magnetit (Fe_3O_4) terdiri atas Fe^{3+} dan Fe^{2+} dengan perbandingan 2:1. Pada penelitian ini digunakan FeCl_3 sebagai sumber Fe^{+3} dan FeCl_2 sebagai sumber Fe^{+2} dengan menggunakan metode kopresipitasi. Terbentuknya magnetit dicirikan dengan endapan berwarna hitam pekat yang dapat berinteraksi dengan medan magnet eksternal



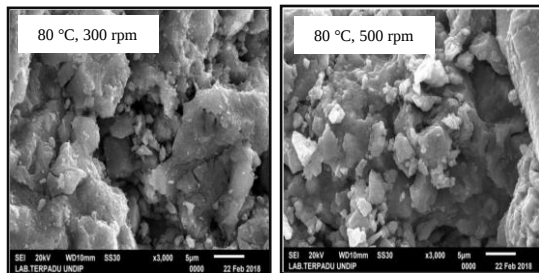
Gambar 3.1 (a) Larutan Magnetit
(b) Magnetit tertarik Magnet

Menurut Teja dan Koh (2009) magnetit memiliki pigmen berwarna hitam sehingga dikenal sebagai besi oksida hitam. Sedangkan oksida besi seperti hematit, maghemit dan geotit bercirikan dengan warna merah, coklat dan kuning. Berdasarkan Gambar 3.1, dihasilkan endapan berwarna hitam yang menunjukkan ciri khas bahan magnetit (Fe_3O_4).

Endapan magnetit yang dihasilkan memiliki sifat kemagnetan, sebab apabila didekatkan dengan magnet eksternal endapan yang dihasilkan berinteraksi dengan magnet eksternal. Hal ini menunjukkan bahwa sampel magnetit yang dihasilkan memiliki sifat paramagnetis.

3.2 Analisa Morfologi Magnetit

Morfologi magnetit hasil sintesis pada penelitian ini dianalisa menggunakan analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dengan erbesaran 3000x.



Gambar 3.2 Analisa SEM Magnetit

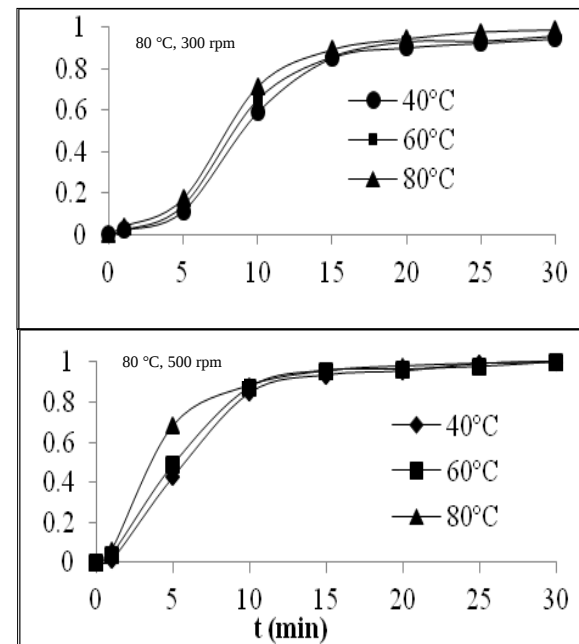
Hasil SEM tersebut menunjukkan terjadinya aglomerasi atau penggumpalan pada magnetit yang dihasilkan dan besarnya partikel tidak merata. Peningkatan suhu dan kecepatan pengadukan membuat gumpalan-gumpalan partikel magnetit lebih kecil dan berbetuk bulat tidak beraturan (*irregular*).

Tabel 3.1 Analisa % Massa Komponen Magnetit

Variabel	Komponen	Komposisi (% berat)
80 °C; 300 rpm	Karbon, C	10,64
	Klorida, Cl	9,23
	Magnetit	69,75
80 °C; 500 rpm	Karbon, C	12,81
	Klorida, Cl	1,33
	Magnetit	85,87

3.3 Kinetika Transformasi Magnetit dengan Pendekatan Model Avrami

Berdasarkan data penelitian diperoleh grafik hubungan antara fraksi transformasi ($Y(t)$) magnetit terhadap waktu reaksi.



Gambar 3.3 Grafik Pembentukan Magnetit secara Kopresipitasi

Grafik pembentukan magnetit yang dihasilkan pada penelitian ini serupa dengan

bentuk grafik sigmoidal (kurva bentuk S) yang ditampilkan pada Gambar 3.3, maka persamaan Avrami ini dapat digunakan pada penelitian ini untuk menggambarkan transformasi perubahan fasa pada pembentukan magnetit. Persamaan umum Avrami adalah sebagai berikut.

$$Y = 1 - \exp(-(kt)^n) \dots \dots \dots (1)$$

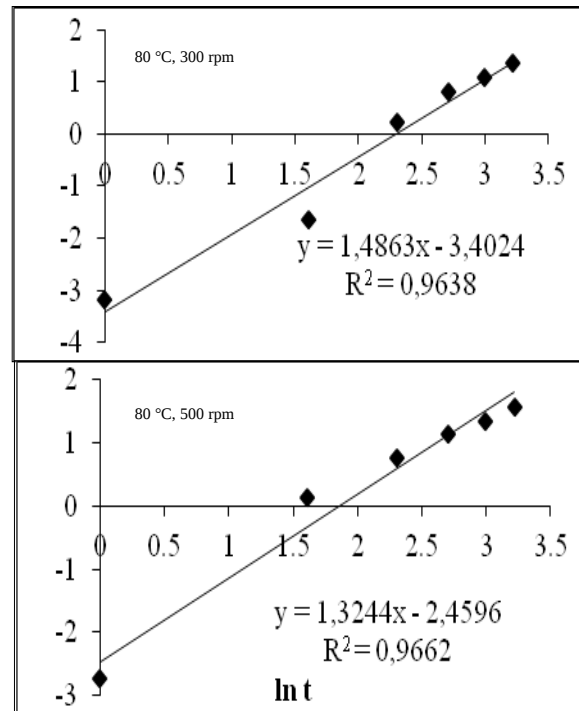
Dimana Y adalah suatu fraksi fasa transformasi, maka persamaan transformasi fasanya mengikuti persamaan Avrami yang didefinisikan sebagai berikut:

$$Y = \frac{Y_t - Y_0}{Y_m - Y_0} \dots \dots \dots (2)$$

Y_0 adalah fraksi transformasi awal, Y_t adalah fraksi transformasi pada waktu t dan Y_m adalah fraksi transformasi akhir. Pada persamaan Avrami, dibutuhkan beberapa parameter kinetika yaitu, fungsi pembentukan inti (n), konstanta kecepatan reaksi (k) dan energi aktivasi transformasi fasa (Q). Bila n bernilai 4, maka laju nukleasi bersifat homogen dan berbentuk bola (Sidel, 2011). Parameter tersebut didapatkan dari persamaan Avrami sebagai berikut:

$$\ln[-\ln(1 - Y)] = n \ln k + n \ln t \dots \dots (3)$$

Untuk mengetahui kecocokan hasil penelitian ini dengan model Avrami maka diselesaikan secara regresi linier dan kemudian diplotkan grafik $\ln[-\ln(1 - Y_{(t)})]$ terhadap $\ln t$ sebagai berikut



Gambar 3.4 Grafik Persamaan Linier $\ln[-\ln(1 - Y_{(t)})]$ terhadap $\ln t$

Nilai korelasi (R^2) yang dapat dilihat dari Gambar 3.4 adalah 0,96 yang menunjukkan hasil yang dihitung dengan persamaan kinetika Avrami diperoleh cukup baik. Data yang dapat dilihat pada Gambar 3.5 menunjukkan harga n (slope) berapa pada nilai 1,3 – 1,6. Nilai eksponen Avrami (n) menunjukkan jenis nukleasi yang terjadi dan menunjukkan dimensi pertumbuhan kristal (Sidel, dkk 2011). Oleh karena itu nilai n pada penelitian ini menunjukkan bahwa reaksi pembentukan magnetit pada penelitian ini terjadi secara homogen dan mekanisme pertumbuhan kristal terjadi satu dimensi.

4. Kesimpulan

Magnetit (Fe_3O_4) berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi dimana semakin tinggi suhu dan kecepatan pengadukan maka aglomerasi magnetit menjadi lebih seragam dengan ukuran kristal magnetit yaitu 10-12 nm.

Kinetika reaksi pada sintesis Magnetit dapat didekati dengan persamaan Avrami dengan nilai fungsi pembentukan inti (n) berkisar antara 1,3–1,6 yang menunjukkan bahwa reaksi pembentukan magnetit pada penelitian ini terjadi secara homogen dan mekanisme pertumbuhan kristal terjadi satu dimensi. Nilai konstanta kecepatan reaksi juga semakin meningkat pada setiap peningkatan suhu yang dilakukan.

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada KEMENRISTEKDIKTI atas pembiayaan penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Callister, W, D. 2007. *Materials Science and Engineering : An Introduction*. 7th ed. John Wiley & Son, Inc. New York.
- Dewati, R., 2010. Kinetika Reaksi Pembuatan Asam Oksalat dari Sabut Siwalan dengan Oksidator H_2O_2 . *Jurnal Penelitian Ilmu Teknik*. 1(10) : 29-37.
- Jaroslav, N., dan Stanislav, Z. 1985. Effect of the Rate of Stirring on Crystal Size in Precipitating or Salting-Out Systems. *Collection of Czechoslovak Academy of Sciences*. 51: 1609-1617.
- Lubis, D, C., Nuruddin, A., Daulay, A, H., dan Purwasasmita, B, S. 2014. Sintesis dan enkapsulasi partikel nanomagnetik nikel dengan alginat-kitosan dan senyawa aktif Mangosteen. *Research and Development on Nanotechnology in Indonesia*. 2: 58-63.
- Mahmoudi, A., Simchi, M., Imani, U, O., dan Hafeli, J. 2009. Optimal Design and Characterization of Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles Coated with Polyvinyl Alcohol for Targeted Delivery and

Imaging. *Journal of Physical Chemistry C*. 113: 8124–8131.

- Sidel, S,M., Santos, F, A., Gordo, V, O., Idalgo, E., Monteiro, A, A., Moraes, J, C, S., dan Yukimitu, K. 2011. Avrami exponent of crystallization in tellurite glasses. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 106 : 613-618.
- Teja, A, S., dan Koh, P. 2009. Synthesis, properties, and application of magnetic iron oxide nanoparticles. *Progress in crystal growth and characterization of materials*. 55: 22-45.
- Winarti, L. 2013. Sistem penghantaran obat tertarget, macam, jenis-jenis sistem penghantaran, dan aplikasinya. *Stomatognatic*. 10: 75-81.