

Sintesis dan Karakterisasi Magnetic Nanopartikel NiFe_2O_4 Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Naga (*Hylocereus Polyrhizus*)

Srifu Rahmawita, Alizar Ulianas*

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420

*alizar_chem@yahoo.co.id

Abstract— In the past few years, intensive research has been carried out on magnetic nanoparticles, one of which is ferrite nanoparticles. These ferrite nanoparticles have the general formula MFe_2O_4 (where M = Mn, Co, Zn, Cu, and Ni). This nanoparticle is interesting because it has magnetic properties and is more efficient than other ferrite nanoparticles in its application. This research was conducted to synthesize NiFe_2O_4 nanoparticles with a hydrothermal method based on green chemistry by utilizing dragon fruit peel extract as a stabilizing agent. NiFe_2O_4 nanoparticles were characterized with a Gauss meter to measure their magnetic strength, FTIR, XRD and SEM were used to determine functional groups, particle size, and surface morphology of the nanoparticles. The greatest magnetic strength of magnetic nanoparticles is 0.19 mT with a composition of 25 mL dragon fruit peel extract, 2 mol $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ and 1 mol $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. The FTIR test showed the presence of an OH group absorption peak at a wavelength of 3359.93 cm^{-1} , the C = C group appeared at a wavelength of 1631.03 cm^{-1} and the C-O group at a wavelength of 1360.20 cm^{-1} , which indicates that NiFe_2O_4 nanoparticles are protected by organic compounds (flavonoids). Characterization of magnetic nanoparticles using XRD showed the shape of the nanoparticles produced in the form of cubic spinels with a particle size of 71.52 nm, while SEM characterization showed surface shapes such as irregular fine grains.

Keywords—Magnetik Nanopartikel, Hydrothermal, FTIR, SEM, XRD

I. PENGANTAR

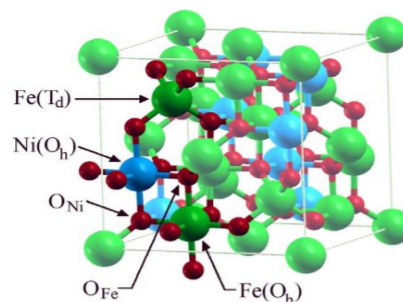
Nanopartikel magnetic merupakan suatu partikel yang berukuran 1-100 nm yang mempunyai sifat magnet. Material magnetic ini menarik dikembangkan karena sifatnya yang sangat terkenal dan potensial dalam aplikasinya di beberapa bidang[1]. Salah satu contoh dari magnetic nanopartikel ini adalah nanopartikel ferit.

Nanopartikel ferrite ini mempunyai rumus umum MFe_2O_4 (dimana M= Mn, Fe, Co, Ni, Cu dan Zn), yang beberapa tahun kebelakang ini telah banyak yang melakukan penelitian intensif mengenainya, dan dari kebanyakan menunjukkan sifat superparamagnetik dengan diameter dibawah 20nm[2].

Beberapa metode sintesis nanopartikel magnetik ferit sebagai upaya dalam meningkatkan kualitas produk yang sesuai terhadap sifat fisik, kimia, serta aplikasi tertentu diantaranya sintesis CuFe_2O_4 dengan metode sonochemical[3], sintesis ZnFe_2O_4 dengan metode solvothermal[4], sintesis MnFe_2O_4 dengan metode reverse microemulsion[5], sintesis $\text{MnxFexFe}_2\text{O}_4$ dengan metode co-precipitation[6]. Metode ini memiliki beberapa kekurangan yaitu pelarut yang digunakan tidak ekonomis, menggunakan temperature dan tekanan tinggi serta kurang

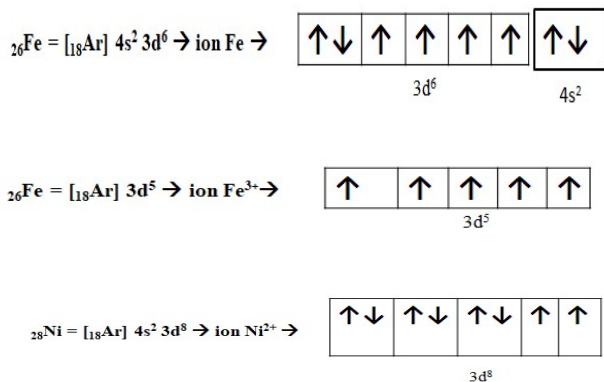
ramah terhadap lingkungan. Hasil dari metode sintesis ini belum stabil dan homogeny[7].

Metode green synthesis adalah sebuah metode sintesis yang digunakan dalam pembuatan material nanopartikel menggunakan bahan yang tidak berbahaya. Metode green synthesis ini lebih ramah lingkungan karena menggunakan bahan alam seperti bakteri, jamur, alga dan ekstrak tumbuhan sehingga mengurangi polutan dan tidak menimbulkan efek bahaya bagi lingkungan dan peneliti yang menggunakannya[8]. Bahan alam yang telah digunakan dalam green synthesis antara lain kulit rambut[9], daun parsley dan bawang putih[10].



Gambar 1. Struktur Spinel Ferit NiFe_2O_4 [11]

Sifat magnet dari nanopartikel ini dapat dilihat berdasarkan konfigurasi elektronnya, terdapatnya elektron yang tidak berpasangan dalam pengisian sub kulit atom inilah yang menyebabkan adanya sifat magnet dari sebuah nanopartikel[12].



Gambar 2. Konfigurasi Elektron dari Fe dan Ni

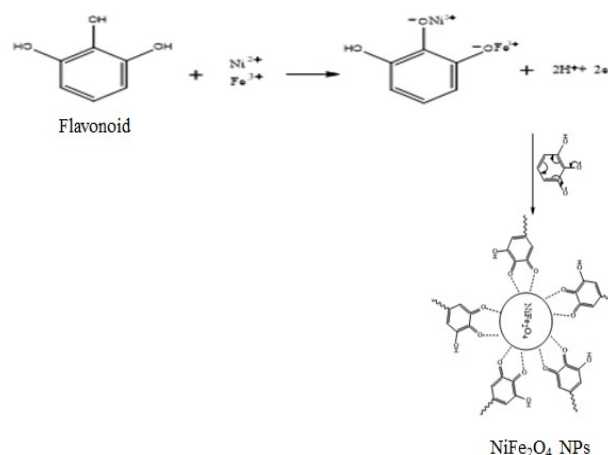
II. METODA PENELITIAN

A. Preparasi sampel kulit buah naga

Kulit buah Naga segar disiapkan kemudian dibilas dengan air hingga bersih, kemudian kulit dihaluskan dengan menggunakan blender. Kulit buah Naga kemudian ditimbang sebanyak 35 gram dan direbus dengan aquades 100 mL di dalam gelas kimia 250 mL, selanjutnya dididihkan selama 5 menit kemudian didinginkan sampai mencapai suhu ruang, disaring menggunakan kertas saring Whatman no 42.

B. Sintesis Nanopartikel NiFe₂O₄

Nanopartikel NiFe₂O₄ disintesis menggunakan metode hydrothermal dengan mencampurkan Fe(NO₃)₃·9H₂O sebanyak 10 mmol (4.039 gram) dan Ni(NO₃)₂·6H₂O sebanyak 5 mmol (1.454 gram) di larutkan dalam 50 mL ekstrak kulit buah naga, larutan kemudian di aduk dengan magnetik stirrer pada suhu kamar selama 1 jam dengan kecepatan 500 rpm. Larutan kemudian di panaskan dalam oven selama 3 jam pada suhu 180°C, larutan di dinginkan secara perlahan pada suhu kamar. Langkah selanjutnya di filtrasi dan di cuci dengan aquades dan etanol beberapa kali, dan terakhir di keringkan.



Gambar 3. Desain reaksi Nanopartikel NiFe₂O₄[13]

C. Variasi Komposisi Pembuatan Magnetik nanopartikel NiFe₂O₄

Variasi sintesis magnetik nanopartikel NiFe₂O₄ dilakukan dengan cara yang sama seperti pada bagian b diatas dengan perbandingan campuran seperti tabel 1 berikut :

TABEL 1.
PENENTUAN PENGARUH VARIASI KOMPOSISI PEMBUATAN
MAGNETIK NANOPARTIKEL NiFe₂O₄

No	Volume ekstrak kulit buah naga (mL)	Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O : Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O (mol)
1.	1	1 : 2
2.	3	1 : 2
3.	5	1 : 2
4.	7	1 : 2
5.	10	1 : 2
6.	15	1 : 2
7.	20	1 : 2
8.	25	1 : 2
9.	25	1 : 3
10.	25	1 : 5
11.	25	1 : 7
12.	25	2 : 1
13.	25	3 : 1
14.	25	5 : 1
15.	25	7 : 1

III. HASIL DAN PEMBAHASAN



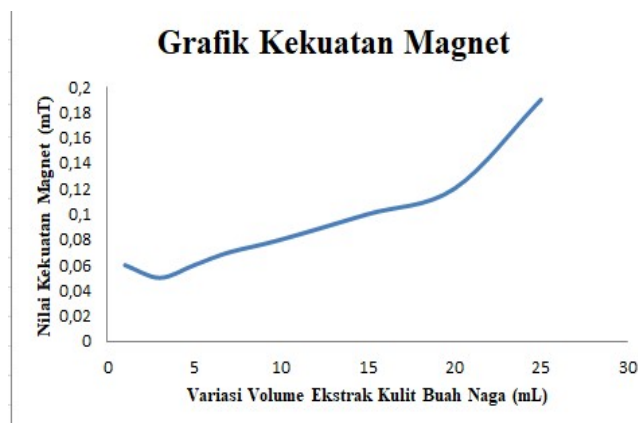
Gambar 4. Nanopartikel NiFe₂O₄

A. Sintesis Nanopartikel NiFe₂O₄

Nanopartikel yang disintesis menggunakan ekstrak kulit buah naga yang tua memiliki kekuatan magnet sebesar 0.08 mT, namun untuk nanopartikel yang menggunakan ekstrak kulit buah naga muda memiliki kekuatan magnet sebesar 0.05 mT. Penyebabnya, ini di karenakan senyawa fitokimia yang terkandung dalam ekstrak kulit buah naga tua lebih banyak dibandingkan dengan dalam ekstrak kulit buah naga yang masih muda, seperti yang sudah dijelaskan oleh [14], sehingga dengan banyaknya senyawa fitokimia (flavonoid) tersebut maka gugus OH yang mampu melindungi nanopartikel. Nanopartikel yang dihasilkan dari sintesis menggunakan ekstrak kulit buah naga ini memiliki warna coklat. Warna ini diakibatkan karena adanya pengaruh dari kandungan yang terdapat dalam ekstrak kulit buah naga. Berikut adalah data kekuatan magnet dari pengaruh variasi volume ekstrak kulit buah naga.

TABEL 2
HASIL KEKUATAN MAGNET BERDASARKAN VARIASI VOLUME EKSTRAK KULIT BUAH NAGA

No	Volume ekstrak kulit buah naga (mL)	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O : Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O (mol)	Kekuatan Magnet (mT)
1.	1	1 : 2	0.06
2.	3	1 : 2	0.05
3.	5	1 : 2	0.06
4.	7	1 : 2	0.07
5.	10	1 : 2	0.08
6.	15	1 : 2	0.10
7.	20	1 : 2	0.12
8.	25	1 : 2	0.19

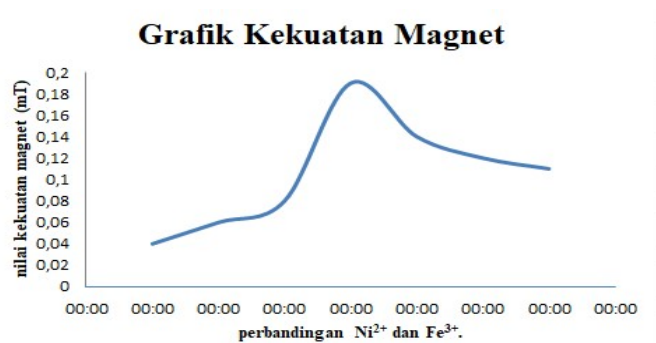


Gambar 5. Grafik kekuatan magnet variasi volume ekstrak kulit buah naga

Data diatas menyatakan bahwa daya magnet nanopartikel semakin tinggi seiring dengan semakin banyaknya penambahan volume ekstrak kulit buah naga, ini di karenakan volume penstabil mempengaruhi nanopartikel yang di hasilkan, jika volume nya rendah maka nanopartikel yang dihasilkan kurang baik dan menyebabkan kekuatan magnetnya kecil. Semakin banyak volume ekstrak buah naga yang ditambahkan maka akan semakin banyak gugus OH yang mampu *mencapping* atau mengontrol pertumbuhan partikel [15]. Data kekuatan magnet berdasarkan perbandingan Ni²⁺ dan Fe³⁺.

TABEL 3
HASIL VARIASI PERBANDINGAN JUMLAH MASSA Ni(NO₃)₂.6H₂O : Fe(NO₃)₃.9H₂O TERHADAP KEKUATAN MAGNET NANOPARTIKEL MAGNETIK NiFe₂O₄

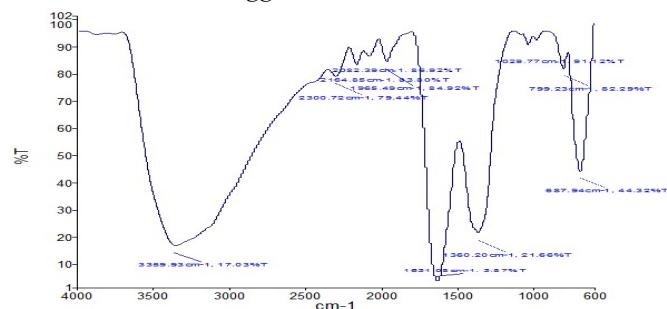
No	Volume ekstrak kulit buah naga (mL)	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O : Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O (mol)	Kekuatan Magnet (mT)
1.	25	7 : 1	0.04
2.	25	5 : 1	0.04
3.	25	3 : 1	0.06
4.	25	2 : 1	0.08
5.	25	1 : 2	0.19
6.	25	1 : 3	0.14
7.	25	1 : 5	0.12
8.	25	1 : 7	0.11



Gambar 6. Grafik kekuatan magnet NiFe₂O₄ dengan berbagai perbandingan Ni²⁺ dan Fe³⁺

Hasil yang ditunjukkan pada tabel 3 diatas terlihat bahwa pada perbandingan 1: 2 menghasilkan daya magnet yang tinggi dibanding dengan perbandingan yang lain, hal ini dikarenakan jika perbandingan antara Ni(NO₃)₂.6H₂O : Fe(NO₃)₃.9H₂O yang terlalu tinggi atau terlalu rendah dapat menyebabkan nanopartikel yang terbentuk tidak optimal dan akan mempengaruhi kekuatan atau daya magnetnya. Saat penggunaan Fe(NO₃)₃.9H₂O terlalu banyak maka gugus hidroksil dari ekstrak buah naga tidak mampu menstabilkan Fe dengan maksimal[16], dan jika penggunaan Ni(NO₃)₂.6H₂O terlalu banyak maka Ni²⁺ tidak *tercoupling* dengan maksimal kedalam sampel sehingga yang lebih dominan terbentuk adalah α-Fe₂O₃ yang tidak bersifat magnet[17].

B. Karakterisasi Menggunakan FTIR

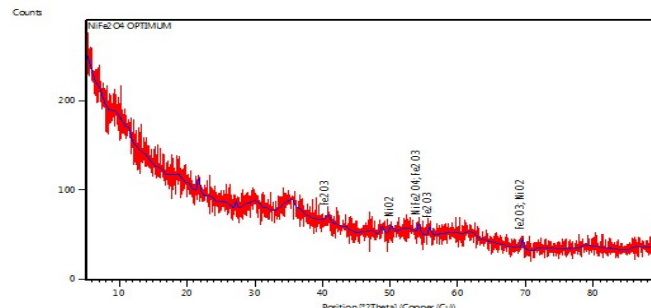


Gambar 7. Hasil Spektra FT-IR Nanopartikel NiFe₂O₄

Data hasil pengujian FTIR NiFe₂O₄ pada gambar 7 terlihat puncak-puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang 3359.93, 1631.03, 1360.20, dan 687.94. Bilangan gelombang 3359.93cm⁻¹, puncak serapan yang muncul merupakan karakter dari gugus O-H (Hidroksida) yang merupakan hasil dari vibrasi stretching antara atom O dengan atom H dari senyawa flavonoid. Sementara untuk puncak serapan 1631.03 cm⁻¹, 1360.20 cm⁻¹, yang muncul merupakan C=C dan C-O dari senyawa aromatik. Berdasarkan data ini dapat dikatakan bahwa senyawa aktif yang terdapat pada ekstrak kulit buah naga berperan sebagai agen penstabil

(*capping agent*) pada nanopartikel yang dihasilkan. Dua puncak utama yang muncul pada serapan ion logam dan oksigen terkait dengan struktur spinel ferit.

C. Karakterisasi Menggunakan XRD



Gambar 8. Pola Difraksi XRD

Berdasarkan data yang dihasilkan dari pengujian XRD dapat diketahui bahwa nanopartikel yang dihasilkan memiliki struktur spinel kubik sesuai dengan data pembanding dari instrument XRD (ICCD no 01-089-4927) yang memiliki puncak difraksi 2θ adalah 43.381; 47.500; 53.826; 57.382. Cara untuk mengetahui ukuran dari nanopartikel NiFe₂O₄ dapat dilihat berdasarkan nilai FWHM (*full width at halfmaximum*) dengan menggunakan persamaan scherer.

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

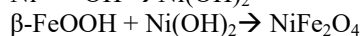
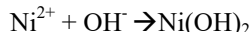
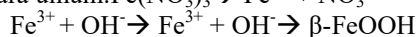
$$D = \frac{0,94 \times 0,154}{\left(\frac{FWHM}{180}\right) \cos\left(\frac{54,2379}{2}\right)} = \frac{0,14476}{0,00202866}$$

D= 71.52 nm

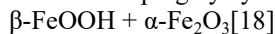
D adalah ukuran Kristal, k adalah konstanta, λ panjang gelombang sinar X, β adalah nilai FWHM dari puncak karakteristik masing-masing, dan θ adalah sudut difraksi. Berdasarkan rentangan ukuran nanopartikel 1-100 nm, partikel yang dihasilkan ini memiliki ukuran 71.52 nm yang termasuk cukup besar untuk ukuran nano, ini kemungkinan terjadi karena tidak adanya penambahan NaOH, seperti penjelasan berikut.

Penelitian sebelumnya menjelaskan bahwa OH⁻ memiliki peran yang cukup penting dalam pembuatan nanopartikel NiFe₂O₄, salah satunya yaitu berpengaruh pada ukuran inti Kristal. Jika konsentrasi OH⁻ kecil, maka pembentukan inti dari Kristal Fe(OH)₃ dan Ni(OH)₂ dapat terbentuk secara bersamaan, namun inti yang terlambat terbentuk akan mudah terserap oleh inti lainnya sehingga partikel yang terbentuk akan berukuran lebih besar. Jika konsentrasi OH⁻ makin tinggi maka inti Kristal Fe(OH)₃ dan Ni(OH)₂ yang terbentuk bersamaan akan langsung terhidrat dengan cepat dan menghasilkan nanopartikel yang berukuran lebih kecil dengan

kristalinitas yang lebih tinggi, seperti yang ditunjukkan reaksi secara umum: $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \rightarrow \text{Fe}^{3+} + \text{NO}_3^{3-}$



Reaksi samping nya yaitu :



Salah satu sumber OH^- dapat di peroleh dengan menggunakan NaOH, karena NaOH merupakan zat pemecah (pengurai) yang baik, sehingga jika menggunakan NaOH maka ukuran butir nanopartikel NiFe_2O_4 yang dihasilkan akan semakin kecil [10]. Penelitian ini tidak menggunakan NaOH sehingga setelah dihitung menggunakan persamaan scherer nanopartikel ini memiliki ukuran sebesar 71,52 nm dibanding dengan penelitian sebelumnya yaitu sebesar 20nm [2].

D. Karakterisasi Menggunakan SEM

Gambar 9. Hasil uji SEM

Gambar 9 merupakan hasil dari uji karakterisasi menggunakan SEM, dimana pada gambar terlihat morfologi dari permukaan nanopartikel berbentuk butiran-butiran kecil, namun masih sedikit mengalami aglomerasi. Keberadaan dari ekstrak kulit buah naga ini juga mempengaruhi bentuk partikel, karena dia dapat mengendalikan pertumbuhan dari nanopartikel [19]. Perbedaan jenis tanaman yang digunakan dalam sintesis nanopartikel juga akan mempengaruhi bentuk morfologi dari nanopartikel yang dihasilkan. Penelitian sebelumnya antara lain menggunakan ekstrak daun *Tridax procumbens* yang menghasilkan bentuk permukaan yang kasar dan tidak beraturan, menggunakan ekstrak daun *Sesbania glandiflora* dengan bentuk aglomerasi yang tidak bulat. Kemudian menggunakan ekstrak daun *Rubus glaucus* dalam sintesis nanopartikel yang menghasilkan morfologi permukaan berbentuk bulat [20].

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah di lakukan dapat di simpulkan bahwa:

- 1) Kekuatan magnet tertinggi yang diperoleh dari nanopartikel yang dihasilkan dalam penelitian ini yaitu pada komposisi perbandingan Ni^{2+} dengan Fe^{3+} (1 mol : 2 mol) dengan volume ekstrak kulit buah naga 25 mL yaitu sebesar 0.19 mT.

- 2) Karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi yang berperan sebagai agen pelindung (*capping agent*) dalam sintesis nanopartikel magnetik NiFe_2O_4 yaitu berupa senyawa flavonoid. Data XRD menunjukkan ukuran dari nanopartikel yang dihasilkan berdasarkan nilai FWHM dengan menggunakan persamaan scherer adalah sebesar 71.52 nm.
- 3) Hasil dari uji karakterisasi SEM didapatkan bentuk permukaan berupa butiran-butiran kecil yang tidak beraturan, karena senyawa dari ekstrak kulit buah naga yang digunakan dalam sintesis nanopartikel dapat mengendalikan pertumbuhan bentuk partikel.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada Bapak Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D yang telah memberikan masukan serta kritikan demi kesempurnaan penulisan artikel ini.

REFERENSI

- [1] Taib, S. (2014). Sintesis Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4) dengan Template silika (SiO_2) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Indonesian Journal of Applied Physics Vol.5 No.1*, 23.
- [2] Rashmi, S., & Bhojya, N. H. (2017). Solar Light Responsive Sm-Zn Ferrite Nanoparticle as Efficient Photocatalyst. *Materials Science and Engineering B*, 225, 86-97.
- [3] Kebede K, K., Titus, A., Msagati., & Bhekie, B. (2017). Ferrite Nanoparticles: Synthesis, Characterisation and Applications in Electronic Device. *Materials Science and Engineering B*, 215, 37-55.
- [4] Rachna, N.B. Singh.; Anupam, Agarwal. (2018). Preparation, Characterization, Properties and Applications of Nano Zinc Ferrite. *National Conference on Nanomaterials and Nanotechnology*, 5, 9148-9155.
- [5] Mohd, Hashim.; Sagar E, Shirsath. (2015). Manganese Ferrite Prepared using Reverse Micelle Process: Structural and Magnetik Properties Characterization. *Journal of Alloys and Compounds*, 642, 70-77.
- [6] Doaga, A, A.M.; Cojocariu, W.; Amin. (2013). Synthesis and Characterization of Manganese Ferrites for Hyperthermia Applications. *Materials Chemistry and Physics*, 143, 305-310.
- [7] Fetchete Loana, Ye Wang, Jacques, Vedrine C. (2012). The Past, Present and Future of Heterogeneous Catalysis. *Catalysis Today*, 189, 2-27.
- [8] Santi Phumying, S. L. (2013). Nanocrystalline Spinel Ferrite (MFe_2O_4 , M = Ni, Co, Mn, Mg, Zn) Powders Prepared By A Simple Aloe vera Plant-Extracted Solution Hydrothermal Route. *Materials Research Bulletin*, 48, 2060-2065.
- [9] Yuvakkumar, R., Suresh, J., Hong, S. I. (2014). Green Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles. *Advanced Materials Research*, 952 137-140.
- [10] Mufflihatun, S. S. (2015). Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite (NiFe_2O_4) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Jurnal Fisika Indonesia*, 55 vol XIX.
- [11] Helmita, R. H. (2019). Pengaruh Variasi Komposisi Pada Sifat Magnet Dari Nanokomposit $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Pani}$ Yang Disintesis Dengan Metode Sol-Gel Spin Coating. *12*.
- [12] Sholihah, L. K. (2010). Sintesis Dan Karakterisasi Partikel Nano Fe_3O_4 Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan Fe_3O_4 Bahan Komersial (Aldrich). *Institute Teknologi Sepuluh November*, 2-15.
- [13] Alyne Rodrigues de Araujo, J. R.-J. (2019). Identification of Eschweilenol C in derivative of Terminalia fagifolia Mart. and green synthesis of bioactive and biocompatible silver nanoparticles. *Industrial Corps & Product*, 52-65.
- [14] Authorities, T. F. (2005). Dragon Fruit. <http://swarnabhuni.com> [1 november 2013].

- [15] Arief, S. E. (2015). Kajian Teoritis Kemampuan Capping Katekin, Kateku Tanat dan Quarsetin terhadap Nanopartikel Perak dengan menggunakan Metoda DFT-B. *9*.
- [16] Johnly Alfreds Rorong, E. S. (2014). Potensi Daun Cengkeh Sebagai Biosensitizer Untuk Fotoreduksi Besi Pada Lahan Pertanian Hortikultura. *Prosiding Seminar Nasional Lahan Suboptimal*, 26-27.
- [17] Chen Li, X. Z. (2016). Synthesis of α -Fe₂O₃ Superfine Powders with Steel Picking Waste Water and Duat Water in the Production of Bleaching Powder. *MATEC Web of Conferences*.
- [18] Li Hua, H.-z. W.-x. (2010). Effect of Synthetic Conditions On Particle Size And Magnetic Properties Of NiFe₂O₄. *Powder Technology*, 157-166.
- [19] Jayasekhar Babu Pinuri, P. S. (2012). Piper betle-mediated green synthesis of biocompatible gold nanopartikel. *internasional nano letters*, 2:18,1-9.
- [20] Yen Pin Yew, K. S. (2018). Green Biosynthesis of Superparamagnetic Magnetite Fe₃O₄ Nanoparticles and Biomedical Application in Targeted Anticancer Drug Delivery System : A review. *Arabian Journal of Chemistry*.