

# ANALISIS UKURAN PARTIKEL NANOKOMPOSIT $Fe_3O_4/SiO_2$ /ALGINAT MENGGUNAKAN *SCHERRER FORMULA*

Verry Andre Fabiani<sup>1\*</sup>, Delita Ega Andini<sup>2</sup>, Restani Eka Putri<sup>1</sup>, Sy. Indra Septiansyah<sup>3</sup>, Karnelasatri<sup>4</sup>

<sup>1</sup>) Program Studi Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Bangka Belitung  
Jl. Kampus Terpadu UBB Balunijuk, Merawang, Bangka, Kepulauan Bangka Belitung, 33172

<sup>2</sup>) Program Studi Teknik Pertambangan, Fakultas Teknik, Universitas Bangka Belitung  
Jl. Kampus Terpadu UBB Balunijuk, Merawang, Bangka, Kepulauan Bangka Belitung, 33172

<sup>3</sup>) Program Studi D3 Teknologi Pertambangan, Politeknik Negeri Ketapang  
Jl. Renge Sentap, Dalong, Kab. Ketapang, Kalimantan Barat, 78813

<sup>4</sup>) Program Studi D3 Farmasi, Universitas Pelita Harapan  
Jl. M. H. Thamrin Boulevard 1100 Lippo Village Tangerang, Banten, 15811

<sup>\*</sup>) email korespondensi: [verry.kimiaubb@gmail.com](mailto:verry.kimiaubb@gmail.com)

## ABSTRAK

Sintesis komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$ /Alginat telah berhasil dilakukan. Sumber  $SiO_2$  yang digunakan berasal dari pasir tailing timah Bangka Belitung dan sumber  $Fe_3O_4$  diperoleh dari hasil sintesis menggunakan prekursor  $Fe^{2+}$  dan  $Fe^{3+}$  melalui metode kopresipitasi. Penambahan alginat dilakukan untuk meningkatkan karakteristik dari komposit agar dapat digunakan sebagai fotokatalis. Salah satu parameter yang diamati yaitu ukuran partikel. Analisis ukuran partikel dapat dilakukan secara kuantitatif menggunakan data difraksi sinar X (XRD). Penentuan ukuran partikel diperoleh menggunakan *Scherrer Formula* yang menggunakan data sudut  $2\theta$  dalam bentuk  $\cos(\theta)$  dan nilai *Full Width at Half Maximum (FWHM)* atau *Integral Breadth* dari puncak dalam satuan radians. Berdasarkan analisis ukuran partikel diperoleh masing-masing ukuran partikel untuk  $SiO_2$ ,  $Fe_3O_4$ ,  $Fe_3O_4/SiO_2$  dan  $Fe_3O_4/SiO_2$ /Alginat yaitu 72,68 nm, 17,22 nm, 70,92 nm dan 46,75 nm. Hal ini menjelaskan bahwa sintesis  $Fe_3O_4/SiO_2$ /Alginat berhasil membentuk komposit berukuran nano (nanokomposit).

**Kata kunci:** nanokomposit, *Scherrer formula*,  $SiO_2$ , ukuran partikel, XRD

## PENDAHULUAN

Silika ( $SiO_2$ ) merupakan senyawa yang mendominasi penyusun kerak bumi mencapai 60,6%. Sumber silika banyak ditemukan di alam dalam bentuk mineral maupun dalam limbah bahan organik alam seperti sekam padi, ampas tebu dan lainnya (Munasir et al., 2012). Bangka Belitung memiliki potensi sumber silika yang berasal dari limbah atau sisa pengolahan timah (tailing timah), pasir tailing timah diketahui mengandung silika mencapai 90,53% (Evi et al., 2019). Penggunaan silika sebagai material fungsional sering digunakan yaitu sebagai adsorben (He et al., 2021) dan sebagai pengemban pada fotokatalis (Eddy et al., 2015).

Silika umumnya dikompositkan dengan senyawa magnetit ( $Fe_3O_4$ ) agar mudah dipisahkan dan meningkatkan kinerjanya sebagai adsorben zat warna, untuk memudahkan dalam proses fotodegradasi selanjutnya dikompositkan dengan alginat agar terbentuk granular dan meningkatkan situs aktif dari komposit (Wardhani et al., 2023). Keberhasilan fotodegradasi salah satunya dipengaruhi oleh ukuran dari komposit, semakin kecil ukuran komposit maka semakin besar luas permukaan sehingga memudahkan polutan organik berinteraksi dengan komposit. Komposit dengan ukuran nano terbukti berhasil mendegradasi zat warna dengan maksimal (Choi et al., 2021)

Salah satu cara untuk mengukur partikel komposit dalam skala nano yaitu dengan metode difraksi Sinar X.

Metode ini merupakan metode analisis untuk menentukan beragam parameter fisika dari sebuah material seperti struktur kristal, komposisi fase, struktur unit sel, cacat kristal dan ukuran kristal, bahkan susunan atom-atom di dalam material amorf seperti polimer. Pada metode difraksi sinar-X umumnya menggunakan sampel *powder* terutama dalam mengkarakterisasi struktur kristalografi, ukuran kristal (ukuran butir) dan orientasi kristal (Sumadiyasa & Manuaba, 2018).

Luas puncak/kurva dari puncak difraksi sinar-X dipengaruhi oleh ukuran kristal yang dapat dijelaskan dengan rumus Scherrer (Harold & Leroy, 1974). Hubungan ini ditunjukkan oleh nilai *FWHM/Integral Breadth* terhadap ukuran kristal terutama dalam ukuran skala nanometer, hubungan antara ukuran partikel terhadap *FWHM* dan *Integral Breadth* menunjukkan bahwa profil kurva suatu puncak difraksi akan melebar terutama untuk ukuran kristal apabila ukuran partikel kurang dari 100 nm. Puncak-puncak difraksi pada spektra difraksi menunjukkan pelebaran (perluasan) karena ukuran dan regangan partikel (Vinila et al., 2014). Lebar puncak difraksi dapat digunakan untuk memperkirakan ukuran rata-rata partikel.

Pada artikel ini akan dijelaskan analisis ukuran rata-rata partikel dari komposit  $Fe_3O_4/SiO_2$ /Alginat yang telah disintesis, data menggunakan hasil analisis difraksi sinar X yang kemudian diinterpretasikan untuk melihat pengaruh ukuran partikel setelah dikompositkan oleh beberapa senyawa lain.

## METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan data difraktogram XRD Komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ /Alginat hasil sintesis, analisis dilakukan di Greenlab PT. Inovasi Hijau Indonesia menggunakan peralatan XRD Merk PANalytical, Type: X'Pert PRO. Berdasarkan data karakterisasi XRD, ukuran kristal dapat diperkirakan menggunakan Scherrer Formula (1)

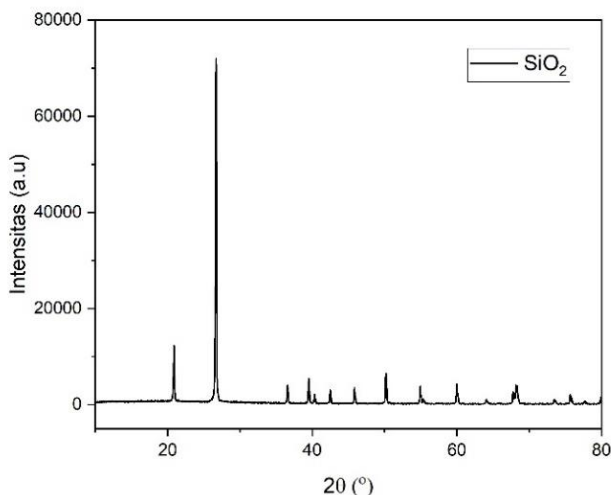
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (1)$$

dimana  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X yang digunakan, dan  $\theta$  = sudut difraksi (rad), K = adalah konstanta (0,9), Full Width at Half Maximum (FWHM) atau Integral Breadth dari puncak dalam satuan radians. Berdasarkan persamaan 1 dapat diamati bahwa lebar puncak bervariasi dengan sudut  $2\theta$  dalam bentuk  $\cos(\theta)$ . Data yang dihitung dalam perhitungan menggunakan Scherrer Formula diambil dari lima puncak difraksi tertinggi yang bersesuaian dengan database standar.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Ukuran Partikel $\text{SiO}_2$

Sumber  $\text{SiO}_2$  yang digunakan berasal dari pasir tailing timah. Data difraktogram XRD  $\text{SiO}_2$  disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram  $\text{SiO}_2$

Berdasarkan gambar 1, difraktogram  $\text{SiO}_2$  menunjukkan kesesuaian dengan JCPDS 33-1161 yang didominasi oleh fasa kuarsa dengan struktur kristalin. Analisis ukuran partikel  $\text{SiO}_2$  disajikan pada tabel 1.

Tabel 1. Analisis Ukuran Partikel  $\text{SiO}_2$

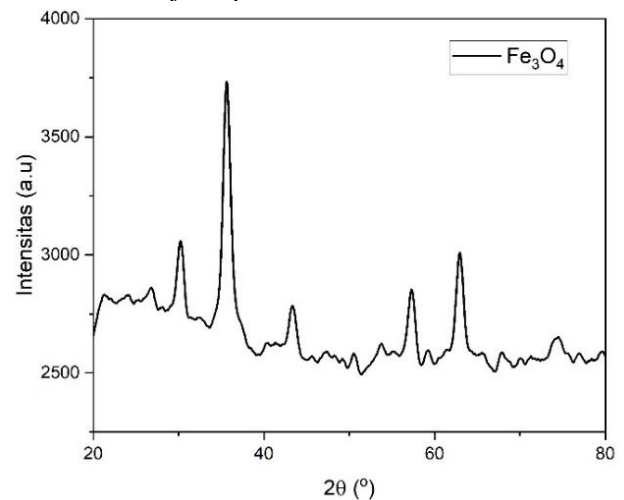
$2\theta$ (°)	$\theta$ (rad)	FWHM (rad)	D (nm)
20,880	0,182	0,00164	85,90
26,705	0,233	0,00237	60,01
39,514	0,345	0,00201	73,37
50,177	0,438	0,00211	72,47
59,996	0,524	0,00223	71,64
<b>Ukuran Partikel Rata-Rata</b>			<b>72,68</b>

Berdasarkan tabel 1, dapat diamati bahwa ukuran partikel Silika dari Pasir Tailing Timah berukuran 72,68 nm, ukuran partikel ini menjelaskan bahwa silika yang

dihasilkan merupakan nanopartikel silika dan bersesuaian dengan data XRD dimana kristalinitas yang dihasilkan juga tinggi sehingga kecenderungan ukuran partikel semakin kecil.

### Analisis Ukuran Partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan merupakan hasil sintesis dari dua sumber prekursor  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  menggunakan metode kopresipitasi. Data difraktogram XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Difraktogram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Berdasarkan gambar 2, difraktogram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menunjukkan kesesuaian dengan JCPDS 19-0629 yang menunjukkan adanya fasa magnetit. Analisis ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disajikan pada tabel 2.

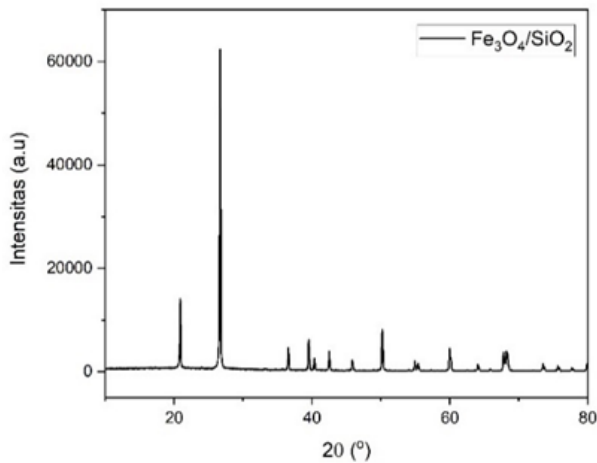
Tabel 2. Analisis Ukuran Partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

$2\theta$ (°)	$\theta$ (rad)	FWHM (rad)	D (nm)
30,33	0,265	0,0119	12,10
35,67	0,311	0,0103	14,14
43,33	0,378	0,0079	18,99
57,31	0,500	0,0070	22,62
62,87	0,549	0,0089	18,25
<b>Ukuran Partikel Rata-Rata</b>			<b>17,22</b>

Pada tabel 2, dapat diamati bahwa ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yaitu 17,22 nm, hal ini menjelaskan bahwa sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menggunakan metode kopresipitasi berhasil membentuk senyawa nanopartikel magnetit. Menurut Lubis (2022), metode kopresipitasi pada sintesis magnetit merupakan salah satu metode sintesis *bottom up* untuk mendapatkan ukuran partikel kecil berukuran nano.

### Analisis Ukuran Partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$

Senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  kemudian dikompositkan menggunakan  $\text{SiO}_2$  dan diamati perubahan ukuran partikel yang dihasilkan. Data difraktogram XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  dapat diamati pada Gambar 3. Berdasarkan Gambar 3, puncak difraksi komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  didominasi oleh fasa silika kuarsa dan terdapat satu puncak yang bersesuaian dengan fasa magnetit. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  berhasil dilakukan.



Gambar 3. Difraktogram  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$

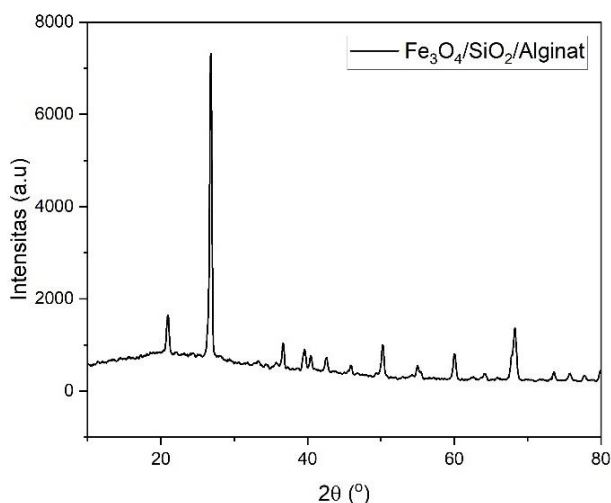
Tabel 3. Analisis Ukuran Partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$

$2\theta$ (°)	$\theta$ (rad)	FWHM (rad)	D (nm)
20,88	0,182	0,0021	67,86
26,67	0,233	0,0021	66,90
39,52	0,345	0,0018	80,36
50,17	0,438	0,0020	74,94
59,97	0,523	0,0025	64,57
<b>Ukuran Partikel Rata-Rata</b>			<b>70,92</b>

Pada Tabel 3, teramati bahwa ukuran komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  yang dihasilkan yaitu 70,92 nm. Pengaruh  $\text{SiO}_2$  yang mendominasi fasa komposit menyebabkan ukuran komposit yang dihasilkan mendekati ukuran silika. Meskipun demikian, komposit yang dihasilkan berhasil membentuk nanokomposit yang dapat diaplikasikan sebagai fotokatalis atau adsorben.

#### Analisis Ukuran Partikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$

Komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  selanjutnya ditambahkan bahan pengikat yaitu alginat agar kinerja komposit yang dihasilkan meningkat. Data difraktogram XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$  disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Difraktogram  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 4, terlihat bahwa puncak-puncak difraksi yang dihasilkan hampir sama dengan puncak difraksi komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ . Hal ini menandakan bahwa penambahan alginat tidak merubah struktur komposit.

Tabel 4. Analisis Ukuran Partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$

$2\theta$ (°)	$\theta$ (rad)	FWHM (rad)	D (nm)
20,96	0,183	0,0054	26,05
26,79	0,234	0,0035	41,02
36,67	0,320	0,0026	55,77
50,24	0,438	0,0035	43,85
68,21	0,595	0,0025	67,07
<b>Ukuran Partikel Rata-Rata</b>			<b>46,75</b>

Pada Tabel 4, ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$  sebesar 46,75 nm. Hal ini juga mempertegas bahwa penambahan alginat selain tidak merubah struktur komposit tetapi juga dapat memperkecil ukuran partikel. Sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$  berhasil membentuk nanokomposit yang berpotensi digunakan sebagai fotokatalis atau adsorben.

## KESIMPULAN

Analisis ukuran partikel menggunakan *Scherrer Formula* diperoleh masing-masing ukuran partikel untuk  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$  yaitu 72,68 nm, 17,22 nm, 70,92 nm dan 46,75 nm. Hal ini menjelaskan bahwa sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{Alginat}$  berhasil membentuk komposit berukuran nano (nanokomposit).

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat (LPPM) Universitas Bangka Belitung atas skema Pendanaan Penelitian Akselerasi Tahun 2023 dengan nomor kontrak penelitian 326.D/UN50/L/PP/2023.

## REFERENSI

- Choi, M., Yagi, S., Ohta, Y., Kido, K. & Hayakawa, T. 2021. Estimation of delafossite p-type  $\text{CuGaO}_2/\text{ZnO}$  hybrids as semiconductor photocatalyst by controlling particle size. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 150: 109845.
- Eddy, D.R., Puri, F.N. & Noviyanti, A.R. 2015. Synthesis and Photocatalytic Activity of Silica-based Sand Quartz as the Supporting  $\text{TiO}_2$  Photocatalyst. *Procedia Chemistry*, 17: 55–58.
- Evi, J., Tiandho, Y., Rafsanjani, R.A. & Afriani, F. 2019. Purification of silica from tin tailings through solid-state method. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 012025.
- Harold, P.K. & Leroy, E.A. 1974. X-Ray Diffraction Properties. In *X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials, 2nd Edition*. New York: John Wiley & Son Inc.
- He, H., Meng, X., Yue, Q., Yin, W., Gao, Y., Fang, P. & Shen, L. 2021. Thiol-ene click chemistry synthesis of a novel magnetic mesoporous silica/chitosan composite for selective  $\text{Hg(II)}$  capture and high catalytic activity of spent  $\text{Hg(II)}$  adsorbent. *Chemical Engineering Journal*, 405: 126743.
- Lubis, H. 2022. Perbandingan Karakterisasi Morfologi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terhadap  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Merck melalui Metode Kopersipitasi. *Juripol*, 5(2): 458–463.

- Munasir, Widodo, Triwikantoro, Zainuri, M. & Darminto. 2012. Perbandingan Massa Kalium Hidroksida Pada Ekstraksi SiO<sub>2</sub> Orde Nano Berbasis Bahan Alam Pasir Kuarsa. In *Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Pendidikan Sains VII UKSW*. Salatiga: 40–44.
- Vinila, V.S., Jacob, R., Mony, A., G. Nair, H., Issac, S., Rajan, S., S. Nair, A., J. Satheesh, D. & Isac, J. 2014. Ceramic Nanocrystalline Superconductor Gadolinium Barium Copper Oxide (GdBaCuO) at Different Treating Temperatures. *Journal of Crystallization Process and Technology*, 04(03): 168–176.
- Sumadiyasa, M. & Manuaba, I.B.S. 2018. Penentuan Ukuran Kristal Menggunakan Formula Scherrer, Williamson-Hull Plot, dan Ukuran Partikel dengan SEM. *Buletin Fisika*, 19(Februari): 28–35.
- Wardhani, S., Mardiansyah, H.A. & Purwonugroho, D. 2023. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-SiO<sub>2</sub>-Alginate Photocatalyst for Textile Dyes Waste Degradation. *Science and Technology Indonesia*, 8(1): 108–115.