

REPUBLIK INDONESIA KEMENTERIAN HUKUM  
DAN HAK ASASI MANUSIA

# SURAT PENCATATAN CIPTAAN

Dalam rangka perlindungan ciptaan di bidang ilmu pengetahuan, seni dan sastra berdasarkan Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta, dengan ini menerangkan:

Nomor dan tanggal permohonan : EC00201980666, 8 November 2019

**Pencipta**

Nama : **Mighfar Syukur, M.Sc, Ahmad Fuad Masduqi, M.Si,**  
Alamat : Banaran, Rt 003/Rw 005, Kel. Sekaran, Kec. Gunungpati, Semarang, Jawa Tengah, 50229

Kewarganegaraan : Indonesia

**Pemegang Hak Cipta**

Nama : **Mighfar Syukur, M.Sc, Ahmad Fuad Masduqi, M.Si,**  
Alamat : Banaran, Rt 003/Rw 005, Kel. Sekaran, Kec. Gunungpati, Semarang, 9, 50229

Kewarganegaraan : Indonesia

Jenis Ciptaan : **Karya Ilmiah**

Judul Ciptaan : **Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Tercoating Asam Oleat/SiO<sub>2</sub> [3(2-Aminoetilamino) Propil] Trimetoksisilan Dengan Metode Sonokopresipitasi/sol-gel**

Tanggal dan tempat diumumkan untuk pertama kali di wilayah Indonesia atau di luar wilayah Indonesia : 1 November 2019, di Semarang

Jangka waktu perlindungan : Berlaku selama hidup Pencipta dan terus berlangsung selama 70 (tujuh puluh) tahun setelah Pencipta meninggal dunia, terhitung mulai tanggal 1 Januari tahun berikutnya.

Nomor pencatatan : 000163132

adalah benar berdasarkan keterangan yang diberikan oleh Pemohon.  
Surat Pencatatan Hak Cipta atau produk Hak terkait ini sesuai dengan Pasal 72 Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta.

a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA  
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL



Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.  
NIP. 196611181994031001

**LAMPIRAN PENCIPTA**

No	Nama	Alamat
1	Mighfar Syukur, M.Sc	Banaran, Rt 003/Rw 005, Kel. Sekaran, Kec. Gunungpati
2	Ahmad Fuad Masduqi, M.Si	Jl. Purwomukti Timur III. Rt 010/Rw 001, Kel. Pedurungan Lor. Kec. Pedurung

**LAMPIRAN PEMEGANG**

No	Nama	Alamat
1	Mighfar Syukur, M.Sc	Banaran, Rt 003/Rw 005, Kel. Sekaran, Kec. Gunungpati
2	Ahmad Fuad Masduqi, M.Si	Jl. Purwomukti Timur III. Rt 010/Rrv 001, Kel. Pedurungan Lor. Kec. Pedurungan



# Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tercoating Asam oleat/SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil] Trimetoksisilan dengan metode sonokopresipitasi/sol-gel

Mighfar Syukur\*, Ahmad Fuad Masduqi

Prodi Farmasi, Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Semarang  
Jl. Ledjen Sarwo Edhie Wibowo Km 1, Plamongsari, Semarang

\*Email: [syukurads@yahoo.co.id](mailto:syukurads@yahoo.co.id)

## Abstrak

Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dilakukan untuk membentuk *core* yang memiliki sifat kemagnetan, sedangkan coating Asam oleat/SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil] Trimetoksisilan bertujuan untuk melindungi *core* tersebut dari degradasi fisik akibat asam maupun basa, serta aplikasi material sintesis. Metode sonokopresipitasi menunjukkan hasil yang baik dibawah aliran gas N<sub>2</sub> dengan hasil kristal hitam. Keberhasilan coating SiO<sub>2</sub> dan [3(2-Aminoetilamino) propil] Trimetoksisilan ditunjukkan dengan perubahan warna coklat dan penambahan berat hasil sintesis. Analisis data XRD menunjukkan sedikit pengotor Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, diperkuat dengan data FTIR yang memperlihatkan adanya gugus amina dari *starting material*. Bentuk citra SEM-EDX dan TEM menunjukkan *shape spheris* dengan sistem *core-shell*.

**Kata kunci:** Sintesis, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>, coating, sonokopresipitasi, sol-gel

## 1. PENDAHULUAN

Magnetik nanopartikel (MNPs) merupakan suatu material yang menarik untuk diteliti dan dikembangkan karena didasarkan pada ukuran dan sifatnya, memiliki aplikasi yang sangat luas dalam hal penyimpanan data, biokimia, biosensor, magnetic resonance Image (MRI) serta system penghantaran obat (Zhang, He and Gu, 2006). Upaya untuk meningkatkan ukuran dan bentuk dari nanopartikel magnetic atau system monodisperse dengan standar deviasi <5% merupakan salah satu kunci penting karena sifat kekuatan magnetic bergantung pada ukuran dan dimensinya (Faraji, Yamini and Rezaee, 2010). Sintesis nanopartikel magnetite dapat dilakukan dengan berbagai metode yaitu kopresipitasi, dekomposisi termal, hidrotermal, mikroemulsi, dan sonokimia yang dapat menghasilkan berbagai ukuran partikel nano. Meskipun banyak jenis nanopartikel, MNPs adalah partikel yang sering digunakan dalam pembuatan inti, karena dapat dimodifikasi dengan pelapisan material organik maupun penambahan material anorganik dengan berbagai banyak fungsi. Sebagai contoh, nanopartikel magnetic yang digunakan sebagai pendeteksi system kekebalan tubuh dengan melewati sirkulasi darah. Material ini stabil dalam waktu yang lama pada system peredaran darah (Mahmed, 2013).

Pelapisan material pada permukaan magnetic nanopartikel akan menambah stabilitas kimianya. Stabilitas tersebut melindungi inti magnetic dari degradasi pada temperature yang tinggi, oksidasi oleh oksigen diudara, atau pengikisan oleh asam maupun basa. Silika merupakan salah satu senyawa yang digunakan dalam melapisi inti magnetite sehingga memiliki beberapa keuntungan diantaranya: tidak hanya melindungi dari stabilitas fisiknya tetapi juga dalam hal pencegahan aglomerasi antar partikel, pengontrolan ketebalan lapisan, dan kemudahan dalam modifikasi permukaan dengan senyawa organik lainnya (Wu, He and Jiang, 2008). Sedangkan penambahan gugus fungsi organik pada MNPs/Silika (SiO<sub>2</sub>), memberikan pengaruh yang signifikan dalam kemampuan biologi dan biodegradabilitas. Penambahan gugus yang dapat dilakukan antarlain gugus aldehid, gugus hidroksil, karboksil dan gugus amino (Ashtari *et al.*, 2005).

Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikel dengan penambahan asam oleat dengan metode gabungan sono-kopresipitasi pada temperature kamar, dengan precursor FeCl<sub>3</sub> dan FeSO<sub>4</sub>. Sebagai pencegahan aglomerasi, dilakukan pelapisan SiO<sub>2</sub> dengan modifikasi gugus diamino yang akan terikat pada permukaan sehingga memiliki fungsi dalam berbagai aplikasi.

## 2. METODOLOGI

### 2.1 Sintesis kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tercoating Asam Oleat

Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tercoating Asam Oleat melalui metode sonokopresipitasi dilakukan dengan menimbang sebanyak 0,02 mol FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O dan 0,0138 mol FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam 60

mL akuabides dibawah aliran gas N<sub>2</sub>. Secara cepat NH<sub>3</sub> 25% sebanyak 3,5 mL ditambahkan dalam sistem larutan tersonikasi 1000 mg asam oleat, dimasukkan kedalam larutan dan diultrasonik selama 1 jam. Larutan selanjutnya dibilas akuades dan etanol, kemudian dikeringkan pada > 80 °C.

## 2.2 Pelapisan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan

0,5 g Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dicuci dengan HCl encer 5 mL dalam 10 mL metanol. Dengan prinsip metode sol-gel, tambahkan [3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan dan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> dan lakukan proses stirring selama 3 jam. Larutan diaging selama 24 jam dan dicuci kembali dengan akuabides. Residu dipisahkan dengan magnet eksternal, dikeringkan pada suhu > 80°C.

## 2.3 Karakteristik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan

Pengujian pola difraksi kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan untuk melihat keberhasilan sintesis dilakukan dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Komposisi partikel dapat dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), sedangkan ukuran partikel dapat diprediksi melalui *Transmission Electron Microscopy* (TEM).

## 3. HASIL DAM PEMBAHASAN

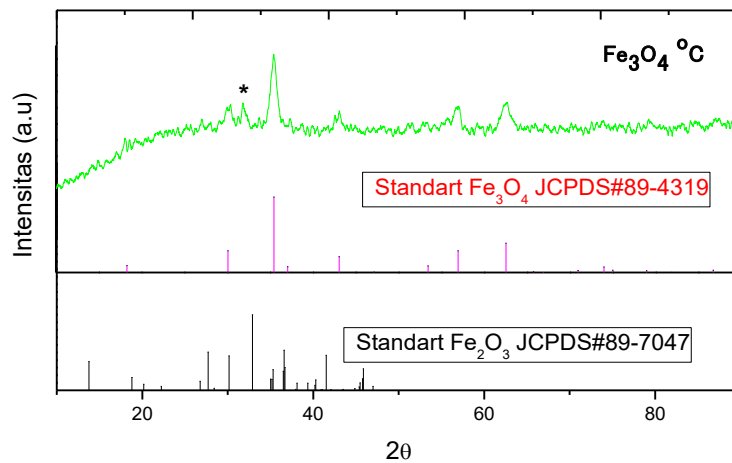
### 3.1 Karakterisasi XRD Material Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino)propil] Trimetoksisilan

Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dilakukan dengan metode sonokopresipitasi dengan mereaksikan FeCl<sub>3</sub> dengan FeSO<sub>4</sub> dibawah kondisi basa, yang berbantuan gelombang ultrasonic. Hasil menunjukkan kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dengan warna hitam dengan hasil yang sesuai dengan perhitungan stoikiometri. Selanjutnya dilakukan pelapisan SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan dengan hasil Kristal berwarna coklat. Keberhasilan pelapisan ditunjukkan dengan bertambahnya massa hasil sintesis yang ditunjukkan pada tabel 1.

**Tabel 1. Hasil sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan**

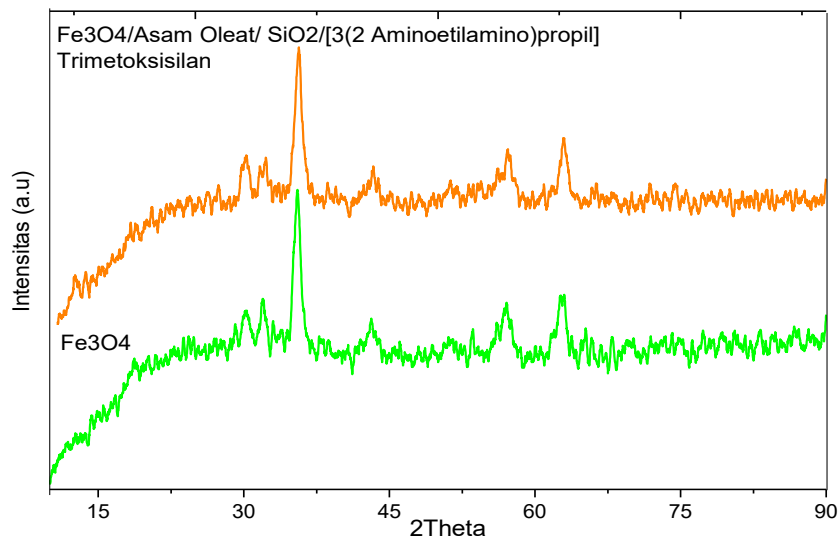
Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /Asam Oleat	Hasil Sintesis (g)	Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /Asam Oleat/SiO <sub>2</sub> /[3(2-Aminoetilamino) propil] Trimetoksisilan (g)	Hasil Sintesis (g)
Sintesis 1	3,1612	0,5	0,7282
Sintesis 2	3,3831	0,5	0,7191
Sintesis 3	3,3236	0,5	0,7311
Sintesis 4	3,2342	0,5	0,7321
Sintesis 5	3,2126	0,5	0,7224

Proses identifikasi untuk mengetahui keberhasilan sintesis kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dilakukan dengan melihat berat hasil sintesis dari masing-masing perlakuan. Sintesis pertama yang dilakukan yaitu membandingkan data 5 kali hasil sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/OA dibandingkan dengan hitungan teoritis. Untuk sekali sintesis, menurut hasil Apabila dikonversikan ke dalam perhitungan stoikiometri adalah 0,0138 mol. Hal tersebut sama dengan jumlah mol garam FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O yaitu 0.0138 mol. Menurut perhitungan, terdapat ± 0,006 mol Fe yang hilang pada saat proses sintesis. sehingga banyak adsorben yang terbuang. Identifikasi adanya material pengotor yang muncul dari hasil samping sintesis, dilakukan dengan mengkomparasi data karakterisasi XRD dengan data standar JCPDS. Melihat kemungkinan yang terjadi saat proses sintesis, dilakukan pengecekan terhadap oksida logam yang muncul sebagai hasil samping atau oksidasi lanjut material Fe. Data menunjukkan bahwa terlihat satu buah pengotor berupa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang ditunjukkan JCPDS#.



**Gambar 1. Pola difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dan identifikasi pengotor**

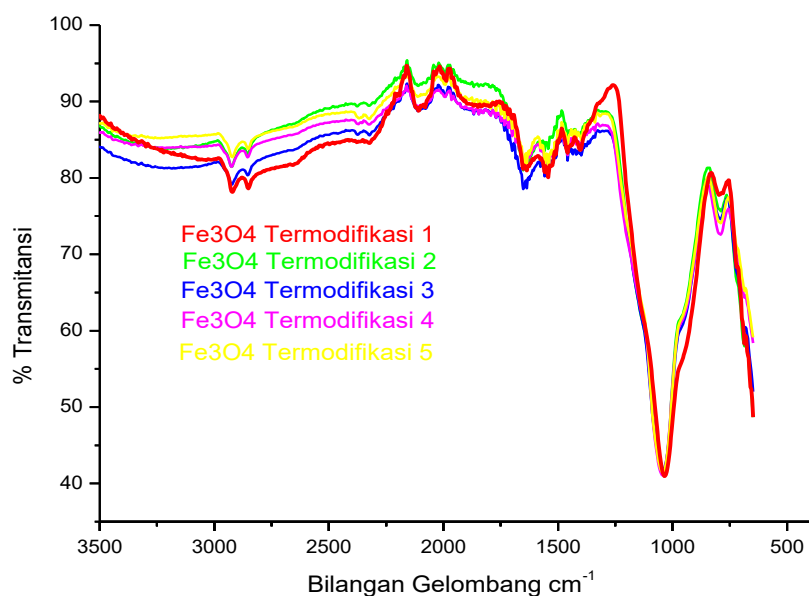
Teridentifikasi satu peak pengotor berupa wuestite atau Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada 2θ (31,96) sesuai dengan standar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> JCPDS #89-7047. Perbandingan pola difraksi juga dilakukan terhadap hasil XRD kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino)propil]Trimetoksisilan berdasarkan Gambar 2, terlihat terjadi penurunan intensitas dari sebelumnya 950,81 menjadi 771,07.



**Gambar 2. Perbandingan difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino)propil]Trimetoksisilan**

### 3.2. Pengujian Gugus Fungsi material Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino)propil]Trimetoksisilan

Analisis gugus fungsi untuk melihat keberhasilan pelapisan material SiO<sub>2</sub> dan gugus [3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan dilakukan dengan karakterisasi *Fourier Transform Infra Red*, melalui kemunculan spektra pita-pita *finger print* yang berbeda pada masing masing gugus fungsi.



**Gambar 3. Pola Spektra FTIR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2 Aminoetilamino)propil] Trimetoksisilan 5 kali hasil sintesis**

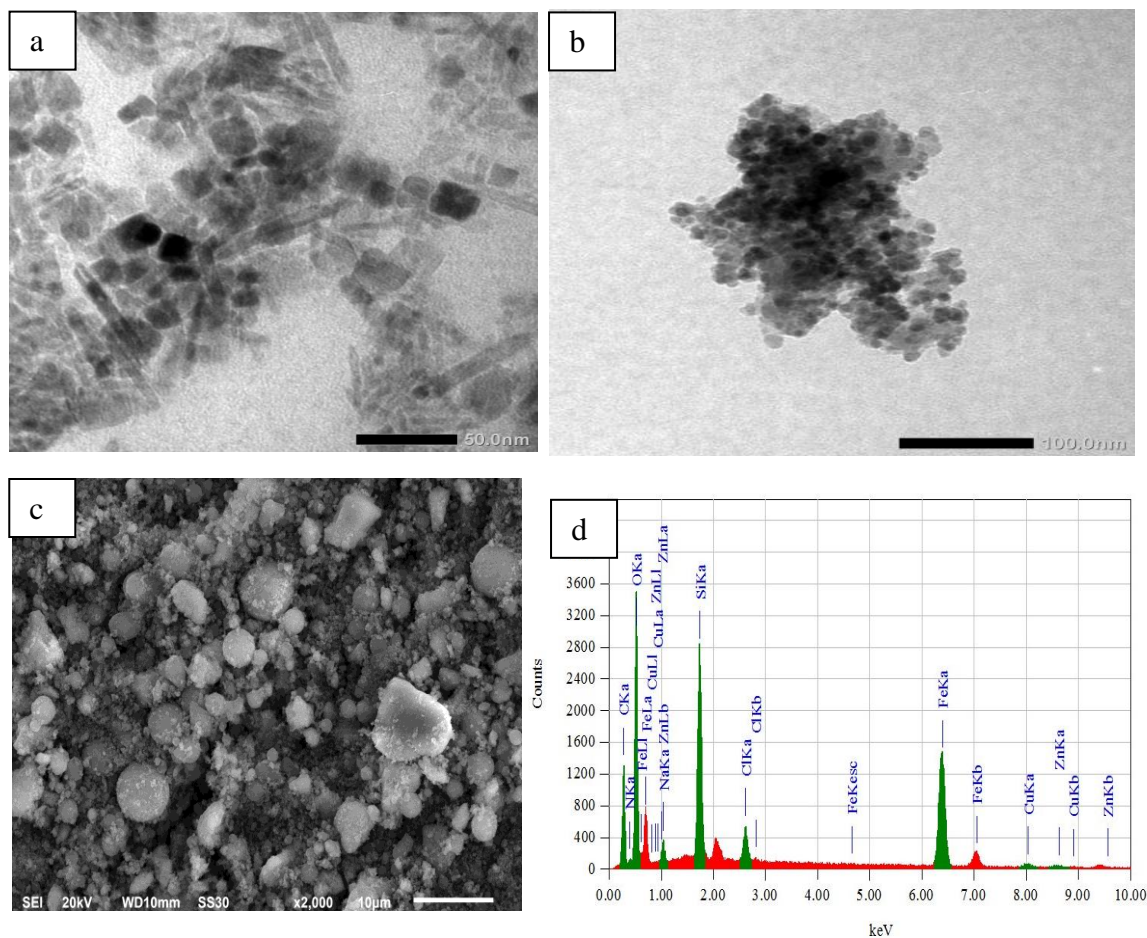
Spektrum FTIR digunakan untuk mengetahui keberhasilan dari modifikasi gugus fungsi [3(2 Aminoetilamino)propil]Trimetoksisilan dengan melihat penampakan pola fingerprint yang dihasilkan dari 5 kali sintesis. Berdasarkan spektrum menunjukkan pola yang hampir sama, Berdasarkan gambar hasil Spektra FTIR Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2 Aminoetilamino)propil] Trimetoksisilan, terlihat beberapa pita serapan dari sintesis core Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yaitu pada 1527 dan merupakan gugus vibrasi asimetri (COO<sup>-</sup>), 1720 menunjukkan C=O stretching, sedangkan pada bilangan 2854 merupakan vibrasi simetri CH dan 2924 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi asimetri dari CH<sub>2</sub> yang berasal dari gugus asam oleat (Jacintho *et al.*, 2009).

Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan agent pelindung asam oleat yang terikat pada permukaan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dijelaskan melalui pembentukan ikatan antara Fe dengan gugus COO<sup>-</sup> yang diprediksikan antara panjang gelombang 1720-1527 cm<sup>-1</sup>. Interaksi antara kepala karboksilat dengan atom logam dibagi menjadi empat kategori yaitu: monodentat, jembatan bidentat, kelating bidentat, dan interaksi ionic. Selisih antara vibrasi asimetri (COO<sup>-</sup>) dan vibrasi simetri (COO<sup>-</sup>) digunakan untuk menguatkan penjelasan mengenai tipe interaksi antara gugus karboksilat dan atom logam. Jika harga  $\Delta$  besarnya antara (200-320 cm<sup>-1</sup>) maka dimungkinkan interaksi yang terjadi adalah interaksi monodentat, sedangkan jika harga  $\Delta$  (<110 cm<sup>-1</sup>) merupakan hasil interaksi kelating bidentat dan pada rentang (140-190 cm<sup>-1</sup>) merupakan interaksi jembatan bidentat (Zhang, He and Gu, 2006) Terlihat pada Gambar 3. harga  $\Delta$  (1720-1527 = 193 cm<sup>-1</sup>) menunjukkan adanya interaksi jembatan bidentat antara kepala karboksilat dengan atom Fe dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara kovalen koordinasi.

Keberhasilan sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2 Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan ditunjukkan dengan munculnya serapan utama yang tajam pada 1040 cm<sup>-1</sup>, merupakan ikatan Si-O-Si yang diprediksikan mentelimuti Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Serapan gugus OH yang berasal dari gugus silanol dan N-H dimungkinkan saling tumpang tindih pada 3425 cm<sup>-1</sup>, sedangkan karakteristik dari gugus NH<sub>2</sub> yang berasal dari gugus fungsi etilen diamin berada pada bilangan gelombang 1542 sampai dengan 1654 cm<sup>-1</sup>.

### 3.3 Citra TEM dan SEM-EDX Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan

Superparamagnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/OA/SiO<sub>2</sub>-Diamino selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk melihat bentuk dan ukuran keseragaman partikel serta komposisi yang terdapat didalamnya.



**Gambar 4. (a)TEM Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat, (b) TEM Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan, (c) Citra SEM perbesaran 2000 kali dan (d)Energi Dispersive-X Ray Partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan**

Berdasarkan Gambar 4 hasil pengukuran Transmission Electron Microscopy terlihat Kristal balok panjang dan kecil, yang menunjukkan ciri dari kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang mempunyai ukuran dibawah 50 nm. Stelah dilakukan pelapisan SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan, ukurang msih menunjukkan hal yang sama dibawah 50 nm, tetapi terjadi perubahan dari kristal kubus menjadi spheris atau bola yang teragregasi. Hal tersebut didukung scanning morfologi permukaan partikel menggunakan Scanning Electron Microscopy yang menunjukkan ukuran yang cukup seragam dengan ukuran partikel yang kecil berbentuk *sphere*, meskipun terdapat beberapa agregasi membentuk *sphere* besar. Dilihat dari data EDX, dapat dikatakan bahwa sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan berhasil dilakukan dengan adanya kandungan unsur C, N, O dan Si yang merupakan komponen terbesar penyusun partikel.

#### 4. KESIMPULAN

Hasil sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat/ SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan merupakan modifikasi kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat yang dilapisi material SiO<sub>2</sub>/[3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan sehingga dapat diaplikasikan dalam berbagai aplikasi. Adanya tambahan SiO<sub>2</sub> akan menambah sifat kestabilan fisika dari material, serta tambahan gugus amina yang merupakan salah satu sumber donor electron. Keberhasilan sintesis core Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Asam Oleat dapat diklarifikasi dengan karakterisasi XRD. Sedangkan pengcoatingan SiO<sub>2</sub> dan gugus [3(2-Aminoetilamino) propil]Trimetoksisilan ditunjukkan melalui analisis FTIR dengan terlihatnya pita finger print karakteristik dari gugus NH<sub>2</sub> yang berasal dari gugus fungsi etilen diamin berada pada bilangan gelombang 1542. Ukuran material sintesis ditetapkan dengan karakterisasi TEM, yang

menunjukkan ukuran nano, diperkuat dengan hasil citra morfologi TEM yang berupa partikel spheris dengan ukuran kecil. Sedangkan komposisi dari material juga menunjukkan adanya unsur C, N, O dan Si yang memperkuat keberhasilan sintesis melalui data analisis EDX.

## 5. DAFTAR PUSTAKA

Ashtari, P. *et al.* (2005) 'An efficient method for recovery of target ssDNA based on amino-modified silica-coated magnetic nanoparticles', *Talanta*. doi: 10.1016/j.talanta.2005.06.043.

Faraji, M., Yamini, Y. and Rezaee, M. (2010) 'Magnetic nanoparticles: Synthesis, stabilization, functionalization, characterization, and applications', *Journal of the Iranian Chemical Society*. doi: 10.1007/BF03245856.

Jacinto, G. V. M. *et al.* (2009) 'Monodisperse MFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (M = Fe, Co, Mn) Nanoparticles', *Journal of Physical Chemistry C*. doi: 10.1021/PhysRevLett.96.096602.

Mahmed, N. (2013) *Development of Multifunctional Magnetic Core Nano particles*. Espoo: School of Chemical Technology. Available at: <http://urn.fi/URN:ISBN:978-952-60-5106-2>.

Wu, W., He, Q. and Jiang, C. (2008) 'Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis and surface functionalization strategies', *Nanoscale Research Letters*. doi: 10.1007/s11671-008-9174-9.

Zhang, L., He, R. and Gu, H. C. (2006) 'Oleic acid coating on the monodisperse magnetite nanoparticles', *Applied Surface Science*. doi: 10.1016/j.apsusc.2006.05.023.