

PENGARUH KONSENTRASI DOPING ZN TERHADAP SIMPANGAN DAN MEDAN MAGNET AMBANG FEROGEL $Fe_{3-x}Zn_xO_4$ -PVA

Muchlis Fajar Hidayat¹, Neni Suryani¹, Chusnana Insjaf Yogihati¹, Ahmad Taufiq¹, Sunaryono^{1,*}

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang, Jalan Semarang No 5, Malang, 65145, Indonesia

*Email Koresponding Penulis: sunaryono.fmipa@um.ac.id

Abstrak

Ferogel berbahan dasar Fe_3O_4 (magnetit) dan hidrogel *Polyvinyl Alcohol* (PVA) telah berhasil disintesis dengan penambahan ion Zn^{2+} ke dalam partikel magnetit sehingga menjadi $Fe_{3-x}Zn_xO_4$ melalui proses *freezing-thawing*. Magnetit diperoleh dari pasir besi dengan metode sonokimia. Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dari ferogel. Pengujian magneto-elastisitas juga dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi doping terhadap respon magnetik ferogel yang diukur melalui besarnya nilai simpangan dan medan magnet ambang ferogel, diperoleh hasil bahwa semakin banyak doping maka akan menurunkan sifat elastisitas dan respon magnetik ferogel.

Kata Kunci: $Fe_{3-x}Zn_xO_4$ -PVA, ferogel, sonokimia, *freezing thawing*, magneto-elastisitas.

1. Pendahuluan

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi tentang partikel nano magnetik mampu menciptakan partikel baru berbentuk gel atau ferogel. Ferogel merupakan kombinasi sifat magnetik dari *filler* magnet dan sifat elastik dari hidrogel [1]. Ferogel dapat diaplikasikan dalam bidang biomedis, seperti otot buatan, *drug delivery*, dll [2]. Keunikan yang dimiliki ferogel baik dari bentuk dan sifatnya membuat material ini terus dikembangkan.

Ferogel difabrikasi dengan melarutkan partikel nano magnetik dalam polimer. Partikel nano magnetik yang digunakan berasal dari sintesis pasir besi dengan metode sonokimia hingga menghasilkan Fe_3O_4 dalam ukuran nanometer. Pada penelitian ini, partikel nano magnetik dikombinasikan dengan Zn sehingga menjadi partikel nano $Fe_{3-x}Zn_xO_4$. Pendopingan ini bertujuan untuk memperoleh partikel baru dalam ukuran dan distribusi nano. Partikel dengan ukuran nano mengindikasikan bahwa partikel tersebut bersifat superparamagnetik[3].

Polimer yang dapat digunakan untuk sintesis ferogel beraneka macam diantaranya, *Polyvinyl Alcohol* (PVA), *Carboxymethyl Starch Sodium* (CMS), *Poly(N-Isopropylacrylamide)* (PNIPAM), *poly(N-tert-butylacrylamide-co-acrylamide)*, *Poly(acrylic acid)* (PAA) dan lain sebagainya [4]–[6]. Akan tetapi pada penelitian ini, polimer yang digunakan adalah PVA. Karakteristik PVA diantaranya pembentuk gel, derajat hidrolisis yang tinggi, biokompatibilitas yang tinggi dan daya tahan kimia yang baik [7], serta bersifat *non toxic* sehingga cocok untuk aplikasi *drug delivery* [8]. Penggunaan PVA pada topik penelitian ini akan menghasilkan ferogel berbasis $Fe_{3-x}Zn_xO_4$ -PVA. Kajian lebih mendalam tentang sifat mekanik ferogel $Fe_{3-x}Zn_xO_4$ -PVA perlu dilakukan untuk mengetahui pengaruh *filler* $Fe_{3-x}Zn_xO_4$ terhadap kepekaan medan magnet. Karakterisasi FTIR pada ferogel dilakukan untuk mengkonfirmasi material penyusun ferogel telah terdapat didalamnya yang mengindikasikan sintesis ferogel telah sukses dilakukan. Selain itu uji magneto-elastisitas juga dilakukan untuk mengetahui respon ferogel terhadap medan magnet luar yang diinterpretasikan melalui simpangan yang terjadi saat ferogel didekatkan ke magnet permanen.

2. Metode Penelitian

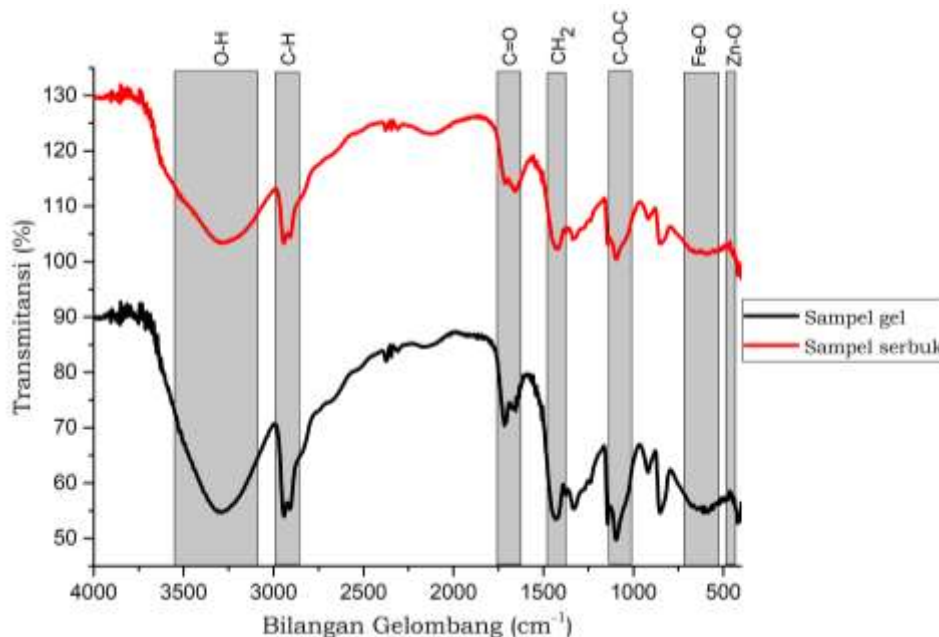
Bahan dasar yang digunakan adalah pasir besi dari pantai Sine, Tulungagung, Jawa Timur dan kemudian disepari hingga beberapa kali menggunakan magnet permanen guna memperoleh Fe_3O_4 dengan kemurnian yang tinggi. Penelitian yang hampir sama telah dilakukan sebelumnya oleh [1] dalam upaya memperoleh partikel nano magnetik. Pasir besi yang telah disepari dilarutkan dalam HCl (12M) selama 20 menit, kemudian disaring. Selanjutnya larutan hasil saringan dicampur dengan ZnCl_2 dan ditetesi NH_4OH (6,5 M) sedikit demi sedikit hingga 25 mL. Proses tersebut dilakukan dalam sonikator selama 1 jam hingga menghasilkan endapan berwarna hitam. Endapan dicuci berulang-ulang dengan akuades hingga pH 7. Kemudian endapan disaring dengan kertas saring.

Sedangkan untuk sintesis ferogel dilakukan dengan mencampurkan PVA dan air dengan perbandingan 23:100 pada suhu 70-90 °C selama 30 menit seperti yang pernah dilakukan sebelumnya [2], [3]. Selanjutnya dicampur dengan endapan Fe_3O_4 dan diaduk hingga homogen, kemudian dicetak dan dimasukkan dan dikeluarkan dalam lemari es secara berulang-ulang hingga terbentuk gel yang diinginkan. Karakterisasi menggunakan FTIR dan magneto-elastisitas. Serta pengujian magneto elastisitas dengan menggunakan magnet permanen.

3. Hasil dan Pembahasan

Hasil Uji *Fourier Transform IR*

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsional dari suatu senyawa atau partikel. Hasil uji FTIR dari $\text{Fe}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_4$ -PVA ditampilkan pada Gambar 1. Puncak vibrasi yang merupakan karakteristik dari $\text{Fe}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_4$ yaitu terdapatnya gugus fungsi Fe-O dan Zn-O. Gugus Fungsi Fe-O terdapat pada daerah bilangan gelombang 1000-500 cm^{-1} [9], [10]. Berdasarkan hasil FTIR tersebut gugus fungsi Fe-O teramati pada bilangan gelombang 590 cm^{-1} [11]. Gugus fungsi O-H dan H-O-H teramati pada vibrasi 3240 dan 1620 cm^{-1} [12]. Vibrasi O-H juga teramati pada vibrasi $\sim 3439,4$ cm^{-1} [13]. Sedangkan untuk vibrasi Zn-O teramati sekitar 462 cm^{-1} , 468 cm^{-1} dan 474 cm^{-1} [14]. Puncak-puncak vibrasi yang merupakan karakteristik partikel $\text{Fe}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_4$ sudah teramati dengan baik.



Gambar 1. Hasil Uji FTIR Ferogel $\text{Fe}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_4$ -PVA

Puncak-puncak vibrasi yang merupakan karakteristik dari hidrogel PVA yang teramati adalah sebagai berikut. Puncak vibrasi C-H teramati pada bilangan gelombang 2840-3000 cm^{-1} [15]. Ikatan rangkap C=O teramati pada vibrasi 1750-1735 cm^{-1} , vibrasi CH_2 teramati pada 1461-1417 cm^{-1} [16]. C-O-C teramati pada 1150-1085 cm^{-1} [17]. Vibrasi O-H dan C-O teramati pada 3428 cm^{-1} dan 1735 cm^{-1} [18].

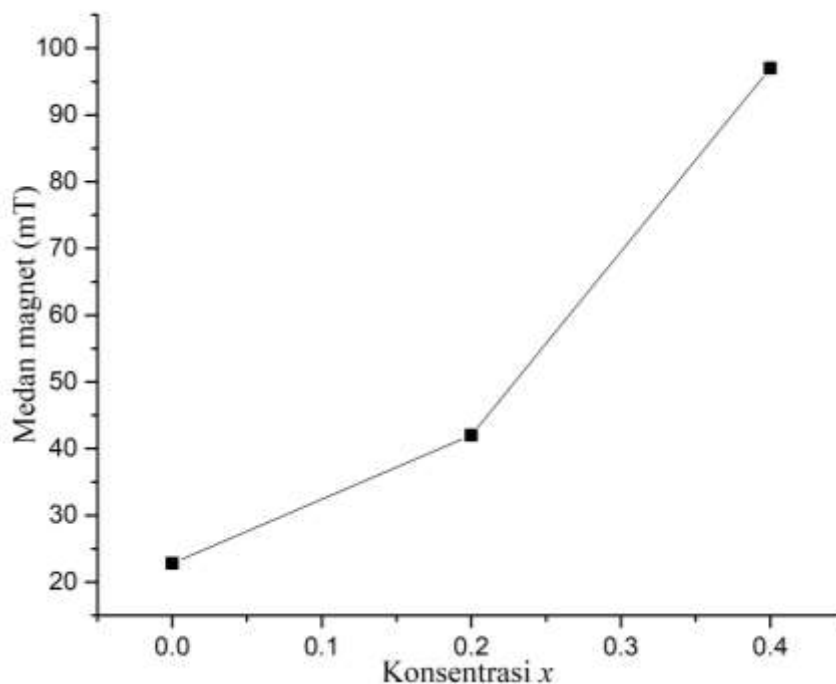
Hasil Uji Magneto Elastisitas Ferogel $\text{Fe}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_4$ -PVA

Pengujian magneto elastisitas ferogel dilakukan dengan cara memberikan medan magnet luar sebesar 400 mT pada ferogel. Pemberian medan tersebut bertujuan untuk mengetahui besar elastisitas dan respon magnetic ferogel dimana ketika diberi medan magnet luar maka akan mengalami deformasi dan akan kembali lagi ke bentuk semula ketika medan magnet ditiadakan [19]. Pengujian magneto elastisitas dilakukan dengan variasi konsentrasi doping $x = 0; 0,2$ dan $0,4$. Hasil pengujian elastisitas ferogel akibat pengaruh doping Zn ditunjukkan pada Tabel 1.

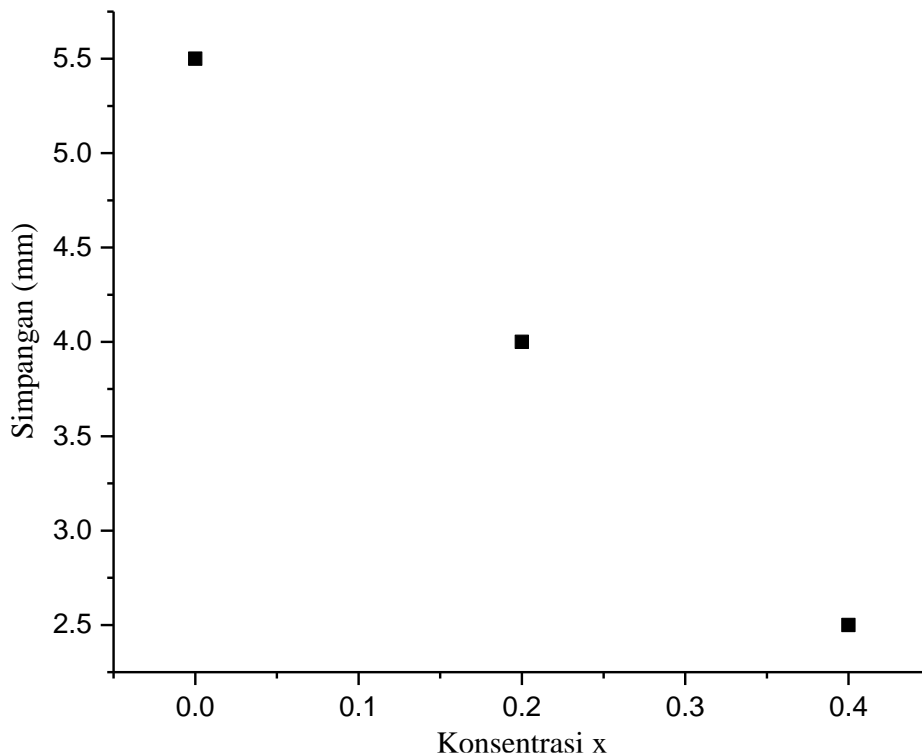
Tabel 1. Pengaruh Doping Zn terhadap Pemuluran Ferogel

Sampel	Simpangan (mm)	Medan Magnet (mT)
$x = 0$	5,5	22,8
$x = 0,2$	4,0	42,0
$x = 0,4$	2,5	97,0

Berdasarkan hasil pengujian pengaruh doping Zn terhadap magneto elastisitas dapat dilihat bahwa bertambahnya nilai x mengakibatkan simpangan ferogel berkurang seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3 dan medan magnet yang dihasilkan semakin besar seperti ditunjukkan pada Gambar 2. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin bertambahnya doping maka kepekaan terhadap medan magnet berkurang.



Gambar 2. Grafik Hubungan Konsentrasi Doping dengan Medan Magnet pada Simpangan Ferogel



Gambar 3. Grafik Hubungan Konsentrasi *Doping* dengan Simpangan Ferogel

4. Kesimpulan

Pengaruh doping Zn terhadap elastisitas ferogel menunjukkan hasil bahwa bertambahnya nilai konsentrasi x mengakibatkan penyimpangan ferogel berkurang dan besar medan magnet ambang meningkat, hal ini menunjukkan bahwa Zn mengurangi sifat kemagnetan dari ferogel jika konsentrasinya besar.

Daftar Rujukan

- [1] S. Sunaryono, A. Taufiq, N. Nurdin, and D. Darminto, "Kontribusi Filler Magnetik Fe₃O₄ pada Efek Histerisis Magneto-Elastisitas Komposit Ferogel," *J. Fis. Dan Apl.*, vol. 9, no. 1, pp. 37–41, 2013.
- [2] J. S. Gonzalez, C. E. Hoppe, D. Muraca, F. H. Sánchez, and V. A. Alvarez, "Synthesis and characterization of PVA ferrogels obtained through a one-pot freezing–thawing procedure," *Colloid Polym. Sci.*, vol. 289, no. 17–18, pp. 1839–1846, 2011.
- [3] N. N. Reddy, S. Ravindra, N. M. Reddy, V. Rajinikanth, K. M. Raju, and V. S. Vallabhapurapu, "Temperature responsive hydrogel magnetic nanocomposites for hyperthermia and metal extraction applications," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 394, pp. 237–244, 2015.
- [4] L. Zhou, B. He, and F. Zhang, "Facile one-pot synthesis of iron oxide nanoparticles cross-linked magnetic poly (vinyl alcohol) gel beads for drug delivery," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 4, no. 1, pp. 192–199, 2011.
- [5] T. Caykara, D. Yörük, and S. Demirci, "Preparation and characterization of poly (N-tert-butylacrylamide-co-acrylamide) ferogel," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 112, no. 2, pp. 800–804, 2009.
- [6] O. Moscoso-Londoño *et al.*, "Structural and magnetic behavior of ferrogels obtained by freezing thawing of polyvinyl alcohol/poly (acrylic acid)(PAA)-coated iron oxide nanoparticles," *Eur. Polym. J.*, vol. 49, no. 2, pp. 279–289, 2013.



- [7] T. Sunaryono, I. Munaji, and Z. Triwikantoro, "Magneto-elasticity in hydrogels containing Fe₃O₄ nanoparticles and their potential applications," in *American Institute of Physics Conference Series*, 2013, vol. 1555, pp. 53–56.
- [8] J. S. Gonzalez *et al.*, "Simple and Efficient Procedure for the Synthesis of Ferrogels Based on Physically Cross-Linked PVA," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 53, no. 1, pp. 214–221, 2013.
- [9] Z. Mo, C. Zhang, R. Guo, S. Meng, and J. Zhang, "Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles using controlled ammonia vapor diffusion under ultrasonic irradiation," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 50, no. 6, pp. 3534–3539, 2011.
- [10] F. Wang *et al.*, "Synthesis and characterization of superparamagnetic Fe₃O₄ nanoparticles modified with oleic acid," *Integr. Ferroelectr.*, vol. 153, no. 1, pp. 92–101, 2014.
- [11] E. Bertolucci *et al.*, "Chemical and magnetic properties characterization of magnetic nanoparticles," in *Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), 2015 IEEE International*, 2015, pp. 1492–1496.
- [12] J. Liu, Y. Bin, and M. Matsuo, "Magnetic behavior of Zn-doped Fe₃O₄ nanoparticles estimated in terms of crystal domain size," *J. Phys. Chem. C*, vol. 116, no. 1, pp. 134–143, 2011.
- [13] J. Sun *et al.*, "Synthesis and characterization of biocompatible Fe₃O₄ nanoparticles," *J. Biomed. Mater. Res. A*, vol. 80, no. 2, pp. 333–341, 2007.
- [14] B. N. Dole *et al.*, "Structural studies of Mn doped ZnO nanoparticles," *Curr. Appl. Phys.*, vol. 11, no. 3, pp. 762–766, 2011.
- [15] S. Bonakdar, S. H. Emami, M. A. Shokrgozar, A. Farhadi, S. A. H. Ahmadi, and A. Amanzadeh, "Preparation and characterization of polyvinyl alcohol hydrogels crosslinked by biodegradable polyurethane for tissue engineering of cartilage," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 30, no. 4, pp. 636–643, 2010.
- [16] S. Bhattacharya, K. Jenamoni, and S. Nayar, "Stability of biomimetic ferrofluids established by a systematic study using microwave irradiation at defined wattages," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 324, no. 20, pp. 3261–3266, 2012.
- [17] H. S. Mansur, C. M. Sadahira, A. N. Souza, and A. A. Mansur, "FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 28, no. 4, pp. 539–548, 2008.
- [18] M. N. Nadagouda and R. S. Varma, "Microwave-Assisted Synthesis of Crosslinked Poly (vinyl alcohol) Nanocomposites Comprising Single-Walled Carbon Nanotubes, Multi-Walled Carbon Nanotubes, and Buckminsterfullerene," *Macromol. Rapid Commun.*, vol. 28, no. 7, pp. 842–847, 2007.
- [19] P. Cremer, H. Löwen, and A. M. Menzel, "Superelastic stress–strain behavior in ferrogels with different types of magneto-elastic coupling," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 18, no. 38, pp. 26670–26690, Sep. 2016.