

Crystal Structure Characterization of Fe₃O₄ Nanoparticles Synthesized via the Co-precipitation Method Using X-Ray Diffraction

Siti Fuziyawati Ishak¹, Yus Rama Denny², Yuvita Oktarisa³

^{1,3}Pendidikan Fisika, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Banten, Indonesia;

² Lab. Fotovoltaik, Devais Fungsional, dan Kecerdasan Buatan, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Indonesia;

Email: yusramadenny@untirta.ac.id

Abstract

The use of Fe₃O₄ magnetic iron oxide nanoparticles in various technological applications is on the rise, but their performance is significantly influenced by their phase purity and degree of crystallinity. The coprecipitation method is simple and capable of producing a wide range of crystalline characteristics, thus warranting further investigation. This study aims to identify the crystal structure of Fe₃O₄ nanoparticles synthesised via coprecipitation using X-ray diffraction (XRD). The focus is on determining the crystal phase, identifying the characteristic diffraction patterns of magnetite, and measuring the crystallite size. Synthesis was carried out by mixing Fe³⁺ and Fe²⁺ in a 2:1 ratio using FeCl₃·6H₂O and FeSO₄·7H₂O. Subsequently, 10% NH₄OH was added at 60 °C with continuous stirring at 600 rpm for 90 minutes. Following this, the material was washed seven times and dried at 100 °C for 2 hours. The material was then characterised using XRD. The results of the study showed that Fe₃O₄ nanoparticles were successfully synthesised in the form of a dense black powder. The XRD diffraction pattern showed six distinct magnetite peaks at 2θ angles of approximately 30.2°, 35.6°, 43.3°, 53.2°, 57.3° and 62.7°, corresponding to the crystal planes (220), (311), (400), (422), (511) and (440) according to the JCPDS database. This indicates the formation of a spinel structure with good crystallinity. Furthermore, a small amount of hematite (Fe₂O₃) impurity phase was detected. Calculations using the Debye-Scherrer equation indicate an average crystal size of 10 nanometres. These results demonstrate that the coprecipitation method is effective for producing nano-sized Fe₃O₄ nanoparticles with a well-defined crystal structure, which hold potential for development in various magnetic material applications.


Article History:

Received 12 March 2026

Accepted 28 April 2026

Keyword:

Fe₃O₄, Coprecipitation, X-Ray Diffraction (XRD), Crystal structure, Nanoparticles.

© 2026 The Authors. This open access article is distributed under a (CC-BY License) 

How to Cite:

Ishak, S. F., Denny, Y. R., & Oktarisa, Y. (2026). Crystal Structure Characterization of Fe₃O₄ Nanoparticles Synthesized via the Co-precipitation Method Using X-Ray Diffraction. SEARCH: Science Education Research Journal, 4(2), 307–316. <https://doi.org/10.47945/search.v4i2.3005>

PENDAHULUAN

Peningkatan permintaan akan material fungsional dengan ukuran nano untuk penggunaan dalam penyimpanan energi, perbaikan lingkungan, sensor, dan aplikasi biomedis telah mendorong riset tentang nanopartikel magnetik dengan struktur kristal yang teratur. Namun, berbagai penelitian mengungkapkan bahwa kinerja nanopartikel magnetit Fe₃O₄ sangat dipengaruhi oleh tingkat kemurnian fase dan kristalinitas yang terbentuk selama proses pembuatannya (Nengsih, 2019; Pauzan et al., 2013). Nanopartikel magnetik Fe₃O₄ yang saat ini dikembangkan bersifat sefasa dengan oksida besi dan memiliki karakteristik amfoterik serta kemampuan penyerapan yang tinggi (Sartika, 2016). Selain itu, sifat unik yang dimiliki pada skala nano membuat nanopartikel Fe₃O₄ menarik minat para peneliti terkait energi permukaan yang sangat tinggi, toksisitas yang rendah, material yang memiliki biokompatibilitas yang baik, kemampuan berperilaku superparamagnetik,

(Permana et al., 2017) kemampuan penyerapan yang tinggi, serta kemampuannya dalam mentransfer elektron (Pang et al., 2015). Nanopartikel merupakan jenis material yang memiliki ukuran 1-100 nm, dan memiliki karakteristik khas yang berbeda, serta memiliki sifat kimia atau fisika yang lebih unggul dari material yang berukuran besar (Febriliani et al., 2025; Kristina et al., 2024).

Kehadiran fase pengotor seperti hematit $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ atau maghemit $\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$ (Saragi et al., 2018), serta ketidakteraturan dalam struktur kristal, dapat menurunkan sifat magnetik dan mengurangi efektivitas material dalam berbagai aplikasi teknologi. Sebaliknya, metode kopresipitasi yang banyak diminati karena kemudahan dan biaya rendah sering kali menghasilkan karakteristik kristal yang beragam, sangat dipengaruhi oleh faktor-faktor sintesis seperti rasio prekursor, pH, suhu reaksi, dan jenis basa pengendap. Hal ini menjadikan penelitian mengenai struktur kristal Fe_3O_4 yang dihasilkan melalui kopresipitasi sebagai topik yang signifikan dan tetap penting untuk diteliti demi mendapatkan material magnetik dengan kualitas kristal terbaik.

Wulandari et al., 2024 melaporkan terbentuknya fase Fe_3O_4 dengan ukuran kristalit sekitar 55,39 nm, sedangkan Febriliani et al., 2025 menyatakan nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis melalui metode kopresipitasi menunjukkan puncak difraksi yang khas pada bidang (311) yang merupakan tanda utama struktur magnetit. Hasil serupa juga ditemukan oleh Prasetyowati et al., 2021 yang mengungkapkan bahwa variasi konsentrasi NH_4OH selama proses kopresipitasi berpengaruh terhadap ukuran partikel dan kualitas kristal yang dihasilkan. Temuan-temuan tersebut mencerminkan pola yang jelas bahwa keberhasilan dalam sintesis Fe_3O_4 sangat dipengaruhi oleh kondisi reaksi selama proses kopresipitasi, terutama faktor pH, jenis basa pengendap, dan perbandingan prekursor besi.

Dalam proses sintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dilakukan melalui berbagai metode seperti metode termal dekomposisi (Unni et al., 2017; Ermawati et al., 2011), metode solvotermal (Liang et al., 2012; Arndt et al., 2014), metode hidrotermal (Ozel et al., 2014; Saragi et al., 2017), dan metode kopresipitasi (Lubis, 2022; Ghandoor et al., 2012; Guo et al., 2015; Setiadi et al., 2016; Khalil, 2015). Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi telah banyak dilaporkan karena metode ini sederhana, ekonomis, dan mampu menghasilkan nanopartikel dalam jumlah besar dengan kondisi sintesis yang relatif mudah dikendalikan. Sebagian besar penelitian terdahulu berfokus pada optimasi parameter sintesis, seperti rasio prekursor, nilai pH, suhu reaksi, dan waktu pengadukan untuk memperoleh ukuran partikel yang diinginkan, seperti yang dilaporkan oleh (Tukan et al., 2023). Namun, kajian yang secara khusus menitikberatkan pada karakterisasi struktur kristal hasil sintesis masih relatif terbatas, terutama terkait identifikasi kemurnian fase Fe_3O_4 , analisis tingkat kristalinitas, dan evaluasi ukuran kristalit berdasarkan data difraksi sinar-X. Selain itu, proses kopresipitasi berpotensi menghasilkan fase pengotor serta adanya fase pengotor seperti hematit $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ dan maghemit $\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$, sehingga diperlukan analisis yang lebih mendalam untuk memastikan terbentuknya fase Fe_3O_4 yang sesuai dengan standar referensi kristal. Keterbatasan tersebut menunjukkan masih perlunya penelitian yang memberikan informasi lebih rinci mengenai karakteristik struktur kristal nanopartikel Fe_3O_4 hasil sintesis melalui metode kopresipitasi. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dan mengkarakterisasi struktur kristalnya menggunakan teknik *X-Ray Diffraction* (XRD). Karakterisasi dilakukan untuk mengidentifikasi fase kristal yang terbentuk, mengevaluasi tingkat kristalinitas, serta menentukan ukuran kristalit berdasarkan pola difraksi yang diperoleh. Dengan demikian, penelitian ini diharapkan dapat memberikan data eksperimental

mengenai kualitas struktur kristal dan kemurnian fase Fe_3O_4 hasil sintesis, sekaligus memperkaya referensi terkait karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis melalui metode kopresipitasi.

Perbedaan tersebut mengindikasikan bahwa keberhasilan dalam proses sintesis tidak semata-mata ditentukan oleh metode yang diterapkan selama pengujian. Dengan kata lain, metode yang digunakan memang memiliki peran penting dalam memengaruhi hasil yang diperoleh, namun bukan merupakan satu-satunya faktor yang menentukan tingkat keberhasilan proses tersebut. Meskipun metode sintesis memainkan peran yang signifikan dalam perkembangan material, hasil akhir yang dicapai juga sangat dipengaruhi oleh berbagai kondisi percobaan yang diterapkan. Elemen-elemen seperti suhu, waktu reaksi, konsentrasi bahan awal, tingkat keasaman (pH), dan keadaan lingkungan selama proses dapat mempengaruhi mekanisme pembentukan dan pertumbuhan kristal. Untuk itu, pengendalian kondisi percobaan yang tepat sangat penting untuk memastikan produk yang dihasilkan memiliki karakteristik dan kualitas yang sesuai dengan tujuan sintesis yang diinginkan. Oleh karena itu, dibutuhkan penelitian yang lebih mendalam tentang karakteristik struktur kristal Fe_3O_4 yang dihasilkan dari kopresipitasi sebagai dasar untuk memahami kualitas fasa yang terbentuk dan hubungannya dengan potensi aplikasi material.

Dalam penelitian ini, peneliti berusaha memperdalam pemahaman mengenai karakterisasi material dengan penekanan pada analisis fasa kristal dan penilaian kualitas kristalinitas nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan teknik *X-Ray Diffraction* (XRD). Berbeda dari beberapa studi sebelumnya yang lebih fokus pada karakteristik magnetik atau morfologi partikel, penelitian ini mengutamakan struktur kristal sebagai aspek penting untuk menilai keberhasilan proses sintesis. Nilai tambah penelitian ini terletak pada penyampaian informasi yang lebih lengkap tentang fasa kristal yang terbentuk, area-area difraksi khas magnetit, serta perkiraan ukuran kristalit yang diperoleh dari analisis pola difraksi sinar-X. Diharapkan hasil penelitian ini dapat memperdalam pemahaman tentang kaitan antara proses sintesis kopresipitasi dan kualitas struktur kristal Fe_3O_4 , serta menjadi referensi untuk pengembangan material magnetik berbasis nanopartikel di berbagai bidang.

Berdasarkan penjelasan yang telah disampaikan diatas, penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi dan menganalisis struktur kristal dari nanopartikel magnetit Fe_3O_4 yang telah dihasilkan melalui metode kopresipitasi dengan menggunakan teknik karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD). Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan pemahaman yang lebih mendalam tentang sifat kristalografi dari material yang diperoleh. Dalam studi ini, perhatian utama akan diberikan pada pengenalan fasa kristal yang terbentuk selama proses sintesis, identifikasi pola difraksi yang merupakan ciri dari magnetit, serta penentuan parameter struktur kristal yang berkaitan. Di samping itu, data dari difraksi sinar-X juga akan dimanfaatkan untuk menaksir ukuran kristalit dari nanopartikel dengan pendekatan yang tepat. Karakterisasi yang dilaksanakan diharapkan dapat memberikan gambaran yang lebih jelas mengenai tingkat keberhasilan proses sintesis dan pengaruhnya terhadap pembentukan struktur kristal dari material tersebut. Dengan cara ini, penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan informasi yang lebih akurat dan menyeluruh mengenai kualitas kristalinitas serta karakteristik struktural dari nanopartikel yang dihasilkan.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen laboratorium dengan pendekatan kuantitatif, yang bertujuan untuk mensintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dan mengkarakterisasi struktur kristalnya menggunakan teknik *X-Ray Diffraction* (XRD). Desain eksperimen dipilih karena memungkinkan pengendalian variabel sintesis secara sistematis sehingga

hubungan antara kondisi sintesis dan sifat struktur kristal material dapat diamati secara objektif. Metode ini digunakan untuk mengidentifikasi fase kristal, menentukan parameter struktur kristal, serta mengevaluasi tingkat kristalinitas nanopartikel yang diperoleh dari proses sintesis. Karakterisasi struktur kristal nanopartikel dilakukan dengan memakai teknik Difraksi Sinar-X (XRD). Agar menjamin reproduksibilitas penelitian dan keandalan data yang diperoleh, parameter pengukuran XRD perlu dijelaskan secara mendetail. Pengukuran dilakukan pada rentang sudut difraksi (2θ) antara $10-70^\circ$, yang dipilih karena mencakup sebagian besar puncak difraksi yang diperlukan untuk identifikasi fase kristal. Radiasi yang dipakai adalah Cu-K α dengan panjang gelombang (λ) $1,5406 \text{ \AA}$, yang merupakan radiasi standar yang umum digunakan untuk analisis material kristalin. Data difraksi dicatat dengan kecepatan pemindaian (scan rate) $2^\circ/\text{menit}$ dan ukuran langkah (step size) $0,02^\circ$, sehingga pola difraksi yang didapat memiliki resolusi yang cukup baik untuk analisis. Parameter-parameter itu memiliki peran krusial dalam menetapkan mutu data difraksi yang dihasilkan, karena berdampak pada akurasi identifikasi fase kristal, perhitungan parameter kristal, serta penilaian tingkat kristalinitas nanopartikel yang berasal dari proses sintesis.

Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi gelas beaker (50 ml, 250 ml), pipett tetes, pinset, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, oven, neraca analitik, magnet eksternal. Adapun bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah besi (III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), amonium hidroksida (NH_4OH), dan akuades (H_2O). Seluruh bahan yang digunakan merupakan bahan kimia dengan tingkat kemurnian analitis.

Prosedur Penelitian

Sintesis nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dilakukan menggunakan metode kopresipitasi dengan perbandingan mol Fe^{3+} dan Fe^{2+} sebesar 2:1. Larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ masing-masing dilarutkan menggunakan aquades hingga homogen. Larutan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ kemudian dicampurkan dengan larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sambil diaduk menggunakan magnetik stirrer pada kecepatan 600 rpm dengan suhu 60°C selama 15 menit. Pengadukan dilakukan untuk memastikan ion Fe^{3+} dan Fe^{2+} tercampur secara merata sehingga membentuk larutan yang homogen sebelum proses pembentukan nanopartikel berlangsung. Homogenitas campuran sangat penting karena dapat meningkatkan keseragaman reaksi, mempercepat interaksi antarion, serta mendukung pembentukan inti dan pertumbuhan nanopartikel magnetit Fe_3O_4 .



Gambar 1. Prosedur Penelitian

Setelah campuran ion Fe^{3+} dan Fe^{2+} homogen, larutan NH_4OH 10% ditambahkan secara perlahan ke dalam larutan sambil tetap dilakukan pengadukan pada suhu 60°C dengan kecepatan 600 rpm selama 90 menit. Penambahan NH_4OH bertujuan untuk meningkatkan pH larutan sehingga terjadi proses pengendapan ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} membentuk nanopartikel Fe_3O_4 . Terbentuknya endapan berwarna hitam merupakan indikator bahwa nanopartikel Fe_3O_4 telah berhasil disintesis. Selanjutnya, larutan hasil sintesis kemudian dilakukan proses pencucian dan pengendapan sebanyak 7 kali menggunakan aquades, proses ini bertujuan untuk menghilangkan sisa ion, reaktan yang tidak

bereaksi dan berbagai pengotor yang masih terkandung dalam sampel. Setelah proses pencucian selesai, endapan Fe_3O_4 yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam untuk menghilangkan sisa kadar air yang masih terkandung dalam sampel. Proses pengeringan dilakukan hingga diperoleh padatan yang benar-benar kering dan stabil. Selanjutnya, padatan tersebut digerus menggunakan mortar secara merata hingga menghasilkan serbuk nanopartikel Fe_3O_4 yang halus dan homogen. Serbuk tersebut selanjutnya digunakan untuk proses karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi menggunakan Difraksi sinar-X atau *X-Ray Diffraction* menunjukkan bahwa nanopartikel magnetit yang berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi memiliki struktur kristal yang terbentuk dengan baik. Pola difraksi menunjukkan adanya puncak - puncak karakteristik dari fase magnetit (Fe_3O_4), yang memiliki struktur kristal spinel. Pembentukan puncak difraksi pada bidang kristal tertentu menunjukkan bahwa atom - atom yang membentuk material tersebut tersusun secara periodik, sehingga menciptakan struktur kristal. Intensitas dan posisi puncak difraksi yang diperoleh merupakan faktor penting dalam menentukan keberhasilan proses sintesis, tingkat kemurnian fase, dan ukuran nanopartikel kristal yang terbentuk. Proses difraksi terjadi ketika gelombang berinteraksi dengan sebuah hambatan, seperti kisi kristal, menyebabkan gelombang tersebut berpaling atau membelok. Akibatnya, gelombang tersebut tersebar ke arah yang beragam, yang dapat memunculkan penguatan atau pengurangan sinyal tergantung pada situasi yang ada (Muttaqin et al., 2023). Difraksi sinar-X adalah salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan tingkat kristalinitas suatu material, mengukur ukuran partikel serta parameter struktur kristalnya. Di dalam metode ini, sinar-X yang elastis dipancarkan dan dihantarkan oleh atom-atom dalam jaringan periodik, serta hamburan monokromatis ini menciptakan interferensi konstruktif yang menghasilkan pola difraksi (Hastuti, 2011).

Dalam penelitian ini, Pembentukan nanopartikel magnetit dipengaruhi oleh beberapa parameter sintesis, terutama komposisi prekursor, kondisi dasar, waktu reaksi, dan proses pengendapan. Metode pengendapan adalah salah satu teknik yang umum digunakan dalam sintesis nanopartikel magnetit karena prosesnya relatif sederhana, hemat biaya, dan mampu menghasilkan nanopartikel berukuran nano. Selama proses sintesis, ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} dari prekursor FeSO_4 dan FeCl_3 mengalami reaksi hidrosilasi setelah penambahan larutan basa NH_4OH , yang menghasilkan pembentukan endapan magnetit hitam (Kristina et al., 2024). Tingkat pH selama proses kopresipitasi merupakan faktor penting yang menentukan keberhasilan pembentukan fase magnetit. Dalam lingkungan basa, ion hidroksida membantu mempercepat proses nukleasi dan pertumbuhan kristal. Jika tingkat pH tidak tepat, fase lain seperti goethit (FeOOH) atau hematit (Fe_2O_3) dapat terbentuk karena ion Fe^{2+} tidak stabil dan mudah teroksidasi menjadi Fe^{3+} . Oleh karena itu, pengendalian pH selama sintesis memiliki pengaruh signifikan terhadap kemurnian fase yang diamati melalui pola XRD. Munculnya fase tambahan dalam pola difraksi, seperti yang terlihat pada hasil pengujian, dapat mengindikasikan bahwa beberapa bahan prekursor belum bereaksi sepenuhnya atau telah teroksidasi selama proses sintesis.

Selain pH, konsentrasi Fe^{2+} dan Fe^{3+} juga mempengaruhi pembentukan struktur spinel magnetit. Struktur magnetit memiliki ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} yang tersusun dalam posisi tetrahedral dan oktahedral. Gangguan pada rasio kedua ion ini dapat menyebabkan perubahan struktur kristal atau pembentukan fase oksida besi lainnya. Rasio Fe^{3+} terhadap Fe^{2+} yang mendekati nilai stoikiometri 2 : 1 diketahui menghasilkan fase magnetit yang lebih stabil. Hal ini menunjukkan bahwa pengaturan

komposisi prekursor merupakan salah satu faktor utama yang menentukan kualitas nanopartikel yang disintesis. Ukuran kristalit nanopartikel magnetit sangat dipengaruhi oleh kondisi sintesisnya. Dengan menganalisis menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*, ukuran kristalit dapat diperkirakan dari pelebaran puncak difraksi. Puncak difraksi yang melebar mengindikasikan ukuran kristalit yang lebih kecil akibat domain difraksi yang terbatas. Sebaliknya, puncak yang lebih tajam menunjukkan ukuran kristalit yang lebih besar serta tingkat keteraturan kristal yang lebih tinggi. Dalam penelitian ini, pola puncak XRD memperlihatkan ciri-ciri material berskala nano. Hal ini sejalan dengan prinsip bahwa metode kopresipitasi mampu menghasilkan proses nukleasi yang cepat, sehingga menghasilkan partikel berukuran kecil.

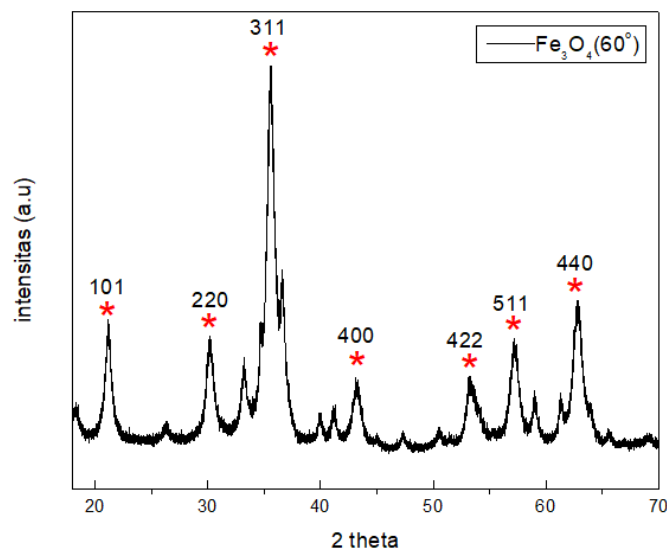
Hasil proses sintesis diperlihatkan pada gambar 2, dari pengamatan tersebut terlihat bahwa sampel dari nanopartikel magnetit Fe_3O_4 memiliki warna hitam pekat dan berbentuk serbuk halus. Sample ini dihasilkan melalui proses sintesis yang menggunakan metode kopresipitasi. Untuk memastikan karakteristik struktur dari nanopartikel magnetit Fe_3O_4 hasil sintesis kemudian dilakukan karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk mengetahui fasa dan ukuran kristal pada nanopartikel Fe_3O_4 . Analisis *X-Ray Diffraction (XRD)* bertujuan untuk menentukan fasa kristal yang terbentuk serta memperkirakan ukuran kristal pada nanopartikel magnetit Fe_3O_4 . Data hasil karakterisasi ini kemudian dianalisis untuk mengkorelasikan fasa dan ukuran kristal dengan sifat fisik serta potensi aplikasi nanopartikel magnetit Fe_3O_4 . Selain itu, informasi ukuran kristal dan pola difraksi yang diperoleh dari *X-Ray Diffraction (XRD)* akan dianalisis secara rinci untuk menilai homogenitas fasa, ukuran kristalit, dan implikasinya terhadap keseragaman struktur kristal pada sampel hasil sintesis.



Gambar 2. Hasil Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4

Hasil penelitian ini memiliki kesesuaian dengan penelitian terdahulu mengenai sintesis nanopartikel magnetit menggunakan metode kopresipitasi. Hariani et al., 2013 melaporkan bahwa nanopartikel magnetit yang disintesis melalui metode kopresipitasi menghasilkan pola XRD dengan beberapa puncak utama yang sesuai dengan struktur spinel Fe_3O_4 . Hasil uji XRD dengan menggunakan *software Origin 8* untuk membuat grafik terlihat pada gambar 3. Berdasarkan hasil XRD terdapat adanya fasa lain yang terbentuk yaitu fasa hematit Fe_2O_3 dengan indeks miller (101) dengan sudut $2\theta = 21.1^\circ$, berdasarkan hasil pengujian XRD menunjukkan adanya beberapa puncak difraksi pada sudut 2θ tertentu yang menandakan terbentuknya struktur kristal Fe_3O_4 . Munculnya puncak-puncak difraksi tersebut mengindikasikan bahwa sample telah memiliki struktur kristal yang teratur. Hasil pola XRD dari sampel yang didapat dilihat pada gambar 3, dari gambar grafik ini terlihat nanopartikel menunjukkan enam puncak karakteristik untuk kristal Fe_3O_4 pada sudut 2θ

yaitu antara lain $30,2^\circ, 35,6^\circ, 43,3^\circ, 53,2^\circ, 57,3^\circ, 62,7^\circ$ yang sesuai dengan bidang kristal (220), (311), (400), (422), (511), dan (440) dari nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dengan struktur spinel sebagaimana tercantum dalam database JCPDS.



Gambar 3. Grafik Hasil Uji XRD

Proses pembentukan nanopartikel dapat dianalisis melalui perhitungan lebar puncak pada hasil XRD. Pelebaran puncak dalam XRD ini dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristalit dari nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dengan menggunakan rumus *Debye-Scherrer*.

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

Pada rumus *Debye-Scherrer*, D adalah ukuran rata-rata dari kristal, $\lambda = 0,154$ nm merupakan panjang gelombang sinar X , θ adalah sudut Bragg, dan β adalah puncak pada setengah dari tingkat intensitas tertinggi. Nilai β dapat diperoleh dengan mengubahnya ke dalam radian dan mengalihkan dengan nilai *Full Width Half Maximum* (FWHM). Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, nanopartikel Fe_3O_4 yang dihasilkan melalui metode kopresipitasi menunjukkan bahwa tingkat kristalinitas yang baik sehingga berpotensi untuk dikembangkan pada berbagai aplikasi material magnetik. Pada persamaan *Debye-Scherrer* di dapatkan hasil ukuran kristalit yaitu sebesar

Tabel 1. Hasil dari Uji Karakterisasi XRD

Sudut 2θ	Indek Miller (hkl)	Ukuran Kristal
$21,1^\circ$	(101) terbentuk fasa Fe_2O_3	11,39
$30,2^\circ$	(220)	10,14
$35,6^\circ$	(311)	5,86
$43,3^\circ$	(400)	11,88
$53,2^\circ$	(422)	10,38
$57,3^\circ$	(511)	9,14
$62,7^\circ$	(440)	9,34

Keberhasilan sintesis nanopartikel magnetit memiliki dampak signifikan terhadap pengembangan material magnet. Ukuran partikel pada skala nano mengakibatkan perubahan sifat fisik dibandingkan dengan material magnetit yang berskala besar, terutama dalam hal sifat magnetik,

luas permukaan, dan reaktivitas kimia. Nanopartikel magnetit berukuran kecil memiliki area permukaan yang lebih luas, sehingga lebih efisien dalam aplikasi adsorpsi, katalisis, sensor, biomedis, teknologi lingkungan, dan baterai lithium ion. Struktur spinel yang kokoh juga menawarkan keuntungan karena material ini memiliki karakteristik magnetik yang baik sehingga mudah dipisahkan dengan menggunakan medan magnet luar. Di sektor lingkungan, nanopartikel magnetit banyak diteliti sebagai adsorben untuk menghapus ion logam berat serta kontaminan organik dari air, kemampuan magnetik membuat pemisahan material setelah proses adsorpsi menjadi lebih mudah. Dalam sektor biomedis, nanopartikel magnetit memiliki potensi untuk berfungsi sebagai bahan pembawa obat, agen kontras untuk pencitraan resonansi magnetik, serta terapi yang berbasis hipertermia magnetik karena karakteristik magnetiknya dapat diatur dengan medan magnet eksternal.

Walaupun hasil penelitian menunjukkan keberhasilan pembentukan nanopartikel magnetit, ada beberapa batasan yang harus diperhatikan. Analisis XRD hanya menyajikan informasi tentang struktur kristal dan perkiraan ukuran kristalit, tetapi belum menggambarkan ukuran partikel secara keseluruhan. Ukuran kristalit yang dihasilkan dari rumus Debye-Scherrer mungkin tidak sama dengan ukuran partikel sesungguhnya karena satu partikel bisa terdiri dari beberapa kristalit. Karena itu, diperlukan karakterisasi tambahan seperti *Scanning Electron Microscopy* (SEM) atau *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk memperoleh informasi lebih akurat mengenai morfologi, bentuk, dan distribusi ukuran partikel. Selain itu, kemungkinan adanya fase pengotor yang diidentifikasi melalui pola XRD menunjukkan bahwa proses sintesis masih dapat diperbaiki. Pengaturan parameter seperti suhu reaksi, lama pengadukan, konsentrasi prekursor, dan lingkungan atmosfer sintesis dapat dilaksanakan untuk meningkatkan tingkat kemurnian fase magnetit. Kestabilan Fe^{2+} selama proses sintesis juga merupakan faktor krusial karena oksidasi Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} yang berlebihan dapat mengakibatkan perubahan fase menjadi jenis oksida besi yang berbeda. Secara umum, temuan dari riset ini menyatakan bahwa metode kopresipitasi dapat menghasilkan nanopartikel magnetit dengan struktur kristal spinel dan sifat ukuran nano. Analisis XRD mengonfirmasi keberhasilan dalam penciptaan fase magnetit dan memberikan wawasan tentang kualitas kristal yang dihasilkan. Perubahan parameter sintesis berperan penting dalam menentukan ukuran kristalit, kemurnian fase, dan karakteristik akhir dari material tersebut. Dengan penyesuaian lebih lanjut, nanopartikel magnetit yang dihasilkan dari sintesis ini memiliki peluang besar untuk dimanfaatkan sebagai material fungsional di berbagai sektor teknologi.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) telah berhasil disintesis melalui metode kopresipitasi dengan rasio molar $\text{Fe}^{3+} : \text{Fe}^{2+}$ sebesar 2:1. Proses dari sintesis menghasilkan serbuk berwarna hitam pekat yang menunjukkan pembentukan nanopartikel Fe_3O_4 . Analisis yang telah dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) memperlihatkan adanya puncak-puncak difraksi karakteristik magnetit (Fe_3O_4) yang sesuai dengan struktur kristal spinel yang teratur dengan tingkat kristalinitas yang baik. Selain fase magnetit, hasil analisis XRD juga menunjukkan adanya fase pengotor yang teridentifikasi berupa hematit (Fe_2O_3) dalam jumlah relatif kecil, yang mengindikasikan adanya oksidasi sebagian ion Fe^{2+} selama proses sintesis atau reaksi yang belum berlangsung secara sempurna. Perhitungan ukuran kristalit menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* menunjukkan bahwa nanopartikel magnetit yang dihasilkan memiliki ukuran kristalit rata-rata sekitar 10 nm, yang menegaskan bahwa material yang diperoleh berada pada skala nanometer. Dalam lingkungan, nanopartikel magnetit dapat digunakan sebagai adsorben untuk menghilangkan logam berat dan zat pencemar organik dari air karena memiliki

kemampuan adsorben yang tinggi serta mudah dipisahkan kembali dengan menggunakan medan magnet eksternal.

Pada penelitian berikutnya, sebaiknya dilakukan perubahan pada beberapa parameter dalam proses sintesis, seperti suhu, pH, dan lama waktu pengadukan, agar bisa dihasilkan nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dengan sifat yang lebih baik dan sesuai dengan tujuan penelitian. Pengaturan dan pengendalian parameter-parameter tersebut diharapkan bisa memengaruhi kualitas dan sifat nanopartikel yang dihasilkan. Selain itu, penelitian berikutnya juga dapat dilengkapi dengan karakterisasi tambahan seperti *Scanning Electron Microscopy* (SEM) atau *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Karakterisasi ini penting untuk memahami morfologi, ukuran partikel, serta distribusi ukuran nanopartikel magnetit secara lebih jelas, terperinci, dan menyeluruh dibandingkan dengan karakterisasi yang telah dilakukan sebelumnya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada dosen pembimbing atas segala arahan, bimbingan serta masukan dan juga dukungan selama proses penelitian hingga penyusunan artikel ini. Ucapan terima kasih juga penulis sampaikan kepada Laboratorium Fotovoltaik, Devais Fungsional, dan Kecerdasan Buatan dan UPA Laboratorium Terpadu Universitas Sultan Ageng Tirtayasa yang telah memfasilitasi kegiatan sintesis, preparasi sample, serta pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD). Selain itu, penulis juga sampaikan terima kasih kepada rekan-rekan Laboratorium Terpadu, dan seluruh pihak yang telah memberikan bantuan, dukungan, serta kontribusi dalam pelaksanaan penelitian ini sehingga dapat terselesaikan dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhim, M. S. (2018). Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetit) dari Batu Besi Menggunakan Metode Kopresipitasi dengan Variasi PH. *Skripsi*, 4, 1–59.
- Arndt, D., Zielasek, V., Dreher, W., & Bäumer, M. (2014). Journal of Colloid and Interface Science Ethylene diamine-assisted synthesis of iron oxide nanoparticles in high-boiling polyols. *Journal of Colloid And Interface Science*, 417, 188–198. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2013.11.023>
- E. A. Setiadi, P. Sebayang, M. Ginting, A. Y. Sari1, C. Kurniawan, C. S., & Simamora, S. and P. (2016). *The synthesization of Fe 3 O 4 magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co- precipitation method for the used of the adsorption of Cu and Pb ions The synthesization of Fe 3 O 4 magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co-precipitat.* 6–12. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/776/1/012020>
- Ermawati, R., Kimia, J. B., Rebo, P., & Timur, J. (2011). *Sintesis nanopartikel magnetit dengan metode dekomposisi termal.* 33(1), 96–101.
- Febriliani, A., Denny, Y. R., & Antarnusa, G. (2025). *Analisis XRD Nanopartikel Fe 3 O 4 Dengan Variasi Suhu Sintesis.* 6(1), 14–18.
- Ghandoor, H. El, Zidan, H. M., Khalil, M. M. H., & Ismail, M. I. M. (2012). Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles. *International Journal of ELECTROCHEMICAL SCIENCE*, 7(6), 5734–5745. [https://doi.org/10.1016/S1452-3981\(23\)19655-6](https://doi.org/10.1016/S1452-3981(23)19655-6)
- Guo, T., Bian, X., & Yang, C. (2015). A new method to prepare water based Fe_3O_4 ferrofluid with high stabilization. *Physica A*, xxx. <https://doi.org/10.1016/j.physa.2015.06.035>
- Hariani, P. L., Faizal, M., & Setiabudidaya, D. (2013). *Synthesis and Properties of Fe 3 O 4 Nanoparticles by Co-precipitation Method to Removal Procion Dye.* 4(3). <https://doi.org/10.7763/IJESD.2013.V4.366>
- Hastuti, E. (n.d.). *ANALISA DIFRAKSI SINAR X TiO 2 DALAM PENYIAPAN BAHAN SEL SURYA TERSENSITISASI PEWARNA.* 2011, 93–100.

- Khalil, M. I. (2015). *Co-precipitation in aqueous solution synthesis of magnetite nanoparticles using iron (III) salts as precursors. Iii.*
- Liang, J., Ma, H., Luo, W., & Wang, S. (2012). Synthesis of magnetite submicrospheres with tunable size and superparamagnetism by a facile polyol process. *Materials Chemistry and Physics*, 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2012.10.027>
- Lubis, H. (2022). *Perbandingan Karakterisasi Morfologi Fe₃O₄ terhadap Fe₃O₄ Merck melalui Metode Kopresipitasi. 5*, 458–463.
- Muttaqin, R., Sakti, W., Prayitno, W., Nurbaiti, U., Mipa, F. F., Gedung, D., & Unnes, K. (2023). *Pengembangan Buku Panduan Teknik Karakterisasi Material : X-ray Diffractometer (XRD) Panalytical Xpert3 Powder. 6(1)*, 9–16.
- Nengsih, S. (2019). *Karakteristik Nanopartikel Magnetite Besi Oksida Lampanah Aceh Besar Melalui Metode Kopresipitasi. 5(1)*, 76–85. <https://doi.org/10.22373/ekw.v5i1.4517>
- Ni Putu Devi Kristina, I Gede Arjana, P. Y. (2024). *Synthesis and Characterization of Magnetite Nanomaterials in Tianyar Iron Sand Using Co-precipitation Method. 07(03)*, 398–413. <https://doi.org/https://doi.org/10.29303/ip.r.v7i3.328>.
- Ozel, F., & Kockar, H. (2014). Journal of Magnetism and Magnetic Materials Growth and characterizations of magnetic nanoparticles under hydrothermal conditions : Reaction time and temperature. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1–4. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.02.072>
- Pang, Y. L., Lim, S., & Ong, H. C. (2015). Research progress on iron oxide-based magnetic materials: Synthesis techniques and photocatalytic applications. *Ceramics International*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.08.144>
- Pauzan, M., Kato, T., Iwata, S., & Suharyadi, E. (2013). *Pengaruh Ukuran Butir dan Struktur Kristal terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄). 24–28.*
- Permana, B., Saragi, T., Saputri, M., Safriani, L., Rahayu, I., & Padjadjaran, U. (2017). *Sintesis nanopartikel magnetik dengan metode kopresipitasi. 07(02)*, 17–20.
- Prasetyowati, R., Widiawati, D., & Swastika, P. E. (2021). *Berbasis Pasir Besi Pantai Glagah Kulon Progo Dengan Metode Kopresipitasi Pada Berbagai Variasi Konsentrasi Nh₄ Oh Synthesis And Characterization Of Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles Based On Iron Sands At Glagah Beach Kulon Progo With Coprecipitation. 10(2)*, 57–61.
- Sartika, D. (2016). *Sifat Magnetik Adsorben Nanopartikan Fe₃O₄ Terhadap Adsorpsi Logam Berat (Co Dan Fe) Dalam Larutan. 1*, 631–641.
- T. Saragi, B Permana, M Saputri, L Safriani, I Rahayu, R. (2018). *Karakteristik optik dan kristal nanopartikel magnetit. 02(01)*, 53–56.
- T Saragi, A S Santika, B Permana, N Syakir, M. K. and R., & Department. (2017). *Synthesis and Properties of Iron Oxide Particles Prepared by Hidrothermal Method Synthesis and Properties of Iron Oxide Particles Prepared by Hidrothermal Method. 8–12.* <https://doi.org/10.1088/1757-899X/196/1/012025>
- Tukan, D. N., & Tambunan, L. R. (2023). *A Review : Optimum Conditions for Magnetite Synthesis (Fe₃O₄). 17(2)*, 15–21.
- Unni, M., Uhl, A. M., Savliwala, S., Savitzky, B. H., Dhavalikar, R., Garraud, N., Arnold, D. P., Kourkoutis, L. F., Andrew, J. S., & Rinaldi, C. (2017). *Thermal Decomposition Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles with Diminished Magnetic Dead Layer by Controlled Addition of Oxygen.* <https://doi.org/10.1021/acsnano.7b00609>
- Wulandari, O. R., Gracia, A. N., Sugiyani, T., Damayanti, Y., Imelya, M., Sylvani, M. M., Unvaresi, S., Beladona, M., & Putra, R. (2024). *Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄) Menggunakan Metode Kopresipitasi. 6573*, 21–25. <https://doi.org/10.17977/um0260v8i12024p021>