



A Review: Nanoparticles NiFe_2O_4 Synthesis and Its Application as Hyperthermia Agents in Biomedicine

Novi Nurjanah, Qurratu Aini Alya Adzkie, Riki Rustana, Selvi Citra Carolline, Shabrina Maulida Agustine, Asep Bayu Dani Nandiyanto✉

Departemen Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia, Jl. Dr. Setiabudi No. 229, Kota Bandung, 40154, Indonesia.

Info Artikel

Diterima Maret 2022

Disetujui Mei 2022

Dipublikasikan Agustus 2022

Keywords:

Hyperthermia

Nanoparticles

Nickel ferrite

Spinel ferit

Superparamagnetic

Abstrak

Nickel ferit (NiFe_2O_4) merupakan salah satu nanopartikel spinel ferit yang berguna untuk bidang ilmu pengetahuan dan teknologi, seperti biomedis. Artikel ini membahas mengenai sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 dengan berbagai metode dan selanjutnya untuk mengetahui metode yang paling efisien dalam sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 yang digunakan sebagai agen hipertermia dalam biomedis. Metode yang digunakan adalah studi literatur dari beberapa artikel yang dipublikasikan pada tahun 1956-2018 dengan membahas beberapa metode sintesis NiFe_2O_4 , seperti sol-gel, hidrotermal, kopresipitasi, dan pembakaran. Dari beberapa metode tersebut didapatkan bahwa kopresipitasi merupakan metode yang paling efisien dibandingkan metode lainnya, karena menghasilkan nanopartikel NiFe_2O_4 dengan ukuran yang relatif kecil, yaitu 28 nm sehingga menyebabkan partikel kecil tersebut cenderung bersifat superparamagnetik dan baik digunakan sebagai agen hipertermia dalam biomedis. Artikel ini diharapkan dapat digunakan sebagai acuan untuk menentukan metode sintesis NiFe_2O_4 nanopartikel.

Abstract

Nickel ferrite (NiFe_2O_4) is one of the spinel ferrite nanoparticles that is useful for scientific and technological, like biomedicine. This paper discusses the synthesis of NiFe_2O_4 nanoparticles by various methods. This paper aims to find out the most efficient method for the synthesis of NiFe_2O_4 nanoparticles which are used as hyperthermia agents in biomedicine. The method used is a literature study of an article with publications from 1956-2018 by discussing several methods of NiFe_2O_4 syntheses, such as sol-gel, hydrothermal, co-precipitation, and combustion. From these methods, it was found that co-precipitation is the most efficient method among the other methods because it produces a relatively small NiFe_2O_4 nanoparticle size, which is 28 nm, causing these small particles to tend to be superparamagnetic and is good to be used as hyperthermia agent in biomedicine. This study is expected to be used as a reference to determine the method for synthesizing NiFe_2O_4 nanoparticles.

Pendahuluan

Nanopartikel adalah partikel koloid padat dengan diameter 1-1000 nm (Tiyaboonchai, 2013). Salah satu nanopartikel yang telah banyak dikembangkan adalah nanopartikel spinel ferit. Nanopartikel spinel ferit memiliki struktur kristal kubik spinel dengan rumus struktur MFe_2O_4 (M adalah ion logam divalen, seperti Ni, Co, Cu, Mn, Mg, Zn, Fe) (Kooti & Sedeh, 2013). Nanopartikel spinel ferit memiliki resistivitas dan permeabilitas listrik yang cukup tinggi. Spinel ferit cocok untuk banyak aplikasi teknologi, karena kerugian arus eddy yang dapat diabaikan untuk propagasi gelombang elektromagnetik frekuensi tinggi (Joshi *et al.*, 2019).

Salah satu nanopartikel spinel ferit adalah nikel ferit ($NiFe_2O_4$). Nanopartikel ini memiliki struktur spinel terbalik, yaitu ion Ni^{2+} di situs oktahedral dan ion Fe^{3+} yang tersebar merata di situs tetrahedral dan oktahedral (Muflihatur & Suharyadi, 2015). Nanopartikel $NiFe_2O_4$ menunjukkan sifat ferrimagnetik yang berasal dari momen magnetik spin antiparalel antara ion Fe^{3+} di situs tetrahedral dan ion Ni^{2+} di situs oktahedral (Cullity & Graham, 2011). Nanopartikel $NiFe_2O_4$ merupakan material magnetik lunak dengan koersivitas dan magnetisasi saturasi yang rendah, namun memiliki resistivitas listrik yang tinggi, sehingga material ini sangat cocok untuk aplikasi magnetik dan magneto-optik (Muflihatur & Suharyadi, 2015). Nanopartikel $NiFe_2O_4$ menunjukkan superparamagnetik pada suhu kamar, yang mana merupakan properti yang sangat penting untuk aplikasinya, terutama dalam aplikasinya sebagai biomedis (Yelenich *et al.*, 2013).

Hipertermia merupakan salah satu metode terapi kanker yang memanfaatkan nanopartikel magnetik. Pada terapi hipertermia, suhu sel kanker dapat dinaikkan menjadi 41-45°C, kemudian dihancurkan, namun sel normal tetap tidak terpengaruh (Karunamoorthi *et al.*, 2014). Agen hipertermia yang dapat langsung disuntikkan ke dalam tubuh manusia melalui pembuluh darah dan dapat menghasilkan suhu yang cukup tinggi di atas 41°C, sangat diharapkan untuk meningkatkan kinerja teknis dan klinis. Berdasarkan sifat-sifatnya, nanopartikel magnetik diharapkan dapat dianggap sebagai agen hipertermia *in vivo* (Bae *et al.*, 2006).

Nanopartikel ferimagnetik dengan sifat superparamagnetik adalah jenis yang dapat memberikan keuntungan bioteknik dan fisiologis: (1) injeksi langsung atau registrasi melalui pembuluh darah karena kontrol ukuran partikel yang mudah, (2) *remote control* transportasi vaskular ke sel tumor sel target dengan magnet eksternal diterapkan gradien medan, (3) kemungkinan diferensiasi sel tumor dari sel yang sehat menggunakan reaksi biologis antigen-antibodi, dan (4) respons resonansi terhadap medan magnet dengan variasi waktu yang mengakibatkan pemanasan nanopartikel (Bae *et al.*, 2006). $NiFe_2O_4$ merupakan nanopartikel ferrimagnetik dengan sifat superparamagnetik, sehingga dapat digunakan sebagai agen hipertermia dalam biomedis. Banyak metode yang telah dikembangkan untuk mensintesis nanopartikel nikel ferit, seperti (1) metode pembakaran otomatis sol-gel (Srivastava *et al.*, 2009). Melalui metode studi literatur, makalah ini bertujuan untuk mengetahui metode yang paling efisien dalam sintesis nanopartikel $NiFe_2O_4$ yang digunakan sebagai agen hipertermia dalam biomedis. Tabel 1 menunjukkan hasil sintesis nanopartikel $NiFe_2O_4$ dengan keempat metode tersebut.

Tabel 1. Metode dan hasil sintesis nanopartikel $NiFe_2O_4$.

Metode	Kondisi	Ukuran Partikel (nm)	M_s / (emu/g)	H_c / Oe	Referensi
Pembakaran Otomatis Sol-Gel	70°C/3 hr, 700°C/10 hr	45	31	93	(Srivastava <i>et al.</i> , 2009)
Ko-presipitasi	80°C/40 min, 600°C/10 hr	28	40.5	89	(Maaz <i>et al.</i> , 2009)
Hidrotermal	180°C/10 hr	80	53.6	68	(Huo & Wei, 2009)
Pembakaran	Microwave/2 min	35	48.75	177.5	(Kooti & Sedeh, 2013)

Metode

Melalui metode studi literatur beberapa artikel dengan publikasi tahun 1956-2018, makalah ini memaparkan beberapa metode sintesis nanopartikel nikel ferit yang paling efisien dalam menghasilkan produk untuk digunakan sebagai agen hipertermia dalam biomedis, seperti (1) metode pembakaran otomatis sol-gel (Srivastava *et al.*, 2009), (2) metode ko-presipitasi (Maaz *et al.*, 2009), (3) metode hidrotermal (Huo & Wei, 2009), dan (4) metode pembakaran (Kooti & Sedeh, 2013).

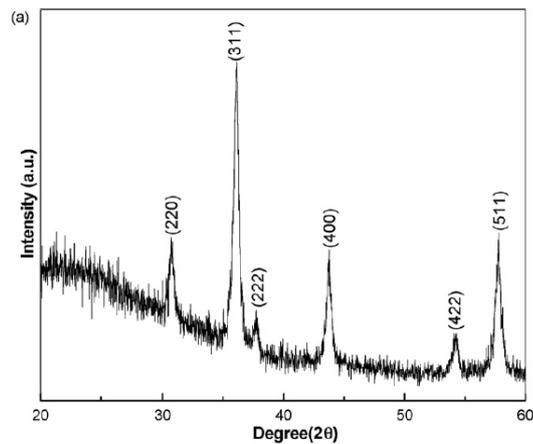
Hasil dan Pembahasan

Pembakaran Otomatis Sol-Gel

Metode sol-gel adalah salah satu metode yang paling menguntungkan dan menarik untuk sintesis zat ferit berukuran nano karena memiliki manfaat seperti; manajemen stoikiometri yang sesuai dan pembuatan partikel ultra halus dengan distribusi dimensi tipis dalam waktu pemrosesan yang sangat singkat pada suhu yang sangat rendah. Teknik sol-gel biasanya mengacu pada hidrolisis dan kondensasi prekursor alkoksida logam, terutama untuk dispersi partikel oksida dalam "sol" yang kemudian dikeringkan atau "gel" melalui eliminasi pelarut atau melalui reaksi kimia. Air biasanya digunakan sebagai pelarut, namun, prekursor juga dapat melalui media asam atau sederhana. Teknik katalisis menginduksi pembentukan koloid sebaik struktur polimer gel (Teja & Koh, 2009; Lam *et al.*, 2008).

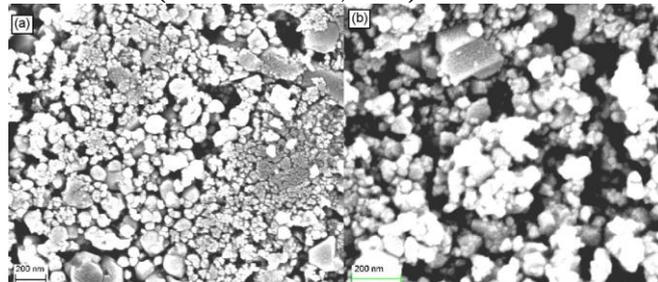
Dalam sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 , bahan yang digunakan adalah kelas analitik. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 25% larutan amonia dan 70% larutan asam glikolat digunakan dalam pembuatan nanopartikel NiFe_2O_4 nanokristalin (Srivastava *et al.*, 2009). Dalam pembuatannya, disiapkan larutan yang mengandung nikel nitrat (0,4 M) dan besi nitrat (0,8 M) yang digunakan untuk diorganisir terlebih dahulu dan direaksikan dengan larutan asam glikolat 70% dalam air. Kemudian, larutan amonia 25% dalam jumlah yang sesuai ditambahkan ke dalam larutan sambil diaduk (pH 7,5). Larutan yang dihasilkan diuapkan pada suhu 90°C sampai terbentuk sol transparan. Selanjutnya, sol transparan dipanaskan pada suhu 70°C selama 3 jam dengan pengadukan magnet. Gel cokelat kental digunakan untuk diperoleh. Terakhir, gel dikalsinasi pada 700°C selama 10 jam dengan laju pemanasan 5°C min^{-1} . Asam glikolat yang digunakan dalam sistem ini memberikan panas lokal untuk pembentukan nanopartikel NiFe_2O_4 selama dekomposisi. Panas yang dihasilkan dalam prosedur pembakaran gel membuat sistem nukleasi utuh pada tahap awal cara sintesis (Hao *et al.*, 2006).

Analisis XRD digunakan untuk melakukan karakterisasi struktur serbuk terkalsinasi. Gambar 1 menunjukkan pola XRD NiFe_2O_4 disiapkan dengan metode sol-gel. Pola XRD menunjukkan refleksi khas dari (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (4 2 2) dan (5 1 1) yang menunjukkan adanya struktur spinel kubik (El-Sayed, 2002).



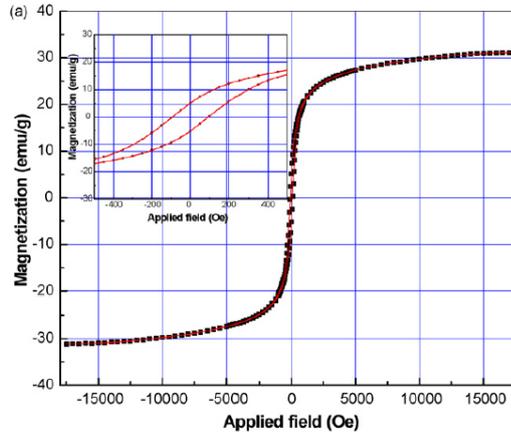
Gambar 1. Spektrum XRD nanopartikel NiFe_2O_4 dibuat dengan metode sol-gel (Srivastava *et al.*, 2009).

Morfologi struktural nanopartikel NiFe_2O_4 dianalisis menggunakan FE-SEM. Gambar 2 menunjukkan FE-SEM nanopartikel NiFe_2O_4 dalam pendekatan sol-gel beberapa aglomerasi nanopartikel. Ukuran partikelnya sekitar 35-45 nm (Srivastava *et al.*, 2009).



Gambar 2. Mikrograf FE-SEM dari nanopartikel NiFe_2O_4 pada perbesaran luar biasa disiapkan melalui metode sol-gel (Srivastava *et al.*, 2009).

Gambar 3 menunjukkan kurva histeresis nanopartikel NiFe_2O_4 yang dibuat dengan metode sol-gel pada suhu kamar. Magnetisasi saturasi (M_s) dan koersivitas (H_c) NiFe_2O_4 yang disusun dengan metode sol-gel adalah 31 emu g^{-1} dan 93 Oe , menurun dibandingkan NiFe_2O_4 pada ukuran *bulk*-nya (Šepelák *et al.*, 2003; Huang & Chen, 2004).



Gambar 3. Histeresis loop nanopartikel NiFe_2O_4 dibuat dengan metode sol-gel (Srivastava *et al.*, 2009).

Ko-presipitasi

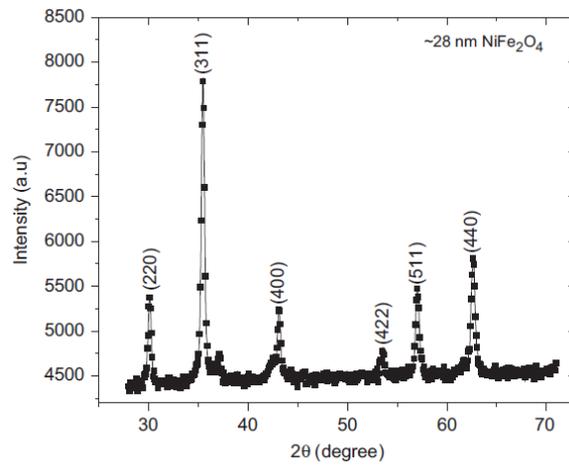
Ko-presipitasi adalah metode yang digunakan untuk menghasilkan bubuk yang memiliki manfaat yang terdiri dari pencampuran homogen yang terjadi dari endapan reaktan yang menurunkan suhu respons, metode teknik ini dilakukan untuk mensintesis bubuk oksida baja yang sangat sederhana. Namun, teknik ini cukup berbahaya, namun penggunaan reaktannya memiliki kelarutan yang sangat baik, metode ini tidak sesuai untuk pembuatan zat dengan tingkat kemurnian yang tinggi, selanjutnya teknik ini tidak lagi memiliki situasi sintesis keseluruhan dalam pembentukan beberapa oksida baja (Ningsih, 2016).

Dalam metode ini, reaktor berukuran nano digunakan untuk pembentukan homogen nanopartikel nikel ferit. Untuk melindungi oksidasi nanopartikel di atmosfer dan juga untuk menghentikan aglomerasinya, partikel biasanya dilapisi dengan surfaktan seperti natrium dodesil sulfat (NaDS) atau asam oleat dan kemudian didispersikan dalam berbagai cairan pembawa seperti etanol, metanol, amonia. Kelebihan dari metode ini dibandingkan yang lain adalah bahwa laju produksi, ukuran, dan distribusi nanopartikel ferit relatif sederhana dan tidak memerlukan perlakuan panas mekanis atau gelombang mikro tambahan (Fried *et al.*, 2001).

Selama prosedur sintesis, awalnya, larutan natrium hidroksida 3 M (sebagai pengendap) secara perlahan dicampur dengan larutan garam besi (III) klorida $0,4 \text{ M}$ ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dan nikel klorida $0,2 \text{ M}$ ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). pH larutan terus dipantau dan larutan NaOH ditambahkan tetes demi tetes. Reaksi diaduk terus menerus dengan magnetic stirrer hingga mencapai nilai $\text{pH} > 12$. Sejumlah asam oleat (2-3 tetes untuk larutan reaksi total 75 ml) ditambahkan ke larutan sebagai surfaktan (Pillai & Shah, 1996).

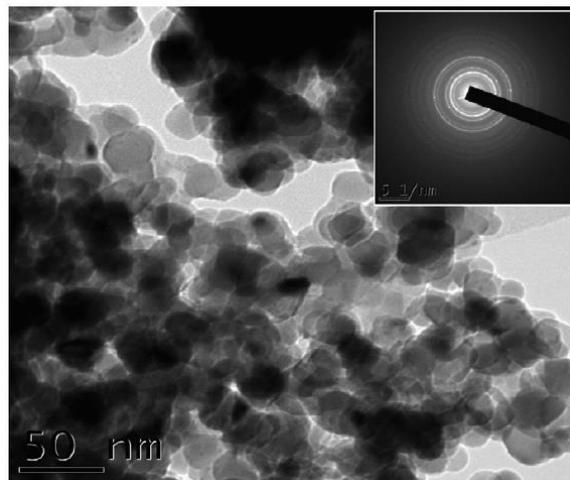
Endapan cair kemudian dibawa ke suhu reaksi 80°C dan diaduk selama 40 menit. Produk kemudian didinginkan hingga suhu kamar dan kemudian dicuci dua kali dengan air suling dan etanol untuk menghilangkan kotoran yang tidak diinginkan dan surfaktan berlebih dari sampel. Sampel disentrifugasi pada 2000 rpm selama 15 menit dan kemudian dikeringkan pada suhu 80°C semalaman. Kemudian zat yang diperoleh digiling hingga menjadi serbuk halus kemudian dikalsinasi pada suhu 600°C selama 10 jam. Produk akhir yang diperoleh, dikonfirmasi dengan difraksi sinar-X dan SAED, ditemukan nanopartikel magnetik yang terbuat dari nikel ferit (NiFe_2O_4) (Pillai & Shah, 1996).

Pola difraksi X (Gambar. 4) dari sampel yang dianalisis pada 10000°C , yang dihasilkan dengan teknik kopresipitasi, menunjukkan bahwa produk akhir adalah NiFe_2O_4 kubik dengan ukuran kristal rata-rata 28 nm (puncak XRD dibandingkan dengan nomor kartu PDF standar 742081 untuk ferit nikel kubik terbalik) (Maaz *et al.*, 2009).



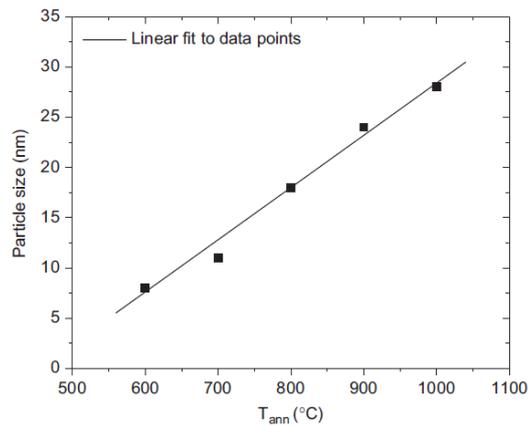
Gambar 4. Diagram difraksi sinar-X nanopartikel NiFe₂O₄ yang dihasilkan dengan metode kopresipitasi (Maaz *et al.*, 2009).

Dalam gambar TEM, sebagian besar partikel tampak bulat dan beberapa berbentuk lonjong. Ada juga beberapa partikel yang teraglomerasi serta partikel yang terendapkan dalam sampel. Pada Gambar 5 menunjukkan analisis difraksi elektron area (SAED) sampel, menunjukkan bahwa nanopartikel yang dihasilkan adalah kristal. Hal yang sama juga dikonfirmasi oleh puncak XRD yang menunjukkan sifat polikristalin dari sampel yang disiapkan (Maaz *et al.*, 2009).



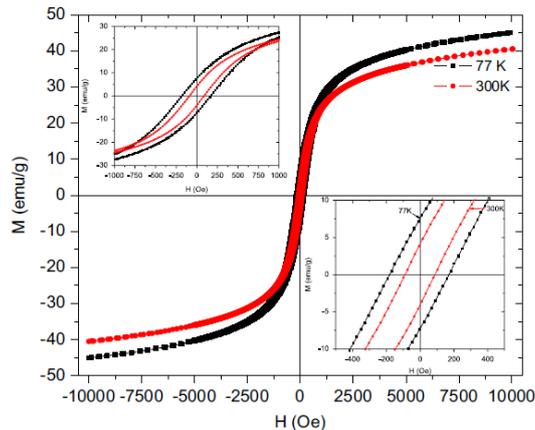
Gambar 5. Gambar mikrograf TEM dari nanopartikel NiFe₂O₄, diproduksi dengan rute ko-presipitasi, dianil pada 1000° C selama 10 jam (Maaz *et al.*, 2009).

Ukuran partikel diamati meningkat secara linier dengan proses *annealing*. Proses *annealing* umumnya berfungsi untuk mengurangi cacat dan tegangan kisi, tetapi penggabungan butiran yang lebih kecil juga dapat terjadi, yang mengarah pada peningkatan ukuran butiran rata-rata nanopartikel. Peningkatan ukuran partikel yang diamati dengan suhu *annealing* mungkin karena fakta bahwa suhu dan waktu *annealing* lebih tinggi. Gambar 6 menunjukkan ketergantungan ukuran partikel pada suhu *annealing* (T_{ann}) (Raming *et al.*, 2002).



Gambar 6. Ukuran partikel sebagai fungsi suhu *annealing* untuk nanopartikel NiFe_2O_4 . Sampel dilakukan *annealing* pada 600, 700, 800, 900 dan, 1000 °C dengan ukuran rata-rata 8, 11, 18, 24 dan, 28,73 nm, masing-masing (Maaz *et al.*, 2009).

Gambar 7 menunjukkan loop M (H) dari sampel 28 nm pada kedua suhu (300 K) dan 77 K. Sisipan gambar menunjukkan area yang diperluas di sekitar titik asal dengan area datar yang berbeda (7400 dan 71000 Oe) pada koersif. kekuatan medan paling terlihat pada suhu ini. Untuk partikel berukuran 28 nm, kuat medan koersif yang berasal dari loop M (H) adalah 89 Oe pada suhu kamar, sedangkan pada suhu kamar meningkat menjadi 175 Oe pada 77 K. Magnetisasi saturasi NS (MS) diperoleh pada ruang suhu lingkungan adalah 40,5 emu/g di bawah nilai global 56 emu / g untuk nikel ferit, sementara nilai ini naik menjadi 45 emu/g pada 77 K (Maaz *et al.*, 2009).



Gambar 7. Loop histeresis untuk nanopartikel NiFe_2O_4 28 nm pada suhu kamar (300 K) dan 77 K dengan medan terapan maksimum 10 kOe. Dua kotak dalam ilustrasi menunjukkan area bidang yang diperluas di sekitar titik asal untuk visibilitas pembaca yang jelas (Maaz *et al.*, 2009).

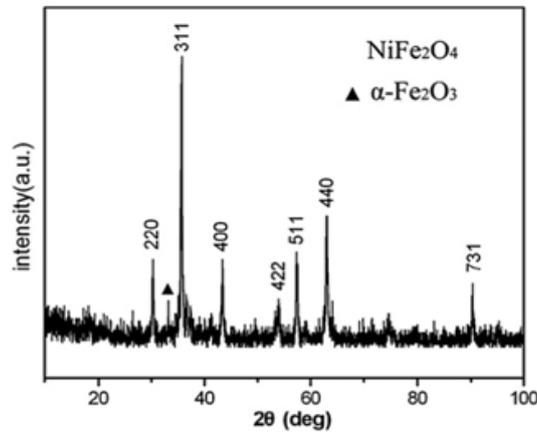
Hidrotermal

Prinsip metode hidrotermal adalah memanaskan reaktan dalam autoklaf yang berisi air dengan kemungkinan menaikkan suhu dan tekanan secara cepat. Hasil sintesis yang diperoleh adalah murni dengan kristalinitas tinggi (Putri *et al.*, 2018). Metode sintesis hidrotermal memiliki beberapa keunggulan, antara lain produk akhir berupa serbuk langsung dari larutan dengan reaktivitas tinggi, ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan bahan awal dan kondisi hidrotermal yang berbeda. Selain kelebihan tersebut, terdapat beberapa kelemahan juga yaitu semiliquid hidrotermal yang korosif, kelarutan bahan awal harus diketahui, dan penggunaan wadah bertekanan tinggi dapat berbahaya (Ningsih, 2016).

Reaksi sintesis hidrotermal dilakukan dengan liner Teflon (kapasitas total 63 ml) dalam autoklaf baja tahan karat dan di bawah tekanan autogenous. Pada proses sintesis, umumnya 0,01 mol $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 0,02 mol FeCl_3 (perbandingan mol yang sesuai dengan perbandingan nominal Ni:Fe adalah 1:2)

membentuk larutan jernih dengan melarutkan larutan tersebut dalam 40 ml air deionisasi. Selanjutnya digunakan magnetic stirrer dan ditambahkan 10 ml larutan NaOH 8 M setetes demi setetes. Suspensi yang terbentuk dari NaOH yang ditambahkan, kemudian suspensi dipindahkan ke dalam autoklaf stainless steel berlapis teflon. Autoklaf dipertahankan dan disegel pada suhu 180°C selama 10 jam. Setelah reaksi selesai, produk padat terbentuk dan dikumpulkan dengan penyaringan, aseton dan sejumlah besar air deionisasi digunakan untuk mencuci produk padat untuk menghilangkan kotoran. Kemudian, produk dikeringkan dalam vakum pada 50°C selama 4 jam (Huo & Wei, 2009).

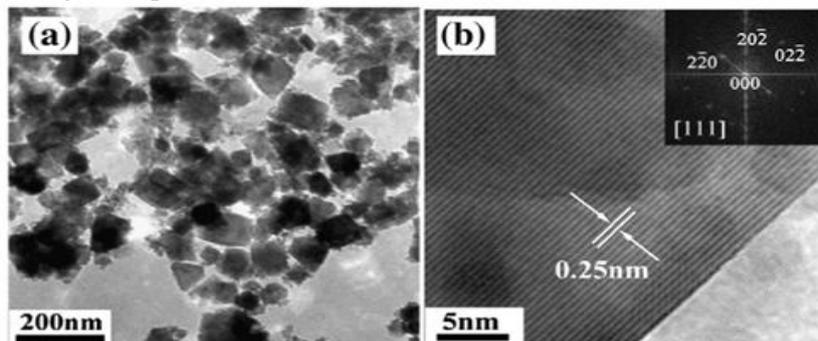
Sampel dianalisis dengan Pola Difraksi Sinar-X (XRD), dilakukan dengan difraktometer sinar-X Rigaku Rotaflex (RU-200B) dengan radiasi insiden Cu α ($\lambda = 1,5418$). Pola XRD dari sampel yang disintesis ditunjukkan pada Gambar 8. Mikroskop elektron transmisi resolusi tinggi (HRTEM) dioperasikan pada 200 kV pada mikroskop transmisi JEOL JEM2100 dan digunakan untuk mempelajari morfologi dan informasi struktural sampel. Sampel yang disintesis diukur sifat magnetiknya pada suhu kamar dalam magnetometer sampel bergetar (VSM-9500LDJ) (Huo & Wei, 2009).



Gambar 8. Pola XRD nanopartikel NiFe_2O_4 (Huo & Wei, 2009).

Sebagian besar puncak dapat diatur dengan konstanta kisi $a = 0,833$ nm (JCPDS No.10-325) ke fasa NiFe_2O_4 kubik berpusat muka. Selain itu, salah satu puncak lemah antara (220) dan (311) muncul dari kehadiran sejumlah kecil pengotor $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Huo & Wei, 2009).

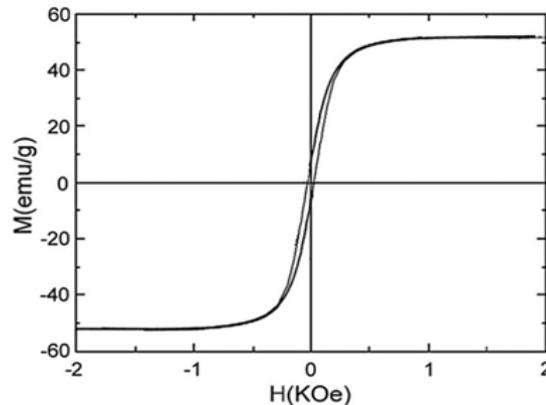
Hasil analisis lebih lanjut didapatkan melalui Transmission Electron Microscopy (TEM) mengenai morfologi dan detail struktural produk NiFe_2O_4 . Sebuah gambar TEM dari sampel khas bubuk NiFe_2O_4 disintesis disediakan pada Gambar 9(a), partikel NiFe_2O_4 adalah poligon dalam morfologi dan seragam dalam ukuran dengan panjang tepi sekitar 50-80 nm. Gambar resolusi tinggi TEM (HRTEM) dari kristal tunggal NiFe_2O_4 ditunjukkan pada Gambar 9(b).



Gambar 9. TEM dan HRTEM partikel nikel ferit: a) TEM; b) HRTEM (Huo & Wei, 2009).

Jarak 0,25 nm antara bidang kisi yang berdampingan sesuai dengan disjungsi antara (311) bidang kisi. Pola Fast Fourier Transform (FFT) (terlampir pada Gambar 9b) dari seluruh wilayah kisi pada Gambar 2(b) dapat diatur ke fasa NiFe_2O_4 kubik berpusat muka di sepanjang sumbu zona $\langle 111 \rangle$. Nanokristal NiFe_2O_4 terkristalisasi dengan baik (Huo & Wei, 2009). Pengukuran magnetisasi sampel

NiFe_2O_4 dilakukan dengan memindai wilayah $\pm 2,0$ KOe pada suhu kamar dan loop histeresis sampel ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Histeresis magnetisasi sampel NiFe_2O_4 yang disintesis (Huo & Wei, 2009).

Kurva ini khas untuk bahan magnet lunak di mana magnetisasi saturasi M_S dan koersivitas dihasilkan menjadi 53,6 emu/g dan 68 Oe. Nilai M_S sebanding dengan magnetisasi saturasi teoritis 50 emu/g yang dihitung menggunakan teori sublattice Neel dan nilai yang dilaporkan adalah 56 emu/g untuk sampel massal (Šepelák *et al.*, 1997). Sesuai dengan (Maensiri *et al.*, 2007), nilai M_S meningkat dengan meningkatnya kristalinitas. Dengan demikian, magnetisasi saturasi yang lebih tinggi dan koersivitas yang lebih rendah dari sampel NiFe_2O_4 yang disintesis disebabkan oleh kristalinitas yang tinggi dan morfologi yang seragam.

Pembakaran

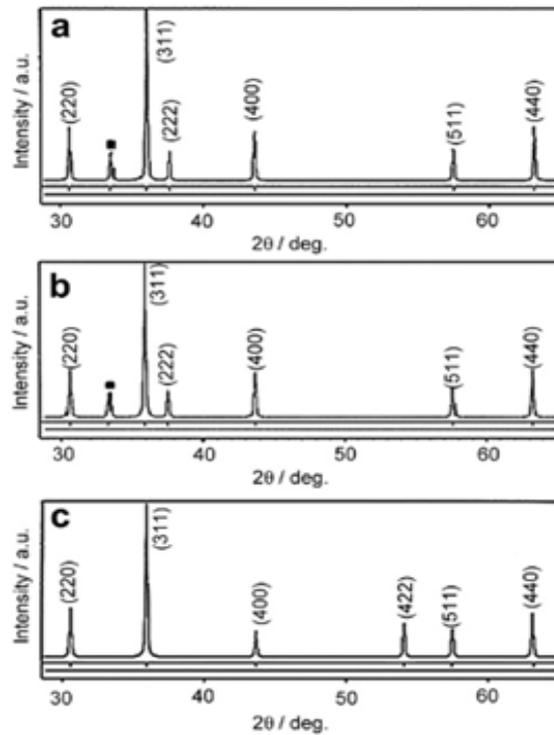
Metode pembakaran dapat menghasilkan partikel nikel ferit yang halus, memiliki kemurnian tinggi, serta partikel ferit nikel stoikiometrik dalam waktu yang sangat singkat.

Nanopartikel NiFe_2O_4 disintesis menggunakan metode pembakaran dan menggunakan bahan bakar glisin. Dalam sintesis ini, proporsi yang dihitung dari nikel dan besi nitrat dengan jumlah glisin telah dicampur dengan baik. Cairan merah tua yang diperoleh dipindahkan ke dalam wadah porselen dan kemudian dipanaskan dalam microwave selama 2 menit dengan daya 30%. Produk terakhir dicuci beberapa kali dengan air deionisasi dan etanol dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 3 jam. Tiga sampel NiFe_2O_4 telah diatur penggunaan glisinnya: $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dalam rasio molar (6, 8, 10):1:2, masing-masing. Sampel ini ditargetkan sebagai S1, S2, dan S3 (Kooti & Sedeh, 2013).

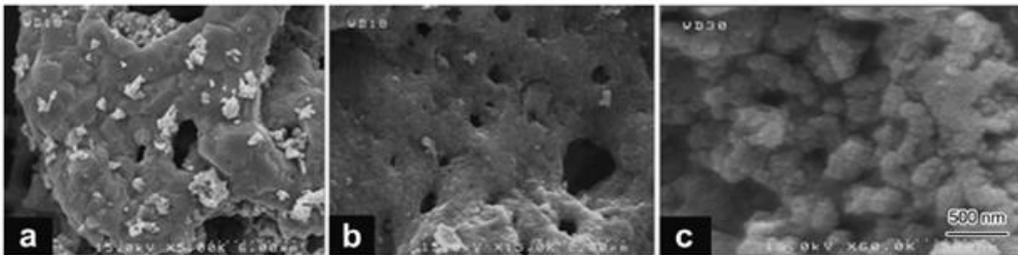
Pola XRD sampel Nanopartikel NiFe_2O_4 ditunjukkan pada Gambar 11. Puncak difraksi yang diamati pada 2θ $30,40^\circ$, $35,77^\circ$, $43,51^\circ$, $53,98^\circ$, $57,39^\circ$ dan $63,04^\circ$ sesuai dengan bidang (220), (311), (222), (400), (422), (511) dan (440). Puncak yang diamati untuk sampel S3 memiliki intensitas relatif (%) masing-masing sebesar 26,6, 100, 39,1, 15,9, 42,0, dan 57,8. Garis difraksi memberikan bukti yang jelas untuk pembentukan fase kubik dari struktur spinel murni terbalik dari ferit nikel. Ukuran partikel sampel NiFe_2O_4 telah dihitung dari pelebaran garis XRD dari (311) puncak menggunakan rumus DebyeScherrer (Cullity, 1956).

Panjang kristal NiFe_2O_4 yang dihitung untuk sampel S1, S2, dan S3 masing-masing sebesar 34,7, 38, dan 42 nm. Hasil ini menunjukkan bahwa peningkatan jumlah bahan bakar glisin, dari sampel S1 ke S3 menyebabkan perluasan panjang kristal dari nanopartikel NiFe_2O_4 .

Morfologi dan ukuran partikel nanopartikel nikel ferit terorganisir telah diputuskan melalui cara teknik FESEM dan TEM. Seperti yang terlihat dari Gambar 13, gambar FESEM menunjukkan adanya rongga dan pori-pori di dalam sampel. Ini disebabkan oleh pelepasan sejumlah besar gas pada tahap tertentu dalam proses pembakaran. Sampel memiliki bentuk spons dan pembentukan aglomerasi multigrain seperti kristal yang sangat memuaskan. Dalam pola S3 (Gambar. 13(c)), di mana dalam rasio molar yang berlebihan dari glisin digunakan, pori-pori maksimum di lantai memiliki panjang yang lebih kecil dan puing-puing yang lebih besar. Ini karena pelepasan panas yang lebih besar pada beberapa tahap dalam pembakaran, yang menyebabkan fusi nanopartikel NiFe_2O_4 .

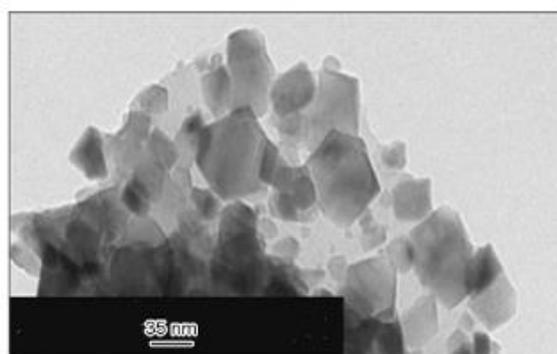


Gambar 11. Pola XRD nanopartikel NiFe_2O_4 (Kooti & Sedeh, 2013).



Gambar 12. Gambar FESEM nanopartikel NiFe_2O_4 : (a) S1, (b) S2, (c) S3 (Kooti & Sedeh, 2013).

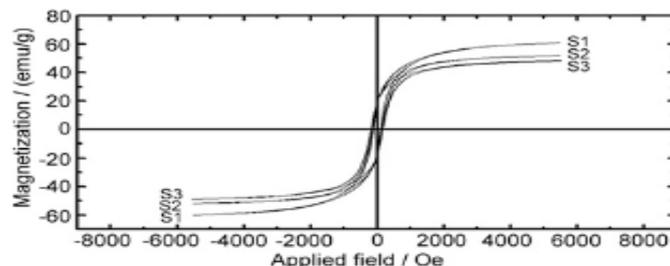
Mikrograf TEM dari nanopartikel NiFe_2O_4 (pola S3) tertera pada Gambar 13 yang menampilkan distribusi yang hampir homogen dan seragam dari puing-puing itu di dalam pola bubuk. Puing-puing terdiri dari beberapa polihedron normal dan abnormal dengan ukuran sekitar 35 nm, yang berada di dekat penyelesaian dengan dimensi yang diterima dari analisis XRD.



Gambar 13. Gambar TEM nanopartikel NiFe_2O_4 yang disiapkan (sampel S3) (Kooti & Sedeh, 2013).

Pengukuran magnetik NiFe₂O₄ terorganisasi telah diselesaikan pada suhu kamar dengan menggunakan vibrating pattern magnetometer (VSM) dengan tinggi area 10 kOe dan loop histeresis untuk sampel S1, S2, dan S3 ditunjukkan pada Gambar 14 (Misra *et al.*, 2004).

Nilai magnetisasi saturasi (Ms), magnetisasi remanen (Mr), dan koersivitas (Hc) dari ferit-ferit tersebut diberikan pada Tabel 2. Magnetisasi saturasi sampel NiFe₂O₄ hampir sama dengan biaya NiFe₂O₄ curah (56 emu g⁻¹) (Putri dkk., 2018) (Šepelák, 1997). Untuk nanopartikel magnetik maksimum, magnetisasi saturasi jauh lebih rendah daripada biaya *bulk* karena adanya gangguan putaran lantai (Rana *et al.*, 2005) dan berkurang dengan menurunkan panjang partikel (Morrish & Haneda, 1981).



Gambar 14. Loop histeresis dari nanopartikel NiFe₂O₄ yang telah disiapkan (Kooti & Sedeh, 2013).

Table 2. Sifat magnetik nanopartikel NiFe₂O₄ as-fabrikasi (Kooti, 2013).

Sampel	Ms(emu/g)	Mr(emu/g)	Hc/Oe
S1	60,87	17,44	112,62
S2	51,86	18,36	137,12
S3	48,75	18,95	177,55

Simpulan

Dari hasil sintesis nanopartikel NiFe₂O₄ melalui metode pembakaran, metode kopresipitasi, metode pembakaran otomatis sol-gel, dan metode hidrotermal dapat disimpulkan bahwa metode kopresipitasi merupakan metode yang paling efisien untuk menghasilkan partikel NiFe₂O₄ sebagai bahan baku agen hipertermia dalam biomedis. Hal ini dikarenakan metode tersebut menghasilkan nanopartikel NiFe₂O₄ yang relatif lebih kecil, yaitu 28 nm. Semakin kecil ukuran partikel, maka semakin besar saturasi magnetik, dan koersivitas semakin mendekati nol. Nanopartikel NiFe₂O₄ yang lebih kecil bersifat superparamagnetik, sehingga lebih cocok untuk diaplikasikan sebagai agen hipertermia dalam biomedis.

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini mengakui RISTEK BRIN atas Hibah Bantuan Penelitian Terapan Unggulan Perguruan Tinggi (PTUPT) dan Bangdos Universitas Pendidikan Indonesia.

Daftar Referensi

- Bae, S., Lee, S. W., & Takemura, Y. 2006. Applications of NiFe₂O₄ nanoparticles for a hyperthermia agent in biomedicine. *Applied Physics Letters*, 89(25): 252503.
- Cullity, B. D. 1956. *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing.
- Cullity, B. D., & Graham, C. D. 2011. *Introduction to magnetic materials*. John Wiley & Sons.
- El-Sayed, A. M. 2002. Influence of zinc content on some properties of Ni–Zn ferits. *Ceramics International*, 28(4): 363-367.
- Fried, T., Shemer, G., & Markovich, G. 2001. Ordered two-dimensional arrays of ferit nanoparticles. *Advanced Materials*, 13(15): 1158-1161.
- Hao, Y. J., Lai, Q. Y., Lu, J. Z., Wang, H. L., Chen, Y. D., & Ji, X. Y. 2006. Synthesis and characterization of spinel Li₄Ti₅O₁₂ anode material by oxalic acid-assisted sol–gel method. *Journal of Power Sources*, 158(2): 1358-1364.
- Huang, X., & Chen, Z. 2004. Nickel ferit on silica nanocomposites prepared by the sol–gel method. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 280(1): 37-43.

- Huo, J., & Wei, M. 2009. Characterization and magnetic properties of nanocrystalline nickel ferit synthesized by hydrothermal method. *Materials Letters*, 63(13-14): 1183-1184.
- Joshi, S., Kumar, M., Chhoker, S., Srivastava, G., Jewariya, M., & Singh, V. N. 2014. Structural, magnetic, dielectric and optical properties of nickel ferit nanoparticles synthesized by co-precipitation method. *Journal of Molecular structure*, 1076: 55-62.
- Karunamoorthi, R., Suresh Kumar, G., Prasad, A. I., Vatsa, R. K., Thamizhavel, A., & Girija, E. K. 2014. Fabrication of a novel biocompatible magnetic biomaterial with hyperthermia potential. *Journal of the American Ceramic Society*, 97(4): 1115-1122.
- Kooti, M., & Sedeh, A. N. 2013. Synthesis and characterization of NiFe₂O₄ magnetic nanoparticles by combustion method. *Journal of Materials Science & Technology*, 29(1): 34-38.
- Lam, U. T., Mammucari, R., Suzuki, K., & Foster, N. R. 2008. Processing of iron oxide nanoparticles by supercritical fluids. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 47(3): 599-614.
- Maaz, K., Karim, S., Mumtaz, A., Hasanain, S. K., Liu, J., & Duan, J. L. 2009. Synthesis and magnetic characterization of nickel ferit nanoparticles prepared by co-precipitation route. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321(12): 1838-1842.
- Maensiri, S., Masingboon, C., Boonchom, B., & Seraphin, S. 2007. A simple route to synthesize nickel ferit (NiFe₂O₄) nanoparticles using egg white. *Scripta materialia*, 56(9): 797-800.
- Misra, R. D. K., Gubbala, S., Kale, A., & Egelhoff Jr, W. F. 2004. A comparison of the magnetic characteristics of nanocrystalline nickel, zinc, and manganese ferits synthesized by reverse micelle technique. *Materials Science and Engineering: B*, 111(2-3): 164-174.
- Morrish, A. H. & Haneda, K. H., 1981. *Journal of Applied Physics*. 52(1981): 2496e2498.
- Muflihatur, S. S., & Suharyadi, E. 2015. Sintesis Nanopartikel Nickel Ferit (NiFe₂O₄) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Jurnal Fisika Indonesia*, 19(55): 20-25.
- Ningsih, S. K. W. 2016. Sintesis Anorganik. Padang: UNP Press.
- Pillai, V., & Shah, D. O. 1996. Synthesis of high-coercivity cobalt ferit particles using water-in-oil microemulsions. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 163(1-2): 243-248.
- Putri, D. F., Ritonga, H. M., Murdiati, V., & Zainul, R. (2018). A Review What Is Hydrothermal? <https://doi.org/10.31227/osf.io/dm56c>
- Raming, T. P., Winnubst, A. J., van Kats, I. M., & Philipse, A. P. 2002. The synthesis and magnetic properties of nanosized hematite (α -Fe₂O₃) particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 249(2): 346-350.
- Rana, R.S.M. Srivastava, M. Sorensson, R.D.K. Misra, Mater. Sci. Eng. B 119(2005): 144e151.
- Šepelák, V., Baabe, D., Mienert, D., Schultze, D., Krumeich, F., Litterst, F. J., & Becker, K. D. 2003. Evolution of structure and magnetic properties with annealing temperature in nanoscale high-energy-milled nickel ferit. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 257(2-3): 377-386.
- Šepelák, V., Tkáčová, K., Boldyrev, V. V., Wißmann, S., & Becker, K. D. 1997. Mechanically induced cation redistribution in ZnFe₂O₄ and its thermal stability. *Physica B: Condensed Matter*, 234: 617-619.
- Srivastava, M., Chaubey, S., & Ojha, A. K. 2009. Investigation on size dependent structural and magnetic behavior of nickel ferit nanoparticles prepared by sol-gel and hydrothermal methods. *Materials Chemistry and Physics*, 118(1): 174-180.
- Teja, A. S., & Koh, P. Y. 2009. Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles. *Progress in crystal growth and characterization of materials*, 55(1-2): 22-45.
- Tiyaboonchai, W. 2013. Chitosan nanoparticles: a promising system for drug delivery. *Naresuan University Journal: Science and Technology (NUJST)*, 11(3): 51-66.
- Yelenich, O. V., Solopan, S. O., Kolodiaznyi, T. V., Dzyublyuk, V. V., Tovstolytkin, A. I., & Belous, A. G. 2013. Superparamagnetic behavior and AC-losses in NiFe₂O₄ nanoparticles. *Solid state sciences*, 20: 115-119.