
Indonesian Physical Review

Volume 4 Issue 2, May 2021

P-ISSN: 2615-1278, E-ISSN: 2614-7904

Sintesis Komposit Nano PANi/Fe₃O₄ Konduktif berbasis Pasir Alam

Abd. Basith¹, Nikmatin Sholichah¹, Vira Rahayu¹, Ardimas¹, Ulfa Mahfudli Fadhli¹

¹Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Billfath, Indonesia.

E-mail: basith@billfath.ac.id

ARTICLE INFO

Article History :

Received : 18-03-2021

Revised : 21-05-2021

Accepted : 22-05-2021

Keywords :

Polyaniline; Fe₃O₄; Iron sand; Conductivity; nano composite

How To Cite :

Basith, A., Sholichah, N., Rahayu, V., Ardimas, Fadhli, U.M. (2021). Sintesis Komposit Nano PANi/Fe₃O₄ Konduktif Berbasis Pasir Alam. Indonesian Physical Review, 4(2), 58-66

DOI :

<https://doi.org/10.29303/3/ipr.v4i2.94>

ABSTRACT

Polyaniline is a polymer material that has unique physical and even chemical properties, especially in its electrical properties. PANi synthesis can be carried out by chemical and electrochemical oxide reaction methods. The purposes of this study are to synthesize PANi and PANi / Fe₃O₄ composites by chemical oxide reactions and measure their conductivity. This research begins with the synthesis of iron oxide (Fe₃O₄) from natural iron sand and then followed by the synthesis of PANi / Fe₃O₄ composites using coprecipitation method. The Fe₃O₄ crystal phase was determined by using XRD, while the vibrational mode and morphology of the PANi / Fe₃O₄ nanocomposite was observed using FTIR and SEM. The conductivity properties were measured using a LCR meter. Furthermore, the conductivity properties were measured using a LCR meter and the result reveals a greater conductivity value as increasing the concentration of Fe₃O₄, the highest conductivity value of 3.1 mS/cm is known by the sample with an iron oxide concentration of 1 %. While the samples with a concentration of 0.5 % of iron oxide has conductivity values of 2.8 mS/cm and pure PANi of 2.1 mS/cm. Due to its properties such to inert to the environment and having conductive properties, the obtained PANi / Fe₃O₄ composite can be employed as a super capacitor electrode.

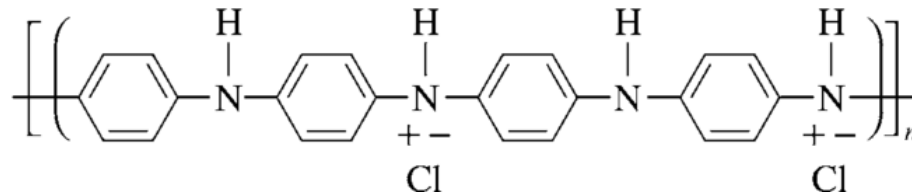
Copyright © 2021 IPR. All rights reserved.

Pendahuluan

Polimer merupakan bahan yang atomnya berikatan secara kovalen, sehingga secara umum hampir semua polimer bersifat isolator dengan konduktivitas berkisar antara 10⁻¹¹ S/cm. Polimer dapat bersifat menjadi konduktor jika diberi tambahan bahan pengotor (komposit). Sifat konduktif pada polimer ini berasal dari *filler* (fase kedua) yang bersifat konduktif yang ditambahkan pada polimer. Bahan polimer yang bersifat seperti di atas merupakan polimer konduktif ekstrinsik, sedangkan polimer konduktif intrinsik merupakan polimer yang bersifat konduktif setelah didoping dengan asam kuat. Sebagai contoh, bahan polimer poliasetilen, polipirol, dan polianilin [1-2].

Polianilin (PANi), yang dikenal anilin hitam adalah salah satu polimer yang umum dalam pembuatan polimer konduktif. Sintesis PANi dapat menggunakan dua cara yaitu sintesis

kimiawi ataupun elektrokimia [3] pada sintesis kimiawi yang berperan sebagai pemicu proses polimerisasi adalah unsur tambahan (radikal bebas) dalam penelitian ini menggunakan amonium peroksidisulfat (APS) sedangkan pada sintesis elektrokimia adalah energi listrik. Sampai saat ini banyak polimer konduktif yang telah disintesis, akan tetapi dari semua polimer konduktif, PANi memiliki beberapa keunggulan, selain kemudahan dalam hal proses sintesis dan harganya murah juga mempunyai stabilitas kimia dan fisika yang sangat baik [4-5].



Gambar 1 . Struktur kimia basa emeraldine hidroklorid

Bahan polimer konduktif intrinsik khususnya Polianilin (PANi) memiliki sifat kelistrikan yang unik, karena dapat bersifat sebagai isolator atau konduktor dimana nilai konduktivitasnya berkisar antara 10^{-9} sampai 10^{-2} S/cm. PANi merupakan polimer yang tersusun dari monomer anilin ($C_6H_5NH_2$). Dalam keadaan yang stabil, PANi memiliki tiga fasa yaitu : leucoemeraldine $(C_6H_4NH)_n$, emeraldine $((C_6H_4NH)_2(C_6H_4NH)_2)_n$ dan (per)nigraniline $(C_6H_4N)_n$ [6-7]. Pengelompokan tiga fasa PANi tersebut berdasarkan tingkat oksidasi PANi dengan garam emeraldin memiliki tingkat oksidasi 0, leucoemeraldine 0,5 atau setengah sedangkan pernigraniline memiliki tingkat oksidasi 1 atau utuh. PANi konduktif terjadi saat PANi didoping dengan HCl yang menyebabkan basa emeraldin terdoping oleh H^+ dan basa leucoemeraldine terdoping oleh Cl^- sehingga keduanya menjadi basa emeraldine hidroklorid (gambar 1) [13].

PANi murni dapat digunakan sebagai elektroda pada baterai dengan memperoleh hasil penyimpanan sebesar 2,1 volt dan arus maksimal 80 mA [3]. Pada bahan komposit PANi telah banyak dikaji terutama dalam sifat kelistrikannya, komposit PANi/karbon berhasil disintesis dengan metode kimia dapat dimanfaatkan sebagai elektroda kapasitor yang menghasilkan nilai kapasitansi sebesar 10,52 μF dan memiliki sifat konduktivitas sebesar 0,57 S/cm [4]. Komposit PANi/karbon konduktif juga berhasil disintesis dengan metode elektrokimia memiliki nilai konduktivitas 14,52 S/cm [10].

Pada penelitian [11] PANi murni dan Komposit PANi/ rGo serta komposit PANi/ Fe_3O_4 /rGo disintesis menggunakan metode kimia memiliki hambatan listrik berturut-turut 1,85 Ω , 0,82 Ω dan 0,69 Ω . Sedangkan pada penelitian [12] PANi murni , α - Fe_2O_3 dan komposit PANi/ α - Fe_2O_3 memiliki hambatan listrik berturut-turut 2,0 Ω , 2,1 Ω dan 0,8 Ω .

Dengan mempertimbangkan beberapa penelitian yang telah dilakukan, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis komposit PANi/ Fe_3O_4 menggunakan metode kimia dengan bahan *filler*, partikel nano Fe_3O_4 yang berasal dari pasir alam yang sebelumnya kita preparasi terlebih dahulu menggunakan metode kopresipitasi, dengan menekankan tinjauan pada fasa dan sifat kelistrikannya.

Metode

Pembuatan PANi/ Fe_3O_4 konduktif menggunakan dengan metode polimerisasi kimia, dengan inisiator menggunakan larutan amonium peroksidisulfat. Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah anilin (Merck 99,9%), asam klorida (Smart, 38%), amonium peroksidisulfat (APS) (Merck 98%), amonium hidroksida (Smart 29%), aseton (Merck p.a), aquades dan pasir besi alam.

2.1 Sintesis nano Fe_3O_4

Sintesis nano Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi dengan cara mensortir pasir besi dari pasir alam dengan menggunakan magnet hingga berkali-kali. Pasir besi sebanyak 20 gram dilarutkan dengan asam klorida 19 ml diaduk selama 3 jam, kemudian dititrasi menggunakan amonium hidroksida 36 ml hingga terjadi endapan besi pada larutan, semua proses dilakukan pada suhu ruang. Hasil endapan besi dibilas hingga bersih menggunakan aseton dan aquades hingga bersih kemudian dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 6 jam.

2.2 Polimerisasi PANi

Polimerisasi PANi menggunakan metode kimia dengan cara 7,36 gram APS dilarutkan dengan aquades 100 ml diaduk sampai bening kemudian 4,56 gram anilin dilarutkan dengan asam klorida 0,5 M sebanyak 100 ml diaduk selama 30 menit. Hasil dari larutan anilin dengan asam klorida ditetesi sedikit demi sedikit dengan larutan APS sambil diaduk selama 3 jam. Semua proses polimerisasi dilakukan pada temperatur 0 °C, keadaan ini dilakukan dengan cara meletakkan gelas reaksi pada wadah berisi air es. Hasil endapan kemudian dipanaskan pada temperatur 80 °C selama 12 jam.



Gambar 2. Pasta PANi/ Fe_3O_4



Gambar 3. Serbuk nano PANi/ Fe_3O_4

2.3 Polimerisasi PANi/ Fe_3O_4

Secara umum polimerisasi komposit nano PANi/ Fe_3O_4 metodenya sama dengan polimerisasi PANi, hanya pada pembuatan larutan anilin dengan asam klorida juga ditambahkan Fe_3O_4 dengan massa berturut-turut 1 dan 0,5 %. Hasil Polimerisasi PANi/

Fe₃O₄ berbentuk pasta seperti gambar 2 dan setelah dikeringkan berbentuk serbuk seperti gambar 3.

2.4 Pembentukan pelet dan sifat kelistrikan

Hasil polimerisasi PANi/ Fe₃O₄ yang berbentuk serbuk sebagian kita bentuk menjadi pelet dengan menekan menggunakan tangan (manual) hingga terbentuk pelet berdimensi tebal 1 cm dan diameter 2,5 cm.

2.5 Pengukuran konduktivitas listrik

Sifat konduktivitas listrik didapatkan dengan mengukur nilai hambatan dan bentuk geometrinya kemudian dianalisis menggunakan persamaan (2.1)

$$\sigma = l/RA \quad (2.1)$$

σ = konduktivitas listrik ($\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$) atau S/cm

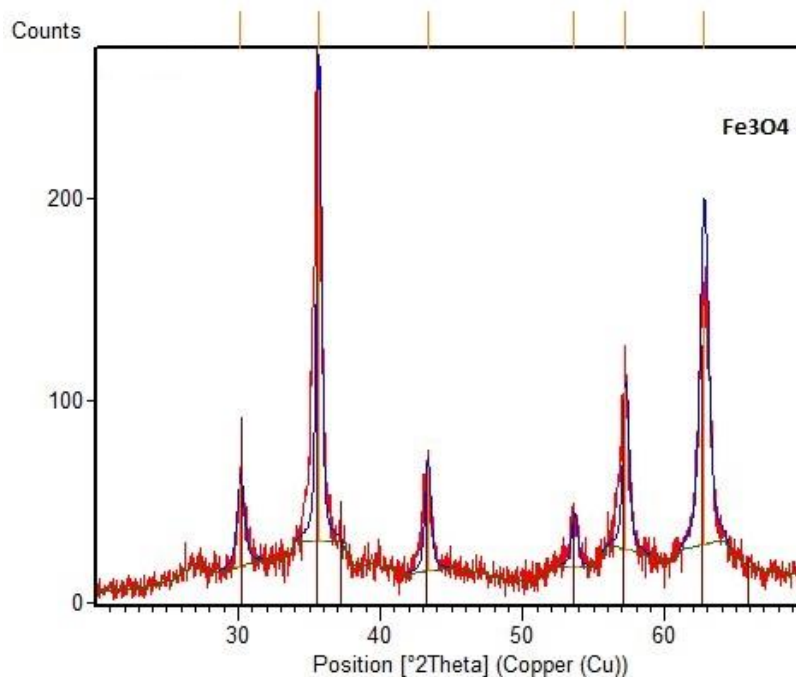
R = Hambatan listrik (Ω)

l = Panjang (cm)

A = Luas penampang (cm^2)

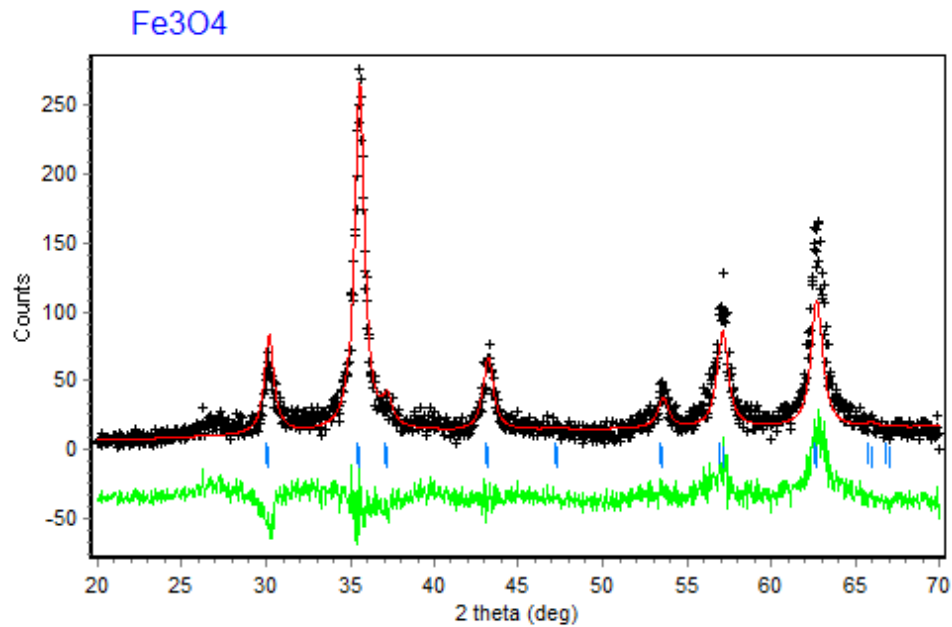
Hasil dan Pembahasan

Pada hasil sintesis Fe₃O₄ terbentuk serbuk berwarna coklat kehitam-hitaman yang mempunyai kemagnetan yang ditandai dengan tertariknya serbuk besi saat didekatkan pada magnet.



Gambar 4. Hasil difraksi sinar X Fe₃O₄

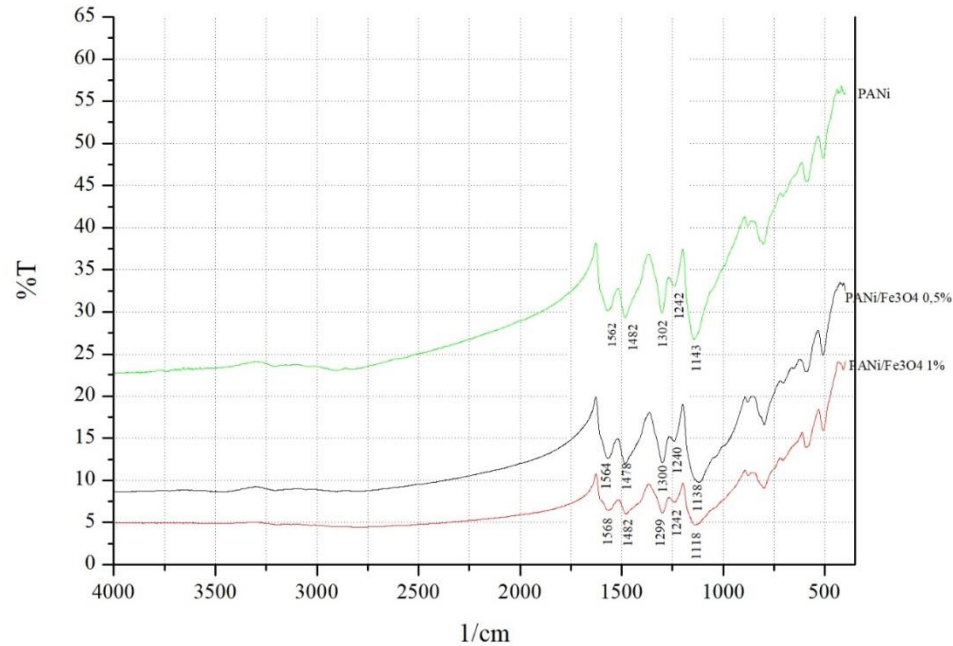
Untuk mengetahui fasa hasil sintesis Fe_3O_4 dilakukan uji dengan XRD *Philips X-pert Multi Purpose Diffractometer System* tipe JEOL-3530 Shimadzu dilakukan pada sudut panjang dengan kecepatan $0,04^\circ 2\theta/s$ dan pada sudut pendek dengan kecepatan $0,02^\circ 2\theta/s$ dengan radiasi yang digunakan Cu ($K\alpha=1,54$ angstrom) dan tegangan 40 kV, 30mA. Hasil pengukuran XRD selanjutnya dianalisis menggunakan software *x'pert Highscore Plus* didapatkan hasil (gambar 4) dengan hasil uji XRD bersesuaian dengan data standar JCPDS magnetite No. 00-019-0629.



Gambar 5. Hasil refinement Fe_3O_4

Ukuran partikel kita analisis lebih lanjut hasil data XRD dengan menggunakan metode Rietveld dan *software* Rietica [8] diperoleh ukuran partikel Fe_3O_4 sebesar 93,3 nm. Metode Rietveld merupakan analisis kuantitatif, metode pencocokan data standar yang telah didapat dari JCPDS dengan data pengukuran dari XRD sehingga kedua data tersebut memiliki kesesuaian menyeluruh, hasil refinement metode Rietveld menggunakan *software* Rietica seperti gambar 5 dengan nilai $\text{GoF} = 1,47$, $\text{Rp} = 23,30$ dan $\text{Rwp} = 33,6$.

Sedangkan pada hasil sintesis PANi dan komposit PANi/ Fe_3O_4 dihasilkan serbuk dengan warna biru kehitam-hitaman dengan semakin tinggi konsentrasi Fe_3O_4 kontrasnya semakin hitam. Untuk mengetahui terbentuknya fasa PANi dan komposit PANi/ Fe_3O_4 diuji dengan FTIR dan bentuk morfologinya menggunakan SEM.



Gambar 6. Spektrum hasil uji FTIR

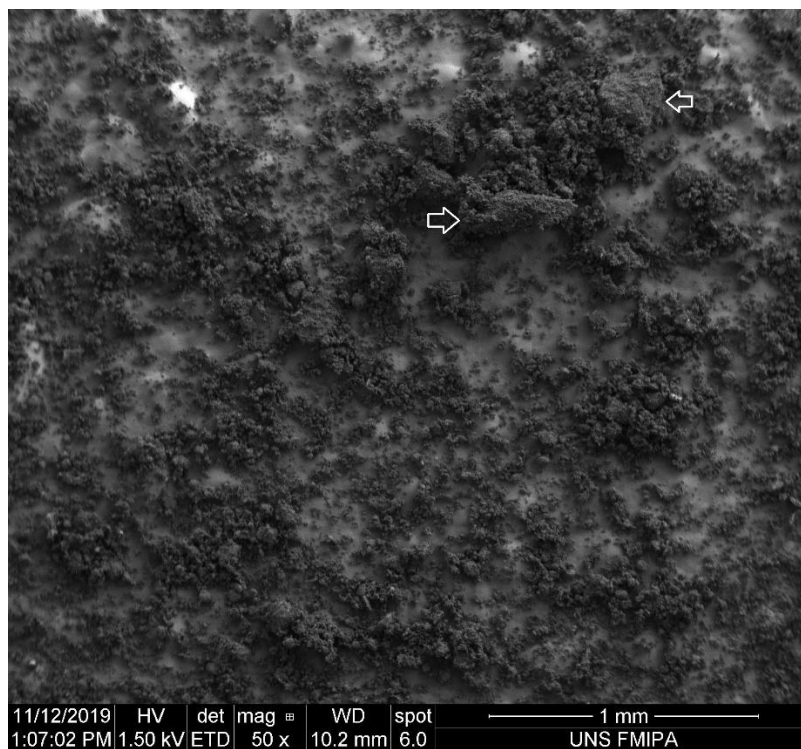
Terlihat dari gambar 6 spektrum transmittan FTIR terbentuk tiga spektrum yang identik. Hal ini menandakan bahwa polimer yang terbentuk hanyalah satu jenis. Pada gambar spektrum teratas kita cocokkan dengan standar daerah bilangan gelombang gugus fungsi IR, didapatkan pita-pita absorpsi karakteristik sampel pada bilangan gelombang 1562 cm⁻¹ dan 1482 cm⁻¹ yang masing-masing ditandai sebagai vibrasi stretching C=C dari cincin-cincin *quinoid* dan cincin-cincin *benzenoid* sebagai *backbone* PANi. Pita-pita absorpsi pada bilangan gelombang 1302 cm⁻¹ dan 1242 cm⁻¹ ditandai sebagai vibrasi *stretching* C-N dari *aromatic amina* sekunder, dengan terbentuknya *backbone* PANi dan gugus *aromatic amina* sekunder dapat disimpulkan bahwa polimer yang terbentuk adalah PANi. Sedangkan absorpsi pada bilangan gelombang 1143 cm⁻¹ bersesuaian dengan vibrasi stretching C=N dari cincin *quinoid* terprotonasi yang menyebabkan PANi menjadi polimer konduktif. Hal ini dapat terjadi karena pada saat monomer anilin terpolimerisasi oksidatif menghasilkan PANi yang terdoping oleh asam protonik HCl sebagai sumber proton (H⁺) sehingga membentuk PANi garam Emeraldin (ES) yang bersifat konduktif atau semikonduktif.

Pada sumbu transmittansi persen terlihat bahwa nilainya semakin mengecil seiring dengan banyaknya konsentrasi doping Fe₃O₄, hal ini diakibatkan semakin besar konsentrasi pendopingan maka akan mengurangi prosentase PANi pada sampel.

Pada spektrum transmittan komposit PANi/ Fe₃O₄ terlihat pita-pita gelombang terserap mengalami 2 perubahan, pergeseran dan pelebaran. Pergeseran pada *backbone* PANi vibrasi *stretching* C=C terjadi pergeseran ke kiri sebesar 2-4 cm⁻¹ bilangan gelombang dan pada cincin *quinoid* sedangkan pada gugus amina aromatic sekunder justru terjadi pergeseran ke

kanan sebesar $1-2 \text{ cm}^{-1}$ bilangan gelombang, perbedaan pergeseran ini diakibatkan oleh besar energi ikat gugus aromatic lebih besar dibanding dengan *stretching* C=C. Sedangkan terjadi pelebaran pada pola vibrasi *stretching* C=N yang mengindikasikan konsentrasi PANi garam Emeraldin semakin tinggi, sehingga meningkatkan nilai konduktivitas PANi.

Hasil morfologi komposit PANi/ Fe_3O_4 terlihat bahwa ada beberapa bagian terjadi aglomerasi seperti bagian yang diberi tanda panah pada gambar 7. Hal ini dapat dipahami karena Fe_3O_4 merupakan bahan ferromagnetik sehingga cenderung saling tarik menarik antar partikelnya. Walaupun ada bagian yang teraglomerasi, secara umum distribusi sebaran komposit PANi/ Fe_3O_4 terdistribusi merata. Hal ini mengindikasikan bahwa komposit PANi/ Fe_3O_4 terbentuk dengan baik.



Gambar 7. Hasil gambar SEM komposit PANi/ Fe_3O_4 doping 1%

Selanjutnya untuk mengetahui konduktivitas dengan mengukur hambatan pada sampel yang telah berbentuk pelet menggunakan LCR meter dan menganalisis menggunakan persamaan (2.1) didapatkan seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil nilai konduktivitas PANi

Polianilin (PANi)	Konduktivitas
PANi Murni	2,1 mS/cm
PANi/ Fe_3O_4 (0,5gram)	2,8 mS/cm
PANi/ Fe_3O_4 (1,0 gram)	3,1 mS/cm

Dari data tersebut terlihat bahwa nilai konduktivitas cenderung meningkat saat konsentrasi pendopongan Fe_3O_4 diperbesar. Hasil ini seperti yang kita asumsikan karena Fe_3O_4 sendiri merupakan konduktor yang lebih bagus dari PANi, sehingga Fe_3O_4 akan meningkatkan sifat konduktivitasnya. Akan tetapi pada batas tertentu pendopongan Fe_3O_4 tidak meningkatkan nilai konduktivitasnya karena sifat Fe_3O_4 yang cenderung beraglomerasi [9].

Kesimpulan

Penelitian ini berhasil membuat polimer nano komposit PANi/ Fe_3O_4 konduktif. Nilai konduktivitas polimer membesar sesuai dengan meningkatnya konsentrasi besi oksida yang ditambahkan dengan nilai konduktivitas tertinggi sebesar 3,1 mS/cm pada penambahan konsentrasi besi oksida 1,0 %.

Ucapan Terima Kasih

Segala puji bagi Allah, tuhan pencipta alam raya, yang telah memberikan kelapangan dalam menyelesaikan jurnal ini, tak lupa saya haturkan terima kasih kepada Dr. Abdul Wahib dan selaku pimpinan Universitas atas bantuan pendanaan dan motivasinya dalam terlaksananya penelitian dan penulisan jurnal ini.

Daftar Pustaka

- [1] J. Xu, J. Ding, X. Zhou, Y. Zhang, W. Zhu, Z. Liu, S. Ge, N. Yuan, S. Fang & R.H. Baughman (2017). Enhanced rate performance of flexible and stretchable linear supercapacitors based on Polyaniline/Au/carbon nanotube with ultrafast axial electron transport, *J. Power Sources* 340 302-308, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jpowsour.2016.11.085>
- [2] A. Eftekhari, Lei Li & Yang Yanga (2017). Polyaniline supercapacitors, *Journal of Power Sources* 347 86-107, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jpowsour.2017.02.054>
- [3] D. Dhawale, A. Vinu & C. Lokhande (2011). Stable nanostructured polyaniline electrode for supercapacitor application, *Electrochim. Acta* 56 9482-9487, <http://dx.doi.org/10.1016/j.electacta.2011.08.042>
- [4] T. Liu, L. Finn, M. Yu, H. Wang, T. Zhai, X. Lu, Y. Tong & Y. Li (2014). Polyaniline and polypyrrole pseudocapacitor electrodes with excellent cycling stability, *Nano Lett.* 14 2522-2527, <http://dx.doi.org/10.1021/nl500255v>.
- [5] J. Arjomandi, J. Y. Lee, R. Movafagh, H. Moghanni-Bavil-Olyaei, M.H Parvin (2017). Polyaniline/aluminum and iron oxide nanocomposites supercapacitor electrodes with high specific capacitance and surface area, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, S1572-6657 30967-0, <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2017.12.086>
- [6] L. Wang, T. Wu, S. Du, M. Pei, W. Guo & S. Wei (2016). High performance supercapacitors based on ternary graphene/Au/polyaniline (PANI) hierarchical nanocomposites, *RSC Adv.* 6 1004-1011, <http://dx.doi.org/10.1039/c5ra23549a>
- [7] S. Uppugalla, U. Male & P. Srinivasan (2014). Design and synthesis of heteroatoms doped carbon/polyaniline hybrid material for high performance electrode in

- supercapacitor application, *Electrochim. Acta* 146 242-248, <http://dx.doi.org/10.1016/j.electacta.2014.09.047>
- [8] Indra Wulan. A, (2015). Characterization of line broadening and 2 θ correction in x-ray diffraction analysis. Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya. <https://repository.its.ac.id/71784/1/1113201044-Master%20Thesis.pdf>
- [9] S. Radhakrishnan, S. Prakash, C.R.K. Rao & M. Vijayan (2009). Organically soluble bifunctional PolyanilineMagnetite composites for sensing and supercapacitor applications, *Electrochem. Solid State Lett.* 12 A84, <http://dx.doi.org/10.1149/1.3074315>
- [10] R. H. Wibawanto (2012). Elektropolimerisasi film polianilin dengan metode galvanostatik dan pengukuran laju pertumbuhannya . Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya. <http://digilib.its.ac.id/public/ITS-Master-20733-Paper-1035787.pdf>
- [11] M.M. Mezgebe, Z. Yan, Gang Wei, S. Gong, F. Zhang, S. Guang & H. Xu (2017). 3D graphene-Fe₃O₄-polyaniline, a novel ternary composite for supercapacitor electrodes with improved electrochemical properties. *Materials Today Energy* 5 164-172. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mtener.2017.06.007>
- [12] Prasanna.B.P, Avadhani.D.N, Raghu.M.S & Yogesh.K.K (2017). Synthesis of polyaniline/ α -Fe₂O₃ nanocomposite electrode material for supercapacitor applications, *Materials Today Communications*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.mtcomm.2017.07.002>
- [13] A. D. Sumaryanto (2017). Sintesis dan karakterisasi komposit PANi/CuO untuk aplikasi sensor pestisida, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya. <https://repository.its.ac.id/43626/>

Pengaruh Pemanasan pada Struktur Kristal dan Sifat Kemagnetan Fe_3O_4 dari Pasir Besi

Abd Basith, Achmad Taufiq, Sunaryono, dan Darminto*
Jurusan Fisika-FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 61111

Intisari

Nano partikel magnetit telah disintesis dari pasir besi dengan menggunakan metode kopresitasi pada temperatur ruang dan dipanaskan. Struktur kristal, ukuran partikel dan sifat kemagnetan dikarakterisasi dengan XRD dan VSM. Hasil dari analisis didapatkan magnetit mengalami transisi fasa dan struktur pada temperatur 500°C , parameter kisi bernilai (3,34 - 3,38) Å, ukuran partikel magnetite bernilai (11,48 - 13,45) nm dan nilai dari magnetik saturasi untuk sampel dengan temperatur sintering 100°C dan 400°C berturut-turut adalah 35 emu/g dan 65 emu/g.

KATA KUNCI: ferrimagnetik, magnetite, sifat kemagnetan, sintering

I. PENDAHULUAN

Magnetit (*magnetite*), Fe_3O_4 , merupakan bahan ferrimagnetik yang berstruktur kubik invers-spinel dan termasuk dalam bahan ferrimagnetik yang sangat penting, karena dari magnetit tinjauan teori bahan ferrimagnetik dapat dipahami [1]. Dalam ukuran nano partikel, magnetit bersifat superparamagnetik, memiliki nilai medan koersivitas yang tinggi dan temperatur Curie yang rendah [2]. Didukung dengan sifat-sifat yang lain, seperti sifatnya yang tak beracun (*non-toxin*) dan tak adanya penolakan dalam tubuh (*biocompatible*). Magnetit dapat digunakan sebagai sistem pengangkutan obat-obatan [3], agen pencerah pada MRI (*magnetic resonance imaging*) [4] dan agen pelokalisir dalam kemoterapi [5]. Magnetit yang dicampurkan pada bahan dapat meningkatkan kualitas dari bahan, biosensor, pelapisan magnetite yang dicampur dengan glukosa oksida pada biosensor dapat meningkatkan sensitifitas dari sensor dan meningkatkan resistifitasnya [6] sedangkan magnetite cair (*ferrofluid*) yang ditambahkan pada minyak oli dapat menurunkan temperatur dan tekanan pada mesin [7].

Sifat-sifat magnetit terutama ukuran partikel, penyebaran partikel dan respon terhadap medan magnet sangatlah mempengaruhi dari aplikasi magnetite. Sehingga beberapa metode telah dilakukan untuk membuat magnetite nano partikel seperti mereduksi hematite (Fe_2O_3) dengan senyawa karbon oksida (CO/CO_2) [8] atau helium H_2 [9], hidrothermal [10], kopresitasi [11] dan teknik sol-gel [12]. Dalam metode kopresitasi biasanya sumber ion besi (Fe) berasal dari $FeCl_2$, $FeCl_3$ atau $FeSO_4$, akan tetapi ada pula yang menggunakan pasir besi [13]. Hasil akhir magnetit dengan menggunakan metode kopresitasi ditentukan beberapa parameter, beberapa variasi parameter yang telah dilakukan adalah pH [14], lama pengadukan [15] dan temperatur dan lama pemanasan [16, 17].

Dalam penelitian ini digunakan parameter-parameter kon-

stan dengan nilai parameter tersebut didapat dari penelitian pendahuluan dan temperatur pada saat kopresitasi adalah temperatur ruang sedangkan parameter yang divariasikan hanyalah temperatur sintering untuk mengetahui struktur kristal, ukuran partikel dan sifat kemagnetan magnetite nano partikel.

II. METODOLOGI PENELITIAN

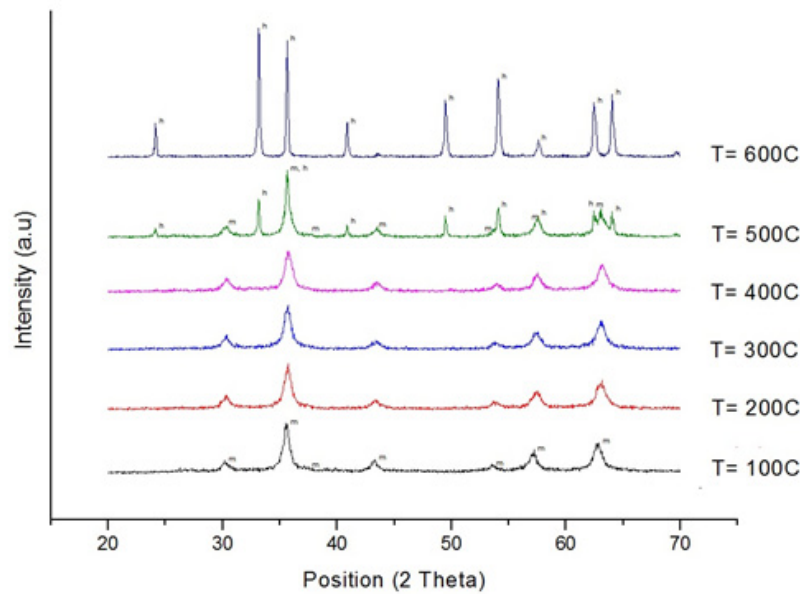
Bahan utama dalam penelitian adalah pasir besi dari pantai Sine Tulungagung, HCl, NaOH dan aquades. Pasir besi dilarutkan kedalam HCl saring dengan kertas saring, diambil larutan hasil penyaringan kemudian dititrasi dengan NaOH secara perlahan. Dipisahkan endapan dengan sisa titrasi dengan aquades dan endapan dikeringkan menggunakan magnetik-striler. Setelah mengering magnetite disintering dengan temperatur 100, 200, 300, 400, 500 dan 600°C selama 3 jam.

Karakterisasi komposisi fasa dan struktur kristal menggunakan XRD (*X-ray diffraction*) PHilips X-Pert Multi Purpose Diffractometer System (JEOL-3530 Shimadzu). Sifat kemagnetan menggunakan VSM (*vibrating sample magnetometer*).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Data hasil penelitian diperoleh dari data uji XRD dan VSM. Data hasil uji XRD dianalisis menggunakan perangkat lunak *X'pert High Score Plus* untuk mengetahui kandungan fasa, sedangkan untuk mengetahui parameter kisi dan ukuran kristal dianalisis menggunakan perangkat lunak *MAUD*. Data dari hasil uji VSM dianalisis menggunakan perangkat lunak *origin* untuk membuat kurva histerisis dan mengetahui besaran-besaran kemagnetan dari bahan, seperti magnetisasi saturasi (M_s), magnetisasi remanen (M_r) dan medan koersivitas (H_c). Pola difraksi hasil pengujian sampel Fe_3O_4 dengan XRD ditunjukkan pada Gambar 1.

*E-MAIL: darminto@physics.its.ac.id



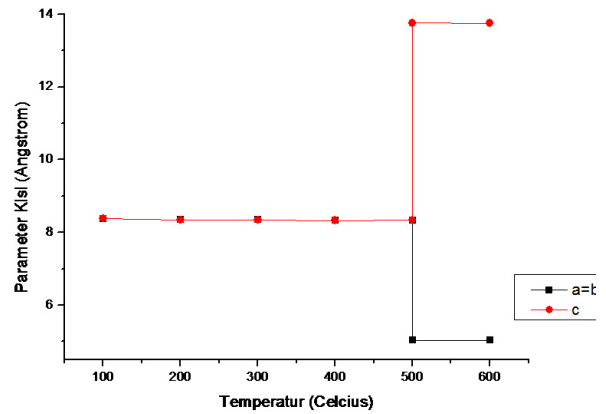
Gambar 1: Pola difraksi serbuk Fe₃O₄ yang dipanaskan.

Analisis *match* menggunakan perangkat lunak *X'pert High Score Plus* untuk semua sampel menghasilkan pola difraksi yang sama dengan pola difraksi Fe₃O₄ JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) no. 19-0629, kecuali pada pemanasan 500°C yang ditemukan adanya pola difraksi tambahan yang terdaftar pada JCPDS dengan no. 24-0072 milik $\alpha - Fe_2O_3$, sedangkan pada temperatur 600°C sampel hanya mempunyai pola difraksi milik $\alpha - Fe_2O_3$.

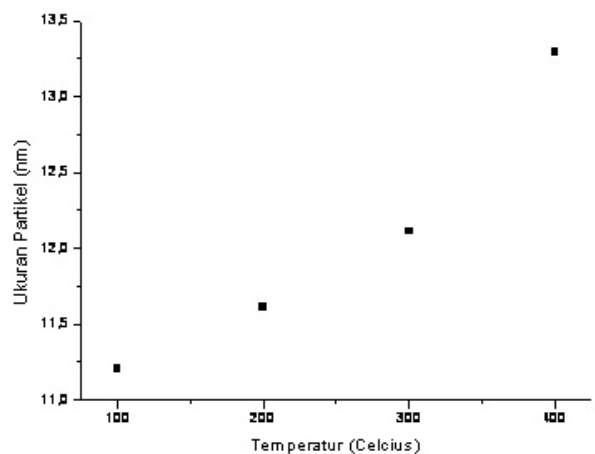
Hasil refinement data XRD dengan software *MAUD* dapat dilihat pada Gambar 2 dan 3. Dari analisis *MAUD* pada temperatur pemanasan antara 100 - 400°C kita dapatkan hasil magnetit berstruktur kubik spinel invers dengan nilai parameter kisi a = 8,356 Å dengan ralat nilai antara 0.01 - 0.02 Å, hasil ini bersesuaian dengan literatur yang telah ada sebelumnya [10, 11]. Pada temperatur pemanasan 500 C memiliki parameter kisi a = 8,372 Å dan sebagian sampel telah bertransisi menjadi hematit berstruktur kristal trigonal dengan parameter kisi a = b = 5,214 Å dan c = 13,867 Å. Sedangkan pada temperatur pemanasan 600°C parameter kisi a = b = 5,221 Å dan c = 13,877 Å.

Ukuran partikel pada sampel magnetit mengalami pertumbuhan seiring dengan bertambahnya temperatur pemanasan, hal ini seperti yang kita perkirakan dengan bertambahnya temperatur juga akan meningkatkan energi difusi pada atom-atom sehingga terjadi pertumbuhan partikel. Secara teori pertumbuhan partikel berbanding lurus terhadap temperatur secara eksponensial [18]. Ukuran terkecil pada bahan magnetit adalah 11,48 nm dan terbesar 13,45 nm, sedangkan pada bahan hematite adalah 93,35 nm pada pemanasan 500°C dan 116,47 nm pada pemanasan 600°C.

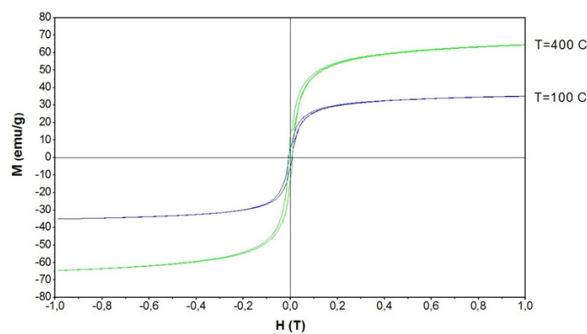
Hasil pengujian sampel Fe₃O₄ dengan VSM ditunjukkan pada Gambar 4, kurva histeresis berbentuk simetri dan mengalami saturasi yang menandakan bahan ferrimagnetik [19]. Nilai medan koersivitas hampir nol pada sampel pemanasan



Gambar 2: Parameter kisi serbuk Fe₃O₄ yang dipanaskan



Gambar 3: Ukuran partikel serbuk Fe₃O₄ yang dipanaskan



Gambar 4: Grafik histeresis serbuk Fe_3O_4 yang dipanaskan

100°C , yang merupakan sifat dari bahan superparamagnetik. Hal ini bersesuaian dengan teori magnetik domain tunggal, pada saat bahan berdomain tunggal dan berukuran antara 3-11 nm akan bersifat superparamagnetik [2].

Nilai saturasi untuk sampel dengan pemanasan 100°C dan 400°C berturut-turut adalah 35 emu/g dan 65 emu/g, hasil ini lebih kecil dibandingkan dengan metode kopresitasi dengan modifair (50,61 emu/g) [19] dan Fe_3O_4 bulk (90,0 emu/g) [20]. Sedangkan bila kita bandingkan dengan penelitian metode kopresitasi dengan bahan dasar pasir besi (4,5 emu/g) [13], kita dapatkan hasil yang lebih besar 8 kalinya.

Bila dibandingkan hasil pada sampel dengan 100°C dan 400°C , maka didapatkan berbanding lurus antara besar ukuran kristal dengan nilai saturasinya, akan tetapi hubungan ukuran partikel dengan nilai saturasinya belum dapat di kalkulasi secara tepat. Untuk bahan domain tunggal dapat didekati dalam matematis sederhana dengan menambahkan suatu konstanta dalam persamaan nilai saturasi dengan ukuran kristal [1]. Pada sampel dengan pemanasan 100°C dengan ukuran partikel 11,48 nm nilai saturasi bernilai 35 emu/g. sampel dengan pemanasan 400°C dengan ukuran partikel 13,45 nm, naik 1,5% dari sampel dengan pemanasan 100°C mengalami kenaikan nilai saturasi hampir 200% menjadi 65 emu/g.

IV. SIMPULAN

1. Magnetit mengalami transisi fasa dan struktur bila disintering pada temperatur 500°C .
2. Nilai saturasi pada magnetit yang dipanaskan pada temperatur 100°C dan 400°C berturut-turut adalah 35 emu/g dan 65 emu/g.
3. Nilai saturasi akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur sintering.

-
- [1] B.D. Cullity, C.D. Graham, *Introduction to Magnetic Materials* (2nd Edition, Wiley and Sons, Inc, 2008)
- [2] J.M.D. Coey, *Magnetism and Magnetic Materials* (Cambridge University Press, New York, 2009)
- [3] Q. Li, *et al.*, *Exp Therm Fluid Sci*, **30**, 109 (2005).
- [4] J.Q. Cao, *et al.*, *J. Magn Magn Mate*, **277**, 165 (2004).
- [5] A. Jordan, *et al.*, *J. Magn Magn Mate*, **194**, 185 (1999).
- [6] B.W. Lu, W.C. Chen, *J. Magn Magn Mate*, **304**, e400 (2006).
- [7] Y.S. Kim, Y.H. Kim, *J. Magn Magn Mate*, **267**, 105 (2003).
- [8] L.S. Darken, R.W. Gurry, *J. Am. Chem. Soc.*, **68**, 798 (1946).
- [9] V. Osterhout, *Magnetic Oxides* (in: D.S. Craik (Ed.), John Wiley & Sons, New York, 1975, pp. 700).
- [10] R. Fana, *et al.*, *Material Research Bulletin*, **35**, 497 (2001).
- [11] G. Visalakshi, *et al.*, *Mater. Res. Bull.* **28**, 829(1993).
- [12] Y.T. Qian, *et al.*, *Mater. Res. Bull.*, **29**, 953 (1994).
- [13] A. Taufiq, *Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{O}_4$ Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2008.
- [14] M.N. Cholishoh, *Sintesis partikel nano Fe_3O_4 dari $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan metode kopresipitasi dalam pH bervariasi*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2011.
- [15] D. Prasetia, *Efek pengadukan dan variasi PH pada sintesis Fe_3O_4 dari pasir besi dengan metode koresitasi*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2011.
- [16] M. Ghufron, *Pengaruh suhu dan waktu pemanasan pada pembentukan nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$* , Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2010.
- [17] N. Masruroh, *Sintesis dan karakterisasi struktur komposit nano $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$* , Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya, 2009.
- [18] Chiang, *et al.*, *Physical ceramics* (John Wiley & sons, Inc., New York, 1997)
- [19] Y. Wei, *et al.*, *Procedia engineering*, **27**, 632 (2012).
- [20] K. Tao, *et al.*, *Colloids Surf*, **320**, 115 (2008).