

Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI) Volume 13 Nomor 2 Tahun 2024, hal 45-50

SINTESIS DAN KARAKTERISASI PANI/Fe₃O₄ MENGGUNAKAN Fe₃O₄ DARI PASIR BESI GUNUNG GALUNGGUNG JAWA BARAT

¹Ema Rahmawati, ²Nugrahani Primary Putri

¹Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: ema.20040@mhs.unesa.ac.id
²Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: nugrahaniprimary@unesa.ac.id

Abstrak

Pasir besi dari letusan gunung berapi memiliki kandungan magnetik Fe₃O₄ yang tinggi sehingga memiliki nilai ekonomi yang baik dan dapat dimanfaatkan sebagai penyerap gelombang, bahan elektroda dan lain sebagainya. Akan tetapi Fe₃O₄ memiliki sifat listrik yang kurang baik, sehingga perlu diberi tambahan bahan polimer yang dapat memperbaiki sifat listriknya. Bahan polimer tersebut salah satunya adalah polianilin (PANI). Polianilin merupakan bahan polimer yang memiliki sifat fisik dan kimia yang unik, terutama sifat listriknya. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui struktur kristal, ukuran kristal dan energi *band gap* dari PANI/Fe₃O₄. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan menganalisis sifat listrik PANI/Fe₃O₄. Pembuatan PANI/Fe₃O₄ dilakukan menggunakan metode polimerisasi in-situ. Untuk mengetahui fasa struktur kristal dan ukuran kristal dilakukan karakterisasi menggunakan XRD. Sedangkan untuk mengetahui sifat listrik PANI/Fe₃O₄ dilakukan karakterisasi dengan spektrofotometer Uv-Vis. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa Fe₃O₄ memiliki struktur kristal terbentuk kubik dengan rata-rata ukuran kristal 15.40 nm, selain itu didapatkan nilai bandgap PANI sebesar 2.9 eV dan PANI/Fe₃O₄ sebesar 2.56 eV. Berdasarkan hasil penelitian dapat diketahui bahwa PANI/Fe₃O₄ merupakan bahan semikonduktor karena berada pada rentang 0.3-4 eV.

Kata Kunci: PANI/Fe₃O₄, *Band gap*, Semikonduktor

Abstract

Iron sand from volcanic eruptions has a high magnetic content of Fe₃O₄ so that it has good economic value and can be used as a wave absorber, electrode material and so on. However, Fe₃O₄ has poor electrical properties, so it needs to be given additional polymeric materials that can improve its electrical properties. One of these polymeric materials is polyaniline (PANI). Polyaniline is a polymer material that has unique physical and chemical properties, especially its electrical properties. The purpose of this research is to determine the crystal structure, crystal size and band gap energy of PANI/Fe₃O₄. This research was conducted with the aim of analyzing the electrical properties of PANI/Fe₃O₄. PANI/Fe₃O₄ was prepared using in-situ polymerization method. To determine the phase of crystal structure and crystal size, characterization was done using XRD. Meanwhile, the electrical properties of PANI/Fe₃O₄ were characterized by Uv-Vis spectrophotometer. The characterization results show that Fe₃O₄ has a cubic crystal structure with an average crystal size of 15.40 nm, in addition to the PANI bandgap value of 2.9 eV and PANI/Fe₃O₄ of 2.56 eV. Based on the results, it can be seen that PANI/Fe₃O₄ is a semiconductor material because it is in the range of 0.3-4 eV.

Keywords: PANI/Fe₃O₄, *Band gap*, Semiconductor

I. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu negara yang berada di wilayah *ring of fire* karena berada pada pertemuan tiga lempeng tektonik Indo-Australia, Eurasia dan Lempeng Pasifik. Keadaan geografis menyebabkan Indonesia dikelilingi gunung api yaitu sejumlah 129 gunung berstatus aktif dan 500 gunung berstatus tidak aktif Gosal et al., (2018). Abu vulkanik gunung berapi dapat mengandung unsur logam dan unsur mikro lainnya (Tarigan Agustoni., 2015). Dampak dari adanya letusan gunung api tersebut menyebabkan adanya material pasir besi magnetik di sekitar kawasan gunung berapi yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan Fe_3O_4 . Pasir besi memiliki manfaat diantaranya sebagai bahan baku pabrik baja dan sebagai magnet yang diambil dari bijih besinya. Selama ini pasir besi hanya dimanfaatkan sebagai bahan baku semen dalam pembuatan beton, sehingga pasir besi memiliki nilai ekonomi yang rendah. Pasir besi dari letusan gunung yang memiliki kandungan magnetik seperti Fe_3O_4 yang tinggi dapat diolah sehingga menghasilkan produk yang memiliki nilai ekonomi lebih tinggi. Besarnya jumlah persediaan pasir besi menunjang sintesis bahan Fe_3O_4 . Pada umumnya, pasir besi mempunyai komposisi utama besi oksida yaitu magnetit (Fe_3O_4), hematit (α - Fe_2O_3), maghemit (γ - Fe_2O_3) (Arsyad et al. 2018). Sifat oksida Besi Oksida (FeO) atau *wurtzite* berbentuk mineral, bubuk berwarna hitam menyebabkan material tersebut mudah terbakar dan dapat menimbulkan ledakan. Besi (II) Oksida (Fe_2O_3) atau bijih besi maghemite berbentuk mineral, Fe_2O_3 dapat dijadikan sebagai lapisan dalam media audio dan komputer setelah dimurnikan, dalam lingkungan yang kering atau alkali juga dapat digunakan sebagai komponen utama lapisan cat. Sifat oksida besi lainnya yaitu Besi (III) Oksida (Fe_3O_4) yang merupakan oksida logam dengan magnetisasi sangat kuat. Hefdea dan Rohmawati, (2020), telah berhasil mensintesis pasir besi magnetik yang berasal dari Tulungagung dengan metode kopresipitasi. Metode tersebut menghasilkan butiran Fe_3O_4 berdimensi nanopartikel dengan ukuran partikel sebesar 8,57 nm. Sifat kemagnetan Fe_3O_4 berbanding terbalik dengan sifat listriknya. Penelitian yang dilakukan oleh Deriyana et al., (2015) dengan material berupa PANI/ Fe_3O_4 menghasilkan nilai konduktivitas sebesar 2.5×10^{-3} . Sifat listrik Fe_3O_4 perlu diperbaiki dengan adanya penambahan material tertentu yang memiliki konduktivitas tinggi, seperti polianilin.

Polimer konduktif seperti polianilin (PANI) merupakan material yang tersusun dari monomer anilin ($C_6H_5NH_2$) yang merupakan turunan dari *benzene*, dimana pada atom H digantikan dengan rantai gugus NH_2 . Anilin termasuk dalam jenis polimer *hidrokarbon hidrofobik* karena memiliki sifat yang sulit larut dalam air. PANI terdiri dari cincin *benzoid* dan *quinoid* yang dihubungkan dengan atom hidrogen melalui ikatan amina ($-NH-$) dan imina ($-N=$). Cincin *benzoid* akan berubah menjadi cincin *quinoid* apabila bereaksi dengan zat oksidatif sehingga konduktivitas PANI menjadi meningkat. Sedangkan pada cincin *quinoid* akan berubah menjadi *benzoid* apabila bereaksi dengan zat reduktif sehingga konduktivitas PANI menjadi berkurang (Wardiyati et al, 2018). Polianilin (PANI) dapat dijadikan bahan untuk banyak aplikasi yang dapat menggantikan logam dan semikonduktor. Hal ini dikarenakan PANI memiliki konduktivitas listrik, densitas rendah dan pembuatan yang mudah. Nilai konduktivitas PANI dipengaruhi oleh jenis dopan yang digunakan, seperti asam kuat (HCl) yang dapat menyebar pada rantai PANI. Adanya dopan Asam kuat dapat meningkatkan konduktivitas listrik dari PANI Wulandari & Putri, (2021). Polianilin (PANI) merupakan salah satu dari keluarga polimer konduktif dengan beberapa kelebihan, antara lain proses sintesis yang mudah dan stabilitas yang tinggi. PANI memiliki konduktivitas listrik yang masuk pada rentang semikonduktor, sehingga dapat diaplikasikan sebagai baterai sekunder, sensor kimia, sensor gas, anti korosi, dan aplikasi bidang optoelektronik lainnya.

II. METODE

A. Rancangan Penelitian

Pada penelitian ini menggunakan metode polimerisasi in situ. Pembuatan Fe_3O_4 berbahan dasar pasir besi yang didapat dari gunung Galunggung Jawa Barat diawali dengan membuat larutan NaOH sebanyak 48ml. Larutan NaOH dibuat dengan melarutkan NaOH sebanyak 48 g ke dalam aquades sebanyak 77 ml. Lalu distirer dengan kecepatan 400 sampai 500 rpm. Selanjutnya, Fe_3O_4 dibuat dengan menggunakan 20 g pasir magnetik yang telah dimagnetisasi sebanyak 10 kali yang dilarutkan dengan 37 % HCl yaitu sebanyak 53 ml yang distirer dengan kecepatan 6 sampai 7 rpm dengan suhu $70^\circ C$ hingga berubah warna menjadi kuning kencer dan homogen. Setelah itu larutan pasir magnetik disaring dengan bagian atas tabung erlenmeyer diberi tutup corong kaca yang dibalut dengan aluminium foil. Hasil

saringan tersebut diambil filtratnya lalu di stirrer dengan suhu 70°C dengan kecepatan 400-500rpm. Setelah itu, larutan ditetesi NaOH sebanyak 48 ml hingga warnanya berubah menjadi hits am pekat. Lalu larutan tersebut dicuci dengan aquades sebanyak 10 kali dengan kondisi ditutupi oleh aluminium foil sampai pH yang diperoleh netral. Setelah itu, larutan disaring menggunakan kertas saring yang ditutup dengan keramik dan dilapisi aluminium foil. Terakhir, untuk mendapatkan Fe₃O₄ yaitu dengan mengoven pada suhu 100°C selama 3 jam. Sedangkan untuk pembuatan PANI/Fe₃O₄ dilakukan dengan melarutkan 0,434 g Fe₃O₄ hingga homogen dan dilanjutkan pengadukan dengan ultrasonik selama 1 jam, setelah itu Kembali distirer selama 2 jam dengan suhu 90°C. Kemudian larutan dibiarkan pada suhu ruang hingga dingin. Setelah itu, aniline 4,5 ml ditambahkan kedalam larutan bersama dengan larutan 50 ml aquades dan 5,71 g *Ammonium Persulfate* (APS) dengan HCl 1 M dan diendapkan selama 24 jam. Terakhir, komposit PANI/Fe₃O₄ dicuci dengan etanol dan aquades lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60°C

B. Teknik Pengumpulan dan Pengolahan Data

Serbuk Fe₃O₄ dan PANI/Fe₃O₄ yang sudah dibuat dilakukan uji karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* bertujuan untuk mengidentifikasi fasa bahan kristal dan mengidentifikasi unit suatu bahan. Hasil dari pengujian XRD berupa difraktogram yang dapat digunakan untuk menentukan fasa kristalin yang terdapat dalam suatu Sampel. Fasa yang didapatkan dianalisis kuantitatif menggunakan *software Match!* Dengan mencocokkan puncak-puncak difraksi. Selain itu dilakukan analisis sifat listrik dengan karakterisasi menggunakan spektrofotometer Uv-vis menggunakan teknik perhitungan *Tauc Plot* untuk mendapatkan nilai *band gap*. Perhitungan tersebut dapat dilihat sebagai berikut:

$$\alpha = 2.303 \times A \dots \dots \dots (\text{Pers 1})$$

$$hv = \frac{1.240}{\text{Wavelength}} \dots \dots \dots (\text{Pers 2})$$

$$Eg = (\alpha \times hv)^2 \dots \dots \dots (\text{Pers 3})$$

Dengan α adalah koefisien absorpsi, A adalah absorbansi, hv adalah energi, dan Eg adalah energi *band gap*. Hasil data tersebut kemudian di *plotting* menggunakan *software* origin untuk mendapatkan grafik *band gap*.

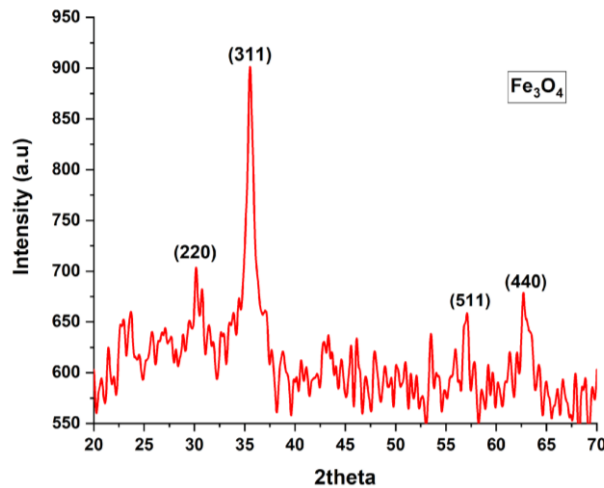
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Sintesis Fe₃O₄

Sintesis Fe₃O₄ berbahan dasar pasir besi magnetik dari gunung Galunggung, Jawa Barat dimulai dengan magnetisasi pasir besi yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor pada pasir besi magnetik. Magnetisasi ini dilakukan agar pasir besi yang mengandung magnetik dapat tertarik oleh badan magnet. Selanjutnya, pasir besi yang sudah dimagnetisasi akan dicuci dengan aquades lalu dikeringkan dibawah sinar matahari. Sintesis pasir besi magnetik menjadi Fe₃O₄ dilakukan dengan melarutkan pasir hingga berwarna kuning kencur. Larutan tersebut disaring dengan *double layer* kertas saring dan diambil filtratnya. Saat disaring, bagian atas kertas saring ditutup dengan aluminium foil dan tutup kaca agar tidak teroksidasi. Filtrat berwarna kuning bening menunjukkan bahwa Fe₃O₄ tersebut tidak teroksidasi. Selanjutnya, larutan NaOH ditetaskan ke dalam filtrat pasir besi sehingga berubah warna menjadi hitam pekat, larutan tersebut dicuci dengan aquades sebanyak 10 kali hingga mendapatkan pH 7. Penghilangan logam berat pada larutan diindikasikan dengan parameter PH karena dapat mempengaruhi hasil adsorpsi. Pada PH 7-8 terjadi pemulihan ekstraksi yang meningkat dan berada pada nilai maksimum (Elias dan Moslem., 2020). Pada pencucian 1-5x PH yang didapatkan yaitu 11-13, sedangkan setelah pencucian sebanyak 10x PH yang didapatkan yaitu 7. Selain itu, larutan perlu dikondisikan pada PH 7-8 agar didapatkan partikel Fe₃O₄ yang lebih murni (Ika et al., 2016). Hasil sintesis pasir besi magnetik berupa serbuk Fe₃O₄ berwarna hitam kecoklatan.

B. X-Ray Diffraction (XRD)

Identifikasi fasa diperlukan untuk mengetahui hasil sintesis tersebut termasuk Fe₃O₄ atau lainnya. Identifikasi fasa dilakukan dengan menguji *X-Ray Diffraction* XRD pada sudut 2 theta. Berikut merupakan hasil XRD dari Fe₃O₄.

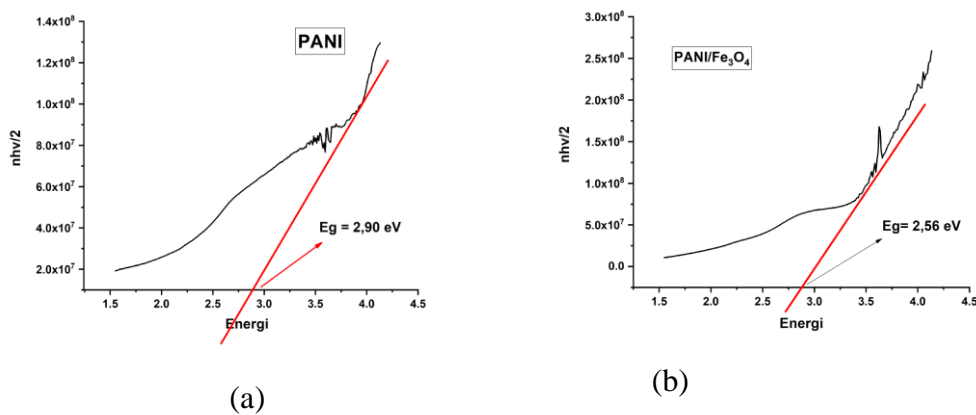


Gambar 4.1 Hasil XRD Fe₃O₄ dari pasir besi magnetik gunung Galunggung, Jawa Barat

Pada Gambar 4.1 menunjukkan adanya kemunculan sudut difraksi pada sudut 2 theta 31.03°, 35.35°, 58.59°, 62.08 ° yang memiliki kecocokan dengan fasa magnetit Fe₃O₄ yang sesuai dengan kode PDF 96-900-5839. Selain itu, ditemukan bahwa dalam sintesis Fe₃O₄ ini menghasilkan struktur kristal kubik dengan fasa *magnetite*. Rata-rata ukuran kristal dihitung dengan persamaan *schreer* didapatkan bahwa Fe₃O₄ dari pasir gunung Galunggung, Jawa barat memiliki rata-rata 15.40 nm, ukuran kristal yang dihasilkan pada sintesis ini lebih kecil dibandingkan ukuran kristal Fe₃O₄ dari pasir Sungai Jambi pada penelitian Restianingsih et al., (2024) yang menghasilkan ukuran kristal 42.5 nm. Pada penelitian Restianingsih et al., (2024) sintesis Fe₃O₄ dilakukan dengan metode interfasal, sedangkan pada penelitian ini sintesis Fe₃O₄ dilakukan dengan metode kopresipitasi.

C. Spektrofotometer Uv- Vis

Selain dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, karakterisasi lain dilakukan dengan UV-Vis. Pengujian Uv-Vis digunakan untuk melihat besarnya nilai *band gap* pada sampel. Hasil pengujian Uv-Vis berupa besarnya nilai absorpsi akibat dari perpindahan elektron pada sampel. Sampel pada pengujian Uv-Vis harus berupa cairan, untuk memenuhi persyaratan tersebut maka sampel serbuk dari PANI dan PANI/Fe₃O₄. Sebanyak 0,05 gram dan dilarutkan kedalam 50 ml aquades lalu distirer 30 menit dan diultrasonik selama 30 menit hingga homogen. Pengujian Uv-vis dilakukan pada rentang panjang gelombang 300 nm hingga 800 nm. Berikut hasil pengujian nilai bandgap:



Gambar 4.2 Hasil perhitungan nilai bandgap (a)PANI, (b)PANI/Fe₃O₄

Pada Gambar 4.2 (a) dengan bahan PANI murni menunjukkan nilai *band gap* yang cukup besar, pada penelitian Balakumar dan Prakash., 2018 menunjukkan energi bandgap PANI murni sebesar 2.7 eV. Sedangkan pada Gambar 4.2 (b) setelah PANI ditambah dengan Fe₃O₄ mengalami penurunan *bandgap*. Adanya penambahan Fe₃O₄ dapat menyempitkan celah energi, karena adanya pertambahan ion sehingga kecenderungan pergeseran panjang gelombang pembawa muatan bebas bertambah banyak untuk mencapai pita konduksi, sehingga celah energi perpindahannya semakin sedikit (Nora et al., 2023). Hasil perolehan nilai band gap penelitian ini tidak jauh berbeda dengan penelitian Aztifa et al., (2023) dengan penambahan Fe₃O₄ yang menghasilkan nilai band gap 2.51 eV. Berdasarkan perhitungan nilai *band gap* yang didapatkan mengkonfirmasi bahwa sampel PANI dan PANI/Fe₃O₄ merupakan semikonduktor karena memiliki rentang *band gap* pada 0.35 - 4 eV (Tyas et al., 2017).

PENUTUP

A. Simpulan

Sintesis pasir besi gunung Galunggung, Jawa Barat menghasilkan material Fe₃O₄ yang terlihat pada pengujian menggunakan XRD dengan puncak-puncak difraksi pada sudut 2 theta yaitu 31.03°, 35.35°, 58.59°, 62.08 ° dengan ukuran rata-rata kristalinitasnya sebesar 15.40 nm. Hasil pengujian energi bandgap PANI dan PANI/Fe₃O₄ berada pada rentang semikonduktor yang masing masing berada pada nilai 2.9 eV dan 2.6 eV. Dengan adanya penambahan Fe₃O₄ berpengaruh terhadap penurunan energi band gap.

B. Saran

Pada sintesis pembuatan Fe₃O₄ harus pada ruang tertutup karena Fe₃O₄ mudah teroksidasi dan menyebabkan kegagalan dalam sintesis, selain itu perlu dilakukan pengujian lanjut mengenai energi band gap menggunakan Uv-DRS karena sampel berbentuk serbuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Aboobakri, E., & Jahani, M. (2020). Graphene oxide/Fe₃O₄ /polyaniline nanocomposite as an efficient adsorbent for the extraction and preconcentration of ultra-trace levels of cadmium in rice and tea samples. *Research on Chemical Intermediates*, 46, 5181-5198.
- Aztifa, N., Darvina, Y., & Hidayat, R. (2023.). Analysis of The Optical Properties Of The Synthesis Of Fe₃O₄ /PANI Nanocomposites With The Sol-Gel Method Using Spin Coating. *Pillar of Physics* |, 18(1), 18-28. <https://doi.org/10.24036/14332171074>
- Boeva, Z. A., & Sergeev, V. G. (2014). Polyaniline: Synthesis, properties, and application. *Polymer Science - Series C*, 56(1), 144-153. <https://doi.org/10.1134/S1811238214010032>
- Christie Gosal, L., Ch Tarore, R., & Karongkong, H. H. (2018). Studi Perencanaan Wilayah dan Kota, P., Analisis Spasial Tingkat Kerentanan Bencana Gunung Api Lakon di Kota Tomohon. In *Jurnal Spasial* (Vol. 5, Issue 2).
- Nofianti, N., Ulianas, A., & Kurniawati, D. (2023). Sintesis Polianilin (PANI) yang di Doping Besi (III) Oksida Menggunakan Metode Fotopolimerisasi. *Periodic*, 12(3), 8-12.
- Puspitaningrum, T., & Ariswan, A. (2017). Penentuan Band Gap dan Konduktivitas Bahan Semikonduktor Lapisan Tipis Sn (S₀, 8Te₀, 2) Dan Sn (S₀, 6Te₀, 4) Hasil Preparasi Dengan Teknik Evaporasi Termal. *Jurnal Ilmu Fisika dan Terapannya (JIFTA)*, 6(3), 159-165.
- Restianingsih, T., Mutia Anggraini, R., & Deswardani, F. (2024). Sintesis Dan Karakterisasi Nanokomposit Fe₃O₄ / TiO₂ Berbasis Pasir Besi Batanghari. *JoP*, 9(2), 12-17.
- Tarigan, A. (2015). Rehabilitasi lahan pertanian tertutup abu vulkanik erupsi Gunung Sinabung. *Pertanian Tropik*, 2(3), 157198.
- Tri Rahmawati, D., Hari Kusumawati, D., & Rohmawati, L. (2015). Variasi Penambahan Fe₃O₄ Pada Paduan PANI/Fe₃O₄ Sebagai Bahan Penyerap Gelombang Mikro.
- Wardiyati, S., Ari Adi, W., Didin Sahidin Winatapura Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, dan, Puspipstek, K., & selatan, T. (2018). Sintesis dan Karakterisasi Microwave Absorbing Material Berbasis Ni-SiO₂ dengan Metode Sol-Gel. In *Jurnal Fisika* (Vol. 8, Issue 2).
- Wulandari, R. F., & Putri, N. P. (2021). Sintesis Soluble Polianilin dengan Variasi Jenis dan Konsentrasi Dopan. In *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika* (Vol. 09, Issue 02).