

Sintesis dan Karakterisasi Komposit PANi-SiO₂ dengan Pengisi Gel SiO₂ dari Pasir Bancar Tuban

Regina Gaby Lastiana Dyana dan Triwikantoro

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

e-mail: triwi@physics.its.ac.id

Abstrak—Sintesis dan karakterisasi komposit PANi-SiO₂ dengan pengisi gel SiO₂ telah dilakukan dengan menggunakan metode polimerisasi in-situ. Gel SiO₂ disintesis dari silika hasil pemurnian pasir Bancar Tuban menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi sebanyak 5gr, 10gr dan 15 gr. Selanjutnya PANi – Gel SiO₂ disintesis dengan 2 jenis metode yaitu metode stirrer dan ultrasonik. Pada penelitian ini komposit PANi - gel SiO₂ dikarakterisasi menggunakan X-ray Diffractometer (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan SEM-EDX. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa fasa terbentuk selama sintesis PANi – gel SiO₂ adalah semikristalin (amorf + kristal). Dalam pengamatan secara mikrostruktur, penambahan gel SiO₂ dalam proses sintesis komposit PANi - SiO₂ mempengaruhi sifat dan struktur kehomogenan dari komposit PANi - SiO₂ menjadi lebih homogen. Kehomogenan struktur komposit PANi - SiO₂ ditandai dengan jarak antar partikelnya yang sempit dan persebaran unsur Si yang merata dalam komposit PANi - SiO₂ ketika variasi kandungan Si pada gel SiO₂ semakin banyak. Sedangkan berdasarkan metode yang digunakan untuk mensintesis komposit PANi - SiO₂ didapatkan hasil bahwa komposit PANi - SiO₂ metode stirrer memiliki struktur yang lebih homogen daripada komposit PANi - SiO₂ metode ultrasonik.

Kata Kunci—Amorf, Komposit, Kopresipitasi, Silika, Ultrasonik.

I. PENDAHULUAN

PADA era modern saat ini, perkembangan dunia riset dan penelitian sedang mengalami kemajuan yang sangat pesat. Perkembangan riset dan penelitian tersebut dapat dilihat dari munculnya berbagai teknologi terbaru yang bermanfaat bagi umat manusia. Dalam bidang material dan bahan, salah satu material yang banyak dikembangkan dalam penelitian saat ini adalah material komposit. Komposit merupakan suatu material hasil kombinasi makroskopis dari dua atau lebih material yang berbeda, dengan tujuan untuk mendapatkan sifat-sifat dan karakteristik tertentu yang lebih baik daripada sifat masing-masing komponen penyusunnya. Salah satu jenis komposit yang banyak diteliti pada saat ini adalah komposit PANi – SiO₂.

Komposit PANi – SiO₂ sesuai dengan namanya, terdiri atas Polianilin (PANi) dan Silika (SiO₂). Polianilin (PANi) adalah salah satu bahan polimer konduktif yang banyak dikaji dalam dua dekade terakhir karena sifat fisika dan kimianya yang khas yaitu stabil dalam lingkungan, konduktivitas listriknya yang baik dan harga yang rendah. Polianilin telah banyak digunakan sebagai bahan pelapis anti korosi pada logam. Hal

tersebut dikarenakan polianilin mampu menciptakan proteksi katodik melawan lingkungan yang agresif dengan cara menghambat proses oksidasi logam pada mekanisme terjadinya korosi [1] Polianilin dapat dihasilkan dari sintesis reaksi secara kimia dan elektrokimia. Sintesis secara kimia menghasilkan polianilin dalam bentuk serbuk, sedangkan sintesis secara elektrokimia menghasilkan polianilin dalam bentuk lapisan tipis atau film [2].

Sedangkan Silika (SiO₂) merupakan senyawa terbanyak penyusun kerak bumi pada saat ini yaitu sebesar 60,6%. Silika bisa didapatkan dari pasir silika yang jumlahnya melimpah di Indonesia atau dari limbah penghancuran gelas dan kaca, juga dari bahan organik seperti abu sekam padi, dan abu tebu. Dalam bentuk aplikasinya, silika seringkali dibuat dalam bentuk gelas, kristal, gel, aerogel, fumed silika dan silika koloid (Aerosil) [3]. Silika dalam Tabel periodik termasuk golongan IV yang memiliki sifat ketahanan abrasi yang baik, isolator listrik yang baik, dan stabilitas termal yang tinggi [4]. Dikarenakan PANi memiliki sifat termal yang kurang baik, silika yang memiliki sifat mekanik yang baik, inert dan tahan terhadap temperatur tinggi, maka jika dikompositkan kedua material tersebut akan didapatkan komposit PANi – SiO₂ yang memiliki sifat gabungan dari kedua material tersebut.

Pada beberapa penelitian sebelumnya mengenai sifat dan struktur komposit PANi -SiO₂ nano dengan SiO₂ yang digunakan berbentuk serbuk menghasilkan bahwa ketika diamati menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) tampak bahwa terjadi aglomerasi atau penggumpalan antara PANi sendiri dan silika sendiri. Sehingga komposit PANi – SiO₂ yang dihasilkan menjadi kurang homogen [5]. Ketidakhomogenan struktur komposit PANi – SiO₂ tersebut kemungkinan diakibatkan karena struktur silika berbentuk serbuk sehingga kurang mudah melarut ketika disintesis bersama larutan PANi.

Pada penelitian ini dibuat komposit PANi – SiO₂ dengan penambahan Gel SiO₂ sebagai pengisi (filler). Dengan menggunakan metode ini diharapkan bahwa komposit PANi – SiO₂ yang terbentuk memiliki struktur yang lebih homogen. Pada penelitian ini dibuat komposit PANi – SiO₂ dengan variasi banyaknya massa silika mikro yang dimasukkan dalam proses kopresipitasi untuk membuat gel SiO₂ yaitu sebanyak 5gr, 10gr dan 15gr. Selain itu, digunakan pula variasi cara pembuatan komposit PANi – gel SiO₂ yaitu menggunakan metode stirrer dan ultrasonik.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis Mikrosilika

Sintesis mikrosilika dalam penelitian ini meliputi tiga tahapan yaitu preparasi pasir silika, proses *milling* dan proses *leaching*. Pada tahapan preparasi pasir silika, pasir silika bancar dicuci menggunakan aquades sebanyak 5 kali pencucian. Pencucian ini bertujuan untuk mengurangi unsur NaCl dan pengotor dalam pasir silika. Selanjutnya dilakukan proses separasi magnetik menggunakan magnet batang untuk menghilangkan unsur besi (Fe) yang ada pada pasir silika.

Proses *Ball milling* selanjutnya dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan silika dalam orde mikro. Prinsip dasar dari proses *milling* ini adalah untuk mereduksi ukuran partikel. Proses *Ball milling* dilakukan menggunakan metode *wet milling* dan menggunakan bola *milling* berupa bola zirkonia. Metode *wet milling* ini dilakukan dengan menggunakan media alkohol, dimana perbandingan bahan (gr) : bola Zirkonia (gr) : alkohol (ml) adalah sebesar 3 : 5 : 5/3. Dalam penelitian ini proses *ball milling* dilakukan selama 120 menit dengan kecepatan 150 rpm dimana dalam setiap 1 jam proses, *Ball milling* berhenti selama 30 menit. Setelah proses *Ball milling* telah dilakukan, sampel kemudian dikeringkan dalam oven.

Pada proses *leaching* silika hasil *Ball milling* direndam dalam larutan HCl 2 M dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam, kemudian diendapkan selama ±12 jam hingga terbentuk endapan yang warnanya coklat kekuningan. Pada proses ini, perbandingan pasir silika dan HCl adalah sebesar 1:10. Tujuan dilakukannya proses *leaching* ini adalah untuk mengurangi impuritas atau ketidakmurnian unsur lain yang masih ada dalam pasir silika. Sehingga didapatkan silika yang memiliki tingkat kemurnian lebih tinggi. Setelah proses ini maka didapatkan serbuk silika mikro atau mikrosilika.

B. Sintesis Gel SiO₂

Terdapat 2 tahapan dalam proses sintesis gel SiO₂, yaitu tahap pembentukan larutan Natrium Silikat (Na₂SiO₃) dan tahap pembentukan Gel SiO₂ (Si(OH)₄) dengan menggunakan metode kopresipitasi. Pembentukan larutan Natrium Silikat (Na₂SiO₃) dilakukan dengan cara melarutkan serbuk silika mikro kedalam larutan NaOH 7M menggunakan *magnetic stirrer* dengan temperatur 225°C dalam waktu 2 jam. Hasil dari proses tersebut yang berupa kristal sodium silikat kemudian dilarutkan kembali dengan aquades sebanyak 200 ml menggunakan *magnetic stirrer* dan disaring menggunakan kertas saring hingga didapatkan larutan Natrium Silikat (Na₂SiO₃). Dalam penelitian ini digunakan variasi banyaknya serbuk silika mikro yang dilarutkan adalah sebanyak 5gr, 10gr dan 15gr.

Selanjutnya dalam tahap pembentukan Gel SiO₂ larutan Natrium silikat yang telah diendapkan selama ±3jam diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dititrasi dengan HCl 2M hingga pH larutan mencapai 7 dan terbentuk larutan keruh serta gel berwarna putih. Selanjutnya, sampel dibiarkan mengendap selama 24 jam. Setelah 24 jam, gel yang sudah mengendap dalam larutan dicuci menggunakan aquades sebanyak 15 kali untuk menghilangkan kandungan NaCl yang ada pada gel akibat yang terbentuk pada proses sebelumnya. Selanjutnya, larutan disaring menggunakan kertas saring

sehingga yang didapatkan hanya berupa endapan gel SiO₂. Gel SiO₂ yang terbentuk tersebut kemudian didiamkan dan disimpan dalam wadah tertutup agar tidak mengering.

C. Sintesis Komposit PANi – SiO₂

Komposit PANi - SiO₂ dalam penelitian ini di sintesis menggunakan 2 jenis metode yaitu metode *stirrer* dan metode ultrasonik.

1) Sintesis komposit PANi - SiO₂ dengan metode *stirrer*

Anilin dan DBSA dilarutkan kedalam aquades sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada suhu 0°C hingga warna larutan menjadi putih, larutan ini kemudian disebut sebagai larutan monomer. Disisi lain, Amonium Peroxydisulfat (APS) dilarutkan ke dalam aquades dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit hingga warna menjadi bening, larutan ini disebut sebagai larutan inisiator. Selanjutnya, proses polimerisasi dilakukan dengan cara menambahkan SiO₂ kedalam larutan monomer yang berada pada gelas labu sambil di aduk menggunakan *stirrer*. Kemudian dalam larutan tersebut ditetesi sedikit demi sedikit larutan inisiator sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga warna larutan menjadi hijau tua. Larutan tersebut kemudian distirrer selama ± 8 jam pada suhu 0°C. Dari proses ini terbentuklah larutan PANi – SiO₂. Dalam penelitian ini digunakan variasi berupa Gel SiO₂ yang dimasukkan dalam larutan monomer yaitu: Gel 5gr SiO₂, Gel 10gr SiO₂ dan Gel 10gr SiO₂. Setelah proses tersebut selesai, maka larutan PANi/SiO₂ dicuci dengan aquades hingga bening dan kemudian dicuci dengan aseton. Setelah itu, larutan disaring dengan menggunakan kertas saring.

2) Sintesis komposit PANi - SiO₂ dengan metode ultrasonik

Dalam mensintesis komposit PANi – SiO₂ dengan menggunakan metode ultrasonik, langkah awal yang dilakukan hampir sama dengan cara sintesis menggunakan metode *stirrer*. Pertama-tama Anilin dan DBSA dilarutkan kedalam aquades sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada suhu 0°C hingga warna larutan menjadi putih, larutan ini kemudian disebut sebagai larutan monomer. Disisi lain, Amonium Peroxydisulfat (APS) dilarutkan ke dalam aquades dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit hingga warna menjadi bening larutan ini disebut sebagai larutan inisiator. Selanjutnya, proses polimerisasi kemudian dilakukan dengan cara menambahkan Gel SiO₂ ke dalam larutan monomer yang berada pada gelas labu sambil di aduk menggunakan *stirrer*. Kemudian dalam larutan tersebut ditetesi sedikit demi sedikit larutan inisiator hingga warna larutan menjadi hijau tua dan di *stirrer* selama ± 1 jam pada suhu 0°C. Selanjutnya, larutan PANi - SiO₂ yang telah distirrer selama ±1 jam tersebut yang ada di dalam gelas beker dipindahkan kedalam *ultrasonic cleaner* dan dilakukan proses ultrasonikasi selama ±8 jam. Dalam sintesis menggunakan metode ultrasonikasi ini digunakan variasi yang sama dengan ketika sintesis menggunakan metode *stirrer*, yaitu berupa Gel SiO₂ yang dimasukkan dalam larutan monomer adalah Gel 5gr SiO₂, Gel 10gr SiO₂ dan Gel 10gr SiO₂.

D. Formulir Copyright

Karakterisasi dari material yang telah dihasilkan yaitu dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Fourier-Transform Infrared Ray* (FTIR), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), SEM-EDX.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Pemurnian Pasir Silika

Material alam yang digunakan dalam penelitian ini adalah Pasir Silika dari Pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur. Pemilihan penggunaan Pasir Bancar sebagai bahan dasar penelitian ini didasari karena kandungan unsur silika yang tinggi pada pasir tersebut. Pemurnian pasir silika dalam penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk dapat meningkatkan kandungan unsur silika (Si) dalam pasir silika. Untuk mengetahui unsur apa saja yang terkandung dalam pasir silika tersebut maka dilakukan karakterisasi *X-ray Fluorescence* (XRF). Berikut adalah hasil karakterisasi XRF setelah dilakukan proses pemurnian pasir silika :

Tabel 1.

Hasil Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) setelah dilakukan proses pemurnian.

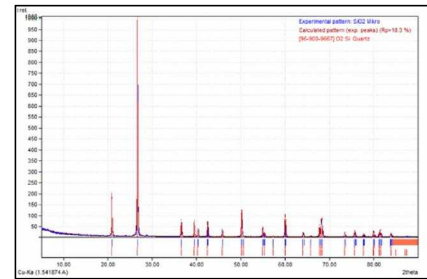
No	Unsur	Presentase (%)
1.	Si	89,77
2.	Al	1,76
3	P	0,69
4	Cl	0,41
5	S	0,38
6	Ca	5,42
7	Fe	0,28
8	Zr	0,19
9	Ti	0,21
10	Zn	0,01

Berdasarkan hasil karakterisasi XRF pada setelah melalui proses pemurnian kandungan unsur Si meningkat dari 68,2 % menjadi 89,77 %. Peningkatan kandungan unsur Si dapat terjadi karena adanya proses *leaching* menggunakan HCl 2M. Larutan HCl merupakan larutan asam kuat yang bersifat korosif, sementara SiO₂ memiliki sifat yang tidak mudah bereaksi dengan larutan asam klorida. Sehingga, ketika SiO₂ di *leaching* dalam larutan HCl 2M, yang hilang atau berkurang adalah unsur-unsur selain Si seperti unsur Fe yang nilai kandungannya menurun dari 2,68 % menjadi 0,28 %. Oleh karena itulah, kandungan Si setelah pemurnian menjadi lebih tinggi.

Selain terjadinya penurunan dan peningkatan jumlah kandungan suatu unsur dalam SiO₂ setelah pemurnian, tampak pula muncul beberapa unsur baru setelah dilakukannya proses sintesis. Beberapa unsur baru tersebut, yaitu Al, P, Cl, S dan Zr. Unsur Zr dapat muncul karena adanya proses *ballmilling*. Dimana ketika proses *milling*, bola *milling* yang terbuat dari zirkonia juga ikut terkikis. Sedangkan unsur Al dan Zn diduga muncul karena adanya kontaminasi saat silika hasil sintesis digerus dengan mortar dan penggunaan spatula besi untuk mengambil sampel mikrosilika.

Material silika yang dihasilkan dari proses pemurnian pasir Bancar Tuban adalah serbuk silika dengan skala mikro atau serbuk mikrosilika. Serbuk mikrosilika tersebut selanjutnya dikarakterisasi *X-Ray Diffractometer* (XRD) dengan tujuan untuk mengetahui

fasa yang terbentuk setelah dilakukan pemurnian. Setelah dilakukan karakterisasi XRD terhadap serbuk mikrosilika, maka didapatkan pola difraksi sebagai berikut :

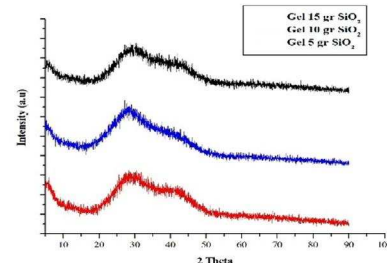


Gambar 1. Hasil Karakterisasi XRD dari serbuk Mikrosilika

Gambar 1 tersebut menunjukkan hasil karakterisasi XRD mikrosilika yang dilakukan pada rentang sudut 2θ dari 5° hingga 90°. Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan menggunakan software *Match!* pada hasil karakterisasi XRD tersebut diketahui bahwa serbuk mikrosilika memiliki fasa tunggal yaitu fasa *Quartz*.

B. Hasil Karakterisasi *X-Ray Diffractometer* (XRD) Gel SiO₂

Pada proses sintesis mikrosilika didapatkan hasil sintesis mikrosilika berbentuk serbuk. Serbuk mikrosilika tersebut selanjutnya dikopresipitasi dengan cara melarutkan serbuk silika mikro dalam larutan NaOH 7M. Hasil dari proses kopresipitasi ini berupa Gel SiO₂. Dalam proses pembuatan gel ini, silika mikro yang dilarutkan divariasikan massanya yaitu sebesar 5gr, 10gr dan 15 gr. Sehingga, hasil akhir gel yang didapatkan juga terdapat 3 variasi yaitu gel 5gr SiO₂, gel 10gr SiO₂, dan gel 15gr SiO₂. Gel SiO₂ yang didapatkan dari hasil kopresipitasi selanjutnya di karakterisasi XRD yang bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk dalam Gel SiO₂ tersebut. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD pada gel SiO₂ didapatkan pola difraksi sebagai berikut :

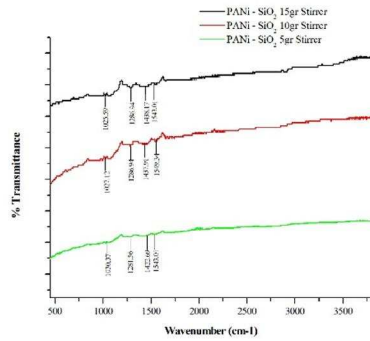
Gambar 2. Hasil Karakterisasi XRD Gel SiO₂ dengan Variasi Massa SiO₂

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD pada Gambar 2, tampak bahwa pola difraksi dari gel SiO₂ setelah kopresipitasi memiliki fasa amorf. Dikatakan memiliki masa amorf karena pola difraksinya memiliki bentuk puncak yang lebar dan memiliki intensitas yang rendah (~100–250 counts) pada rentang sudut 2θ antara 22° hingga 48°. Pada penelitian sebelumnya oleh Nittaya dan Chaironi mengenai SiO₂ hasil kopresipitasi yang di XRD dalam bentuk serbuk menunjukkan pola difraksi yang lebar dengan intensitas rendah pada 2θ antara 22°-23° hingga 30°. Sehingga, apabila dibandingkan akan diketahui bahwa dalam penelitian ini muncul puncak difraksi baru pada rentang 2θ dari 35° hingga 48°. Munculnya puncak baru pada pola difraksi silika gel hasil kopresipitasi pada penelitian ini diduga karena ketika proses pengujian sampel uji masih berupa gel sehingga

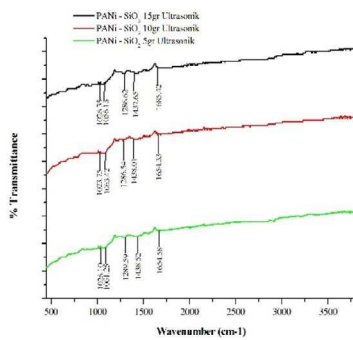
masih terdapat kandungan H₂O didalamnya. Sedangkan pada penelitian sebelumnya, pengujian dilakukan pada Gel SiO₂ yang telah dikeringkan menjadi serbuk.

C. Hasil Karakterisasi Fourier Transform Infrared (FTIR)

Karakterisasi spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) pada penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk dapat menganalisis dan mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada Polimer PANi dan Komposit PANi - SiO₂. Adapun hasil dari karakterisasi spektroskopi FTIR yang telah dilakukan pada material tersebut adalah sebagai berikut :



Gambar 3. Hasil Karakterisasi FTIR Komposit PANi-SiO₂ Stirrer



Gambar 4. Hasil Karakterisasi FTIR Komposit PANi-SiO₂ Ultrasonik

Berdasarkan hasil karakterisasi spektroskopi FTIR pada Gambar 3 dan 4 tampak bahwa terdapat puncak spektra yang muncul pada bilangan gelombang tertentu. Berikut merupakan data spektra yang muncul pada material komposit PANi - SiO₂ hasil sintesis menggunakan metode *stirrer* dan metode ultrasonik.

Tabel 3.

Data spektra yang muncul pada material Komposit PANi-SiO₂ yang disintesis menggunakan metode *stirrer*.

Referensi [6]	PANi-SiO ₂ 5gr	PANi-SiO ₂ 10gr	PANi-SiO ₂ 15gr	Gugus Fungsi
1000-1130	1030,37	1027,12	1025,59	Si-O-Si Stretching
1250-1020	1281,56	1288,02	1286, 94	C-N stretch of (Q-B-Q)
1500-1400	1422,69	1437,91	1438,17	C=C Benzenoid Ring Stretch (N-B-N)
1760-1540	1543,01	1549,34	1543,01	C=N Stretch of Quinoid Ring (N=Q=N)

Tabel 4.

Data spektra yang muncul pada material Komposit PANi-SiO₂ yang disintesis menggunakan metode ultrasonik

Referensi [6]	PANi-SiO ₂ 5gr	PANi-SiO ₂ 10gr	PANi-SiO ₂ 15gr	Gugus Fungsi
1000-1130	1026,10	1023,75	1026,35	Si-O-Si Stretching

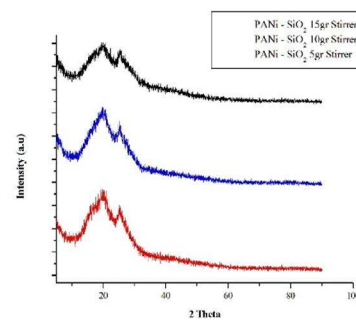
1250-1020	1289,59	1286,54	1288,62	C-N stretch of (Q-B-Q)
1500-1400	1438,52	1438,01	1437,65	C=C Benzenoid Ring Stretch (N-B-N)
1760-1540	1654,58	1654,33	1685,42	C=N Stretch Of Quinoid Ring (N=Q=N)

Pola serapan (absorpsi) komposit PANi-SiO₂ pada Gambar 3 dan 4 secara umum cenderung mirip dengan pola serapan PANi. Hal tersebut menunjukkan bahwa penambahan Gel SiO₂ dalam proses sintesis komposit PANi-SiO₂ tidak merubah struktur matriks dari polianilin akan tetapi memunculkan gugus fungsi baru. Adanya pola serapan pada rentang panjang gelombang 1000-1130 cm⁻¹ menunjukkan adanya pola serapan gugus fungsi Si-O-Si (Siklosan) yang merupakan karakteristik dari SiO₂.

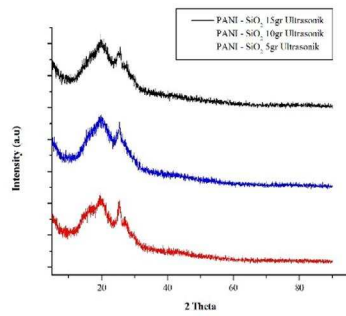
Apabila dibandingkan antara kedua pola serapan gugus fungsi C=C *Quinoid Ring Stretch* antara komposit PANi-SiO₂ *Stirrer* dan ultrasonik, tampak bahwa terjadi pergeseran spektra panjang gelombang. Pergeseran tersebut diakibatkan karena adanya perbedaan kondisi suhu lingkungan saat proses sintesis dilakukan. Pada proses sintesis secara *stirrer*, komposit PANi-SiO₂ disintesis pada suhu 0° sedangkan pada proses sintesis secara ultrasonik, komposit PANi-SiO₂ disintesis pada lingkungan yang suhunya cenderung suhunya makin bertambah ketika proses ultrasonik yang dilakukan semakin lama. Peningkatan suhu air yang merupakan media saat proses ultrasonik dapat menghilangkan adanya doping DBSA dalam larutan komposit PANi-SiO₂ dan menjadikan larutan komposit menjadi tidak konduktif. Hilangnya doping DBSA ini menjadikan intensitas vibrasi cincin quinoid lebih tinggi daripada intensitas vibrasi cincin benzenoid. Hal ini menunjukkan struktur PANi berubah dari emeraline menjadi pernigraniline. Karena hal tersebutlah, maka pola serapan gugus fungsi C=C *Quinoid Ring Stretch* pada komposit PANi-SiO₂ ultrasonik seolah-olah mengalami pergeseran.

D. Hasil Karakterisasi X-Ray Diffractometer (XRD) Komposit Polianilin (PANi) - SiO₂

Komposit Polianilin (PANi) - SiO₂ pada penelitian ini disintesis menggunakan 2 metode yaitu metode *stirrer* dan metode ultrasonik. Serbuk komposit PANi - SiO₂ hasil sintesis dengan 2 jenis metode tersebut selanjutnya dikarakterisasi XRD dengan tujuan untuk dapat mengetahui fasa yang terbentuk dalam material tersebut. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD didapatkan pola difraksi sebagai berikut :



Gambar 5. Hasil Karakterisasi XRD Komposit PANi-SiO₂ Stirrer



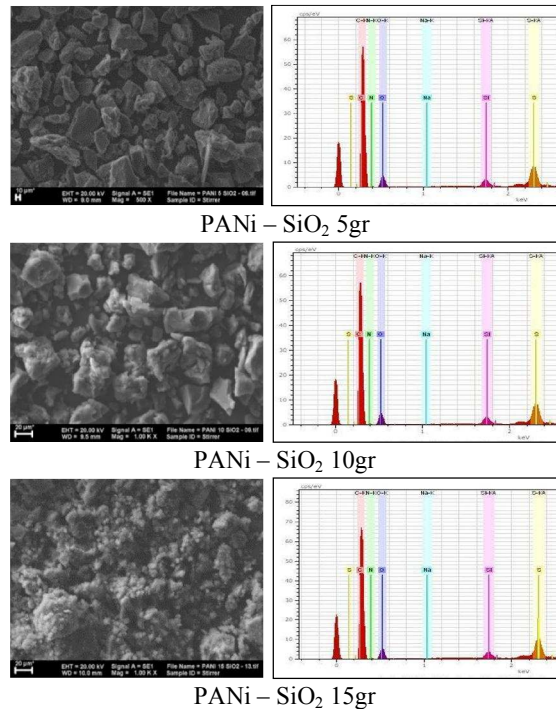
Gambar 6. Hasil Karakterisasi XRD Komposit PANi-SiO₂ Ultrasonik

Berdasarkan karakterisasi XRD tersebut, diketahui bahwa pola difraksi komposit PANi - SiO₂ yang terbentuk berupa kristal parsial atau semikristalin. Pola difraksi tersebut identik dengan pola difraksi polinilin dan Gel SiO₂. Pada penelitian sebelumnya diketahui polianilin memiliki pola difraksi yang berbentuk semikristalin dengan tiga puncak kuat pada posisi 2θ = 15,87° ; 20,78° dan 25,64° (Zuhri et.al.,2013). Pada komposit PANi-SiO₂ hasil sintesis tampak bahwa terjadi sedikit pergeseran posisi puncak difraksi. Dimana pada komposit PANi-SiO₂ *stirrer* pada semua variasi puncak kuat difraksi terdapat pada posisi 18°, 20° dan 25°, sedangkan pada komposit PANi-SiO₂ ultrasonik pada semua variasi puncak kuat difraksi terdapat pada posisi 18,5°, 19,8° dan 25°.

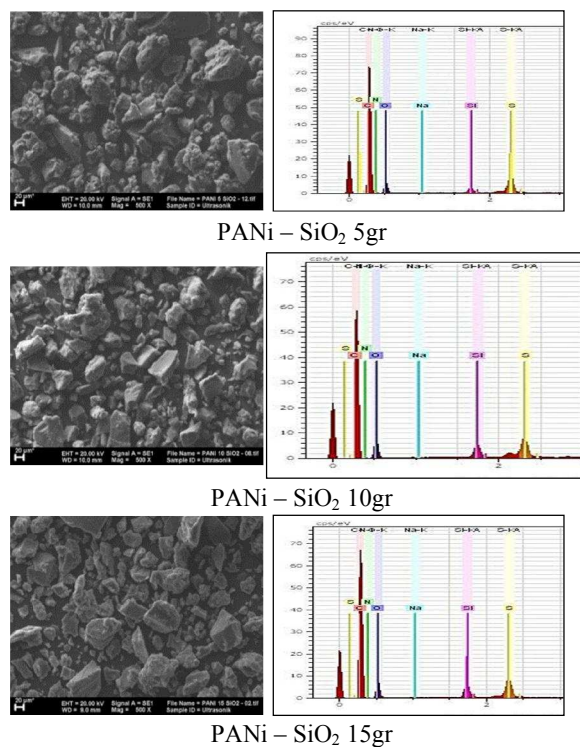
E. Hasil Karakterisasi SEM-EDX Komposit Polianilin (PANi) - SiO₂

Karakterisasi SEM-EDX dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui struktur morfologi dan presentase unsur yang ada pada sampel komposit PANi - SiO₂. Pada penelitian ini, pengujian SEM-EDX dilakukan pada sampel komposit PANi - SiO₂ yang distirrer menggunakan metode stirrer dan ultrasonik. Dari hasil karakterisasi SEM-EDX tersebut selanjutnya dapat diketahui kehomogenan dari komposit PANi - SiO₂ tersebut.

Pada hasil karakterisasi SEM - EDX pada Gambar 7 dan 8 tampak bahwa sebagian besar silika mengalami aglomerasi disekitar partikel polianilin. Aglomerasi partikel silika di sekitar partikel polianilin tersebut dapat terjadi akibat terbentuknya *cross link* antara PANi dan SiO₂ pada saat dilakukan proses polimerisasi in-situ dalam penelitian. Pada penelitian ini, prose sintesis komposit PANi-SiO₂ dimulai dengan pembuatan larutan monomer yang terdiri atas aquades, anilin, DBSA dan Gel SiO₂. Dimana DBSA dalam hal ini bertindak sebagai dopan. Interaksi antara DBSA dengan partikel SiO₂ dalam larutan monomer menghasilkan template atau tempat untuk terjadinya proses emulsi. Penambahan oksidan yang larut dalam air, yaitu APS pada larutan monomer ini kemudian mengakibatkan proses polimerisasi dalam larutan mulai berlangsung. Dimana proses polimerisasi tersebut dimulai dari melekatnya cincin Anilin pada template yang terbentuk dari dopan dan gel SiO₂. Secara mikrostruktur, melekatnya cincin anilin pada template yang terbentuk dari dopan dan gel SiO₂ dapat diamati dengan adanya aglomerasi partikel silika di sekitar partikel polianilin.



Gambar 7. Hasil Karakterisasi SEM –EDX Komposit PANi - SiO₂ yang Disintesis Menggunakan Metode Ultrasonik



Gambar 8. Hasil Karakterisasi SEM –EDX Komposit PANi - SiO₂ yang Disintesis Menggunakan Metode Ultrasonik

Pada Gambar 7 dan 8 di samping terlihat pula bahwa jumlah silika yang beraglomerasi di sekitar partikel polianilin akan semakin banyak seiring dengan semakin banyaknya kandungan silika dalam Gel SiO₂. Dengan semakin banyaknya aglomerasi silika di sekitar partikel polianilin tersebut maka jarak antar partikel dalam mikrostruktur PANi-SiO₂ akan menjadi semakin dekat dan ukuran partikel dalam komposit menjadi semakin merata. Hal tersebut. Semakin dekatnya jarak antar

partikel dan semakin meratanya ukuran partikel yang ada dalam mikrostruktur komposit tersebut merupakan parameter bahwa komposit tersebut memiliki struktur yang homogen.

Kehomogenan struktur komposit PANi-SiO₂ dalam penelitian ini dapat diakibatkan karena adanya variasi metode pembuatan kompositnya. Jika diamati secara mikrostruktur pada Gambar 7 dan 8 tersebut terlihat bahwa struktur mikro dari komposit PANi-SiO₂ yang di sintesis menggunakan metode stirrer tampak lebih homogen daripada komposit PANi-SiO₂ yang di sintesis menggunakan metode ultrasonik. Hal tersebut tampak dari jarak antar partikel pada komposit PANi – SiO₂ yang di sintesis menggunakan metode stirrer memiliki jarak antar partikel yang dekat dan persebaran partikelnya lebih merata.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh kesimpulan bahwa penambahan gel SiO₂ pada sintesis komposit PANi-SiO₂ menghasilkan struktur homogen dengan adanya aglomerasi silika disekitar polianilin. Semakin banyaknya aglomerasi silika di sekitar partikel polianilin mengakibatkan jarak antar partikel dalam mikrostruktur PANi-SiO₂ akan menjadi semakin dekat dan sebaran partikel dalam komposit menjadi semakin merata, sehingga struktur komposit PANi-SiO₂ menjadi lebih homogen.

Komposit PANi-SiO₂ yang disintesis menggunakan metode stirrer lebih homogen daripada komposit PANi-SiO₂ yang disintesis menggunakan metode ultrasonik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Zuhri, A.A., others. 2013. "Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit PANi/SiO₂ sebagai Pelapis Tahan Korosi". Jurnal Inovasi Fisika Indonesia Vol 2.
- [2] Permana, A., Darminto, D. 2012. "Fabrikasi Polianilin-TiO₂ dan Aplikasinya sebagai Pelindung Anti Korosi pada Lingkungan Statis, Dinamis dan Atmosferik". Jurnal Fisika dan Aplikasinya Vol 8 Isu 1.B.
- [3] Zainuri, M., Munasir, M., Triwikantoro, T., Darminto, D. 2012. "Perbandingan Massa Kalium Hidroksida pada Ekstraksi SiO₂ Orde Nano berbasis Bahan Aam Pasir Kuarsa". Dalam Prosiding Seminar Nasional Sains dan Pendidikan
- [4] Akbar, Sulthoni. 2010."Sintesis Silika Amorf Berbasis Pasir Bancar Alam Slopeng menggunakan Metode Alkalifusion". FMIPA ITS Surabaya.Y
- [5] Aristia.G.A.G, Triwikantoro, Suminar P. 2012, "Sifat Korosi Komposit PANi/SiO₂ Bervariasi Struktur Pada Larutan Salinitas Tinggi". ITS : Surabaya
- [6] Chomari, M.N. 2011. "Sintesis dan Karakterisasi PANi/(HCl ; H₂SO₄) dan Nanopartikel Fe₃O₄". Surabaya : ITS-Skripsi.