

# SINTESIS POLIANILIN YANG DIPERKAYA $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DARI PASIR BESI LOKAL SULAWESI TENGGARA UNTUK APLIKASI BAHAN ANTI RADAR

Ardin Anton<sup>1)</sup>, M. Nalis<sup>1)</sup>, C. C. N. Taswito<sup>1)</sup>, La Agusu<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Halu Oleo  
Chemiztryardhyn@yahoo.co.id

<sup>2)</sup>Program Studi Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Halu Oleo  
la\_agusu@yahoo.com

## Abstract

*This research is aimed to develop the radar absorbing material based on polyaniline enriched by  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> synthesized from the sandstone.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is, then, derived from calcination process of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> powder at the temperature of 400-600°C. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> powder itself is extracted from the local sandstone of South East Sulawesi area by using the co-precipitation method with both HCl and NH<sub>4</sub>OH act as the solvent and precipitation agent, respectively. The polyaniline is synthesized from its monomer, aniline, where both HCl and NH<sub>4</sub>OH are also used as a dopant and an oxydator agent, respectively. Effect of reaction pH on the crystal size of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> is also investigated. The XRD spectrum shows that a rather high purity of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> in nano size is being achieved at the pH value of 8 and 9. However, at a rather low pH value (6.5 and 7.5), the additional weak peaks in XRD spectrum shows the existence other metal compounds impurity. The crystal sizes is approximately ~8.01 and 11.07 nm for pH value of 8 and 9. The VSM measurement result shows that the saturated magnetization value of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> is 24.45 emu/g. The Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> is calcined at temperature of 500°C for 3 hours to get  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Finally, the polyaniline- $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites were synthesized using an insitu polymerization method where the weight contents of  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> are 5, 10, 15, and 20 percent. Those materials will be useful as a prospective application in radar absorbing materials technology at frequency ranges of 9-17 GHz.*

**Keywords:** polyaniline,  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, co-precipitation, sandstone, radar absorbing materials

## 1. PENDAHULUAN

Polimer konduktif dan komposisinya telah menarik perhatian para peneliti bidang material karena keluasan bidang aplikasinya seperti LED organik, solar sel, sensor, baterai, perisai interferensi gelombang elektromagnetik, dan bahan anti radar. Keunggulan lainnya adalah murah, mudah untuk disintesis, praktis dalam penggunaan, dan cenderung stabil.

Teknologi radar terus berkembang terutama menyangkut frekuensi dan lebar pita operasinya. Oleh karenanya riset tentang bahan anti radar penting untuk digalakkan terus disamping untuk kebutuhan langsung saat ini, juga untuk mengantisipasi perkembangan teknologi

radar masa depan yang terus menuju pada frekuensi makin tinggi.

Untuk aplikasi ini, polimer konduktif biasanya diperkaya dengan berbagai tipe ferrit, karbon black, karbon nanofiber, serta kombinasinya. Polianilin menjadi salah satu yang banyak diteliti disamping polimer konduktif lain seperti polipirol, polietilen, polinilon, poliutirena, dan lain-lain, karena konduktivitasnya yang sangat tinggi setelah *didop* terutama dengan HCl dan para-Toluena Sulphonic Acid (PTSA).

Polianilin yang diperkaya dengan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan hasil yang menarik yaitu persentase kandungan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berpengaruh tidak hanya pada daya adsorpsi gelombang elektromagnetik tapi juga pada pergeseran frekuensi operasinya (Wang, dkk., 2008).

## 2. METODE

Metodologi yang dilakukan meliputi pendekatan dan proses tata kerja dari rangkaian kegiatan penelitian yang akan dilakukan. Kegiatan ini meliputi dua tahapan, yaitu kegiatan lapangan dan laboratorium. Kegiatan lapangan dalam rangka pengambilan sampel pasir besi. Sedangkan kegiatan laboratorium meliputi preparasi sampel pasir besi dan anilin, ekstraksi  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dengan metode kopresipitasi, sintesis PANI yang diperkaya  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , dan karakterisasi hasil sintesis yaitu dengan menggunakan alat XRD, FTIR, SEM dan VSM.

Adapun alat yang digunakan yaitu pipet volume berbagai ukuran, gelas kimia berbagai ukuran, labu takar, pipet ukur berbagai ukuran (pyrex), erlenmeyer, oven (Gallen kamp Civilab Australia), timbangan analitik (Explorer Ohaus: max, 210 g, min 0,1 mg), cawan petri, statif, Klem, Buret 50 ml, magnet permanen, Magnet stirer, stirer, hot plate, termometer dan pH meter. Sedangkan bahan yang digunakan yaitu pasir besi alam Buton Utara, Anilin, NaOH teknis,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  Amonium Peroksidisulfat, HCL 37%,  $\text{HNO}_3$ , Metanol,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , aluminium foil, kertas saring, akuabides.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dan silikon oksida ( $\text{SiO}_2$ ) (Sholihah, 2010). Maghemite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) yang terkandung dalam pasir besi dapat diekstraksi dengan proses *hydrothermal oksidation* dilakukan dengan cara melarutkan pasir besi dengan bahan katalis asam pada suhu  $90^\circ\text{C}$  sampai larutan mengering. Kemudian dilanjutkan dengan proses oksidasi yaitu pemanasan pada suhu tinggi. Katalis asam yang biasa digunakan adalah HCL,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dan  $\text{HNO}_3$ . Pembuatan  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dari pasir besi lokal Sultra yang di ambil di daerah Buton Utara dengan proses *hydrothermal oksidation*.

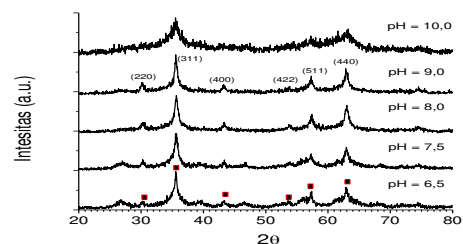
Pada tulisan ini  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  disintesis dengan proses kalsinasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

sendiri disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi. HCL digunakan sebagai katalis dalam melarutkan pasir besi.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disintesis dengan beberapa variasi pH yaitu 6,5, 7,5, 8, 9, dan 10, yang mana masing-masing 20 gr pasir besi dicuci dengan etanol untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik dari pasir besi tersebut, dilanjutkan dengan pencucian menggunakan etanol. Pengeringan sampel pasir besi menggunakan oven pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 24 jam ,

Pasir besi yang telah kering dilarutkan dalam HCL 12,06 M sebanyak 50 ml. Setelah proses penyaringan filtratnya diambil dan dilanjutkan dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  6,5 M secara perlahan-lahan. Penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dihentikan saat pH telah mencapai nilai 6,5, 7,5, 8, 9, dan 10. Proses pengadukan dengan terus dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu konstan  $70\text{-}80^\circ\text{C}$  hingga terbentuk endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dapat tertarik oleh magnet (seperti pada Gambar 1). Endapannya diambil dan dicuci dengan akuades sampai bau  $\text{NH}_4\text{OH}$  telah hilang. Kemudian dilakukan pemanasan pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 24 jam untuk menghasilkan bubuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan variasi pH berbeda telah tersedia.



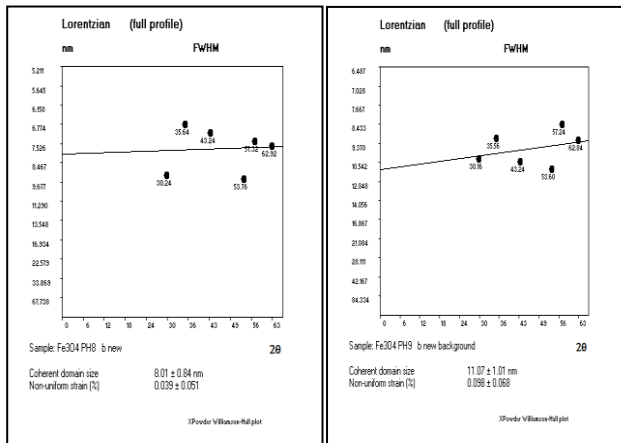
Gambar 1. Senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  di lengketkan dengan magnet permanen



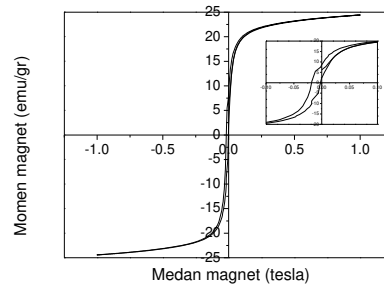
Gambar 2 Spektrum XRD untuk sampel dengan pH berbeda (6,5, 7,5, 8, 9, dan 10)

Untuk membuktikan terbentuknya kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , maka pengujian awal dilakukan dengan XRD, termasuk menentukan struktur dan ukuran kristalnya. Spektrum XRD sampel yang dihasilkan pada pH berbeda dapat dilihat pada Gambar 2. Tanda kotak pada Gambar 2 menunjukkan puncak difraksi Kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Pada pH 8 dan 9 puncak difraksi kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sangat dominan yang mengindikasikan ketiadaan pengotor ataupun logam-logam lain. Hal berbeda jika melihat spectrum pada pH 6,5 dan 7,5 seperti saat  $2\theta = 28^\circ$  pengotor muncul agak signifikan. Sedangkan pada pH 10 puncaknya terlihat melebar yang mengindikasikan ukuran kristal yang lebih kecil atau bahkan berupa amorf.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat disimpulkan terjadi pada pH 8 dan pH 9.

Ukuran kristal ditentukan menggunakan software XPOWDER dengan profile Lorentzian yang dapat dilihat pada Gambar 3. Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada pH 8 adalah  $8,01 \pm 0,84$  nm, sedangkan pada pH 9 didapatkan  $11,07 \pm 1,01$  nm.

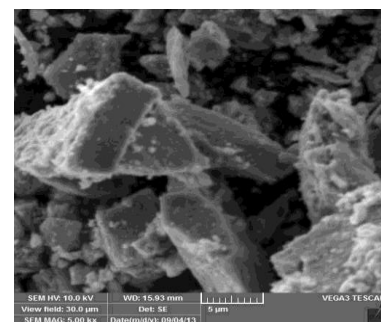


**Gambar 3.** Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada pH 8 dan 9 dengan menggunakan software XPOWDER dengan profile Lorentzian



**Gambar 4** Kurva histeresis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disintesis pada pH 8.

Bubuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dihasilkan pada pH 8 dikalsinasi dengan cara pemanasan tanur listrik pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 3 jam untuk membentuk  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Pemilihan kondisi pH 8 ini dikuatkan juga oleh pengukuran magnetisasi dengan VSM (vibrating sample magnetometer) seperti diperlihatkan pada Gambar 4. Magnetisasi jenuh sebesar 24,45 emu/g. Suhu tersebut merupakan suhu yang lazim digunakan untuk menghasilkan  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Penampakan permukaan  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dianalisis dengan pengukuran menggunakan SEM. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 5. Tingkat kemurnian hasil sintesis dapat dilihat dari analisis SEM-EDX terhadap permukaan sampel pada area tertentu seperti diperlihatkan pada Tabel 1. Hasil analisis XRD tentang terbentuknya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan tingkat kemurnian tinggi dikuatkan oleh hasil pada Tabel 1. Kandungan Fe dalam sampel mencapai 72,3%. Logam pengotor yang muncul adalah Ti, Cr, dan Mg dengan kadar sekitar 3,1, 2,2 dan 2,1.



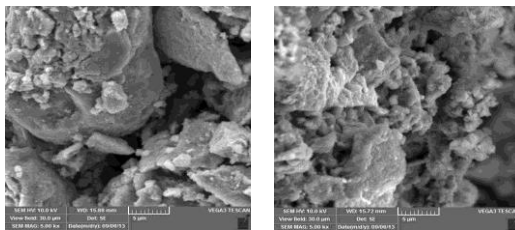
**Gambar 5.** Analisis  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  menggunakan SEM pada perbesaran 5000  $\mu\text{m}$

Tabel 1 Kandungan unsur dalam  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dianalisis dengan SEM-EDX

Element	wt. %
Fe	72,3

O	4.1
Ti	3.1
Cr	2.2
Mg	2.1
C	1.9

Komposit polianilin-  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang disintesis dengan *instu* polimerisasi dianalisis pendahuluan dengan penampakan permukaan (SEM). Gambar 6 dapat membuktikan secara tidak langsung terbentuknya polianilin yang menyelubungi bulir  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Ketika kadar  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tinggi yaitu 15%, penampakan permukaan didominasi oleh permukaan halus berarti butir logam, sementara saat polianilin lebih dominan yakni  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hanya 5% permukaan pada hasil SEM lebih didominasi pori dan bentuk tak halus yang berarti polimer. Hasil SEM-EDX lebih menguatkan lagi terbentuknya gabungan polimer dan kristal Fe seperti dilihat pada Tabel 2.



Gambar 6 Hasil SEM untuk kandungan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 15% (kiri) dan 5% (kanan)

Tabel 2 Hasil SEM-EDX pada komposit PANI- $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

	$\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5%	$\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 15%
	Kandungan (%)	Kandungan (%)
Komponen		
Fe	70.5	84.6
O	15.2	1
Ti	1.3	1.7
Cr	1.3	1.7
Mg	1.3	0.8
Cr	7.1	1.6
Cl		5.2

#### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan uraian di atas dapat disimpulkan bahwa

- Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam ukuran nanometer dengan tingkat kemurnian dan juga sifat magnetik yang tinggi dihasilkan pada pH 8.
- Ukuran kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dihasilkan yaitu 8,01±0,84 pada pH 8 dan 11,07±1,01 untuk nilai pH reaksi 9.
- Komposit polianilin- $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> telah dapat disintesis dengan metode insitu polimerisasi menggunakan HCl 0,5 M sebagai dopan.

#### 5. REFERENSI

- Ariski P.H. 2009, *Kajian transformasi antar fasa pada komposit nano Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*. Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya..
- Ansari R. 2006. *Application of Polyaniline and its Composites for Adsorption/Recovery of Chromium (VI) from Aqueous Solutions*. Acta Chim. Slov. Hlm 88–94.
- Bijaksana S. 2002. *Analisa Mineral Magnetik dan Masalah Lingkungan*. Jurnal Geofisika. Hlm 90-201.
- Huang J. 2006. *Syntheses and Applications of Conducting Polymer Polyaniline Nanofibers*. Pure Appl. Chem. Hlm 15–27.
- Hubber, T., Saville, P., and Edwards, D. 2003. *Investigations into the Polyaniline and Polypyrrole Families of Conducting Polymers for Application as Radar Absorbing Materials*, DRDC Atlantic TM 2003-005, Defence R&D Canada.
- Sholihah L.K. 2010. *Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang Berasal Dari Pasir Besi dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Bahan Komersial (Aldrich)*. Tugas Akhir. Jurusan Fisika F-MIPA ITS. Surabaya.
- Wang Zhongzhu. Bi Hong. Liu J. Sun Tao. Dan Wu x., 2008. *Magnetic and microwave absorbing properties of polyaniline/g-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite*. Journal of Magnetism and Magnetic

Materials 320 (2132–2139).  
Department of Chemistry and  
Department of Electronic  
Engineering , Anhui University,  
Hefei 230039, China.