

MORFOLOGI DAN SIFAT LISTRIK *FILM* NANOKOMPOSIT PANi/HCl/Fe₃O₄

Nugrahani Primary Putri^{1,2*}, Darminto²

Fisika FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, Surabaya, Indonesia^{1*}
primarypu3@yahoo.com

Fisika FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia²

Abstrak

Sintesis *film* nanokomposit PANi/HCl/Fe₃O₄ telah dilakukan menggunakan metode elektrokimia galvanostat dengan elektroda nikel sebagai katoda dan elektroda karbon sebagai anoda. Sintesis dilakukan dengan arus 4mA selama 30 menit, dengan variasi volume penambahan ferofluida terhadap volume anilin. Keberadaan fasa *iron oxide* telah dikonfirmasi dengan hasil karakterisasi EDX. Sedangkan morfologi permukaan sampel dapat dilihat dari hasil karakterisasi SEM. Nilai konduktivitas listrik sampel menurun dengan penambahan Fe₃O₄.

Katakunci: nanokomposit PANi/HCl/Fe₃O₄, galvanostat

1. Pendahuluan

Teknologi modern membutuhkan material baru yang mempunyai sifat-sifat yang lebih baik. Penelitian di bidang material berukuran nano dalam beberapa tahun ini sangat banyak dilakukan mengingat luasnya aplikasi material nano di bidang mikroelektronik, sensor, sistem optik non linier dan semikonduktor. Polimer konduktif dan elektroaktif adalah material baru yang sangat diminati oleh para peneliti dikarenakan sifat listrik dan magnetnya yang unik serta kemudahan cara sintesisnya. Salah satu jenis polimer konduktif yang banyak diteliti adalah polianilin karena mempunyai kestabilan lingkungan yang lebih tinggi dan kemudahan proses sintesis serta pendopingannya, dibandingkan dengan polimer konduktif lainnya.

Selain sebagai material tunggal, penelitian juga difokuskan pada komposit dari polimer konduktif sebagai upaya untuk mendapatkan material baru dengan aplikasi yang lebih luas. Kekurangan polimer konduktif ini adalah sifat magnetiknya yang tidak begitu baik, hal ini dapat diatasi dengan membuat kompositnya dengan bahan magnetik semisal Fe₃O₄. Bahan Fe₃O₄ bersifat ferrimagnetik yang dalam keadaan murni nilai magnetisasi jenuh dapat mencapai 65 emu/g. Peningkatan konduktivitas listrik dan respon magnetik yang cukup baik, membuat bahan komposit polianilin-Fe₃O₄ dapat diaplikasikan secara luas baik sebagai *electrochromic device*, *electromagnetic interference shielding* dan penyerap gelombang mikro.

Penelitian komposit berbasis polianilin telah banyak dilakukan, di antaranya oleh Xiao *et al.* (2007) melakukan preparasi nanokomposit polianilin - Fe₃O₄ dengan metode *novel Pickering emulsion route*, dan mempelajari sifat listrik, magnetik serta morfologinya. Hasil karakterisasi memperlihatkan bahwa ternyata baik nilai

konduktivitas maupun morfologinya tergantung pada rasio volum toluena terhadap air dan jumlah Fe₃O₄ di dalam sampel. Nilai saturasi magnetisasi menurun sesuai dengan penurunan jumlah Fe₃O₄ di dalam sampel. Saboktakin *et al.* (2008) mensintesis nanokomposit polianilin/poli(p-hidroksianilin)/Fe₃O₄ (PANi/PHAN/Fe₃O₄) dengan metode reaksi kimia. Hasil karakterisasi dengan SEM memperlihatkan bahwa nanokomposit PANi/PHAN/ Fe₃O₄ sangat sensitif terhadap suhu, terlihat pula bahwa nanopartikel Fe₃O₄ terdistribusi homogen di dalam matriks PANi/PHAN.

Berdasarkan penelitian-penelitian di atas, maka peneliti akan melakukan proses sintesis nanokomposit polianilin-Fe₃O₄ dengan metode yang berbeda, yaitu menggunakan metode elektrokimia galvanostatik. Metode ini akan menghasilkan sampel berbentuk *film* sehingga mudah diaplikasikan dalam bentuk divais mikroelektronik (*microelectronic device*).

2. Metode yang diterapkan

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah saringan plastik, magnet permanen, gelas beker, gelas ukur, pipet, neraca digital, alat pemanas dan pengaduk magnetik, termometer, corong, dan kertas saring untuk mensintesis partikel nano Fe₃O₄. Galvanostat (sumber arus), elektroda plat nikel sebagai anoda dan elektroda karbon sebagai katoda untuk mensintesis *film* nanokomposit PANi/HCl/Fe₃O₄. Untuk pengukuran konduktivitas listrik menggunakan multimeter. sedangkan SEM+EDX digunakan untuk mempelajari morfologi permukaan sampel dan komposisi unsur yang terkandung dalam *film*. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir besi, larutan HCl dan larutan NH₄OH

untuk proses sintesis partikel nano Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi. Tetrametil ammonium hidroksida (TMAH) digunakan sebagai surfaktan dalam proses pembuatan ferrofluida. Larutan monomer anilin dan larutan elektrolit HCl digunakan dalam proses elektrokimia untuk pembentukan *film* nanokomposit PANi/HCl/ Fe_3O_4 .

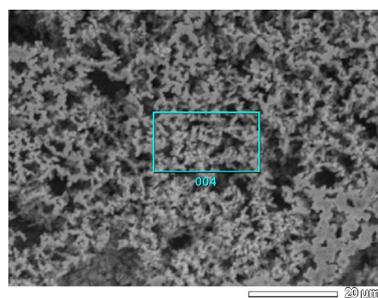
2.2 Sintesis *film* nanokomposit PANi/HCl/ Fe_3O_4 .

Proses sintesis *film* nanokomposit PANi/HCl/ Fe_3O_4 dilakukan dengan metode elektrokimia galvanostatik. Larutan monomer aniline, larutan HCl dan ferrofluida dicampurkan ke dalam gelas beker dengan variasi persen volum ferrofluida terhadap anilin sebesar 0% sampai 25%. Campuran tersebut dipolimerisasi menggunakan galvanostat dengan nikel sebagai elektroda mitra (anoda / CE) dan karbon sebagai elektroda kerja (katoda / WE). Elektroda nikel berbentuk plat tipis dan elektroda karbon berbentuk balok tipis. Arus sintesis yang diberikan sebesar 4 mA dengan waktu sintesis selama 30 menit. Nanokomposit PANi/HCl/ Fe_3O_4 yang terbentuk akan melekat pada elektroda karbon dalam bentuk lapisan yang memiliki ketebalan puluhan mikrometer.

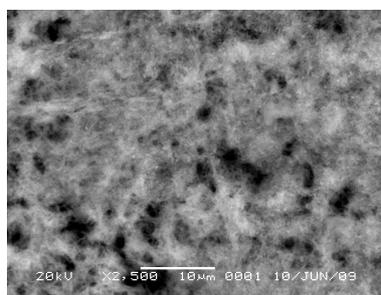
3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisis struktur dan elemen permukaan

Karakterisasi struktur permukaan sampel dilakukan menggunakan SEM dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar.1.



(a)



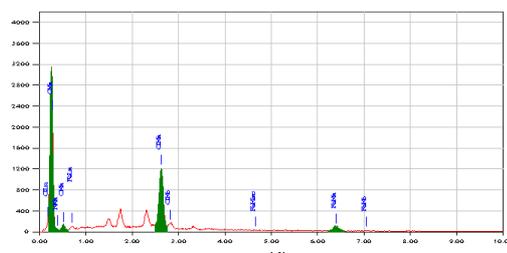
(b)

Gambar.1. Struktur permukaan hasil karakterisasi SEM: (a) lapisan PANi/HCl perbesaran 1500x

dan (b) *film* nanokomposit 20% PANi/HCl/ Fe_3O_4 perbesaran 2500x.

Dari Gambar.1. dapat dilihat bahwa terdapat pori-pori (porositas) yang merata pada permukaan sampel. Perbedaan warna pada gambar tidak mencerminkan ragam unsur didalam sampel. Sedangkan untuk nanokomposit PANi/HCl/ Fe_3O_4 , dengan perbesaran yang berbeda tetap terlihat keberadaan pori pada sampel yaitu daerah berwarna hitam. Ukuran dan distribusi partikel Fe_3O_4 tidak dapat terdeteksi pada hasil SEM ini.

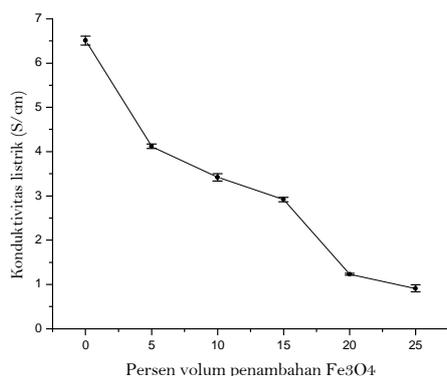
Hasil EDX memperlihatkan keberadaan unsur Fe dan O di permukaan sampel, yang dapat dilihat pada Gambar 2, namun tidak dapat dipastikan fasa apa yang terbentuk karena perbandingan Fe dan O bervariasi. Pada spektrum EDX ini kita dapat mendeteksi keberadaan puncak C pada 0,277 keV, N pada 0,382 keV, O pada 0,525 keV, Cl pada 2,621 keV dan puncak spektrum Fe pada 6,398 keV. Tetapi selain unsur-unsur dari sampel nanokomposit PANi/HCl/ Fe_3O_4 , terdapat pula beberapa unsur lain sebagai impuritas dalam substrat karbon, seperti Aluminium dan Natrium. Unsur H tidak dapat dideteksi karena terlalu ringan. Puncak C merupakan puncak spektrum tertinggi, selain karena sampel banyak mengandung unsur C, yaitu dari PANi ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$)_y, Asetonitril (CH_3CN), dan TMAH ($\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}$), juga dikarenakan substrat yang digunakan adalah karbon (grafit). Spektrum tertinggi kedua adalah spektrum unsur Cl, hal ini dikarenakan doping yang dipergunakan pada nanokomposit adalah HCl.



Gambar 2. Spektrum EDX untuk sampel *film* nanokomposit 20% PANi/HCl/ Fe_3O_4

3.2 Analisis Konduktivitas Listrik

Hambatan total (R_t) yang terukur oleh multimeter digunakan untuk menentukan nilai konduktivitas listrik sampel sesuai langkah dan persamaan yang tertulis pada Bab 3. Hasil perhitungan nilai konduktivitas seluruh sampel dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar.3. Nilai konduktivitas listrik (S/cm)

Dari grafik dapat dilihat bahwa nilai konduktivitas listrik (σ) PANi/HCl sebesar $(6,51 \pm 0,1)$ S/cm, nilai tersebut lebih rendah bila dibandingkan dengan penelitian terdahulu yang menggunakan metode dan parameter sintesis yang sama (Noviyanti, 2007). Hal ini dapat disebabkan beberapa alasan, salah satunya adalah perbedaan metode pengukuran konduktivitas. Penelitian sebelumnya menggunakan metode *4-point probe* untuk mengukur konduktivitas PANi/HCl dan mendapatkan nilai σ sebesar 20 S/cm. Ukuran sampel yang sangat kecil pada penelitian ini mengakibatkan pengukuran konduktivitas listrik dengan metode *4-point probe* tidak dapat dilakukan. Sedangkan nilai konduktivitas listrik untuk sampel nanokomposit berturut-turut sebesar $(4,12 \pm 0,05)$ S/cm, $(3,42 \pm 0,08)$ S/cm, $(2,92 \pm 0,05)$ S/cm, $(1,23 \pm 0,02)$ S/cm dan $(0,91 \pm 0,03)$ S/cm. Nilai tersebut lebih besar bila dibandingkan dengan penelitian lainnya, yang menggunakan metode metalurgi serbuk dalam sintesis nanokomposit PANi/HCl/Fe₃O₄ (Pradhana, 2009). Perbedaan metode sintesis ini dapat menyebabkan terjadinya perbedaan nilai konduktivitas listrik, karena kuantitas partikel Fe₃O₄ yang ditambahkan juga berbeda.

Penurunan nilai konduktivitas listrik pada nanokomposit dikarenakan sifat insulator partikel Fe₃O₄ (Xue, 2006 dan Alam, 2007). Hal ini disebabkan karena ukuran partikel Fe₃O₄ yang lebih besar bila dibandingkan dengan ion Cl⁻, sehingga terjadi pemutusan ikatan antar rantai yang mengakibatkan penurunan koherensi/kopling antar rantai polimer. Pergerakan muatan yang melompati ujung rantai (yang mempunyai ikatan N – Cl⁻) akan terhambat dengan keberadaan partikel Fe₃O₄.

4. Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat diambil kesimpulan bahwa walaupun keberadaan fasa Fe₃O₄ di dalam sampel tidak dapat dibuktikan, tetapi dari hasil analisis elemen permukaan, dapat dipastikan keberadaan unsur Fe dan O di dalam sampel. Dengan penambahan persentase Fe₃O₄

dapat menurunkan nilai konduktivitas listrik lapisan PANi/HCl.

5. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih diberikan kepada Bpk. Suminar Pratapa, M.Sc, Ph.D dan Ibu Sri Mulyani, M.Si atas kritik dan masukan yang telah diberikan. Kepada pihak Pusat Penelitian Geologi (PPGL) Bandung, yang telah membantu pengambilan data SEM/EDX, dan kepada semua pihak yang tidak dapat disebutkan di makalah ini.

6. Pustaka

- Alam, Javed, (2007). Effect of Ferrofluid Concentration on Electrical and Magnetic Properties of the Fe₃O₄/PANI Nanocomposites", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol 314.
- Noviyanti, Ririn, (2007). *Studi Pengaruh Waktu, Arus dan Tegangan Polimerisasi Terhadap Konduktivitas Listrik Polianilin Hasil Sintesis Polianilin Dengan Metode Galvanostatik*. Universitas Negeri Surabaya.
- Pradhana, I. Gusti B., (2009). *Sintesis Komposit Nano Polianilin Fe₃O₄ dan Karakterisasi Sifat Listrik dan Magnetiknya*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Xiao, Qi, Xiaoke Tan, Lingling Ji, Jing Xue, (2007), Preparation and characterization of polyaniline/nano-Fe₃O₄ composites via a novel Pickering Emulsion Route, *Synthetic Metals*, vol 157.
- Xue, Wenyang, Kun Fang, Hong Qiu, Jing Li, Weimin Mao, (2006), Electrical and Magnetic Properties of Fe₃O₄-Polyaniline Nanocomposite Pellets Containing DBSA-doped Polyaniline and HCl-doped Polyaniline With Fe₃O₄ Nanoparticles, *Synthetic Metals*, vol 156.